

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERRI DE TIZI-OUZOU

FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE



THÈSE DE DOCTORAT ES SCIENCES
SPECIALITE : Physique
OPTION : Physique des Matériaux

Présentée par :
Sekoura FENTAZI, Epouse ISSAOUN

Influence des éléments d'addition sur le comportement
microstructural et mécanique de l'alliage de type B206

Thèse conjointement dirigée par M. Bournane et Y. Sadaoui

Devant le jury d'examen composé de :

Moukdad Rabah	Professeur	UMMTO	Président
Bournane Mohamed	Professeur	UQAC	Rapporteur
Sadaoui Youcef	MC/A	UMMTO	Co-rapporteur
Bradai Djamel	Professeur	USTHB	Examineur
Alili Baya	Professeur	USTHB	Examineur
Bourahla Boualem	Professeur	UMMTO	Examineur

Résumé

Le présent travail vise à étudier l'influence de l'ajout du magnésium sur la performance des alliages de fonderie Aluminium-Cuivre de type B206. Dans ce contexte, des observations microstructurales et des caractéristiques mécaniques ont été déterminées pour deux états des alliages considérés : tel que coulé et après une mise en solution solide sursaturée suivie d'un vieillissement naturel.

Pour la réalisation de ce travail, des alliages de type B206 modifiés à différentes teneurs en magnésium ont été élaborés par fusion. La modification de la composition chimique a été réalisée en ajoutant des alliages aux lingots de référence B206 fondus dans des fours en carbure de silicium. Avant d'être coulé, le métal reçoit un affinement des grains à l'aide du composé TiB_2 et pour assurer l'homogénéisation des additifs, le métal a été dégazé en ajoutant de l'argon pur.

Après la coulée des échantillons, différents essais ont été réalisés pour déterminer les caractéristiques mécaniques de traction, de dureté, de microdureté et de résilience.

L'observation de la microstructure par microscopie optique révèle l'existence de plusieurs phases intermétalliques. La composition chimique des composés est déterminée à l'aide d'une microanalyse locale, sous observation d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système d'analyse d'images. Les résultats ont été confirmés par la diffraction des rayons X. L'analyse des résultats obtenus par calorimétrie à balayage différentiel montre l'existence de quatre réactions principales lors du processus de solidification de ces alliages.

A l'état brut de coulée, l'augmentation de la teneur en magnésium conduit à l'élévation de la fraction volumique de la phase Mg_2Si qui précipite essentiellement aux joints de grains. Les précipités de cette phase se dissolvent au niveau de joints de grains et prennent naissance d'une manière homogène à l'intérieur de la matrice mère suite respectivement, à une mise en solution solide et à un vieillissement naturel. Il a été aussi observé que leur fraction volumique augmente au fur et à mesure de la croissance de la concentration de magnésium pour les alliages vieillis. En plus de l'addition du magnésium, ce vieillissement améliore la résistance mécanique des alliages considérés.

Abstract

The aim of the present work is to study the influence of Mg addition on the performance of cast Aluminum-Copper B206 type alloys.

In this study, microstructural observation and mechanical characteristics has been determined in the as-cast conditions and after solid solution followed by natural aging.

The modified alloys B206 are prepared by fusion with different magnesium contents. The chemical composition was modified by adding master alloys to molten B206 ingots in a silicon carbide crucible, using an electrical resistance furnace. All alloys were grain refined by adding the TiB₂. In order to obtain a homogeneous mixture, the metal is degassed by the injection of pure argon.

After the casting of the samples, various tests performed out to determine the mechanical characteristics such as tensile, hardness, microhardness and impact test.

The optical microscope observation reveals the existence of several intermetallic phases. The chemical composition of these metal compounds is determined using a coupled SEM–energy dispersive spectroscopy analysis (EDS). These results were confirmed by X-ray diffraction (XRD). The analysis of the results obtained by differential scanning calorimetry (DSC), show the existence of four main reactions during the solidification process of these alloys.

In the as-cast condition, the increase of the Mg content leads to the elevation of the volume fraction of the Mg₂Si phase, which precipitates essentially at the grain boundaries. The precipitates of this phase dissolve during solid solution treatment, then beginning homogeneously in the matrix after natural aging. Also, it has been observed that their volume fraction increase as the concentration of Mg increase for aged alloys. In addition of Mg content, this aging improves the resistance to deformation of the alloys considered.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Génie Electrique de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou en collaboration avec le Centre Universitaire de la Recherche sur l'Aluminium à l'Université de Québec à Chicoutimi au Canada.

Je tiens à remercier très vivement Mr BOURNANE Mohamed, Professeur de physique au Centre Universitaire de la Recherche sur l'Aluminium à l'Université de Chicoutimi d'avoir proposé et suivi ce travail de recherche et qui m'a transmis son savoir et ses connaissances scientifiques.

Je remercie Mr. SADAoui Youcef, Maitre de Conférences de m'avoir accueillie au sein de son Laboratoire à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou qui a co-encadré ce travail de thèse.

Sans oublier Monsieur Kh. A. RAGAB Métallurgiste à l'Université de Québec à Chicoutimi de m'avoir aidé pour réaliser ce travail.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance à Monsieur MOKDAD Rabah, Professeur au département de physique, à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi- Ouzou, qui a bien voulu me faire honneur de présider le jury de cette thèse.

Je tiens à remercier les membres de jury, Monsieur BOURAHLA Boualem Professeur à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, Monsieur BRADAI Djamel et Madame ALILI Baya, Professeurs à l'Université des Sciences et Technologies Houari Boumediene d'Alger, d'avoir acceptés de faire partie du jury de ce travail.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, je citerai, particulièrement, Monsieur S. BOUDINAR de m'avoir aidé et mis à ma disposition les moyens de caractérisations par Microscopie électronique à balayage, sans oublier Monsieur T. IMARZOUKEN ingénieur de chimie au Laboratoire LPCM, de m'avoir aidée dans la préparation des échantillons destinés à la caractérisation des alliages étudiés.

Merci à Mr. N. Nait SADI de m'avoir fait la DSC à l'Université de Savoie en France, sans oublier le Professeur BOUTMEUR Madjid.

En fin je remercie ma famille et mon mari pour leurs encouragements et leur soutien le long de ce travail.

Table à matière

RESUME

REMERCIEMENTS

LISTE DE FIGURES

LISTE DE TABLEAUX

INTRODUCTION

0. Introduction.....	1
1. Objectifs du travail.....	4
2. Motivation de ce travail	4
3. Structure de la thèse.....	5

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.0. Introduction.....	6
I.1. Généralités sur les alliages de la famille 206.....	7
I.2. Solidification des alliages de type B206.....	9
I.2.1. Formation des intermétalliques dans les alliages Al-Cu.....	13
I.2.2. Températures de précipitation des phases dans les alliages 206.....	18
I.2.3. Microstructure et morphologie des phases dans les alliages de type B206.....	20
I.2.4. Calorimétrie à balayage différentielle (DSC).....	22
I.3. Propriétés mécaniques	24
I.3.1 Propriétés de traction des alliages de type 206.....	24
I.3.2. Indice de qualité.....	26
I.4. Traitement thermique des alliages Al-Cu de type B206.....	27
I.4.1. Mise en solution.....	28
I.4.2. Trempe.....	30
I.4.3. Vieillissement.....	30
I.5. Effet du traitement thermique sur la microstructure.....	32
I.6. Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques.....	35

CHAPITRE II

PROCEDURES EXPERIMENTALES

II.1. Composition chimique et élaboration des alliages.....	39
II.2. Elaboration des échantillons.....	40
II.3. Traitements thermiques.....	41
II.3.1. Mise en solution.....	42
II.3.2. Trempe	43
II.3.3. Vieillissement naturel.....	43
II.4. Techniques de caractérisations.....	45
II.4.1 Essais Mécaniques.....	45
II.4.1.1.Essai de traction.....	45

II.4.1.2. Essai de résilience.....	48
II.4.1.3. Essai de dureté et de microdureté.....	49
II.4.2. Analyses microstructurales.....	51
II.4.2.1. La microscopie optique.....	51
II.4.2.2. Microscope électronique à balayage (MEB).....	51
II.4.2.3. Préparation des échantillons.....	52
II.4.3. Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC).....	53
II.4.4. Diffraction des rayons X (DRX).....	54
II.4.4.1. Principe de la DRX.....	55
II.4.4.2. Analyse des spectres DRX et identification des phases.....	56

CHAPITRE III

SOLIDIFICATION ET VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU Fe ET DU Si

III. 0. Introduction.....	58
III. 1. Traitement thermique.....	59
III. 2. Propriétés mécaniques.	59
III. 2.1. Essais de traction.....	59
III. 2.1.1. Limite d'élasticité (Re)	60
III. 2.1.2. Résistance à la rupture (Rm)	61
III. 2.1.3. L'allongement à la rupture	62
III. 2.1.4. Indice de qualité.....	63
III. 2.2. Essai de résilience.....	65
III. 3. Analyse microstructurale	66
III. 4. Diffraction des rayons X	74

CHAPITRE IV

SOLIDIFICATION DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU Mg

IV.1. Microstructure.....	79
IV.1.1. Microscopie optique.....	79
IV.1.2. Microscope électronique à balayage et microanalyse (EDS).....	82
IV.1.2.1. Microscope électronique à balayage (MEB).....	82
IV.1.2.2. Microanalyse et répartition des éléments dans la microstructure.....	85
IV.2. Calorimétrie à balayage différentiel (DSC).....	92
IV.3. Analyse structurale par DRX.....	99
IV.4. Propriétés mécaniques.....	107
IV.4.1. Essai Traction.....	107
IV.4.2. Essai de dureté et microdureté.....	110
IV.4.3. Essai de résilience.....	112

CHAPITRE V

VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DE Mg

V.1. Microstructure.....	114
--------------------------	-----

V.1.1. Microscopie optique.....	114
V.1.2. Microscope électronique à balayage et microanalyse (EDS).....	116
V.3. Analyse structurale par DRX	123
V.4. Propriétés mécaniques.....	129
V.4.1. Essai de traction.....	129
V.4.2. Essai de résilience.....	132
V.4.3. Dureté Brinell et Rockwell	133

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

1. Conclusion.....	135
2. perspectives.....	137

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	138
---	------------

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Introduction

L'intérêt porté aux alliages d'Aluminium de fonderie au cours de ces dernières décennies par l'industrie n'est plus à démontrer. Ceci est motivé par plusieurs caractéristiques, à savoir : leur meilleure résistance mécanique par rapport à leur poids, comparé aux aciers qui étaient jusque là les alliages phare dans l'industrie du transport. L'Aluminium est recyclable indéfiniment, ce qui représente un gain pour l'économie. Par ailleurs, la production première de l'Aluminium à partir de la bauxite demande des énergies élevées et en terme du prix sont très coûteux. Aussi, le recyclage permet de préserver la quantité de ce matériau dans la nature. L'Aluminium à l'état pur présente des propriétés mécaniques médiocres, ce qui limite ses applications. Pour élargir ses utilisations dans divers domaines économiques, il est nécessaire de lui rajouter d'autres éléments chimiques pour former des alliages. Les éléments qu'on ajoute assez souvent à l'aluminium sont : le cuivre, le silicium, le magnésium, le zinc, ... Et cela dans le but d'obtenir de hautes propriétés mécaniques pour diverses applications industrielles. En outre, l'addition des éléments chimiques à l'aluminium, nous permet d'avoir plusieurs familles d'alliages avec de meilleures propriétés. A titre d'exemple, on cite les alliages Aluminium-Cuivre contenant entre 4 à 6% du cuivre.

Dans notre étude nous nous intéressons aux alliages Aluminium-Cuivre de type 206, appartenant au système d'Aluminium-Cuivre-Magnésium-Manganèse (Al-Cu-Mg-Mn), ce sont des alliages récents. Ils se distinguent parmi ceux de la fonderie par leurs excellentes propriétés mécaniques. Ils ont été enregistrés par l'association de l'aluminium en 1976 [1]. Comme l'alliage 201.0, l'alliage 206.0 est une modification de l'alliage français AU5GT-T4 qui a été en service pendant 80 ans [2-3]. L'équivalent américain de cet alliage est inscrit dans les normes françaises auprès de l'association de l'aluminium comme 204.0-T4. L'alliage 201.0 a été en service pendant 44 ans, il est considéré comme le plus fort alliage de fonderie, mais il contient 0.7% en poids d'argent (Ag), ce qui le rend très coûteux. Par conséquent, il est utile que si les coûts de la matière sont de considération primordiale, tels que le domaine militaire et les applications similaires.

Le but du développement de l'alliage 206.0 était de conserver autant de ductilité et de propriétés mécaniques que possède l'alliage 201.0, tout en réduisant son coût à un niveau comparable à d'autres alliages de fonderie tel que l'alliage A356.

Au cours des dernières années, les alliages 206 ont acquis leur place dans plusieurs secteurs de l'industrie. Particulièrement, dans le transport automobile et aéronautique, aussi dans l'aérospatiale. L'utilisation de ces alliages est très demandée dans les applications qui nécessitent des limites d'élasticité et ténacité élevées [4-6]. L'industrie aéronautique où la résistance mécanique est de première importance exige une grande pureté et une meilleure solidité de l'alliage. Mais, nécessite une valeur modérée de l'allongement à la rupture (ductilité) qui est entre 3% à 5% [7]. Dans l'industrie de l'automobile où l'économie de la procédure et le matériel sont plus favorables. Ce secteur exige une haute résistance au choc et donc appelé à une meilleure ductilité où des allongements de 7% ou plus sont généralement nécessaires [8].

Aujourd'hui, deux versions de plus de l'alliage ont été enregistrées [9]. A206.0 est la version de plus grande pureté, couramment utilisée dans les applications aérospatiales et qui a été utilisée dans les composants de la suspension de l'automobile comme les articulations [10]. Il est très résistant et ductile, mais il est difficile de le couler à cause de sa tendance à la fissuration à chaud [9, 11], ce micro défaut inévitable réduit considérablement la solidité et les propriétés mécaniques de la coulée [12-14]. La deuxième version est le B206 qui a été enregistré récemment. Il a été découvert suite à une étude sur l'affinage des grains pour laquelle l'objectif était de rendre l'alliage 206 moins susceptible à la fissuration à chaud [9]. Il diffère des autres alliages de la même famille par sa basse limite en titane (Ti), ce qui lui procure des grains affinés. Les recherches de Sigworth [3], montrent que le comportement de cet alliage par rapport aux déchirures à chaud est amélioré grâce à sa microstructure fine. Cette affirmation a été confirmée par Wannasin et al [11], qui ont étudié la fissuration à chaud de ces matériaux.

Il est à noter que, les propriétés finales d'une pièce après coulée dépendent de plusieurs paramètres métallurgiques ; comme son histoire de solidification et la nature des éléments d'additions présents, ainsi que leurs teneurs dans la composition chimique. Une fois que cette teneur est dépassée, et que la limite de solubilité des éléments dans l'aluminium est faible, il se forme des composés dits de seconde phase. Selon leur nature, ces derniers, peuvent être nuisibles ou pas à la qualité des pièces produites.

Comme la solubilité du cuivre et d'autres éléments tels que le magnésium dans l'aluminium diminue avec la température, on peut procéder à l'application d'un traitement thermique approprié pour améliorer les propriétés des pièces produites, en favorisant la dissolution de certains éléments dans la matrice (les atomes du cuivre et du magnésium) pour former une

solution solide sursaturée et homogène. Parmi ces traitements, le vieillissement naturel dans le traitement T4 est reconnu comme meilleur traitement pour les alliages B206.

Comme les alliages de type B206 appartient à la catégorie des métaux recyclables, ils sont souvent contaminés par le fer provenant des outils de fonderie. La solubilité de cet élément dans l'aluminium est très faible (0.052% dans l'aluminium pure), sa concentration dans la composition de l'alliage B206 est limitée à 0.1%, ce qui favorise la formation de plusieurs composés intermétalliques riches en fer. Parmi celles-ci, nous citons deux phases, β -fer et α -fer. La première (β -fer) est connue par son effet néfaste sur les propriétés mécaniques, à cause de sa forme aiguille, elle est considérée comme un site d'initiation des fissures, conduisant à une rupture précoce lors d'une sollicitation mécanique. Cependant, la deuxième phase (α -fer), est moins nuisible, grâce à sa structure compacte [15].

L'impact du fer dans les alliages de fonderie a été étudié par plusieurs chercheurs. A titre d'exemple, nous citons les travaux de Crepeau [16] pour les alliages Al-Si. En effet, l'augmentation de la teneur en fer favorise la formation de la phase β -Fe. Dans d'autres recherches, il a été constaté que l'effet nuisible de cette phase peut être neutralisé dans ces alliages par l'ajout des éléments chimiques comme le manganèse [17]. Dans le même contexte, les auteurs [18, 19] ont étudié l'effet de la teneur en fer sur la solidification de l'alliage 206. Ils ont constaté que pour une teneur massique en fer de 0.15%, l'ajout du Mn ou du Si favorise la formation de la phase sous forme script chinois en dépit de celle qui est sous forme d'aiguille. Cependant, pour une teneur de 0.3% du Fe, la combinaison des concentrations élevées en Mn et en Si est nécessaire pour transformer la phase β -fer en phase α -fer qui procure de bonnes propriétés aux matériaux. Les travaux des auteurs [20-22] ont clairement mis en évidence que la fissuration à chaud de ces alliages est proche de celle de l'alliage standard B206 tout en gardant des propriétés mécaniques largement acceptables. Ces auteurs ont constaté que l'effet nuisible du fer peut être neutralisé par l'ajout du silicium, mais, en gardant toujours des rapports de $(Fe/Si)=1$. Tseng et al [23] ont étudié l'effet de l'ajout du fer sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages de fonderie A206. En variant la teneur en fer de 0.05% à 0.25% en poids, il a été constaté que la résistance à la traction a diminué linéairement après l'application d'un traitement thermique T7, tandis que, l'allongement à la rupture diminuait de 9% à 5.6%. L'impact négatif de l'addition du fer sur la ductilité a été clairement établi en raison de la formation du réseau de plaquettes de β -CuFe.

Le magnésium rentre dans la composition des alliages 206 comme élément de trace, et il joue un rôle important dans la microstructure et sur les propriétés mécaniques. La présence de cet élément en grande teneur a été étudiée plus largement pour les alliages AlCuMg [24-

25]. La plus part de ces études ont conclu que la présence du Mg est bénéfique pour certaines propriétés mécaniques. En effet, l'augmentation de la concentration du Mg renforce la résistance des alliages, mais aussi diminue leur ductilité [26-29]. L'effet bénéfique de l'ajout de cet élément est observé surtout après l'application d'un traitement thermique.

1. Objectif du travail

L'objectif principal de ce travail consiste à étudier l'effet de la teneur des éléments d'addition tels que : le fer (Fe), le silicium (Si) et le magnésium (Mg) sur la performance de l'alliage commercial Al-Cu de type B206, par l'évaluation de leur microstructure et comportement mécanique.

L'effet de l'ajout du magnésium sur les alliages considérés a été bien illustré dans les conditions telles que coulées et après vieillissement naturel.

2. Motivation de ce travail

- Les alliages Al-Cu de type B206 possèdent de meilleures propriétés à des températures élevées par rapport à d'autres alliages de fonderie.
- Les caractéristiques de ces alliages sont comparables à celles de la fonte ductile et ils sont plus légers.
- Ces alliages sont des candidats majeurs dans l'industrie automobile, aéronautique et aérospatiale.
- Il est important de constater qu'en dépit de nombreuses recherches réalisées dans ce domaine, l'effet du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques et le comportement microstructural reste encore mal élucidé et peu compris et demeure un sujet d'actualité.
- Aussi l'impact des éléments d'addition sur la performance de ces alliages est un sujet d'actualité.
- Déterminer, à partir des résultats (courbes de contrainte-déformation) obtenus pour les alliages de type B206 étudiés, qu'ils sont des alliages ayant des propriétés de (traction) optimales dans des conditions telles que coulées et après vieillissement naturel.
- L'impact de l'addition des éléments chimiques tels que, le fer, le silicium et le magnésium sur la performance des alliages de type B206.

3. Structure de la thèse

Dans le premier chapitre, nous avons présenté l'objectif et la motivation de notre travail.

Dans le deuxième chapitre, nous exposons quelques résultats des travaux antérieurs qui ont été réalisés sur la solidification et le vieillissement des alliages de la famille 206, et leurs effets sur la microstructure ainsi que les propriétés mécaniques. Particulièrement, notre intérêt se focalise sur les alliages de type B206.

Dans le troisième chapitre, nous allons décrire les procédures expérimentales d'élaboration, les traitements thermiques appliqués, les méthodes et les techniques de caractérisations utilisées dans ce travail. À savoir, les essais mécaniques (essai de traction, essai de résilience, essai de dureté et microdureté) et l'étude de la microstructure (microscopie optique, microscope électronique à balayage). Notre travail expérimental est complété par d'autres méthodes de caractérisations, comme la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), qui permet de déterminer les températures de précipitations des différentes phases observées, et la diffraction des rayons X (DRX), pour confirmer la présence de ces phases.

Le quatrième chapitre présente la discussion des résultats obtenus sur la solidification et le vieillissement naturel des alliages de type B206 avec addition du Fe et du Si.

Le cinquième chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus sur la solidification de l'alliage de type B206 en fonction de la teneur en magnésium à l'état brut de coulée.

Le sixième chapitre est réservé aux résultats et discussion du vieillissement naturel des alliages de type B206 avec l'addition du magnésium.

Enfin, nous terminons par un chapitre qui contient une conclusion générale, qui représente une synthèse des résultats obtenus, et quelques perspectives.

CHAPITRE I
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I-0 Introduction

L'aluminium est le deuxième élément métallique le plus abondant sur la planète terre. Au début de 20^{ème} siècle, il est devenu un concurrent économique dans diverses applications industrielles. Ce métal possède de nombreuses caractéristiques qui le rendent hautement compatible avec le recyclage. Il résiste à la corrosion et conserve ainsi une valeur élevée du métal après utilisation, exposition ou stockage. Une fois produit, il peut être considéré comme une ressource permanente pour le recyclage, de préférence dans des produits similaires. C'est essentiellement un métal mou et faible qui doit être renforcé par des éléments d'additions appropriés pour former des alliages. Généralement, ces éléments qui sont ajoutés à l'aluminium et à des quantités appréciables pour augmenter sa résistance et améliorer d'autres propriétés sont limités à quatre, à savoir le magnésium, le silicium, le cuivre et le zinc. Ceux-ci sont ajoutés séparément ou en combinaison. On peut constater que ces éléments sont situés près de l'aluminium dans le tableau périodique. Le magnésium et le silicium sont ses proches voisins dans la deuxième période, tandis que le cuivre et le zinc sont des proches voisins de l'aluminium dans la prochaine période. Le magnésium a un diamètre atomique supérieur (3,190 Å) à celui de l'aluminium (2,857 Å), tandis que le silicium, le cuivre et le zinc ont des diamètres atomiques inférieurs, respectivement: 2.345 Å, 2.551Å et 2.659Å. Les différences des diamètres atomiques de ces éléments et de celles de l'aluminium sont inférieures à 15%, ce qui leur facilite la formation des solutions solides de substitution avec l'aluminium. Ces alliages constituent ainsi des nouveaux matériaux destinés à l'industrie moderne, qui exige des composants légers et résistants.

Les applications de l'aluminium sont développées dans de nombreux domaines, par exemple; les conducteurs électriques, les fenêtres et les éléments de construction, les avions, l'emballage en feuille, etc.

On distingue deux grandes catégories d'alliages; ceux de la fonderie et ceux de corroyage. Au cours de ces dernières années, plusieurs travaux de recherche ont été faits sur ces matériaux et ce sujet demeure d'actualité. Cela revient aux découvertes obtenues de jour

en jour sur leurs propriétés, particulièrement pour les alliages admettant des traitements thermiques.

La présence d'éléments d'additions procure à l'aluminium d'excellentes propriétés mécaniques même à des températures élevées. Parmi ceux-ci, les alliages de fonderie Al-Cu de type 206 connus par leurs excellentes propriétés, qui sont liées directement à leur microstructure. Elle aussi dépend des facteurs gouvernant la solidification qui sont la composition chimique et le taux du refroidissement. En effet, il a été montré qu'un taux de refroidissement modérément élevé est nécessaire pour avoir une microstructure fine. Aussi, l'application d'un traitement thermique approprié à ces alliages leur procure de meilleures propriétés mécaniques.

Ce chapitre est consacré à l'exposition des études antérieures sur la solidification et les traitements thermiques des alliages Al-Cu, et leurs effets sur les propriétés mécaniques et microstructurales.

Particulièrement dans ce travail, nous nous intéressons à l'alliage de fonderie Al-Cu de type B206, découvert récemment.

I.1 Généralités sur les alliages de la famille 206

La famille d'alliages de type 206 appartient à un groupe important de système Aluminium-Cuivre-Magnésium-Manganèse (Al-Cu-Mg-Mn). Ils sont considérés comme étant les plus résistants par rapport à d'autres alliages de fonderie [30]. A l'origine c'était l'alliage 201, qui est connu pour ses excellentes propriétés mécaniques, mais il est très coûteux parce qu'il contient une quantité appréciable d'argent (0.7%), ce qui réduit ses utilisations uniquement pour des applications de considérations primordiales telles que l'aviation et les industries militaires, dans lesquelles les matériaux sont fréquemment soumis à des températures élevées [8,31-32]. L'alliage 206.0 a été enregistré par l'association de l'aluminium (AA) en 1976 [33]. Le but de son développement était de conserver autant de ductilité et de propriétés mécaniques de la nuance 201.0, tout en réduisant les coûts à un niveau comparable à d'autres alliages de fonderie. Cette famille est principalement employée dans la production des pièces de haute qualité nécessitant de très bonnes résistances mécaniques.

Grace aux meilleures caractéristiques que possèdent ces matériaux, aujourd'hui, ils ont un grand potentiel d'utilisation dans diverses structures de l'industrie. Particulièrement, dans le transport automobile et aéronautique. L'intérêt porté à ces métaux est dû à leur faible densité

et à leur haute résistance [1]. Ainsi au renforcement de leurs propriétés par un durcissement structural pendant le vieillissement.

Les utilisations typiques des alliages 206 incluent des applications où la traction élevée et des limites d'élasticité, ténacité élevée sont nécessaires. L'industrie aéronautique est le principal consommateur de cet alliage. Ces deux marchés ont nettement différentes exigences. Le marché aéronautique où l'utilisation d'une grande pureté de l'alliage est justifiée demande une meilleure solidité, mais nécessite que la ductilité soit d'une valeur minimale seulement entre 3 à 5% [34]. Dans de telles applications, la résistance mécanique est de première importance, mais seulement une ductilité modérée est nécessaire. Dans l'industrie de l'automobile où l'économie de la procédure et le matériel sont plus favorables, on exige une grande résistance au choc et donc appelé à une meilleure ductilité où des allongements de 7% ou plus sont généralement nécessaires [35].

Aujourd'hui, deux versions de plus de l'alliage ont été enregistrées [36] A206.0 est la version de plus grande pureté, couramment utilisée dans les applications aéronautiques et qui a été utilisé dans les composants de la suspension de l'automobile comme les articulations [37]. Il est très fort et ductile, mais il est difficile de le couler à cause de sa tendance à la fissuration à chaud [11,38], ce micro défaut inévitable réduit considérablement la solidité et les propriétés mécaniques de la coulée [12-14].

Le B206 est un alliage récemment enregistré [3]. Il a été découvert suite à une étude sur l'affinage des grains pour laquelle l'objectif était de rendre l'alliage 206 moins susceptible à la fissuration à chaud [3]. Il diffère des autres alliages de la même famille par sa basse limite en titane (Ti). Les recherches de Sigworth [39] démontrent que pour une même quantité d'affineurs de grain par le composé Ti-B, la dimension des grains est deux fois plus fine lorsque le niveau de titane est limité à 0,05 % comparativement à son niveau plus élevé dans l'alliage 206 standard. Sa microstructure plus fine améliore le comportement du B206 par rapport aux fissurations à chaud. Cette affirmation a été confirmée par Wannasin et al. [11] qui ont étudié la fissuration à chaud de ces alliages.

Selon la composition chimique et la concentration de chaque élément, différentes nuances de la famille 206 ont été enregistrées. Le tableau II.1 présente les différents types d'alliages de la famille 206. Il est évident que chaque élément a une concentration bien déterminée. Le cuivre est l'élément d'addition principal, sa concentration est entre 4,2 et 5% pour toutes les nuances. D'autres éléments rentrent dans la composition, mais à de faibles concentrations comme le magnésium (0.15-0.35) et le manganèse (0.20-0.50). Le fer (Fe) et le silicium (Si), sont considérés comme des impuretés, dans cette famille, leurs origines sont diverses, telle que la

matière première, le recyclage et les outils de fonderie. Leur présence à des concentrations bien déterminées est bénéfique pour les propriétés d'utilisation. Mais, dans plusieurs cas, il se trouve que ces limites sont dépassées, surtout avec l'augmentation du recyclage. A titre d'exemple, le Fer rentre dans la composition de l'alliage B206, mais à des concentrations bien déterminées. Dans la nuance B206.0 sa teneur est limitée à 0.10%, cependant, dans la composition de B206.2 sa concentration ne dépasse pas 0.07% (toutes les concentrations en éléments sont données en % massique sauf indication contraire). L'augmentation de la concentration du Fer par rapport à sa valeur indiquée, conduit dans la plupart des cas à la détérioration des propriétés mécaniques. Ce qui rend la production des alliages à faible teneur en Fer un déficit très coûteux pour l'industrie.

Alliage	Composition (% poids)							
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Zn	Reste
206.0	0.10	0.15	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.15-0.30	0.10	0.05
206.2	0.10	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.15-0.25	0.05	0.05
A206.0	0.05	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.15-0.35	0.10	0.05
A206.2	0.05	0.07	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.15-0.25	0.05	0.05
B206.0	0.05	0.10	4.2-5.0	0.20-0.50	0.15-0.35	0.10	0.10	0.05
B206.2	0.05	0.07	4.2-5.0	0.20-0.50	0.20-0.35	0.05	0.05	0.05

Tableau II.1 Différentes nuances d'alliages de la famille 206[3].

Vu les propriétés excellentes que possède l'alliage AlCu de type B206, et son intérêt pour l'industrie, divers travaux de recherche ont été menés dans le but de neutraliser l'effet néfaste du Fer, soit par l'application des traitements thermiques appropriés ou bien par l'ajout d'autres éléments neutralisant comme le silicium et le manganèse.

I.2. Solidification des alliages de type B206

La solidification des matériaux est une étape importante à laquelle il faut procéder avec soin. C'est durant ce processus que les propriétés d'utilisation sont déterminées. En outre, les caractéristiques finales des pièces moulées dépendent largement de leurs microstructures après la coulée.

Généralement, la solidification des alliages de fonderie débute par la formation d'un réseau dendritique, suivie de divers composés intermétalliques de différentes natures, selon la composition chimique de l'alliage et le taux de solidification appliqué.

Le caractère général de la solidification dendritique a été bien compris au début des années 1900 par Rosenhain et al. [40]. Mais, il a fallu attendre 20 ans pour que l'effet du taux de solidification sur la structure dendritique ait été observée [41]. Puis, d'autres travaux ont été menés [42] pour mieux expliquer et mettre en évidence les caractéristiques de la solidification dendritique et les paramètres qu'elle influence comme la composition chimique et la vitesse de solidification. Depuis ce temps, à ce jour, plusieurs travaux de recherche ont été publiés pour décrire la relation entre les dendrites et les propriétés mécaniques [43-46]. Il a été montré qu'un fin espace entre les bras des dendrites est souhaitable et souvent indispensable, pour obtenir une haute résistance mécanique pour les alliages de fonderie.

Plusieurs chercheurs ont étudié la relation entre le taux de solidification et l'espacement entre les bras des dendrites [43, 47-50]. La plupart de ces travaux ont conclu que l'augmentation de taux de solidification diminue l'espacement entre les bras des dendrites linéairement.

Récemment, d'autres chercheurs ont étudié l'effet de taux de solidification sur l'espacement des bras secondaire des dendrites dans les alliages B206 [51]. Ces auteurs ont trouvé des résultats similaires en comparaison à d'autres alliages Al-Cu d'une composition voisine (figure I.1) qui ont été étudiés par d'autres chercheurs [43]. Ils ont constaté qu'en augmentant le taux de solidification, l'espacement entre les bras secondaires des dendrites (SDAS) diminue, ce qui conduit à l'obtention d'une microstructure fine, et l'amélioration des propriétés mécaniques.

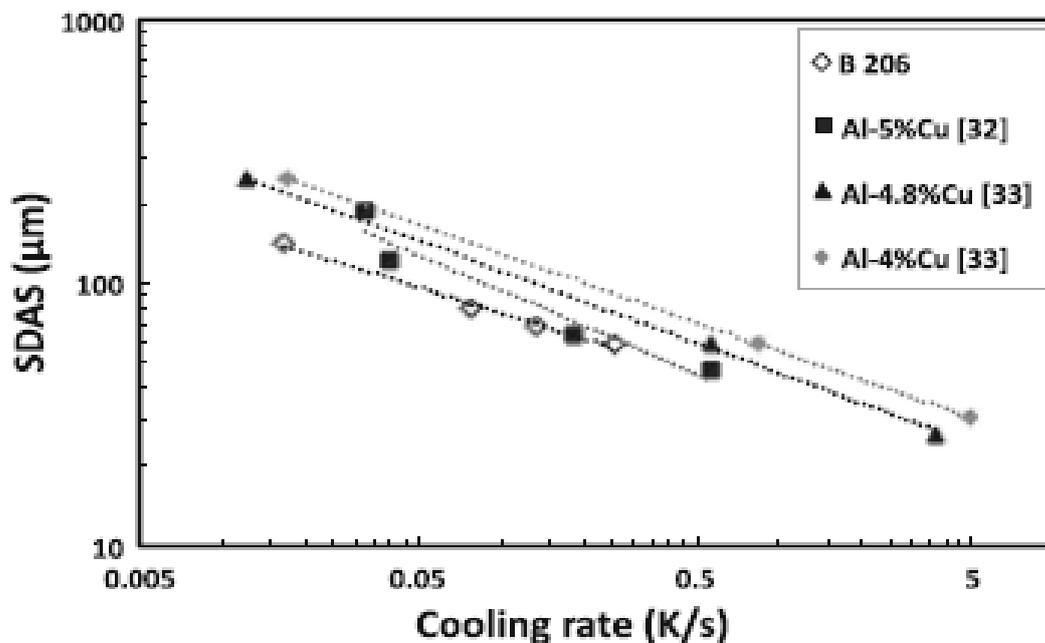


Figure I.1 : Evolution de l'espacement des bras secondaires des dendrites avec la vitesse du refroidissement dans l'alliage B206 et dans certains autres alliages de fonderie Al-Cu [51].

La figure I.2 montre des micrographies optiques des échantillons qui ont été solidifiés à différentes vitesses de refroidissement ((a) 1 K / min, (b) 5 K / min, (c) 8 K / min et (d) 15 K / min) [51]. Ces microstructures présentent les caractéristiques de la solidification dendritique. Les régions grises et/ou blanches représentent les dendrites primaires, tandis que les régions noires représentent les phases eutectiques et intermétalliques. A partir de ces résultats, il est clair que des vitesses de refroidissement plus élevées entraînent une microstructure affinée, particulièrement la taille des cellules des dendrites et la diminution de SDAS [52-53].

Lors de la solidification, les dendrites sont composées par une solution solide des éléments d'addition avec l'aluminium. Au fur et à mesure que la température diminue, la solubilité des éléments diminue aussi, il se trouve que ces éléments en excès sont rejetés par la croissance de la structure dendritique, ils s'unissent entre eux ou bien avec les atomes de l'aluminium pour former des composés dits de seconde phase. Ces intermétalliques se logent entre les joints de grain ou bien entre les bras des dendrites. Ils se sont formés par la combinaison de deux ou plus d'éléments présents dans le métal liquide. Eux aussi, jouent un rôle primordial dans les propriétés mécaniques finales.

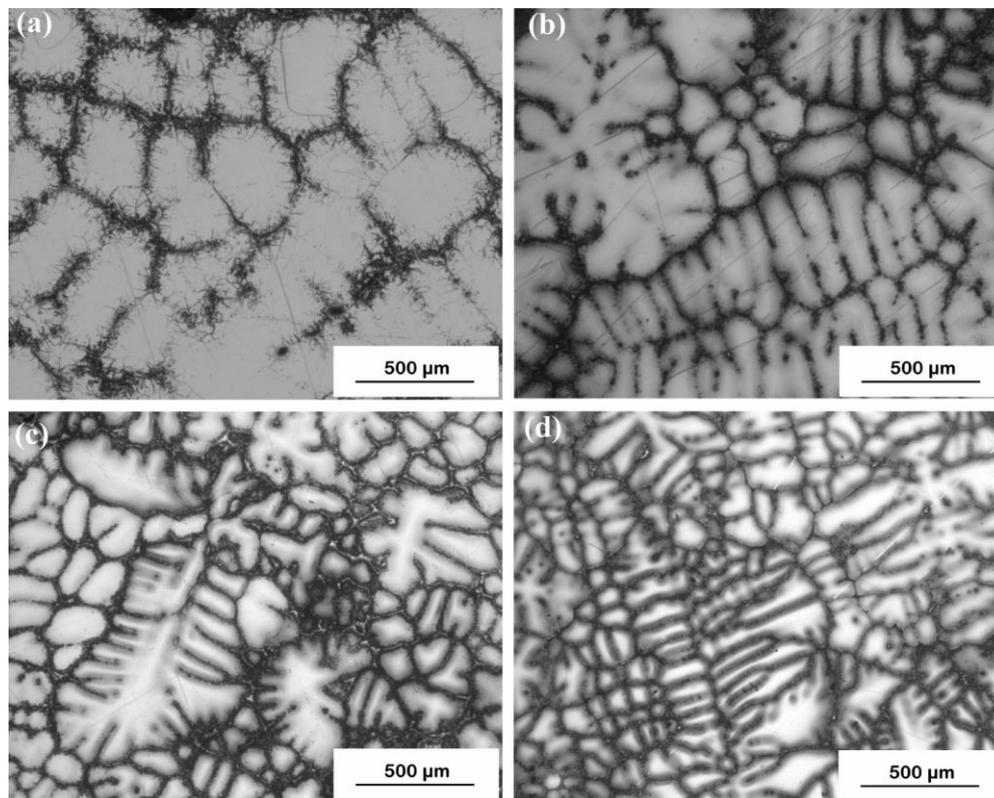


Figure I.2 : Micrographies optiques des échantillons solidifiés à différentes vitesses de refroidissement (a) 1 K / min, (b) 5 K / min, (c) 8 K / min et (d) 15 K / min, [51].

En plus des composés intermétalliques qui se trouvent dans la microstructure, assez souvent on peut trouver d'autres défauts de solidification comme la porosité et les inclusions qui nuisent aux propriétés des matériaux.

Ces caractéristiques microstructurales qui affectent également les propriétés mécaniques du matériau sont examinées en détail ci-dessous.

Des travaux qui ont été publiés récemment montrent que la formation de ces intermétalliques peut être affectée par plusieurs facteurs, comme le taux de solidification. En effet, la figure I.3 montre l'évolution de la température de formation des phases pendant la solidification d'un alliage B206. Ces résultats montrent que la température de formation des dendrites et de l'eutectique n'est pas affectée par le taux du refroidissement, cependant, celle de formation des composés intermétalliques a diminué avec l'augmentation du taux de refroidissement.

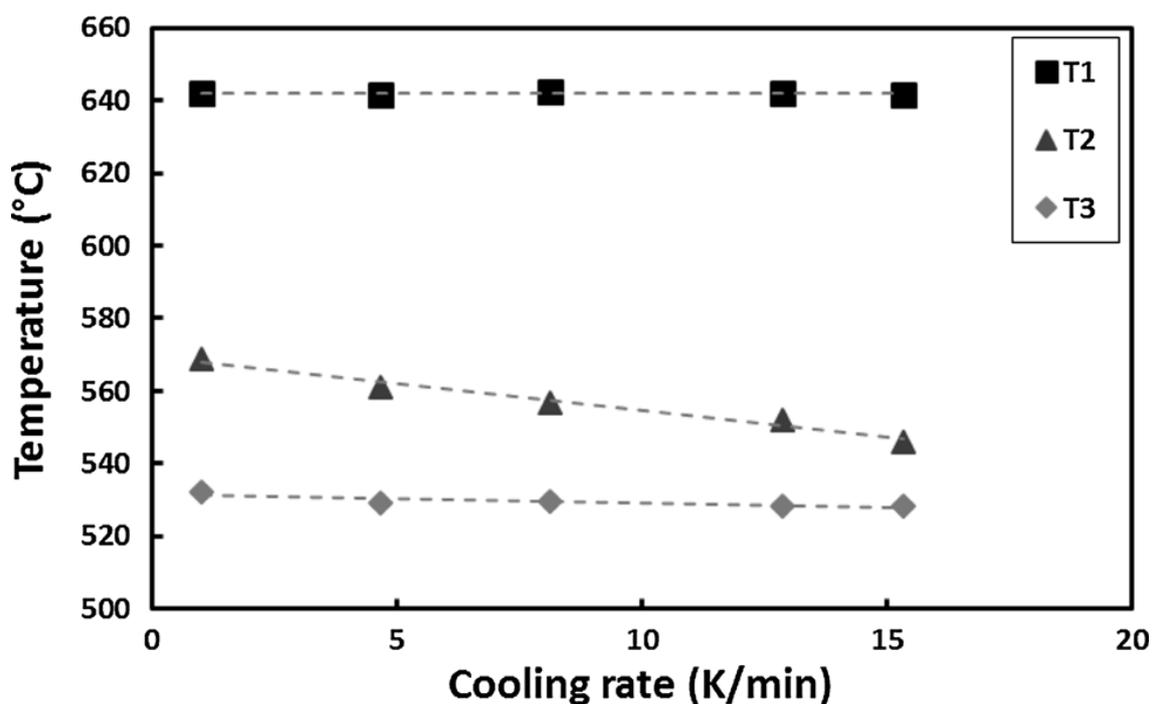


Figure I. 3 : Effet de taux de solidification sur la température de formation d'une phase Al (T1), des composés intermétalliques (T2) et de la réaction eutectique (T3), [51].

L'effet de taux de solidification et de la composition chimique des alliages de type B206 sur l'espacement des bras des dendrites a été étudié par Kamga et al [54]. Ces auteurs ont constaté qu'un taux de refroidissement élevé conduit à un faible SDAS, cependant un lent taux de refroidissement donne un SDAS supérieur. Donc, pour avoir une structure fine, il est préférable de considérer un taux de solidification modérément élevé.

I.2.1. Formation des intermétalliques dans les alliages Al-Cu

Lorsque la concentration des éléments d'addition est supérieure à la limite de solubilité solide dans l'aluminium, ils se forment des constituants de structure appelée " deuxième phase " qui peuvent être constitués soit d'élément d'alliage pur ou bien d'une phase intermétallique composée. Ces derniers se forment en fait (selon les règles de Hume-Rothery) entre les éléments qui diffèrent en trois caractéristiques: la structure cristalline, la taille de l'atome (rayon atomique) et l'électronégativité. Certains d'entre eux comme ceux à base du Magnésium et à base du Cuivre sont bénéfiques en raison de leur mise en valeur après l'application d'un traitement thermique, parce qu'ils possèdent un rayon atomique voisin de celui de l'aluminium, ce qui facilite leur mise en solution dans la matrice. Contrairement à d'autres, comme ceux à base du Fer sont délétères pour les propriétés mécaniques en raison de leur forme aiguille et ils sont insolubles pendant le cycle du traitement thermique. Ces composés sont incohérents avec la matrice, ce qui fragilise les pièces produites pendant leur service.

L'un des principaux éléments alliés de l'aluminium de fonderie est le cuivre, il contribue de façon marquée à améliorer la résistance mécanique et la dureté, en raison de sa solubilité appréciable à l'état solide et son effet de renforcement surtout après l'application d'un traitement thermique approprié.

De nombreux alliages commerciaux contiennent du Cuivre, soit en tant qu'élément majeur ou bien comme élément de trace et cela à des concentrations de 1 à 10% sont développées pour l'industrie [8]. En revanche, les plus utilisés sont ceux qui ont des teneurs en cuivre entre 1 et 6 %. En effet, le diagramme d'équilibre de l'alliage Al-Cu (figure II.4) montre que la plus grande proportion du Cuivre est présente en solution solide dans la matrice d'aluminium, avec une limite de solubilité à l'équilibre du Cuivre dans l'aluminium qui diminue de 5,7% à 548°C (température eutectique) jusqu'à 0,2% à la température ambiante.

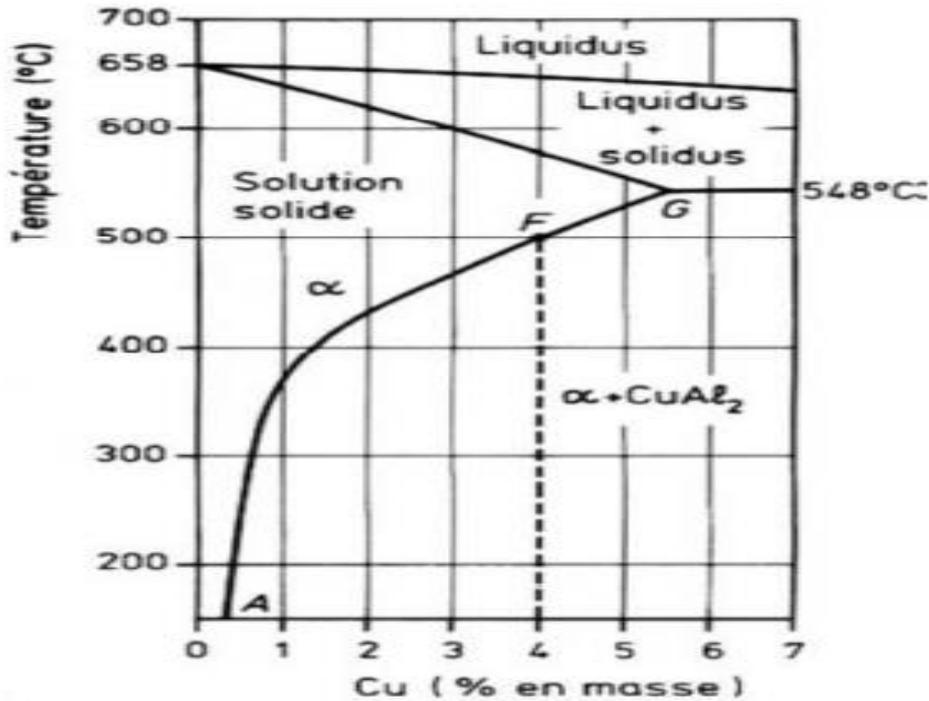


Figure I.4 : Diagramme d'équilibre des phases AlCu [55-56].

Selon la nature des éléments d'additions présents dans la composition chimique des alliages Al-Cu, deux groupes de composés intermétalliques peuvent se former ; ceux qui contiennent des constituants solubles, se sont des composés contenant un ou plusieurs éléments, à titre d'exemple : le Cuivre, le Lithium, le Magnésium, le Silicium, le Zinc. Ces éléments sont ceux qui possèdent une grande solubilité dans l'aluminium. Leur présence en solution solide renforce la matrice et améliore les propriétés mécaniques, particulièrement après l'application d'un traitement thermique. Le deuxième groupe contient des éléments insolubles, tels que : le Fer, le Manganèse, le Nickel, etc. [50, 57].

Le type de composé formé dépend de la quantité d'éléments solubles disponibles, des autres éléments présents, de leur proportion et aussi de taux de solidification appliqué. Comme déjà cité précédemment, selon la composition chimique et la miscibilité des éléments d'addition, plusieurs composés intermétalliques peuvent se former dans la microstructure pendant la solidification. En effet, le Cuivre dépend du contenu du Fer, du Manganèse et du Nickel, sa combinaison avec eux est délétère au renforcement de l'alliage. Le Fer, présent sous forme d'impureté, se solidifie en un certain nombre de phases fragiles à partir du métal liquide. La composition et la structure de ces phases dépendent des conditions de solidification et de la composition chimique.

Pendant la solidification des alliages Al-Cu, et en absence du magnésium et du manganèse, le Cuivre peut se combiner avec le fer pour former plusieurs composés complexes comme $Al_6(CuFe)$ et Al_7Cu_2Fe . A sa présence le Manganèse peut substituer le Fer et le cuivre pour former $Al_6(CuFeMn)$, $Al_{20}Cu_2Mn_3$, $Al_{12}CuMn_2$, $(AlCu)_6(FeMnCu)$ et $Al_{15}(FeMn)_3Si_3$ [58-62]. À des hautes teneurs en fer et pour un lent taux de solidification la phase Al_3Fe peut être trouvée dans la microstructure, cependant qu'en présence de nickel et pour des teneurs élevées en fer les composés Al_7Cu_4Ni et Al_9FeNi peuvent être formés.

Dans le système Al-Cu-Fe, la phase $Al_6(CuFe)$ (7%Cu, 24.6%Fe) qui est aussi désignée comme $Al_{23}CuFe_4$ et la phase $\alpha(FeCu)$ est une modification de la phase métastable Al_6Fe qui devient stable entre 7-8% Cu et 22-25% Fe. Ce composé possède une structure cristalline orthorhombique de la phase Al_6Fe avec les paramètres du maille $a = 0.64343$ nm, $b = 0.74604$ nm et $c = 0.87769$ nm [63]. La densité de la phase est 3.45 g / cm^3 [50]. Dans le système Al-Cu-Fe-Mn, la phase se forme à partir d'une série continue de solutions solides de la phase Al_6Mn et $Al_6(FeCu)$, et sont désignées comme $(AlCu)_6(FeCuMn)$ avec les paramètres de la maille $a = 0.7473$ nm, $b = 0.6452$ nm, et $c = 0.8794$ nm [50]. La phase Al_7Cu_2Fe , (36,9% Cu, 16,2% Fe) aussi désignée comme $\beta(FeCu)$, dispose d'une large gamme d'homogénéité de 29-39 % Cu et 12-20% Fe. La structure de cette phase appartient au système cristallin tétragonal avec des paramètres du maille $a = 0.6336$ nm et $c = 1.4879$ nm. Il a une densité de $4.3/cm^3$ [63] et une microdureté de 5,95 GPa à 20 °C [64].

Récemment, dans une étude menée par Liu et al [19,65,66] sur la formation des composés à base du fer dans les alliages A206 (Al-4.6Cu-0.5Fe-0.1Si) en fonction de la teneur en Mn et pour un niveau du fer supérieur à 0,5%, de nouveaux intermétalliques riches en fer ont été découverts. Ces auteurs ont signalé la présence de la phase Al_mFe dans la composition à faible niveau du Mn (0.03%) et Al_3FeMn sous forme de script chinois lorsque la teneur en Mn est augmentée jusqu'à 0.5%. Cependant, Talamantes-Silva et al [67] ont rapporté que $\beta-Fe$ est le seul intermétallique riche en fer trouvé dans la microstructure des alliages 206 ayant un rapport Si / Fe égale à 1 et un rapport Mn / Fe de 3,5.

Dépendamment de la composition de l'alliage, ces phases peuvent se cristalliser en premier ou bien elles se forment pendant des réactions péritectiques [57]. La phase $Al_{20}Cu_2Mn_3$ (15,3 % Cu, 19,8 % Mn) également désignée comme phase T a une gamme d'homogénéité de 12.8- 19 % de Cu et 19,8- 24 % de Mn. Elle est orthorhombique avec les paramètres de maille $a = 2,41$ à $2,41$ nm, $b = 1,25-1.251$ nm, et $c = 0,72-0.77$ nm [50,57]. Dans une certaine mesure les composés du cuivre formés sont contrôlés par la quantité du silicium disponible. En effet, plus

de 1% du Si favorise la formation de la phase Al_5FeSi , sur les composés fer-cuivre, et la phase $Al_{15}(CuFeMn)_3Si_2$ que les composés $Al_6(CuFeMn)$ et $Al_{20}Cu_2Mn_3$.

En absence du Mn et en présence du Si, la phase Al_5FeSi , (25.6% Fe, 12.8% Si) aussi connue sous le nom $Al_9Fe_2Si_2$ existe dans la gamme d'homogénéité de 25 à 30 % du Fe et de 12 à 15 % du Si. Cette phase a une structure monoclinique avec les paramètres de maille $a = b = 0.612$ nm, $c = 4.148$ à $4,150$ nm, et $\beta = 91^\circ$ [50, 57,63], sa densité est de 3.3 à 3.6 g/cm³ et sa microdureté est de 11.47 GPa à $20^\circ C$ [57].

Selon Mondolfo, [50] la solution solide du Fe dans la phase $Al_{15}(CuFeMn)_3Si_2$ (0 à 31 % du Fe, 8 % du Si) présente une structure cubique avec un paramètre du réseau $a=1.25-1.265$ nm. Les éléments d'impureté, tels que le Si et le Fe, ont généralement une faible solubilité dans l'aluminium et précipitent en tant que composés intermétalliques grossiers dans la matrice pendant la solidification. Ces phases intermétalliques grossières consomment des éléments d'alliage utiles, tels que le Mg et le Cu, nécessaire pour renforcer la matrice ou bien pour la formation des précipités fines qui augmentent les propriétés mécaniques. Il est à noter que, la présence des phases riches en Fer dans la microstructure est délétère pendant l'utilisation des pièces produites. En fait, la forme aiguille des particules de la phase β -Fe agit comme un facteur de stress et interfère avec le liquide qui coule dans les canaux interdendritiques pendant la solidification, augmentant ainsi la porosité et la fragilité du matériau.

Afin de réduire l'effet nocif du β -Fe en forme d'aiguille et d'étendre la tolérance de la teneur en Fe dans les alliages de coulée Al-Cu, la conception de la composition et l'amélioration du traitement ont suscité de nombreux intérêts. Liu et Kamga ont signalé que l'augmentation de la vitesse de refroidissement est une méthode efficace pour empêcher la formation des intermétalliques riches en Fe (β -fer) sous forme d'aiguille dans les alliages Al-Cu 206 [19-20].

Les mêmes auteurs ont signalé que la phase β -Fe peut se transformer graduellement en phase α -Fe pendant le traitement de mise en solution à 520 °C. Aussi, l'addition de certains éléments chimiques, peuvent jouer un rôle important dans la transformation de ces composés. Liu a constaté que les additions du Si et du Mn sont utiles pour convertir les intermétalliques sous forme d'aiguille en composés moins nocifs dans ces alliages avec une teneur en Fe variant de $0,15\%$ à $0,3\%$ [54,68]. Dans le même contexte, ces auteurs ont constaté que l'addition du Si favorise la formation de la phase α -Fe et empêche la précipitation des particules de β -Fe, car la température de formation de α -Fe est supérieure à celle de β -Fe et il y a moins d'atomes du Fe libres disponibles pour la formation de β -Fe. Ce résultat est en accord avec ceux de Kamga et al[54]. Également, Tseng a signalé que la majeure partie du β -

Fe en forme d'aiguille est complètement convertie en script chinois α -Fe lorsque 0,66% du Mn est ajouté dans l'alliage A206 avec 0,30% du Fe [23,69]. Il a été constaté que l'addition du Mn peut améliorer la résistance à la traction (UTS), et l'allongement à la rupture.

La présence du magnésium dans la composition chimique conduit aussi à la formation de plusieurs composés intermétalliques. En effet, lorsque sa teneur est inférieure à 2%, c'est le rapport des éléments qui gouvernent la nature des composés qui se précipitent. En outre, si Cu/Mg est inférieur à 1 et Mg/Si supérieur à 1.7, le composé Al_6CuMg_4 est formé, surtout si le zinc est présent. Quand $\text{Cu}/\text{Mg} > 2$ et $\text{Mg}/\text{Si} > 1.7$, c'est le composé Al_2CuMg qui se forme. Le composé Al_2CuMg (48% Cu, 17% Mg), également désigné S, est caractérisé par une zone étroite d'homogénéité, il a une structure cristalline orthorhombique avec les paramètres de maille $a = 0.401$ nm, $b = 0.923$ nm, et $c = 0.714$ nm. Sa densité est de 3.55 g/cm^3 [50,57]. Si le rapport Mg/Si est d'environ 1.7, les phases Mg_2Si et Al_2Cu sont en équilibre. La phase Mg_2Si (63,2% Mg, 36,8% Si) a une structure cubique avec un paramètre du réseau $a = 0,635 - 0.64$ nm. Sa densité est 1.88 g/cm^3 [50, 57].

Lors de la solidification des alliages Al-Cu, la phase Al_2Cu se forme durant une réaction eutectique à 548°C , sa structure est tétragonale avec des paramètres de maille $a = 0.6063$ nm et $c = 0.4872$ nm. Cette phase existe dans un domaine d'homogénéité de 52.5 à 53.9 % du Cu. Sa densité dans les alliages binaires est 4.34 g/cm^3 [50,57] et sa microdureté à 20°C est de 5,3 GPa [64].

Avec un rapport de Mg/Si inférieur ou égale à 1, la phase $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ est formée, généralement avec la phase Al_2Cu . La phase $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ (20.3% du Cu et 31.1 % du Mg, 27% Si) également désignée comme Q, a une structure hexagonale avec les paramètres de maille $a = b = 1.032$ nm et $c = 0.405$ nm [50, 57, 70]. Assez souvent, le magnésium se combine avec le silicium et le cuivre, mais en présence des quantités appréciables du plomb, du bismuth ou d'étain, les phases Mg_2Sn , Mg_2Pb et Mg_2Bi_2 peuvent se former [50]. Le silicium tend à se combiner d'abord avec le magnésium pour former le composé Mg_2Si , puis, il peut se combiner avec le fer ou le manganèse pour former d'autres composés intermétalliques [50].

La teneur du magnésium dans la composition de l'alliage B206 est en faible quantité, mais vu sa grande miscibilité dans l'aluminium, il rentre en solution solide avec l'aluminium et en présence du silicium forme le composé Mg_2Si . Comme il peut s'allier avec l'aluminium et le cuivre pour former le composé Al_2CuMg , et d'autres composés moins connus.

D'après les diagrammes de phases Mg-Si et Al-Cu-Mg, la formation des composés intermétalliques Mg_2Si et Al_2CuMg se produit approximativement à des intervalles du temps et des températures très proches les unes des autres.

L'effet bénéfique du magnésium sur les propriétés mécaniques est observé après l'application d'un traitement thermique. Par ailleurs, les alliages contenant du magnésium subissent une augmentation importante de leur dureté après le vieillissement. Dans les alliages AlSiMg, l'augmentation de la concentration en magnésium mène à une augmentation de la résistance mécanique et à une réduction de la ductilité [8, 71-73].

Le magnésium contenu dans l'alliage d'aluminium a pour but de précipiter les particules de Mg_2Si qui durcissent l'alliage et confèrent des combinaisons spécifiques de résistance et de ductilité, mais un inconvénient est que de gros composés intermétalliques peuvent apparaître. Ce qui réduit leur ductilité et leur résistance aux chocs [74]. Il a été rapporté que l'augmentation de la quantité du magnésium entre 0,05% et 0,3%, dans les alliages A356 peut diminuer la quantité de porosité. Des résultats obtenus dans d'autres travaux [75] montrent que, l'espacement des bras secondaires des dendrites (SDAS) diminue avec l'ajout du Mg, et la dureté augmente. Cela est dû à la formation des sites de nucléation et à l'affinement des grains, ce qui empêche la propagation des fissures. Dans d'autres travaux, sur les alliages Al5SiCu, il a été rapporté que l'ajout du Mg entre 0,8% et 1,2% en poids, conduit à la formation de la phase π - $Al_9FeMg_3Si_5$, dont la morphologie est compacte comparée à celle de la phase β - Al_5FeSi [28].

Dans les alliages Al-4Cu l'ajout de 2% du Mg augmente la résistance à la traction de 57,9% et la dureté de 25%, mais la ductilité obtenue à l'état brut de coulée diminue. Après traitement thermique, les propriétés mécaniques sont améliorées par rapport aux alliages coulés et cela revient à l'affinement de la microstructure avec l'addition du Mg [76].

L'avantage principal de l'ajout du magnésium aux alliages aluminium-cuivre réside dans la résistance et la dureté accrues possibles après un traitement thermique de mise en solution et une trempe [24, 77].

I.2.2. Températures de précipitation des phases dans les alliages 206

Dans les alliages d'aluminium, les phases intermétalliques peuvent être formées à haute température dans les pièces moulées, avant que les dendrites d'aluminium soient formées comme ceux à base du fer, ou bien simultanément avec la solidification des alliages, comme elles peuvent former des phases eutectiques complexes qui se solidifient à des températures aussi basses que 480 °C [78-79]. Selon Cao et Campbell [80], il semble que les phases riches en fer peuvent germer sur les côtés en contact avec les doubles films d'oxyde, tandis que l'écart entre les parties sèches du film d'oxyde constitue un site de fissuration couramment observé dans les phases riches en fer et dans la matrice d'aluminium. Mondolfo

[17] a fait remarquer que l'apparition des gros cristaux primaires de la phase α -Al₁₅-(Fe,Mn)₃Si₂ dans la microstructure est déterminée par la composition spécifique de l'alliage, notamment de la concentration du manganèse du fer et de la vitesse de refroidissement. A des basses températures, en augmentant le taux de refroidissement et pour des faibles concentrations du manganèse, la formation de la phase α -Al₁₅-(Fe, Mn)₃Si₂ est affaiblie. Par contre, à un taux de refroidissement lent et pour des concentrations élevées en manganèse, la phase α -Al₁₅-(Fe,Mn)₃Si₂ peut être formée comme phase primaire. Moustafa et al. [81] ont étudié l'effet d'un traitement thermique de mise en solution et des additifs sur la microstructure des alliages Al-Si. Ils ont conclu que la taille et la distribution de la phase α -Al₁₅-(Fe,Mn)₃Si₂ lors de la solidification sont fortement liées à la quantité du strontium ajoutée à l'alliage. Dans l'alliage non modifié, la phase α -Fe se précipite dans les régions interdendritiques, avec le silicium eutectique. Cependant, avec l'ajout du strontium, la phase α -Fe se précipite avant la formation du réseau dendritique de l'aluminium. Ils ont noté que ce précipité primaire semble ne pas avoir été rapporté pour les alliages Al-Cu.

Les caractéristiques de la solidification d'un alliage 206 (4.36%Cu, 0.05Si, 0.03Fe, 0.26Mn, 0.30Mg, 0.02Zn) ont été étudiées par Backerud et al. [79]. Ils ont rapporté les réactions possibles pendant la solidification et les températures à laquelle ces dernières se produisent, ainsi que les différentes phases observées à l'aide d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système de micro-analyse (EDS). Leurs résultats sont en bon accord avec les résultats obtenus par Mondolfo[50].

	Réactions	Températures suggérées°C
1	Développement des dendrites	651-649
2	Liq. \longrightarrow Al + Al ₆ (CuFeMn)	649
3	Liq. + Al ₆ (CuFeMn) \longrightarrow Al + Al ₂₀ Mn ₃ Cu ₂	616
4	Liq. \longrightarrow Al + Al ₂ Cu + Al ₂₀ Mn ₃ Cu ₂ + Al ₇ Cu ₂ Fe	537
5	Liq. \longrightarrow Al + Al ₂ Cu + Al ₂ CuMg + Mg ₂ Si	500

Tableau I. 2: Réactions durant la solidification de l'alliage A206 Backerud et al. [79].

Selon Backerud, six composés intermétalliques peuvent se former lors de la solidification des alliages de type 206. Ces intermétalliques se précipitent pendant différentes réactions qui sont présentées sur le tableau II.2. Par ailleurs, entre 651 et 649 °C débute le développement des dendrites d'aluminium qui suit leur croissance jusqu'à la fin de la solidification, puis à 649°C, il ya formation de la phase Al₆(CuFeMn) sous forme de carré, tout comme la phase Al₂₀Mn₃Cu₂ qui se précipite à 616°C. Le composé riche en fer Al₇Cu₂Fe avec une

morphologie d'aiguille (ou bien plaquettes) se précipite à 537°C parallèlement à $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}_2$ et Al_2Cu avec une morphologie d'un bloc. En dernier à 500°C se précipitent les composés riches en magnésium Al_2CuMg et Mg_2Si avec des morphologies sous forme sphérique et point noir, respectivement, en plus de la phase Al_2Cu . Ces phases ont été confirmées plus tard par les études de plusieurs auteurs [18, 19, 51,54, 60, 65, 66,68].

Les composés intermétalliques peuvent affecter les propriétés de l'alliage par leur quantité, leur taille, leur distribution et leur morphologie. La quantité est principalement contrôlée par la composition chimique. Pour les intermétalliques du fer, leur quantité est directement proportionnelle à la teneur en fer [19, 20, 58, 60]. La taille et la distribution peut être commandée par un affinage du grain et de la température de précipitation. La morphologie peut être contrôlée par la composition chimique tel que mentionné précédemment. Un autre paramètre qui peut affecter la morphologie est le traitement thermique. Cette question sera abordée dans la section II.3.

I.2.3. Microstructure et morphologie des phases dans les alliages B206

A l'état tel que coulé la microstructure des alliages de type B206, présente plusieurs constituants. Selon des études antérieures [20-21, 51, 67, 79], celle-ci est constituée d'une matrice qui représente une solution solide du cuivre dans l'aluminium, des phases durcissant comme la phase Al_2Cu nommée θ , la phase Mg_2Si et Al_2CuMg et d'autres composés intermétalliques d'une morphologie grossière. Généralement, ces composés sont à base du fer, comme a été mentionné dans les paragraphes précédents. Dans les alliages de type 206, le fer peut se précipiter sous forme de plusieurs composés, tels que : Al_6Mn , Al_3Fe , $\text{Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ et $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. Ces intermétalliques se présentent dans la microstructure sous différentes morphologies. Les figures II.5 (a) et (b) montrent la microstructure d'un alliage B206 observé sous un microscope optique de haute résolution. Les mêmes figures montrent les morphologies des intermétalliques observés. En outre, les phases riches en Fer, $\beta\text{-Fe}$ et $\alpha\text{-Fe}$ apparaissent sous forme d'aiguille et script chinois respectivement. La phase Al_2Cu apparait sous forme d'un bloc ou bien d'un eutectique (lamellaire). Les particules de Mg_2Si se trouvent dans la microstructure sous forme de tâche noire. Pour des taux de solidification lents, ces mêmes auteurs ont signalé la présence de deux autres composés intermétalliques dans leurs échantillons $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}_2$, et $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$.

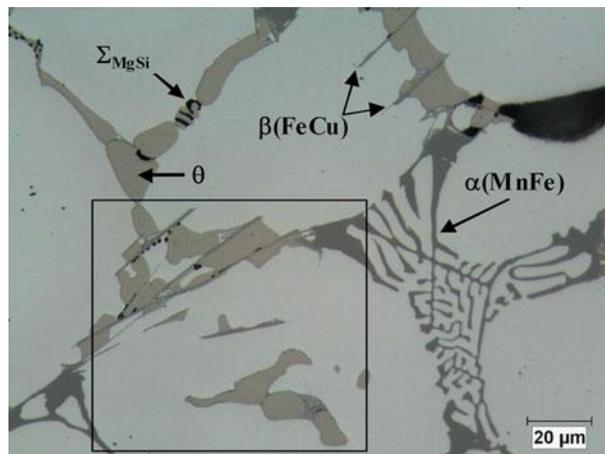
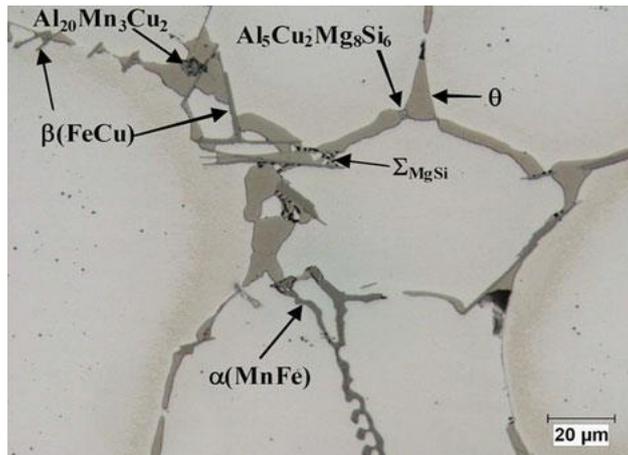


Figure I.5 : Microstructure et morphologie des différentes phases des alliages de type B206 à l'état brut de coulé [20].

La présence de ces phases dans la microstructure d'autres alliages d'une composition voisine a été confirmée par d'autres auteurs [18- 19, 51,66].

Les bonnes propriétés mécaniques de l'alliage B206, tel que le rapport résistance / poids élevé, la résistance à la corrosion et la ténacité, dépendent de la taille et de la morphologie des particules des composés durcissant Al_2Cu et Mg_2Si et de leur dispersion dans la matrice $\alpha-Al$. En revanche, les composés riches en fer, particulièrement les particules de la phase $\beta-Fe$ sous forme d'aiguille, sont considérées comme sites d'initiation des fissures dans la microstructure. La figure II.6 présente une fissure le long de cette phase [23]. Quand à la phase $\alpha (Mn-Fe)$, celle-ci est moins nuisible grâce à sa forme compacte.

Pour confirmer la présence de toutes ces phases mentionnées précédemment dans la microstructure et déterminer la température de leur précipitation, on a recours à une autre technique (DSC) qui sera discutée dans le paragraphe suivant.

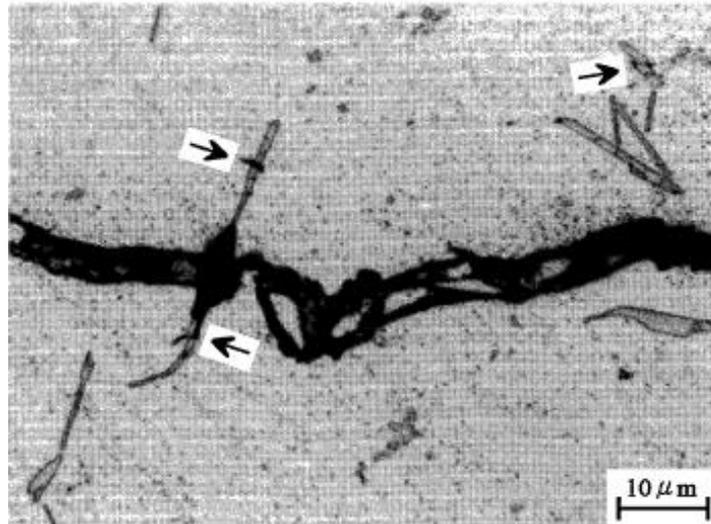


Figure I.6 : Micrographie optique montrant les microfissures au niveau des particules de la phase Al_7Cu_2Fe [23].

I.2.4. Calorimétrie à balayage différentielle (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel (DSC) est une technique d'analyse thermique qui nous permet de remonter à la cinétique de la solidification des alliages par la mesure des flux de chaleurs dégagées ou bien absorbées lors des diverses réactions qui se produisent, comme elle nous permet d'optimiser les conditions de traitement thermique. En effet, l'analyse des courbes de refroidissement nous renseigne sur les températures de précipitation et sur les plages de solidification. Cette méthode nous renseigne sur la température de formation et de dissolution des phases pendant le processus de refroidissement et de chauffage.

Les pics qui se situent au dessous d'une ligne de base correspondent à la dissolution d'une phase accompagnée d'une absorption de la chaleur. Par contre, les pics au dessus de la ligne de base représentent la formation d'une phase qui est accompagnée d'un dégagement de chaleur.

Par ailleurs, le nombre de pics d'un spectre DSC nous donne le nombre de phases qui sont formées ou bien dissoutes lors d'un refroidissement ou bien chauffage d'un échantillon analysé par cette méthode.

Il est à noter que, la cinétique de la solidification des alliages dépend de plusieurs paramètres, tel que le taux de solidification et la concentration des éléments d'addition présents dans la composition chimique. Plusieurs travaux de recherche ont été menés dans ce sens pour éclairer l'effet de ces paramètres sur la cinétique de solidification des alliages 206. A titre d'exemple, les travaux de Kamga et al [20-21]. Ces auteurs ont étudié l'effet de l'ajout du fer

et du Si sur la solidification des alliages B206 en utilisant l'analyse DCS et cela pour deux taux de solidification (1 C°/s, et 4C°/s), figure II-7 (a) et (b). L'analyse des courbes obtenues lors d'un refroidissement de leurs alliages montre l'existence de trois pics, pour toutes les compositions et pour les deux taux de solidification. Ces pics ont été observés autour 650 °C, 597 °C et 540 °C. Un quatrième pic a été observé autour de 514 °C pour les alliages D et G à faible taux de refroidissement, tandis qu'un petit cinquième pic a été observé dans les alliages F et G entre 622 °C et 635 °C. Les résultats trouvés par Kamga sont en accord avec les travaux des auteurs [18, 50, 51, 79].

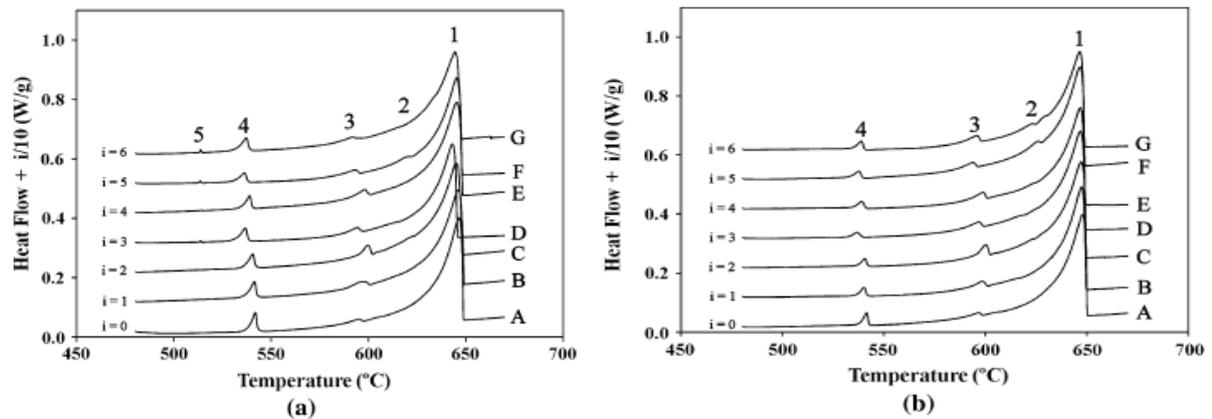


Figure I.7 : Courbe DSC des alliages de type B206 en fonction de la teneur en Fe et en Si.

(a) - Bas taux de refroidissement (1k/min). (b)- Taux de refroidissement élevé (4k/min).

N. Haghdadi et al.[51]ont étudié la cinétique de précipitation des phases dans les alliages B206 pour des taux de refroidissement entre 1 et 15k/min (1 et 15C°/min). Dans leur travail trois pics différents ont été observés par l'analyse DSC qui est montrée sur la figure II-8. Selon ces auteurs, le premier pic correspond à la formation d'une solution solide α -Al, les deux autres pics sont dus à la précipitation des composés intermétallique du fer (Al-Cu-Fe) et des phases eutectiques respectivement. Les températures du début de transformation de ces pics sont : 643°C, 557°C et 530°C. Les résultats de ces auteurs sont un peu différents par rapport aux résultats trouvés par Kamga et al [20]. En effet, dans ce travail, le pic correspond à la formation des phases riches en magnésium n'a pas été détecté. Probablement, ceci est dû à la différence dans la composition chimique et au taux du refroidissement appliqué.

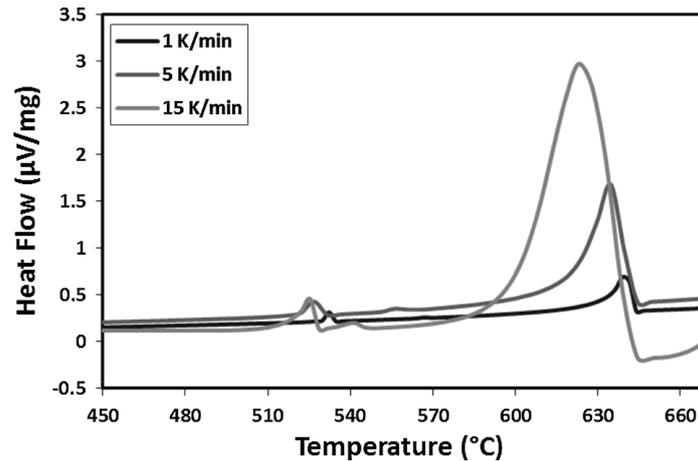


Figure I.8 : Courbes DSC obtenues pendant la solidification de l'alliage B206 pour différentes vitesses de refroidissement entre 1 et 15 K / min. [51]

D'autres auteurs [82] ont étudié la précipitation des phases intermétalliques et leur température de formation dans les alliages 206, pour différentes teneurs en Manganèse (de 0 jusqu' à 0.6%). Pour des faibles concentrations du Mn, leur courbe DSC montre la présence de quatre pics. En augmentant le Mn de 0.6% à 1.0%, ils ont constaté la présence de trois pics.

I.3. Propriétés mécaniques

I.3.1. Propriétés de traction des alliages de type 206

L'un des plus grands défis du recyclage de l'aluminium est la présence d'éléments à forte teneur en impuretés dans les déchets [5]. Comme l'alliage B206 appartient à cette catégorie, il est souvent contaminé par le fer. Cet élément est l'une des impuretés les plus courantes et la plus néfaste dans les alliages commerciaux. Cependant, dans les alliages Al-Cu, une teneur extrêmement faible en Fe est requise, par exemple moins de 0,10% (fraction massique) du Fe dans les alliages de la famille A206 [83]. La solubilité à l'état solide du Fe dans α (Al) est d'environ 0,05%, ce qui conduit à la formation des intermétalliques riches en fer en grandes quantités. Ces intermétalliques sont nuisibles pour l'utilisation de ces métaux. Pour cela, plusieurs travaux de recherche ont été menés pour étudier les propriétés mécaniques des alliages 206 en fonction de la teneur en fer en ajoutant des éléments chimiques dans le but de neutraliser ces effets néfastes sur les propriétés mécaniques.

L'impact de la teneur en fer sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Cu est préjudiciable dans la plupart des cas. Tseng [23] a étudié les propriétés mécaniques de l'alliage A206 qui a subi un traitement thermique T7 et pour différentes teneurs en fer [23]. Ils ont conclu que la résistance mécanique et la ductilité de l'alliage A206 diminuaient linéairement avec

l'augmentation de la teneur en fer (figure I-9), cela est expliqué par l'augmentation de la fraction volumique de la phase Al_7Cu_2Fe . Ces mêmes auteurs ont également signalé que la majeure partie de la phase β -Fe en forme d'aiguille est complètement convertie en script chinois α -Fe lorsque 0,66% du Mn est ajoutée dans l'alliage A206 avec 0,30% du Fe [23,69]. Il a été constaté que l'addition du Mn peut améliorer la résistance à la traction (UTS), en particulier l'allongement à la rupture. Kamaga a étudié l'effet du rapport Fe/Si sur les propriétés mécaniques de l'alliage B206 pour des concentrations en fer et en silicium allant de 0.1 à 0.3%. Les meilleures propriétés ont été obtenues pour des faibles concentrations du fer et du silicium et pour un rapport de Fe/Si proche de 1 [54]. Ils ont estimé que des propriétés mécaniques acceptables pouvaient encore être obtenues pour les alliages A206 à une teneur en fer de 0,3%. Le Si, comme le Fe, est une autre impureté majeure dans de nombreux alliages commerciaux Al-Cu à haute résistance [1].

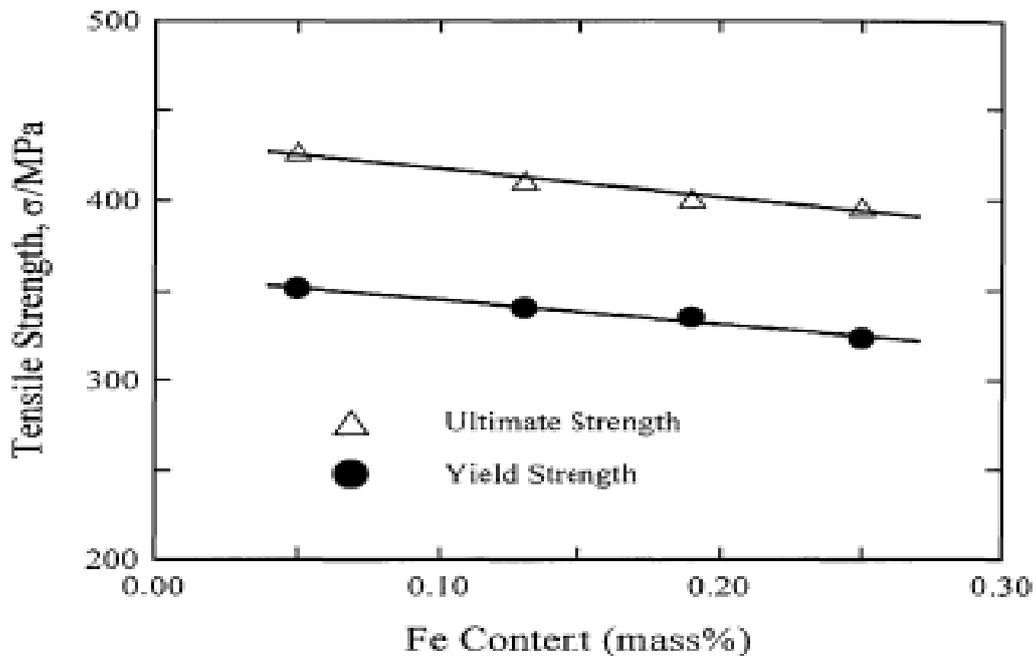


Figure I.9 : Relation entre la teneur en Fe et la résistance à la traction pour les alliages A206 [23].

Récemment, des résultats de recherche intéressants [20, 21, 54] ont été rapportés concernant la transformation des intermétalliques riches en Fer sous forme d'aiguille en script chinois. D'autres chercheurs ont constaté que l'addition du Si n'a pas d'effet sur la résistance mais diminue la ductilité des alliages [62,85].

L'addition du fer mène à une précipitation accentuée de plaquettes fragiles de Al_7Cu_2Fe qui agissent en tant que sites préférentiels de fissuration et qui réduisent dramatiquement les propriétés d'impact, peu importe la valeur de l'espace inter dendritique (DAS).

I.3.2. Indice de qualité

Pour les alliages de fonderie, la qualité des pièces coulées peut être évaluée en utilisant un indice de qualité (QI) empirique qui relie les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et la ductilité. Il a été proposé pour la première fois par Drozy et al, en 1980, [86] pour les alliages AlSi, puis modifié par Cacers pour le rendre applicable aux alliages admettant un traitement thermique, comme AlCu. Cet indice peut être utilisé pour caractériser l'influence de la composition chimique et des traitements thermiques que subissent ces matériaux dans le but d'optimiser leur performance [87-93].

L'équation (1) est l'une des formules de calcul de l'indice de qualité fréquemment employé dans la littérature pour les alliages de fonderie [1, 54, 51,93].

$$Q = UTS + d \text{ Log } (\% \text{ El}) \quad (1)$$

Où Q est l'indice de qualité en MPa.

UTS : la résistance à la rupture en MPa.

El : le pourcentage d'allongement à la rupture et d est une constante qui dépend de matériau.

Dans le cas des alliages 206, $d= 270$ [1, 51, 54, 93].

Sigworth et Major [1] ont calculé les valeurs de l'indice de qualité pour des alliages à différentes compositions chimiques. Dans leur travail, il a été signalé que cet indice est d'environ 730 MPa avec un allongement de 17 % dans l'état T4, mais diminue dans le traitement T7 à 675 MPa avec un allongement de 6 % lorsque la teneur en fer varie de 0,05 à 0,25 %. Dans le même contexte, Kamga et al, [54], ont trouvé qu'à l'état T4, les alliages de type B206 présentent des valeurs acceptables de cet indice. Liu et al ont rapporté dans leurs travaux, que les meilleurs résultats pour l'alliage A206 ont été obtenus dans le traitement T4. Aussi, ils ont constaté qu'il atteint des valeurs plus importantes dans les alliages contenant plus d'intermétalliques sous forme de script chinois que ceux contenant des particules riches en fer sous forme de plaquettes [94].

I.4. Traitement thermique des alliages Al-Cu de type B206

Afin d'obtenir des meilleures propriétés mécaniques, les alliages de fonderie sont souvent soumis à différents traitements thermiques [95-97]. L'amélioration des propriétés résultant de ces traitements dépendent du changement de la solubilité des éléments d'addition en fonction de la température pour former des solutions solides sursaturées.

Les principales étapes du traitement thermique qui sont assez souvent utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques se divisent en trois et sont discutées en détails dans les paragraphes ci-dessous.

Premièrement, l'alliage doit d'abord être mis en solution à haute température juste au dessus de la limite de solubilité et en dessous de la température eutectique pour une période suffisamment longue pour permettre la dissolution des phases solubles. Ensuite, il devrait être trempé à température ambiante pour figer la microstructure obtenue à basse température. Enfin, il devrait être chauffé à une température plus basse pour permettre la précipitation des composés fines et homogènes dans la microstructure par vieillissement artificiel à haute température ou bien par un vieillissement naturel à la température ambiante.

Les traitements thermiques les plus couramment appliquées aux pièces formées en alliages d'aluminium sont comme suit: [98]

-T4: traitement thermique de mise en solution, suivi d'une trempe et d'un vieillissement à la température ambiante (vieillissement naturel).

-T5: Pas de traitement thermique de mise en solution, uniquement un vieillissement artificiel.

-T6: traitement thermique de mise en solution, suivi d'une trempe et d'un vieillissement artificiel.

-T7: traitement thermique de mise en solution, suivi d'une trempe et stabilisé (sur-vieillissement).

Lorsque ces traitements sont appliqués à ces matériaux, leur utilisation est fréquemment restreinte à des opérations spécifiques visant à augmenter leur propriétés mécaniques comme ; la limite élastique, la résistance mécanique, l'allongement à la rupture et la dureté.

Les alliages Al-Cu de fonderie sont connus par leurs excellentes propriétés après ces traitements. Pour les alliages B206, assez souvent on leur applique les traitements T4 et T7. Le traitement T6 a été évité parce qu'il réduit la résistance à la corrosion.

Généralement, les intervalles de températures à suivre pour les différentes étapes de traitements appliquées sont telles que illustrées sur la figure I.10.

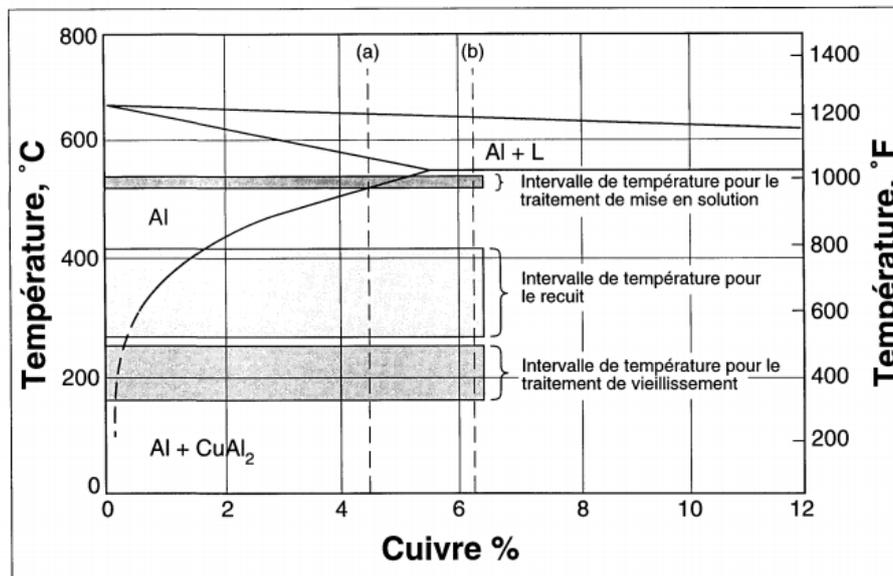


Figure I.10 : Les intervalles de température utilisée pour le traitement thermique des alliages de la famille Al-Cu [99].

I.4.1. Mise en solution

Dans la plupart du temps, le traitement de mise en solution est la première étape requise [100-101]. Son objectif est d'amener dans la solution solide une quantité maximale de l'élément de durcissement soluble et de dissoudre les précipités présents. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue pour permettre aux éléments d'addition (tels que le cuivre, le magnésium, le zinc...) de se dissoudre dans la matrice, dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée et homogène. Les diagrammes de phase montrent que la solubilité de ces éléments augmente nettement avec la température, en particulier juste en dessous de la température de fusion eutectique. La figure I-11 montre la solubilité solide en fonction de la température, des éléments dans la matrice d'aluminium [102].

Pour les alliages hautement alliés de grande résistance, il faut porter une plus grande attention à la température de mise en solution. Une plus grande marge de température de mise en solution peut être tolérée avec les alliages qui ont un plus grand intervalle entre la ligne du solvus et la température eutectique de fusion. Le domaine des températures de cette étape s'étend le plus souvent de 540°C à 590°C.

Il est bien connu que la structure de solidification de l'alliage hypoeutectique Al-Cu présente un réseau eutectique de la phase d'Al-Al₂Cu dans la matrice α -Al entre les régions interdendritiques. Celle-ci accomplit un état d'homogénéité de la matière par dissolution au cours de la mise en solution, en même temps que d'autres phases à base du cuivre et / ou à base du magnésium comme Al₂CuMg et Mg₂Si, lorsqu'elles sont présentes dans la microstructure. Le degré de dissolution est fortement lié à l'histoire de la solidification de l'alliage; ceux qui sont refroidis lentement avec des grains plus grossiers auront besoin du temps de mise en solution suffisant pour éviter la dissolution incomplète qui pourrait contribuer à la perte de leur propriétés mécaniques [103]. Ce traitement convertit également la structure dendritique en une structure globulaire, et favorise un léger grossissement des grains affinés avec une augmentation de la porosité [103]. Les alliages qui contiennent du magnésium peuvent nécessiter des temps un peu plus long, car la phase Mg₂Si se dissout à une vitesse plus lente que la phase Al₂Cu [8].

Assez souvent, certains alliages de fonderie contiennent des quantités d'éléments solubles qui dépassent leurs limites de solubilité solides dans l'aluminium. Dans ces alliages, les phases formées par la combinaison des éléments solubles en excès avec l'aluminium comme les intermétalliques du fer ne seront jamais dissous, bien que la forme des particules non dissoutes peut être modifiée par une solution partielle à l'état solide. [104-105].

Les traitements thermiques s'appliquent pour les alliages de type 206 selon le taux de refroidissement qu'ils subissent [106]. En effet, pour un taux de refroidissement élevé, le traitement recommandé est donné comme suit:

- Tenir pendant 2 heures à (493-504 °C).
- Augmenter la température progressivement jusqu'à (527-532 °C) et maintenir pendant huit heures.
- Trempe dans l'eau entre (66-100 °C).

Le but du traitement en deux étapes est de dissoudre les composants qui peuvent fondre à une température plus élevée. Si la pièce est chauffée trop rapidement, la fusion se fera aux joints de grains, et les propriétés mécaniques telles que la résistance et l'allongement vont se détériorer. Pour un taux de refroidissement lent, le traitement thermique recommandé s'applique en trois étapes :

- Tenir pendant deux heures entre (468-493 °C).
- Tenir deux heures entre (504-516 °C).
- Augmentation de la température jusqu'à (527-532 °C) et tenir pendant 12 heures.
- Tremper dans l'eau (66-100 °C).

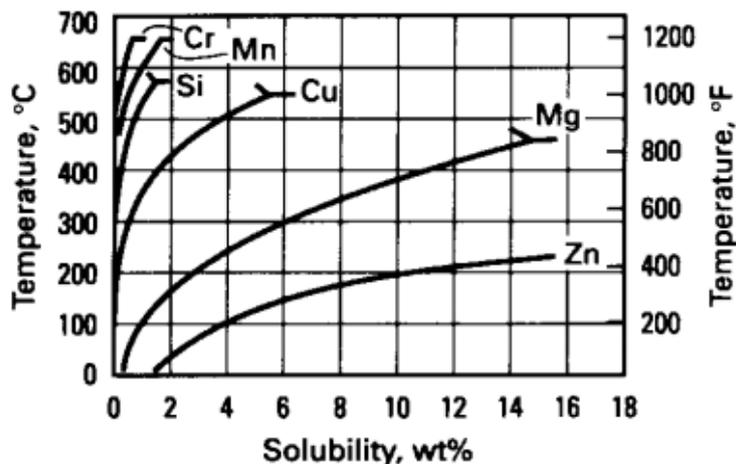


Figure I.11 : Solubilité solide binaire à l'équilibre en fonction de la température pour les éléments d'alliage les plus fréquemment ajoutés à l'aluminium [102].

I.4.2. Trempe

Une fois la mise en solution est complétée, les échantillons doivent subir immédiatement un refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante, pour préserver la solution solide sursaturée formée à haute température durant le traitement de mise en solution. Le but de la trempe est d'empêcher la précipitation des intermétalliques stables (tels que Mg_2Si et Al_2Cu) à des températures intermédiaires. Assez souvent le refroidissement s'effectue dans de l'eau chaude à une température entre $66^\circ C$ et $100^\circ C$, ou bien dans d'autres milieu (l'huile, l'eau froide,...). Après la trempe on obtient une solution solide sursaturée en éléments d'alliages et en lacunes [8, 104, 107]. Ces dernières sont nécessaires pour favoriser la diffusion des atomes à basse température et la formation des zones GP (Guinier-Preston) qui améliorent la dureté des alliages [108-109].

I.4.3. Vieillissement

Après le traitement de mise en solution et la trempe, le procédé de précipitation est achevé par un vieillissement naturel à la température de la pièce ou par un vieillissement artificiel à une température élevée allant de 90° à $260^\circ C$.

Dans plusieurs alliages, une précipitation suffisante survient à la température ambiante quelques jours après la trempe et les propriétés mécaniques de ces derniers sont convenables pour plusieurs applications.

Ce traitement a pour principal but de modifier les propriétés mécaniques de l'alliage après trempe. En effet, la solution solide sursaturée obtenue n'étant pas en équilibre, elle a toujours

tendance à retourner vers cet état, très lentement à température ambiante et beaucoup plus rapidement à température élevée. Au cours du vieillissement, on remarque dans un premier temps, que les propriétés mécaniques augmentent, atteignent un maximum, puis ensuite diminuent. Cela est dû à l'évolution de la taille des précipités, de leur nature, ainsi qu'à leur répartition dans la microstructure.

La durée du vieillissement requise pour que les propriétés mécaniques soient maximales est directement en fonction de la température. Ainsi, à des températures trop élevées, on obtient uniquement des propriétés médiocres, à cause de la formation, dès le début, de la phase d'équilibre. Par ailleurs, à la température ambiante, la durée requise pour le vieillissement est très longue.

Le vieillissement a été reconnu comme l'une des méthodes les plus importantes pour le renforcement des alliages d'aluminium, par des précipités cohérents qui sont capables d'être cisailés par les dislocations [108]. En contrôlant la température et le temps du vieillissement, une grande variété de propriétés mécaniques peut être obtenue; la résistance à la traction peut être augmentée, les contraintes résiduelles peuvent être réduites, et la microstructure peut être stabilisée.

Pour les alliages 206, il est recommandé d'attendre 12-24 heures après la trempe pour procéder au vieillissement [106].

Le phénomène de précipitation a été initialement découvert par Ardel, en 1906, [109]. Il a constaté que la dureté des alliages d'aluminium contenant du magnésium, du cuivre et d'autres éléments de trace augmente avec le temps à la température ambiante, qui a été expliquée ensuite par le durcissement par précipitation. Au fil des années, beaucoup de recherches ont été menées pour comprendre la cinétique du vieillissement naturel et artificiel et d'étudier les effets de pic-vieillissement, et sur-vieillissement sur la dureté, la résistance à la traction, l'élongation, et le comportement en fatigue des alliages Al-Cu [9].

Généralement, dans les alliages Al-Cu la séquence de précipitation est décrite comme suit, [110-111].

α sss (solution solide sursaturée) \rightarrow Zones GPI \rightarrow θ'' (GPII) \rightarrow θ' \rightarrow θ (Al₂Cu)

La première phase métastable pour former la zone GP pleinement cohérente, ainsi nommée d'après leur découverte [112-113]. Ces zones sont des amas d'atomes du cuivre qui sont semblables à la forme de disques qui se forment sur les plans {100} de la matrice. Ils sont constitués de feuilles d'atomes du cuivre jusqu'à 150 Å de diamètre et seulement une ou deux couches d'atomes d'épaisseur. Immédiatement, après trempe à partir de la température de mise en solution, les zones GP commencent à se nucléer à un taux très élevé. La formation rapide

de ces zones GP est attribuée à la présence de sites vacants en excès [114] qui facilitent leur formation.

Le deuxième précipité intermédiaire θ'' (aussi appelée GP II), est toujours cohérente avec la matrice, réside toujours sur les plans $\{100\}$, cette phase a une structure quadratique. Elle présente une version étendue de la zone GPI et elle maintient la même composition chimique, d'où l'appellation commune à la phase GPII. L'épaisseur maximum observée de ces plaquettes est de l'ordre de 100 \AA avec un diamètre de 1500 \AA [115]. En suivant le processus du vieillissement, la précipité métastable finale qui se forme est θ' , avec une structure tétragonale, mais d'une composition similaire à Al_2Cu .

Après une longue période du vieillissement, les faces étendues de la phase θ' également précipitées commencent à perdre leur cohérence et les dislocations relaxent les contraintes à l'interface. Le précipité final d'équilibre, θ , a une structure cristalline tétragonale et elle est principalement incohérente avec la matrice. La précipitation de la phase θ peut germer directement à partir de la solution sursaturée, si la température du vieillissement est suffisamment élevée (c-a-dire $> 300 \text{ }^\circ\text{C}$) ou même à des températures inférieures si la cinétique et les conditions thermodynamiques dans le matériau sont favorables. Cependant, à des températures plus basses, si la séquence de précipitation générale est suivie, la précipitation de la phase θ sera aux limites des plans, telles que les joints de grains et à l'interface de θ' avec la matrice [116].

Avec un vieillissement prolongé, la microstructure finale contiendra seulement les précipités θ qui vont continuer à grossir et finiront par devenir inefficaces pour gêner le mouvement des dislocations, parce que l'espacement entre ces particules devient plus grand que la longueur du glissement des dislocations [117].

Les interactions des dislocations avec les précipités imposent le comportement mécanique des alliages Al-Cu. La présence de précipités dans la matrice affecte non seulement la contrainte de cisaillement critique nécessaire pour initier le glissement, mais aussi le comportement de durcissement de la matière.

I.5. Effet de traitement thermique sur la microstructure

Les traitements thermiques sont appliqués aux alliages d'aluminium pour changer leurs microstructures dans le but d'améliorer leur comportement mécanique. Il est à noter qu'à l'état brut de coulé cette microstructure présente plusieurs défauts tels que, des grains grossiers, la formation de certains composés intermétalliques de différentes tailles et

morphologies qui sont nuisibles comme les composés riches en fer, ainsi que la présence d'autres défauts comme la porosité et les inclusions.

Il a été rapporté que les particules de la phase eutectiques durcissant Al_2Cu vont se dissoudre dans la matrice lors d'un traitement thermique de mise en solution, puis renaissent pendant le traitement du vieillissement pour améliorer la résistance de l'alliage 206 [13]. En effet, une combinaison optimale de la résistance et de la ductilité peut être atteinte avec le traitement T6, mais les traitements T4 (vieillessement naturel) ou T7 (sur-vieillessement artificiel) sont souvent appliqués aux alliages 206 de fonderie pour améliorer la résistance à la corrosion [1]. Après avoir subi un traitement thermique, les alliages présentent une microstructure différente que celle de l'état brut. En outre, il ya dissolution de la totalité des composés riches en Cu et Mg (Al_2Cu , Al_2CuMg , Mg_2Si), par contre, ceux à base du Fe comme β -Fe et α -Fe restent stables. Les travaux des auteurs [20] sur les alliages de type B206 montrent la présence uniquement des phases riches en Fer à l'état trempé (figure I.12).

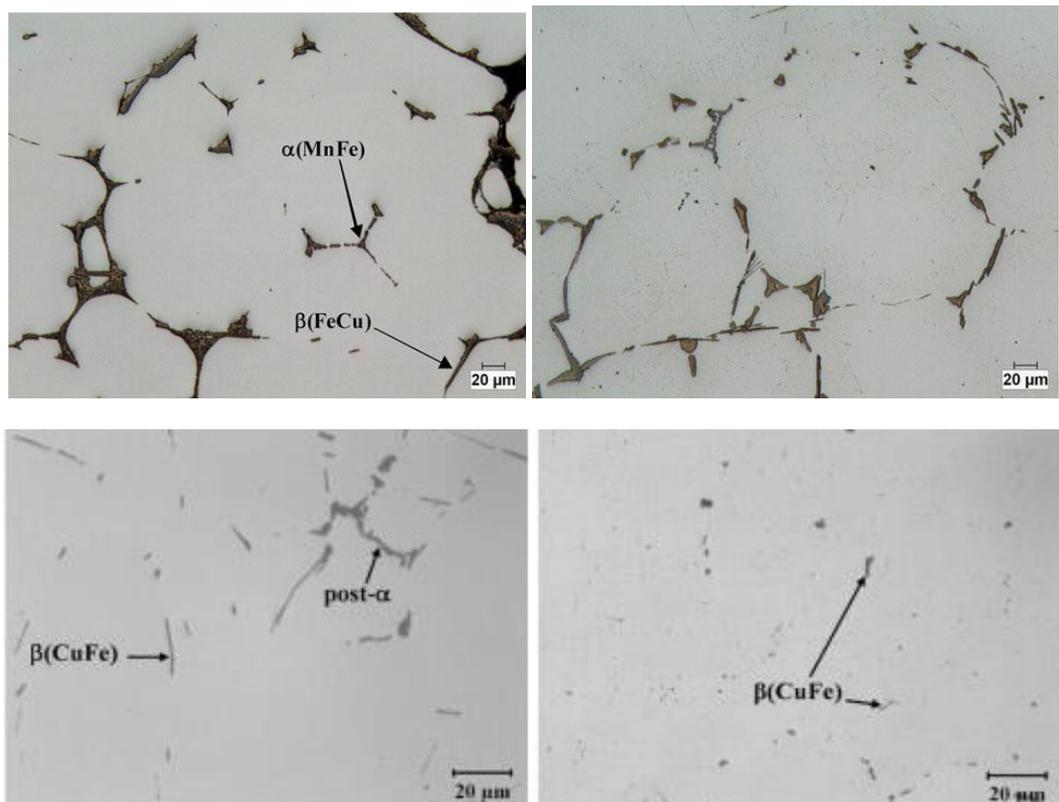


Figure I.12 : Microstructure d'un alliage B206 à l'état trempé [20].

Liu, dans ses travaux sur les alliages 206, a constaté la présence de la phase riche en fer β dans la microstructure après une mise en solution de 8h et 24h, figure I.13 (a) et (b). Aussi

dans le même contexte, ces auteurs ont signalé la transformation des particules de la phase β -Fe en α -Fe sous forme d'écriture chinoise, figure (c) et (d) [105].

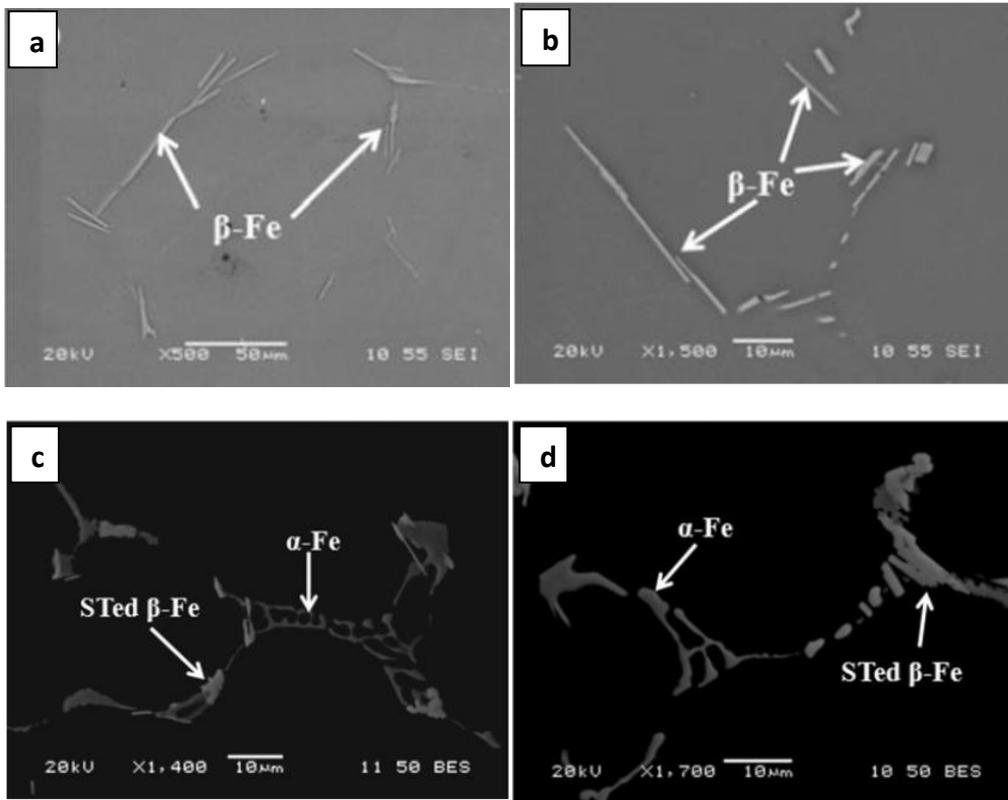


Figure I.13 : Microstructure d'un alliage 206 après traitement T4, [105].

L'analyse DSC d'un alliage de type 206 pour différents temps de mise en solution, montre la dissolution des phases riche en cuivre et magnésium. Les résultats sont tels que montrés sur la figure II.14.

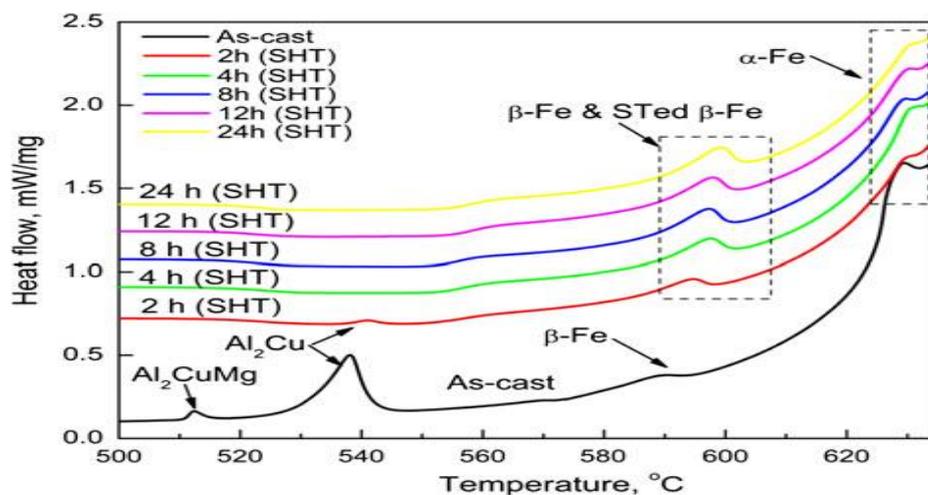


Figure I.14: Courbes DSC d'un alliage de type 206 dans les conditions telles que coulées et pour différents temps de mise en solution [105].

I.6. Effet de traitement thermique sur les propriétés mécaniques

Le durcissement par précipitation qui résulte du vieillissement naturel produit uniquement dans le traitement thermique de type T4, se caractérise par une limite d'élasticité, une ténacité élevée et une haute résistance à la fatigue [32]. Pas de changement de microstructure discernable n'accompagne le vieillissement à température ambiante, car les effets de durcissement sont attribuables uniquement à la formation des structures de la zone au sein de la solution solide [104]. Le nombre relativement élevé des atomes et des sites vacants figés (retenus) à partir de la solution sursaturée par un refroidissement rapide provoque la formation rapide des zones GP, et une augmentation rapide des caractéristiques mécaniques, atteignant des valeurs maximales presque stable dans quatre à cinq jours. Les changements qui se produisent sur la poursuite du vieillissement naturel sont relativement faibles, et les caractéristiques sont considérées comme étant stables après environ une semaine. Ceci est illustré dans la figure I-20 pour les alliages de la famille 206.

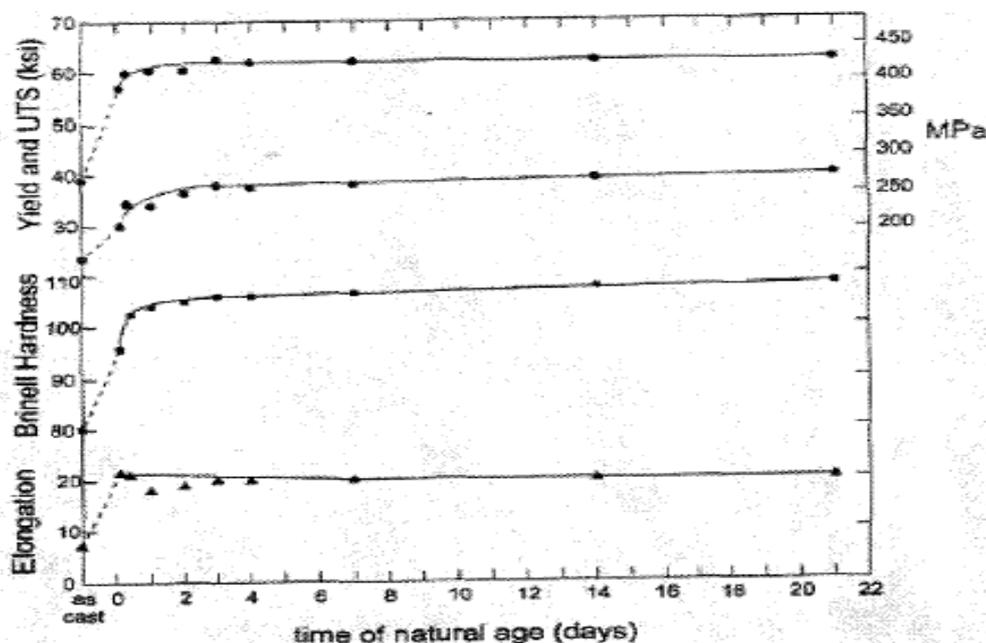


Figure I.15 : Propriétés mécaniques des alliages 206 en fonction du vieillissement naturel [9].

Dans le même contexte Kamga et al [54], ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques pour deux compositions d'alliage de type B206 (B2121 et B3134), pour les conditions de traitement T4 (figure I.16 et I.17). Le résultat de leur travail montre que les propriétés se stabilisent après huit heures de mise en solution.

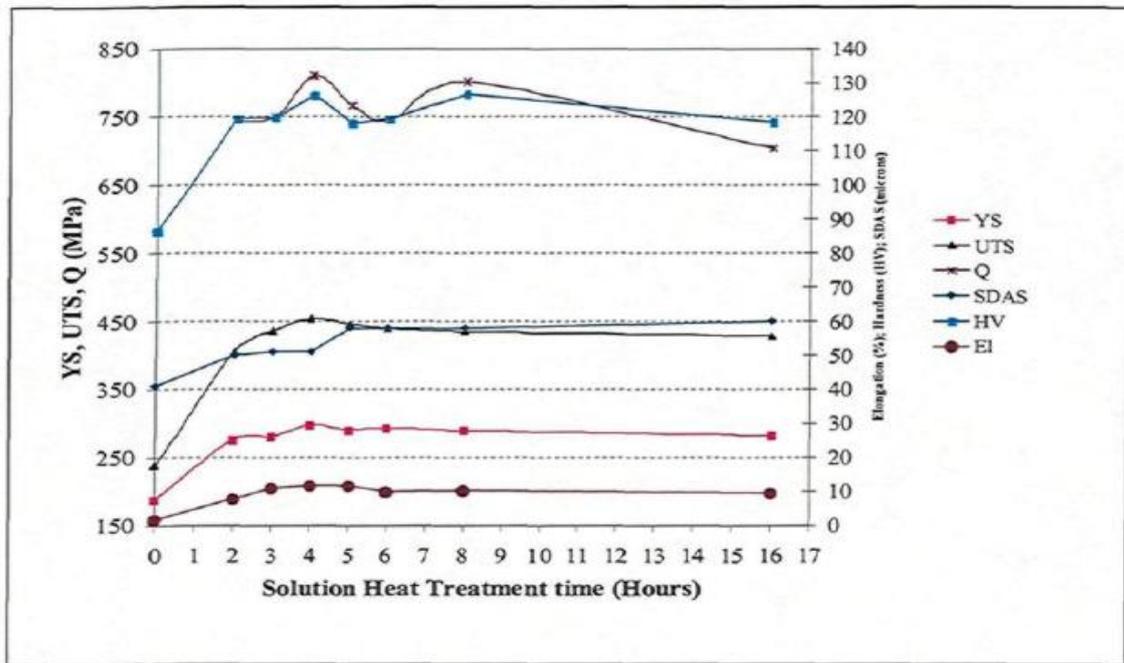


Figure I.16: Evolution des propriétés mécaniques en fonction du temps de mise en solution pour un alliage de type B206 pendant le traitement T4 [54]. (B2121).

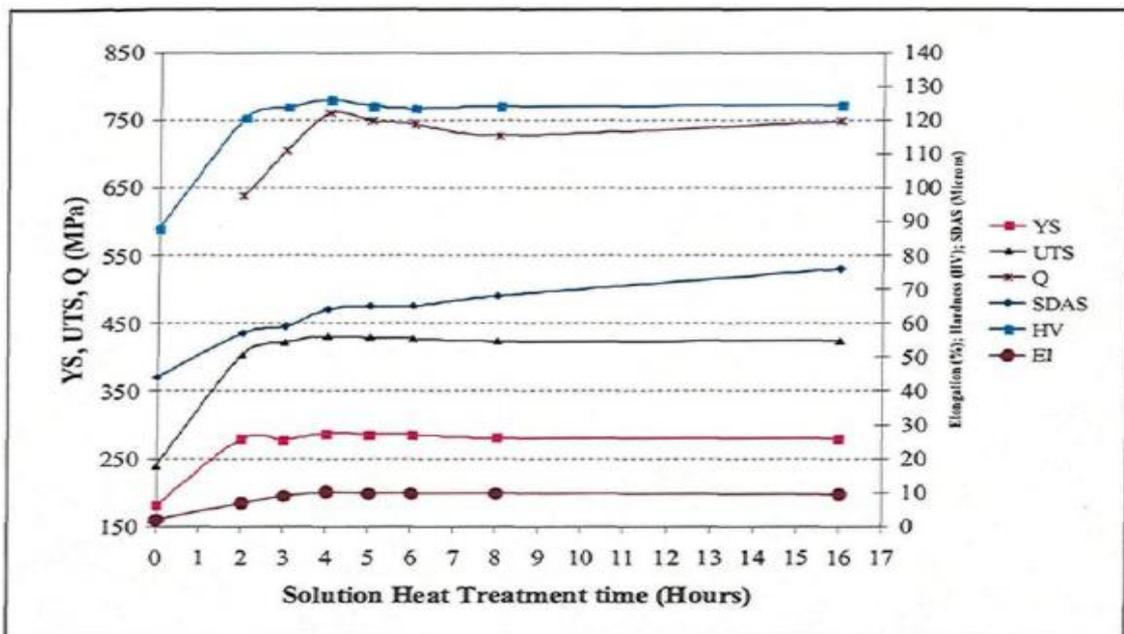


Figure I.17 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction du temps de mise en solution pour un alliage de type B206 pendant le traitement T4 [54]. (B3134).

La meilleure combinaison de résistance et de ductilité est obtenue par le traitement T6, mais cela produit une sensibilité à la corrosion inter-granulaire et la corrosion sous contrainte. Des valeurs élevées de la résistance et de la dureté avec une bonne résistance à la corrosion sont

obtenues avec le traitement T7 [50]. Cependant, les meilleures valeurs de la ductilité et de la résistance aux chocs sont atteintes par le vieillissement naturel, qui produit également une bonne résistance à la corrosion [50].

Dans les alliages commerciaux à base du magnésium, le durcissement se produit de la même façon que dans les alliages aluminium-cuivre, sauf que le fer, le manganèse et le silicium ont tendance à réduire le taux de durcissement dans les premières étapes, de sorte que les alliages commerciaux montrent un durcissement limité avec le vieillissement naturel [50]. Dans les alliages Al-Cu-Ni les caractéristiques du vieillissement dépendent du rapport Mg/Si. Si le rapport est élevé, le composé Al_2CuMg produit un durcissement important par le vieillissement à température ambiante. Dans les alliages dont le rapport est proche de 1.7, c'est la phase Mg_2Si qui produit le durcissement [50].

Par conséquent, les traitements T4 et T7 correspondent mieux pour les alliages 206. Assez souvent, les températures et les temps pour le traitement T7 sont 185-190 °C pendant 5 heures ou bien 200° C pendant 4 heures [50, 103, 104,107].

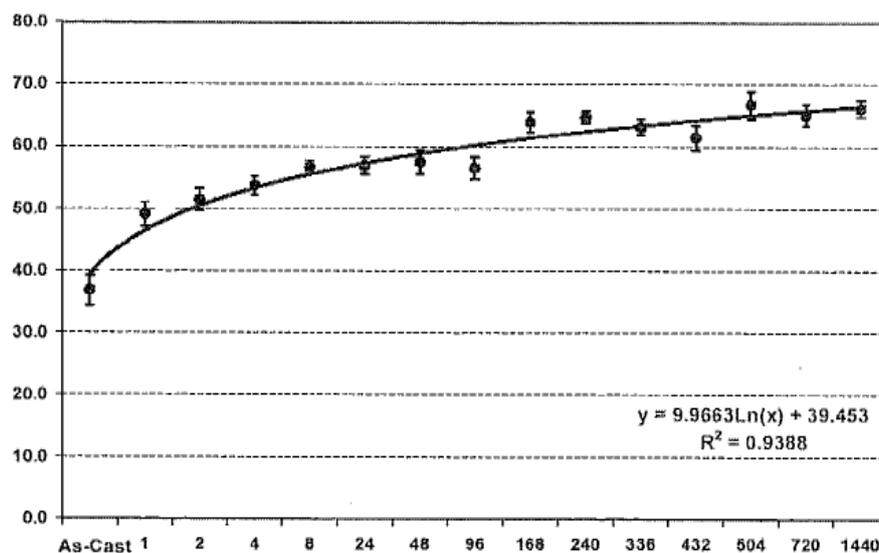


Figure I.18 : Dureté d'un alliage de fonderie B206 en fonction du temps de vieillissement naturel [118].

Les éléments d'addition et les traitements thermiques conditionnent la microstructure des alliages d'aluminium. Cette microstructure a un impact primordial sur leur comportement mécanique. Par ailleurs, les propriétés mécaniques macroscopiques sont directement liées à l'état métallurgique et à la microstructure de ces matériaux.

L'impact d'un traitement thermique sur la dureté d'un alliage de type B206 a été étudié [118], la figure ci-dessus (I.18) montre l'augmentation de la dureté après une mise en solution suivi d'une trempe et d'un vieillissement naturel (T4).

CHAPITRE II
PROCEDURES EXPERIMENTALES

CHAPITRE II

PROCEDURES EXPERIMENTALES

Ce troisième chapitre est, d'abord, consacré à la présentation des alliages utilisés au cours de cette étude ; Suivie des traitements thermiques appliqués. Ensuite, par les méthodes de caractérisation, mécaniques et microstructurales. Les matériaux élaborés seront soumis à plusieurs tests mécaniques pour apprécier leurs performances. Ces propriétés mécaniques ont été évaluées par les essais de traction, de résilience, de dureté Brinell et Rockwell et de la microdureté Vickers.

La microstructure a été analysée par plusieurs méthodes. Le microscope optique, permet d'avoir une image globale des constituants. Tandis que la microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour suivre les changements de la morphologie des composés intermétalliques et leur composition chimique à l'aide d'un système de micro-analyse (EDS). La diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée pour mettre en évidence les différentes phases présentes dans la microstructure et leurs structures cristallines.

La cinétique de solidification est suivie par la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) pour déterminer les températures de formation et de dissolution des précipités.

II.1 Composition chimique et élaboration des alliages

L'alliage de base est un lingot de B206 produit par Rio Tinto Alcan à l'université du Québec à Chicoutimi (Canada). Sa composition chimique est indiquée sur le tableau (II.1). Plusieurs types d'alliages B206 ont été élaborés en fonction de la teneur en éléments d'addition tel que le fer (Fe), le silicium (Si) et le magnésium (Mg). En outre, deux séries d'alliages ont été réalisées. Dans la première série nous avons varié la teneur en fer et en silicium (différents niveaux de rapport Fe/Si) pour une teneur constante du magnésium. Cette série est destinée à l'étude de l'effet du vieillissement naturel sur le comportement mécanique et microstructural des alliages à étudier en chapitre III. Pour la deuxième série qui est destinée aux chapitres IV et V, nous avons varié la teneur en magnésium de 0.2% à 0.6% (% massique) et cela pour un rapport de Fe/Si = 1 et pour deux compositions du Fe et du Si (Fe et Si = 0.2% et 0.3%).

Cu (%)	Si (%)	Fe (%)	Mn (%)	Mg (%)	Ti (%)	Zn (%)	Ni (%)	Al (%)
4.60	0.01	0.06	0.40	0.25	<0.01	0.00	<0.01	Balance

Tableau II.1 : Composition chimique de l'alliage de base B206 (% massique) [56].

II.2 Elaboration des échantillons

Pour préparer les alliages à étudier, des lingots de l'alliage de base B206 ont été fondus dans des creusets en carbure de silicium d'une capacité de 55 Kg. En faisant varier la teneur en Fe, Si et Mg, des alliages de fonderie de type B206 ont été élaborés par fusion. Deux séries ont été réalisées : la première contient sept échantillons de compositions différentes et pour des rapports de Fe/Si variables, par contre, pour la deuxième série, huit compositions ont été préparées en faisant varier la teneur en magnésium de 0.2% jusqu'à 0.6 % (% massique) pour un rapport de Fe/Si proche de 1 et cela pour deux concentrations en fer et en silicium (Fe, Si ~ 0.2% et ~ 0.3%).

Pour modifier les compositions des alliages, on ajoute des proportions bien définies de l'aluminium 1020 et des alliages mères commerciales tel que : Al-50%Si, Al-25%Fe, Al-25%Mn, Al-50%Mg et Al-50%Cu. La température de coulée des échantillons est de 750 ±5°C. C'est aussi à cette température que l'alliage a été fondu et que les différents éléments ont été ajoutés. Avant d'être coulés, tous les alliages reçoivent un affinement de grain en ajoutant le composé TiB₂ sous forme de l'Al-5%Ti-1%B. Le dégazage du métal a été effectué par l'injection d'argon pur à l'aide d'un agitateur en graphite tournant à une vitesse de 150 tours/ minute pendant 20 minutes. Le dégazage est une étape indispensable pour assurer un mélange homogène des additifs. Les analyses chimiques de différentes compositions préparées ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre optique. Les compositions chimiques des deux séries d'alliages à étudier sont présentées sur les tableaux (III.3) et (III. 4). Le tableau (III.2) représente la composition initiale des alliages de la deuxième série pour un niveau constant du Mg.

À partir du bain métallique obtenu nous avons préparé différents échantillons pour l'analyse microstructurale et caractérisation mécanique (essai de traction, essai de résilience et mesures de dureté Brinell et Rockwell et microdureté Vickers).

Désignation	Fe/Si	Composition chimique (% massique)						
		Cu (%)	Fe (%)	Si (%)	Mn (%)	Mg (%)	Ti (%)	Al
B2121	1	4.72	0.21	0.21	0.24	0.29	0.02	Balance
B3134	1	4.73	0.31	0.34	0.24	0.32	0.02	

Tableau II.2:Composition chimique des alliages de base de la deuxième série.

Désignation	Fe/Si	Composition chimique (% massique)						Al
		Cu (%)	Fe (%)	Si (%)	Mn (%)	Mg (%)	Ti (%)	
B1106	1.83	4.59	0.11	0.06	0.23	0.25	0.02	Balance
B1710	1.70	4.57	0.17	0.10	0.23	0.25	0.02	
B2710	2.70	4.64	0.27	0.10	0.23	0.25	0.02	
B2420	1.20	4.31	0.24	0.20	0.23	0.26	0.02	
B2919	1.53	4.70	0.29	0.19	0.23	0.25	0.02	
B3128	1.11	4.28	0.31	0.28	0.23	0.25	0.02	
B2328	0.82	4.70	0.23	0.28	0.23	0.26	0.02	

Tableau II.3: Composition chimique de la première série d'alliages.

Désignation	Fe/Si	Composition chimique (% massique)						Al
		Cu (%)	Fe (%)	Si (%)	Mn (%)	Mg (%)	Ti (%)	
B201926	1.05	4.50	0.19	0.20	0.20	0.26	0.05	Balance
B212141	1.00	5.00	0.21	0.21	0.20	0.41	0.05	
B212150	1.00	4.70	0.21	0.21	0.19	0.50	0.05	
B212066	1.05	4.60	0.20	0.21	0.19	0.66	0.05	
B292927	1.00	4.55	0.29	0.29	0.17	0.27	0.05	
B293040	0.96	4.82	0.29	0.30	0.20	0.40	0.05	
B282849	1.00	4.84	0.28	0.28	0.19	0.49	0.05	
B282860	1.00	4.87	0.28	0.28	0.19	0.60	0.05	

Tableau II.4 :Composition chimique de la deuxième série d'alliages.

Les alliages sont notés Bxxxxxx, la lettre B pour dire qu'il s'agit de l'alliage B206, la série des première, deuxième et troisième paires de chiffres correspondent, respectivement, à la teneur du silicium, du fer et du magnésium.

II.3 Traitements thermiques

Les traitements thermiques permettent de contrôler la microstructure des alliages et par le fait même ses propriétés mécaniques. Le but visé de ces séries d'opérations de chauffage et de refroidissement est l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage. Lorsque ces traitements sont appliqués aux alliages d'aluminium, leur utilisation est fréquemment restreinte à des opérations spécifiques visant à augmenter la résistance ainsi que la dureté [95-97].

Le type de traitement thermique qui augmente la résistance des alliages d'aluminium se fait généralement en trois étapes :

a)-Mise en solution : dissolution des phases solubles, et faire dissoudre le maximum d'éléments d'alliages (tel que le cuivre et le magnésium) dans la matrice d'aluminium pour former une solution solide sursaturée.

b)-Trempe : supersaturation des phases par refroidissement rapide pour figer la microstructure à la température ambiante et crée un nombre suffisant de lacunes qui favorise la diffusion des atomes à la température ambiante.

c)-Vieillessement : précipitation des atomes de soluté soit à la température ambiante (vieillessement naturel) par durcissement naturel (maturation), soit à température élevée entre 100°C et 190°C (vieillessement artificiel) pendant différentes périodes (revenu).

Le traitement thermique s'applique en plusieurs étapes. La séquence normale implique une mise en solution, suivie d'un refroidissement rapide (trempe) et d'un durcissement par précipitation (vieillessement).

Dans cette étude, nos échantillons ont subi le traitement T4. Les étapes de ce traitement seront bien détaillées dans les paragraphes ci-dessus.

II.3.1 Mise en solution

Dans notre travail, les échantillons ont suivi une mise en solution par paliers dans le but de faire dissoudre une quantité maximale d'éléments de durcissement soluble, tels que le cuivre, le magnésium, et d'obtenir une meilleure homogénéisation de la matrice d'aluminium. Les diagrammes de phases montrent que la solubilité de ces éléments augmente nettement avec la température, en particulier juste en dessous de la température de fusion eutectique. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue, dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée en éléments d'addition, aussi de créer suffisamment de lacunes pour faciliter la diffusion des atomes à la température ambiante.

La température de traitement de mise en solution est déterminée par la composition chimique de l'alliage et le traitement peut tolérer une certaine variation de température, celle-ci peut varier de $\pm 6^\circ\text{C}$ de la valeur nominale. Pour les alliages hautement alliés de grande résistance, il faut porter une plus grande attention à la température de mise en solution. Une plus grande marge de celle-ci peut être tolérée avec les alliages qui ont un plus grand intervalle entre la ligne du solvus et la température eutectique de fusion.

Lors de la procédure de mise en solution, il faut faire attention à ne pas « surchauffer » le matériau. Ceci se produit lorsque la température excède celle du point eutectique, il en résulte une détérioration des propriétés mécaniques soit la ductilité ou bien la résistance à la rupture.

II.3.2 Trempe

Une fois la mise en solution est complétée, les échantillons sont refroidis rapidement jusqu'à la température ambiante. Le temps entre la mise en solution et la trempe est de moins de 10 secondes pour éviter la formation de certains composés à des températures intermédiaires.

En effet, dès la sortie du four, les échantillons sont immergés dans de l'eau chaude à 66°C et refroidis en agitant, jusqu'à atteindre la température de l'eau. Cette dernière est remplacée par de l'eau renouvelée toutes les trois trempes, pour homogénéiser la température. Celle-ci a été mesurée à l'aide d'un thermomètre avant le début de chaque trempe. Pour éviter la formation des composés de secondes phases.

Le refroidissement à l'air ambiant consiste simplement, à retirer les échantillons de l'eau et à les laisser refroidir à l'air ambiant.

Pour les alliages destinés au chapitre III, une fois la trempe est terminée, les échantillons ont été entreposés dans un congélateur à une température de -18°C pour ralentir le vieillissement naturel.

II.3.3 Vieillissement naturel

Après le traitement de mise en solution et la trempe, le traitement thermique est achevé par un vieillissement naturel qui durcit l'alliage à la température ambiante. Ce durcissement s'accompagne d'une précipitation uniforme de fines particules intermétalliques dans la matrice qui agissent comme des obstacles au déplacement des dislocations le long du plan de glissement, en améliorant ainsi les propriétés mécaniques (augmentation de la limite élastique) [119-121].

Dans plusieurs alliages, une précipitation suffisante survient à la température de la pièce quelques jours après la trempe et les propriétés mécaniques de ces derniers sont convenables pour plusieurs applications.

Le vieillissement a pour principal but de modifier les propriétés mécaniques de l'alliage après trempe. La solution sursaturée obtenue après la trempe n'étant pas en équilibre, elle a toujours tendance à retourner vers cet état, très lentement à température ambiante et beaucoup plus rapidement à température élevée.

Au cours du vieillissement, on remarque dans un premier temps, que les propriétés mécaniques augmentent, atteignent un maximum, ensuite diminuent. Cela est dû à l'évolution de la taille des précipités et à leur nature (précipitation des zones GP).

La durée du vieillissement requise pour que les propriétés mécaniques soient maximales est une fonction de la température. Ainsi, à des températures trop élevées, on obtient uniquement des propriétés médiocres, à cause de la formation, dès le début, de la phase d'équilibre. Par ailleurs, à la température ambiante, la durée requise pour le vieillissement est très longue.

Les étapes de traitement T4 appliqué dans ce travail sont comme suit :

- montée de la température ambiante jusqu'à 480°C en 2 heures ;
- la montée continue de 480°C jusqu'à 503°C en ½ heure ;
- un maintien à 503°C pendant 2 heures ;
- une remontée de température de 503°C jusqu'à 527°C en ½ heure ;
- un maintien à 527°C pendant 8 heures ;
- tremper dans l'eau à 66°C ;
- attendre 21 jours avant les tests.

Ce traitement a été appliqué pour la deuxième série d'alliages, cependant, la première série est destinée au chapitre IV, au lieu d'attendre 21 jours pour les tests, nous avons réalisé les tests pour différentes périodes de vieillissement naturel, qui sont décrites ci-dessous :

Etat 0 : les échantillons ne subissent pas du vieillissement naturel (c'est l'état trempé).

Etat 1 : les échantillons sont vieillis pendant 21 jours.

Etat 2 : les échantillons sont vieillis pendant 42 jours.

Etat 3 : les échantillons sont vieillis pendant 84 jours.

Après chaque essai, les échantillons sont retournés au congélateur (-18°C) pour arrêter le processus du vieillissement.

Le traitement de mise en solution a été réalisé à l'aide d'un four électrique équipé d'un contrôleur de température programmable ($\pm 2^\circ\text{C}$) de la compagnie Pyradia (université de Québec), représenté sur la figure II.1.



Figure II.1: Four de traitement thermique à convection Pyradia.

II.4 Techniques de caractérisations

II.4.1 Essais Mécaniques

Les propriétés mécaniques d'un alliage de fonderie à l'état tel que coulé sont principalement déterminées par sa composition en éléments alliés, par le taux de solidification et par ses constituants microstructuraux tels que la taille des grains, l'espace interdendritique (DAS), aussi bien que par la morphologie, la taille, la quantité et la distribution des phases intermétalliques en présence. Il se trouve que ces derniers paramètres, sont complètement changés à la suite de l'application d'un traitement thermique qui, en retour, influence les propriétés mécaniques. Dans cette étude, ces propriétés ont été évaluées par plusieurs essais. Vis ; l'essai de traction (la limite d'élasticité, la résistance mécanique(ou bien contrainte maximale) et l'allongement à la rupture), l'essai de résilience et les essais de dureté et de la microdureté.

II.4.1.1 Essai de traction

Les propriétés de traction étudiées sont la résistance mécanique, la limite d'élasticité et l'allongement à la rupture (déformation). L'essai est exécuté sur des éprouvettes cylindriques, et afin de garantir des résultats obtenus sous contrainte uniaxiale, toutes les déterminations faites au cours de l'essai ne portent que sur une partie de la longueur de l'éprouvette. Pour éviter toute influence de la force pinçant des mors, elles doivent être suffisamment loin des points d'amarrage. Les têtes ont une section supérieure à celle de la partie cylindrique de façon qu'elles ne subissent aucune déformation plastique et qu'elles ne cassent pas en

premier. L'éprouvette fixée par ses têtes, entre deux mouchardes, est soumise à un effort de traction suivant son axe. Une longueur de base L est définie par la distance séparant les deux repères que constituent les points d'attache de l'extensomètre. La figure II.3-b montre un exemple d'éprouvette avec têtes filetées. Ce type est très souvent utilisé en raison de sa simple fixation, en particulier lorsqu'il s'agit d'effectuer des essais de traction avec des extensomètres de précision. Les dimensions de l'éprouvette sont montrées sur la figure II.3-a.

a)- Coulée des échantillons de traction

Pour la coulée des éprouvettes de traction, nous avons utilisé un moule permanent STAHL de type ASTM B-108, représenté à la figure III.2. Ce moule est symétrique et permet de produire deux éprouvettes de traction par coulée. L'intérieur du moule est recouvert de deux revêtements différents pour que le métal versé ne se colle pas sur les murs intérieurs: l'un pour la partie centrale des barreaux de traction et l'autre pour le reste du moule. Le revêtement de la partie centrale est à base de graphite pour permettre une solidification rapide, tandis que le revêtement qui couvre tout le reste du moule est fait de vermiculite.



Figure II.2: Moule permanent STAHL ASTM B-108 pour la coulée des éprouvettes de traction.

La coulée du métal se fait à l'aide d'une louche, dans le moule STAHL ASTM B-108, qui a été préchauffé à 450°C. Une attente d'environ 3 minutes est requise afin de solidifier la pièce. Les pièces ainsi coulées sont démoulées lorsque la température du moule, donnée par un thermocouple inséré dans ce dernier, commence à redescendre après avoir atteint un plateau.

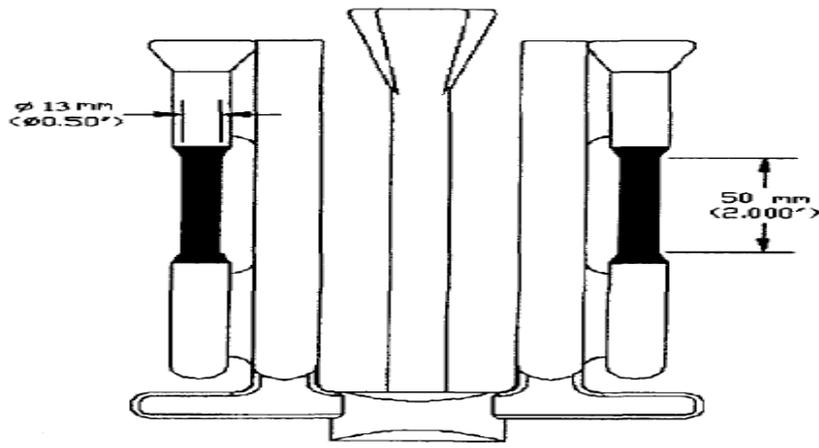


Figure II. 3-a : Schéma de la pièce obtenue avec le moule de traction (STAHL).



Figure II. 3-b: Epreuves de traction.

Après la coulée, les barreaux de traction sont libérés des chemins de coulée (figure II.3-b) et les masselottes par une scie à ruban. Ces parties sont refondues et recyclées dans les autres coulées.

Les barreaux d'essai de traction sont représentés sur la figure (II.3-b). Les dimensions des épreuves sont montrées sur la figure 3-a. La longueur entre repère de chaque barre est de 50 mm (jauge), et son diamètre de la section transversale est 12,8 ($\pm 0,07$ mm).

b)- Essai de traction

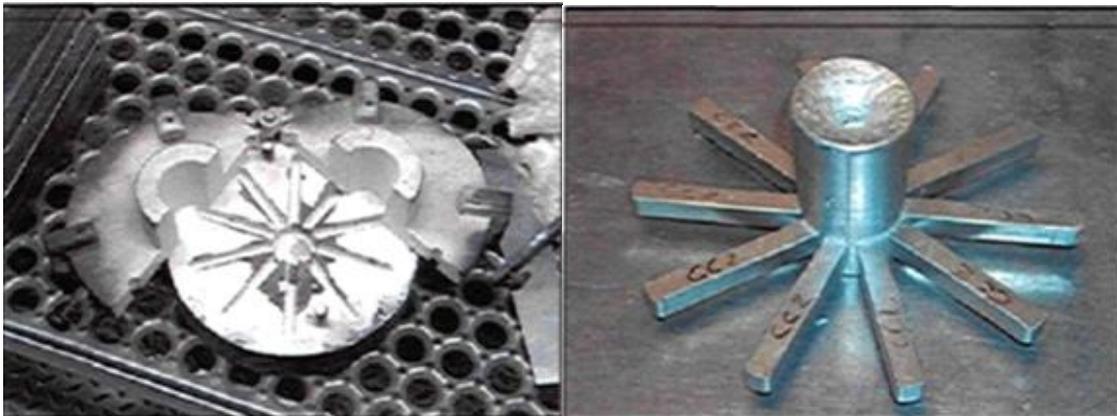
Les épreuves d'essai ont été testées à l'aide d'une machine MTS-108 de TAMLA (chaire de Technologies Avancées des matériaux Léger pour l'Automobile à l'Université de Québec à Chicoutimi) modèle RT/100 comme le montre la figure 4, à une vitesse de déformation constante de 0.50 mm/min (10^{-4} s^{-1}), en utilisant une capacité de 100 KN à la température ambiante. Les données contrainte-déformation des échantillons ont été recueillies par un système d'acquisition de données relié à la presse. La limite d'élasticité, la résistance à la traction (UTS) et l'allongement ont été également obtenus par le système d'acquisition de données de la machine MTS-108.



Figure II.4: Presse MTS-108 Alliance (modèle RT/100).

II.4.1.2 Essai de résilience

Le moule de coulé (figure II.5 (a)) pour l'essai de résilience prévoit dix barres. Les échantillons ont été coupés de la coulée, et usiné selon les dimensions indiquées à la figure II.5 (b).



(a)

(b)

Figure II.5 :a-Moule d'essai de résilience. b- Barreaux de résilience.

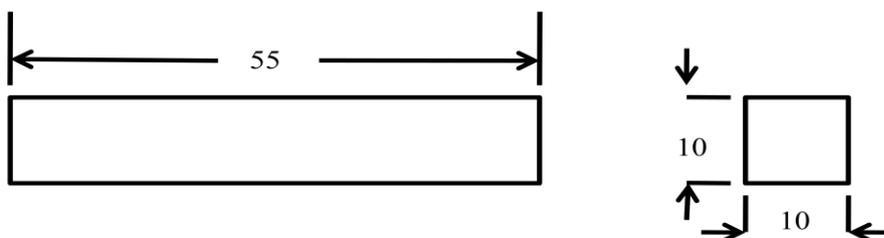


Figure II.6 : Dimensions des barres de l'essai de résilience non entaillées (les mesures sont données en mm).



Figure II.7: Mouton pendule SATEC SI-1 utilisé pour les essais d'impact.

Les tests de résilience ont été réalisés au laboratoire de l'université de Québec à Chicoutimi (Canada), sur des échantillons sans entaille en raison des faibles quantités d'énergie à mesurer. La dimension des échantillons est telle que montrée sur la figure II.6 (55mm×10mm×10mm). La machine utilisée est A SATEC SI-1 (Universel impact machine (SATEC Systems Inc., modèle SI-1D3) représentée sur la figure 7. Cette machine, assistée par ordinateur, a été utilisée pour effectuer l'essai d'impact. Elle est équipée de boulons avec des poids, en plus du pendule. Un système d'acquisition de données connecté à la machine d'impact surveille le comportement dynamique de l'échantillon d'essai et mesure les valeurs de la charge et de l'énergie en fonction du temps. L'énergie totale (Et) absorbée au cours de l'essai a été déterminée. Les valeurs de la résilience (énergies) sont obtenues à partir des cinq échantillons testés pour chaque composition d'alliage.

L'essai d'impact est utilisé pour mesurer la ténacité des matériaux face à un choc, cette ténacité peut être aussi déterminée à partir de la surface sous la courbe de traction.

La formule qui nous permet de calculer la résilience est donnée par :

$$W = m g (H_0 - H)$$

Où m= masse du pendule (kg),

g = la gravité (m/s²),

H₀= hauteur initiale du pendule (m),

H= hauteur finale du pendule après impact (m).

II.4.1.3 Essai de dureté et de microdureté

Les mesures de la microdureté ont été effectuées sur des échantillons polis et utilisés pour la caractérisation métallographique. Ces échantillons ont été prélevés des éprouvettes de

traction fracturées comme le montre la figure 9. Les tests ont été réalisés avec un microduromètre Digital MICROHARDNESS Tester HVS-1000 qui pouvait exécuter de dureté Vickers (HV). Les principes de mesure incluent la surveillance en continu de la force et la profondeur de l'empreinte qui permet la détermination de la dureté. Une représentation schématique de la sonde et de son indentation Vickers (figure II.8) représente l'élément d'indentation à gauche, représentant les angles de la forme pyramidale. La sonde sur la droite est la profondeur "h" de l'indentation. L'illustration en bas représente la longueur de la diagonale 'D' de l'indentation. Les valeurs de la dureté ont été calculées par un logiciel en utilisant la formule suivante:

$$HV = 1854,4 P / D^2.$$

Où: P est la charge d'essai (gf), et D est la longueur de la diagonale moyenne (µm).

La force de la charge utilisée était 500 gf avec un temps de maintien de 15 secondes et le grossissement de la lentille × 400. La moyenne des valeurs de dureté obtenues à partir de ces indentations pour chaque composition d'alliage a été prise en tant que valeurs représentatives.

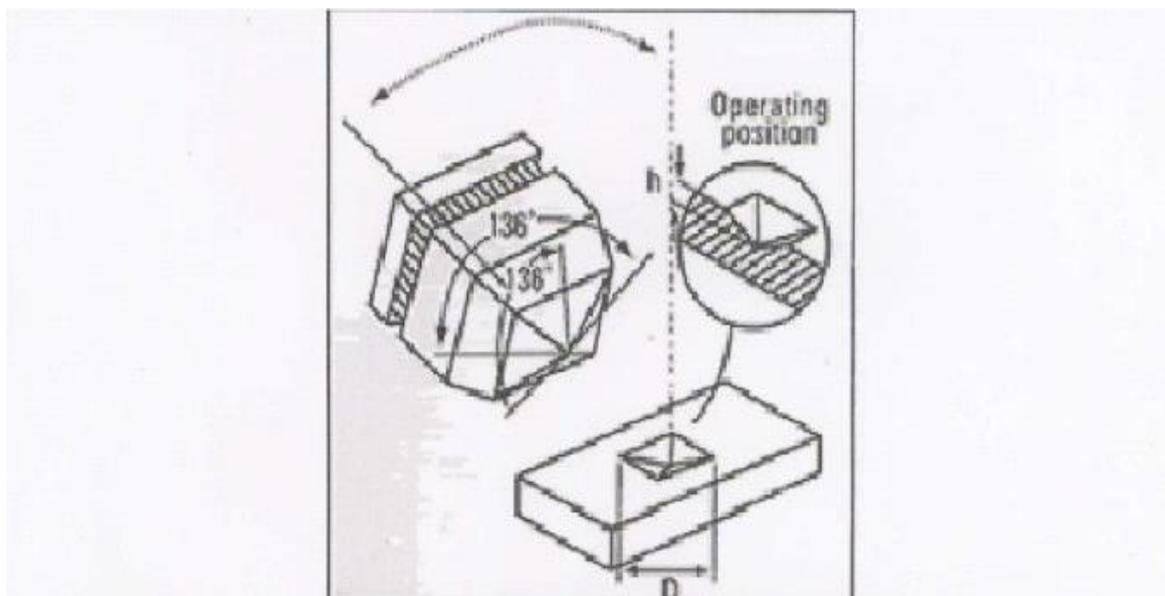


Figure II.8 : Représentation schématique de la sonde et de son indentation

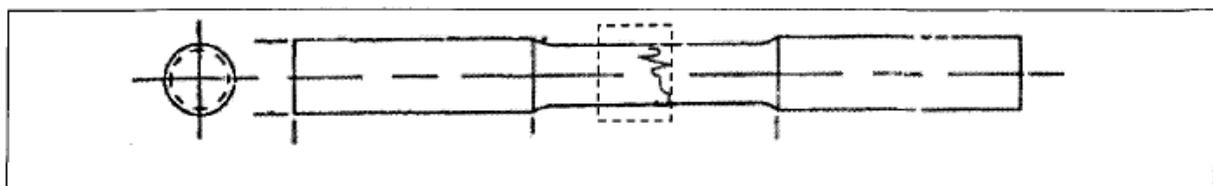


Figure II.9: Echantillon prélevé des barreaux de traction pour la microstructure et la microdureté.

II.4.2 Analyses microstructurales

II.4.2.1 La microscopie optique

La microscopie optique est un outil qui permet d'observer et de comparer entre les microstructures des échantillons et les différentes phases intermétalliques présentes. Comme, elle sert à déterminer plusieurs paramètres microstructuraux, tels que la taille et la forme des grains et celle des précipités. L'observation des changements avant et après traitement thermique, ou bien avant et après les tests de corrosion. L'échantillon à tester doit avoir une surface plane, celle-ci est obtenu après polissage, en utilisant du papier abrasif de différentes granulométries (de 400 jusqu' à l'obtention d'une surface miroir). Le polissage de finition se fait avec suspension de 0.5 μm sur un feutre. Le principe de fonctionnement d'un microscope optique est l'agrandissement de l'image d'un objet à l'aide d'une caméra photographique, qui nous permet d'obtenir des micrographies avec différents grossissements.

II.4.2.2 Microscope électronique à balayage (MEB)

Afin de bien mettre en évidence les différents constituants microstructuraux et pour des observations plus détaillées qu'un microscope optique, on a recours à un microscope électronique à balayage (MEB).

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy) est une technique d'analyse permettant de réaliser différents types d'observations et de caractérisations selon la nature d'interactions d'électrons avec la matière considérée. Son principe de fonctionnement est tel qu'un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et des rayons X. Différents détecteurs permettent d'analyser les électrons et de reconstruire une image de la surface.

Les microscopes électroniques à balayage sont de puissants outils de caractérisation des matériaux qui permettent d'obtenir des images de la topographie, de connaître la composition chimiques, etc.

Principe de fonctionnement d'un MEB

Un microscope électronique à balayage fournit des informations sous formes d'images, résultant de l'interaction d'un faisceau d'électrons de haute énergie avec la matière. Cette interaction conduit à l'émission d'électrons de différentes énergies et de rayonnements : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger, rayons X, et l'image obtenue dépend de type d'électrons réémis.

-Les électrons secondaires ont éjecté des couches surfaciques jusqu'à 50 Å. Ils permettent d'obtenir des images très détaillées de la topographie des échantillons.

-Les électrons rétrodiffusés sont issus du faisceau incident et peuvent donner des informations sur les couches supérieures de la surface de l'échantillon jusqu'à 100 nm. Les électrons primaires interagissent effectivement avec les atomes de matériaux étudiés et leur taux de rétrodiffusion dépend du numéro atomique des éléments constitutifs. Ceci permet de mettre en évidence des différences de composition chimique dans la matière. Il est notamment possible de révéler les différentes phases du matériau étudié, par une analyse quantitative si le MEB est couplé à un système complet de microanalyse par dispersion d'énergie (EDS).

Pour l'analyse de la microstructure, une partie de nos échantillons (chapitre IV) a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental (Philips E.S.E.M type XL30 TMP, Université Tizi Ouzou), qui est donné sur la figure II.10 et une autre partie a été analysée à l'université de Québec à Chicoutimi, en utilisant un MEB très puissant qui est équipé d'un système d'analyse d'image EDS pour accéder à la composition des différentes phases ainsi que la répartition des éléments dans la microstructure. Ce type d'analyse est montré dans le chapitre IV et V.

Par rapport au microscope optique, le MEB permet d'atteindre un grandissement qui peut aller jusqu'à 300 000 fois et une résolution de l'ordre de 20 nm.



Figure II.10: Photographie du MEB.

II-4-2-3. Préparation des échantillons

Les préparations en laboratoire des échantillons pour les différentes caractérisations de surface nécessitent un polissage mécanique bien précis. Pour les observations aux microscopes optiques et MEB, les échantillons sont polis jusqu'à l'obtention d'une surface miroir. Ces échantillons servent aussi à la diffraction des rayons X et les essais de la dureté et micro-dureté. Le polissage a été réalisé manuellement sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs placés sur un disque rotatif. Les granulométries du papier varient de 120

jusqu'à 4000. Le polissage de finition a été réalisé sur un tissu feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée de 0.5 μm pour avoir une surface miroir. A la fin de chaque étape, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface, puis séchés à l'air froid.

II.4.3 Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel, DSC (Differential Scanning Calorimetry), est une technique, à flux de chaleur, utilisée pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'ils sont soumis à un chauffage ou un refroidissement. Les courbes DSC permettent de déterminer toutes transformations de phases, fluctuations creuses ou convexes sur les courbes DSC, suite à une dissolution (fusion) ou formation (cristallisation) d'une phase, induite respectivement par absorption ou dégagement d'un flux de chaleur.

Les alliages métalliques subissent des transformations de phases qui absorbent ou dégagent de l'énergie lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermiques.

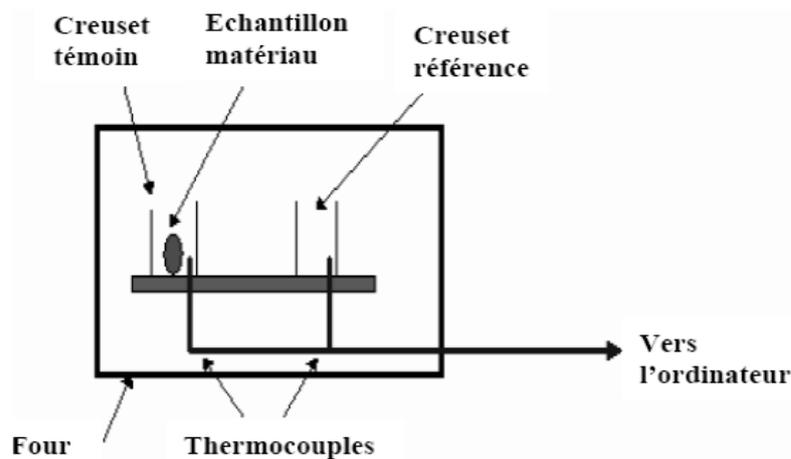


Figure II.11: Schéma d'un dispositif de mesure DSC.

La technique de DSC représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités dans les matériaux. Cette technique peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation. A l'aide d'un thermocouple, comme elle permet de mesurer la différence de flux thermique entre l'échantillon et la référence en fonction de la température ou du temps au cours d'un cycle thermique programmé (voir fig. II. 11). Aussi, elle permet de suivre l'évolution structurale des matériaux dans des conditions prédéfinies et sous atmosphère contrôlée. Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase) qui dégage de la chaleur, la courbe DSC enregistre un

pic situé au dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase) qui absorbe de la chaleur, elle enregistre un pic au dessous de la ligne de base (voir fig. II. 12).

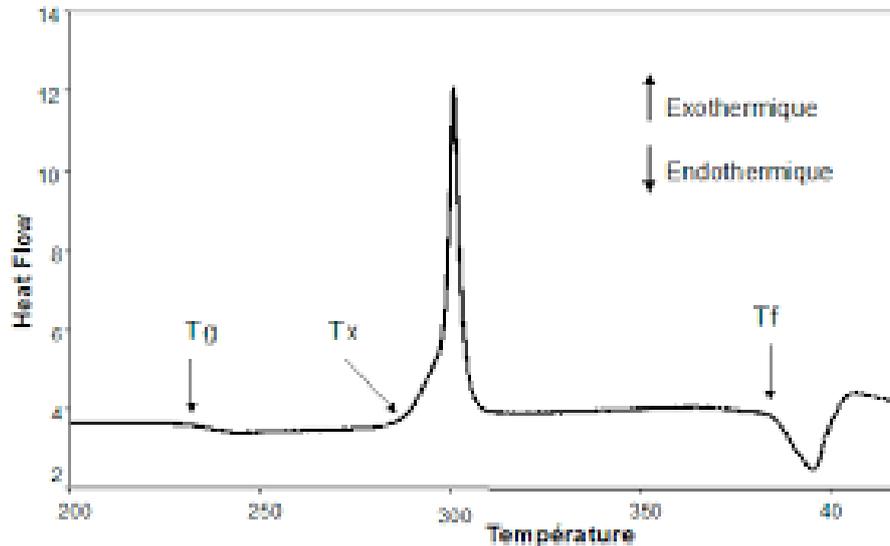


Figure II. 12 : Courbe de DSC.

Les mesures de DSC ont été réalisées à l'université de Savoie en France. La masse des échantillons est d'environ 20 mg, les analyses ont été effectuées sous atmosphère dynamique composée d'argon. Le chemin thermique suivi se compose de deux paliers : le premier consiste à une montée en température de l'ambiante jusqu'à 400°C avec une vitesse de chauffage de 10°C/min, puis la montée continue avec une vitesse de 4°C/min jusqu'à 700°C. Lors du refroidissement, les échantillons ont subi le cycle inverse, c'est-à-dire une descente en température de 700°C à une vitesse de refroidissement de 4°C/min jusqu'à 400°C, puis de 10°C/min jusqu'à la température ambiante.

Cette analyse a été effectuée uniquement sur les échantillons de la deuxième série.

II-4.4. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode non destructive, et elle représente un outil très performant et universel pour identifier les phases cristallines et déterminer leurs paramètres microstructuraux, comme elle permet aussi de déterminer la nature et la quantité des phases secondaires.

II.4.4.1. Principe de la DRX

Le principe de base de la diffraction des rayons X (DRX) par un cristal, est illustré sur la figure III-13, le faisceau de rayons X incident d'un angle θ sur la surface plane de l'échantillon irradié le faisceau de rayons X diffractés d'un angle θ par le réseau cristallin et d_{hkl} est la distance réticulaire, soit la distance entre deux plans consécutifs d'atomes du réseau cristallin. L'angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté est donc 2θ .

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique (de longueur d'onde λ) illumine un composé, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du réseau cristallin, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. La différence de marche entre deux rayons incidents est donnée par la loi de Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin\theta_{hkl} = n\lambda \quad (\text{II.1})$$

Principalement le diffractomètre à rayon X est constitué de trois parties:

a)- la source des rayons X: c'est un tube contenant deux électrodes, l'un est un filament (Cathode) chauffé par l'effet Joule, l'autre s'appelle l'anode qui est une plaque de Cuivre ou de Cobalt. Les deux électrodes soumise à un potentiel de quelques dizaines de kilovolts qui accélèrent les électrons venant du filament. L'interaction électron-matière va entrer la matière dans un état excité, la désexcitation est faite par l'émission des rayons X; ce dernier est monochromatisé par un filtre métallique (nickel).

b)- Le porte échantillon : cette partie peut avoir plusieurs formes et diverses fonctions (fixe, rotatif) selon la nature des échantillons (solide, poudre, etc.) et aussi selon les conditions expérimentales choisies.

c)- Le détecteur des rayons X diffractés: la matière va émettre un rayonnement de même longueur d'onde que le rayonnement incident mais dans des directions différentes de celle du faisceau initial. Chaque atome va être la source d'un rayonnement diffusé et l'onde observée dans une direction donnée sera la résultante de la superposition des ondes provenant de chaque atome.

La diffraction des rayons X par les cristaux doit vérifier la loi de Bragg.

Dans notre étude, les spectres de diffraction ont été enregistrés avec un diffractomètre du type Brucker advanced 8 X-Pert Advanced Philips équipé d'une chambre de diffraction à chaud (HTK1200 de Anton Paar) avec une radiation $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0.15405 \text{ nm}$) sous les conditions 45 kV/40 mA.

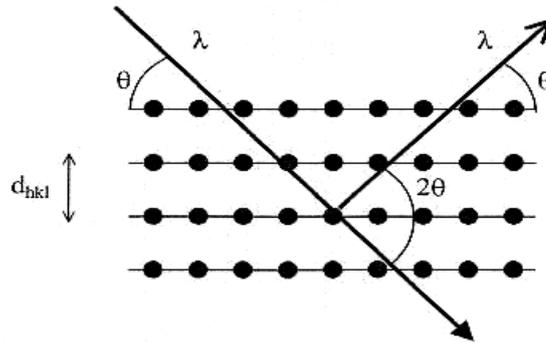


Fig. II. 13: Famille des plans cristallins en condition de Bragg.

Les variations du paramètre du réseau cristallin de l'alliage étudié, en fonction de la teneur en magnésium et en fonction de la durée du vieillissement naturel, ont été suivies par cette technique aux grands angles à la température ambiante.

II.4.4.2. Analyse des spectres DRX et identification des phases

L'identification des phases présentes dans les spectres de DRX a été faite en utilisant les fiches ASTM. Les raies (ou pics) de diffraction des rayons X par un rayonnement de longueur d'onde λ , sont caractérisées par un angle de diffraction θ_{hkl} et une intensité I_{hkl} . Les indices hkl indiquant la famille de plans cristallographiques qui réfléchissent et produisent cette raie.

La position des raies de diffraction donne accès aux distances d_{hkl} entre plans cristallographiques, à la structure et aux paramètres cristallins. Par contre, la variation de la largeur, à mi-hauteur des pics, permet d'accéder aux micro-contraintes et à la taille des cristallites [123,124].

La connaissance de la position de chaque pic et des indices (hkl) des plans diffractant associés permet de calculer le paramètre du réseau cristallin. Dans le cas des matériaux à structure cubique comme l'aluminium ce paramètre est donné par la relation suivante:

$$a = d_{hkl} \times (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$$

Le calcul de ce paramètre nous renseigne sur la position des atomes du Mg dans la microstructure. En effet, si le paramètre de maille augmente donc ces atomes s'unissent avec les atomes de l'aluminium pour former une solution solide, si non elle se combine avec les éléments présents pour former des composés de secondes phases, en particulier la phase Mg_2Si .

Les expériences de diffraction des rayons X ont été réalisées afin de mettre en évidence l'influence de la teneur en magnésium sur la microstructure des alliages de types B206 étudié,

dans le but de pouvoir corréler les paramètres microstructuraux et le comportement mécanique des alliages étudiés.

Les analyses DRX ont été effectuées à température ambiante sur les échantillons en alliages d'aluminium-cuivre B206. L'enregistrement a été réalisé pas à pas (le pas est de 0.0100857), avec un temps de comptage d'une seconde par pas dans la gamme $20^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$. L'appareil utilisé est muni d'une anticathode en cuivre de longueur d'onde $\lambda=1.5418\mu\text{m}$. Pour les analyses DRX, nous avons utilisé deux types de diffractomètres. Le premier est un Bruker D8 advanced qui se trouve au sein de l'Université de Tizi Ouzou, cet appareil a permis de déterminer les spectres de la matrice d'aluminium pour les alliages utilisés dans le troisième chapitre. Cependant, la deuxième série d'alliage étudiée dans les autres chapitres, a été analysée au CRAPC avec un diffractomètre plus performant de la nouvelle gamme D8 Advance A25 de la marque Bruker.

L'analyse des données et spectres DRX a été effectuée, en utilisant les logiciels Highscore et Origin.

CHAPITRE III

**SOLIDIFICATION ET VIEILLISSEMENT DE
L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU Fe
ET DU Si**

CHAPITRE III

SOLIDIFICATION ET VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU Fe ET DU Si

III. 0. Introduction

Récemment l'utilisation des alliages aluminium de fonderie dans les industries de transport (aéronautique, automobiles et aérospatial) a connu un intérêt considérable. En effet, leur poids léger représente un avantage pour la réduction de la consommation en énergie de carburant. Un autre avantage, important du point de vue environnemental, est le fait que les composants formés par ces matériaux peuvent être recyclés indéfiniment et à des coûts en énergie relativement bas par rapport aux coûts de la première production (extraction de l'aluminium à partir du minerai). L'alliage B206 a une concentration bien déterminée des éléments dans la composition chimique. Le fer et le silicium y sont présents comme des impuretés. Le recyclage conduit à l'augmentation de celles-ci dans la composition. Le Fer est l'élément le plus nuisible à cause de sa faible solubilité dans la matrice. Il se combine avec d'autres éléments présents pour former des composés intermétalliques de différente morphologie, conduisant à une rupture précoce lors d'une sollicitation mécanique. L'excès de cet élément dans ces métaux provient de plusieurs origines telles que les outils de fonderie et les alliages ajoutés pour modifier la composition chimique dans le but d'améliorer les propriétés d'utilisation. Il est à noter que, lorsque la concentration des éléments excède leur limite de solubilité dans l'aluminium, il se forme des composés intermétalliques de différentes nature, nuisible ou pas aux propriétés des alliages. Plusieurs auteurs ont étudié l'effet des éléments et leurs teneurs sur les propriétés ainsi que sur la nature des intermétalliques dans les alliages Al-Cu de type 206 [19-21, 54, 94, 125-131]. Cependant, pour produire des pièces à partir des alliages recyclés, on doit avoir recours à des procédés permettant de contrôler la proportion de ces éléments alliés. Ces traitements chimiques sont très coûteux et pour la plupart très polluants pour l'environnement.

L'addition des éléments neutralisant et l'application d'un traitement thermique approprié est une méthode plus performante, permettant d'éliminer ces traitements coûteux et d'améliorer la performance des matériaux.

Le but de ce chapitre est d'étudier l'effet du vieillissement naturel sur la solidification (les changements microstructuraux) et les variations des propriétés mécaniques de résilience et de traction telles que la limite d'élasticité à 0.2%, la résistance à la rupture et la déformation pour différents rapports de Fe /Si. Dans cette étude on a considéré uniquement les alliages de la première série et leur composition chimique comme ils sont donnés dans le tableau (III.2) du chapitre précédant.

III. 1 Traitement thermique

Les alliages étudiés dans ce chapitre subissent le traitement thermique T4 qui consiste à une mise en solution ; celle-ci a été réalisée par palier pour différentes températures jusqu'à 530°C. Le but est de faire dissoudre le maximum d'éléments qui rentrent dans le durcissement de l'alliage. La deuxième étape est directement suivie d'une trempe à l'eau chaude (66°C). Enfin, les échantillons subissent un vieillissement naturel pendant différentes périodes, (de 0 jusqu'à 84 jours) pour étudier l'effet du vieillissement sur les changements de leur microstructure, ainsi que la variation de leurs propriétés mécaniques.

Les différentes périodes du vieillissement appliquées à ces alliages sont comme suit :

Etat (0) : les échantillons subissent une mise en solution suivie d'une trempe à l'eau chaude.

Etat (1) : une mise en solution suivie d'une trempe, puis d'un vieillissement naturel pendant 21 jours.

Etat (2) : une mise en solution suivie d'une trempe, puis d'un vieillissement naturel pendant 42 jours.

Etat (3) : une mise en solution suivie d'une trempe, puis d'un vieillissement naturel d'une durée de 84 jours.

A chaque fin d'un traitement, les échantillons ont été retournés au congélateur à -18°C pour arrêter le processus du vieillissement.

III. 2. Propriétés Mécaniques

Les propriétés mécaniques des alliages étudiés dans cette partie du travail ont été évaluées par l'essai de traction et l'essai de résilience.

III. 2 .1 Essai de traction

L'essai de traction a été effectué sur quatre compositions d'alliages (A, B, C et D). Les paramètres étudiés (la limite élastique, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture)

en fonction de la teneur en Fe et en Si et pour différents états du vieillissement naturel sont telles qu'elles sont données sur le tableau III.1.

Alliages	état	Allongement à la rupture(%)	Limite élastique(MPa)	Résistance à la traction (MPa)
A(B1106)	0	9.11	208.27	338.48
	1	9.14	276.07	402.43
	2	15.78	246.54	404.95
	3	15.40	-	460.60
C(B2710)	0	16.29	246.01	426.31
	1	-	-	-
	2	12.78	237.76	392.05
	3	14.90	-	457.50
D(B2420)	0	9.41	233.21	367.73
	1	-	-	-
	2	6.84	235.85	343.72
	3	6.70	-	400.60
B(B1710)	0	7.68	214.98	370.74
	1	12.20	239.36	386.09
	2	9.60	253.40	391.64
	3	8.90	-	428.10

Tableau III.1. Propriétés de traction des alliages de type B206 en fonction de la teneur en Fe et en Si et pour différents états du vieillissement naturel.

Les résultats obtenus sont montrés en détail dans les paragraphes ci-dessus

III. 2 .1 .1. Limite d'élasticité (Re)

La figure III.1 représente les résultats de la limite d'élasticité pour les quatre compositions d'alliage considérés en fonction de la teneur en Fe, en Si et du temps du vieillissement naturel. Pour la composition A (B1106), la figure III.1(a) montre que la limite d'élasticité augmente en fonction du temps du vieillissement, mais elle diminue après 42 jours. Pour la composition B (B1710), qui est illustrée sur la figure III.1(b), la limite d'élasticité augmente pour tous les états, de 230 MPa à l'état trempé jusqu'à 300 MPa pour 84 jours du vieillissement. Même observation pour la composition D (B2420) (figure d). Par contre, pour la composition C (B2710) qui a un rapport de Fe /Si élevé ≈ 2.7 , les résultats montrent une diminution de la limite d'élasticité pour les différentes périodes du vieillissement, cela probablement est due à la grande teneur en fer par rapport à celle du Si dans cette composition. Ce qui conduit à la précipitation de la phase sous forme d'aiguilles en grande quantité, conduisant à une rupture [54]. La plus faible valeur de la limite d'élasticité (215 MPa) est observée pour l'alliage B1106 à l'état trempé et la plus grande valeur est

obtenue pour l'alliage B1710 pour 48 jours du vieillissement (428.1MPa). D'une façon globale on peut dire que la limite d'élasticité s'améliore en fonction du temps du vieillissement naturel, cela peut être dû à la répartition homogène des composés intermétalliques dans la microstructure qui affaiblit la mobilité des défauts surtout le mouvement des dislocations.

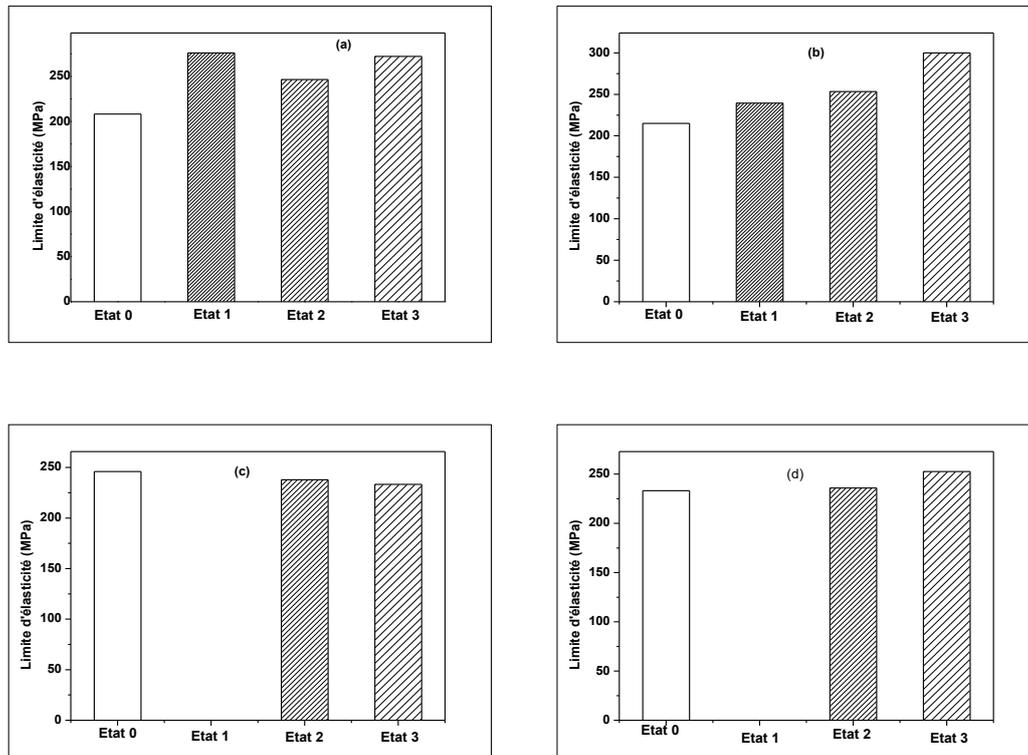


Figure III.1: Limite d'élasticité (R_e) des alliages de type B206 en fonction du temps du vieillissement naturel. (a) Composition B1106. (b) Composition B1710. (c) Composition B2710. (d)- Composition B2420.

III. 2 .1 .2 Résistance à la rupture (R_m)

La variation de la résistance à la rupture est représentée sur la figure III.2. L'analyse des résultats obtenus montre une augmentation de ce paramètre en fonction du temps du vieillissement et pour toutes les compositions. En effet, la plus grande valeur (560 MPa) est enregistrée pour l'alliage B1106 pour 84 jours (état 3). La plus faible valeur (350 MPa) est enregistrée à l'état trempé et pour les autres compositions, sauf pour l'alliage B1710. Sa résistance à la traction est de l'ordre de 430 MPa.

Par manque de la matière on n'a pas pu réaliser les essais de traction pour 21 jours du vieillissement pour les compositions B et C.

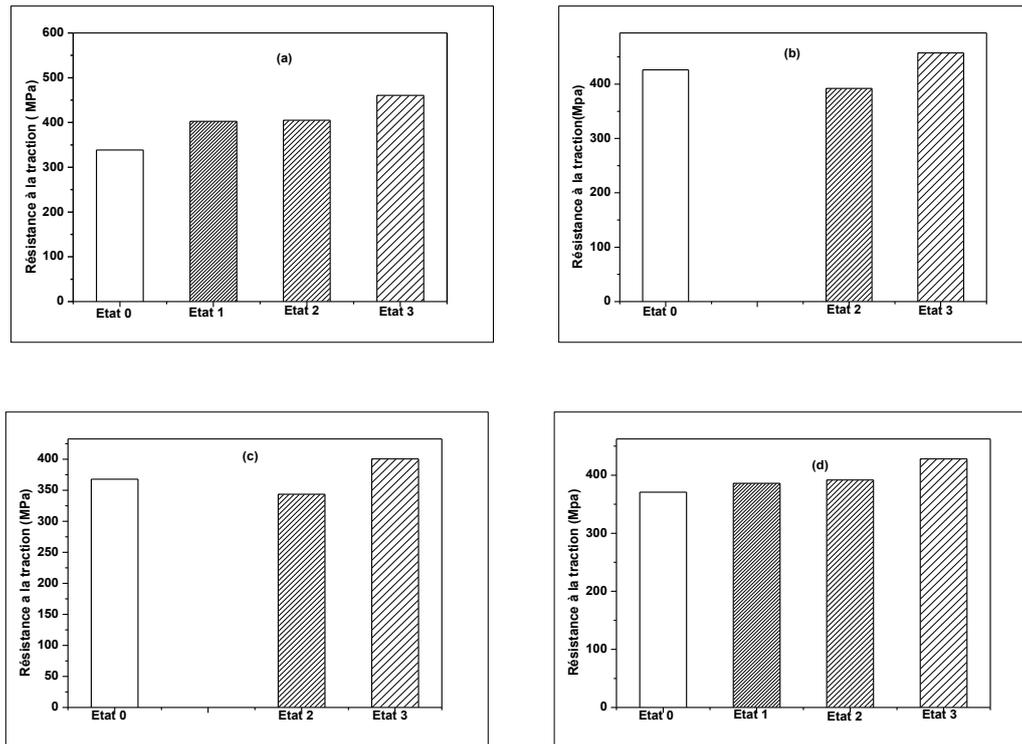


Figure III.2 : Résistance à la rupture (R_m) des alliages de type B206 en fonction du temps du vieillissement naturel. (a) Composition B1106. (b) Composition B1710. (c) Composition B2710. (d) Composition B2420.

III. 2.1.3. L'allongement à la rupture

Les figures III.3 (a), (b), (c) et (d) représentent la variation de l'allongement à la rupture pour les compositions B1106, B1710, B2710 et B2420, respectivement, en fonction de la teneur en Fe et en Si et cela pour les différents états du vieillissement. Pour l'alliage à faible teneur en Fe et en Si (B1106), on remarque que l'allongement augmente de 9% pour l'état trempé à 16% pour les états 2 et 3. Même résultat observé pour l'alliage à haute teneur en Fe (B2710), l'allongement augmente de 8% à l'état trempé pour 12% à l'état 1, puis diminué pour le vieillissement de 42 jours et 84 jours à 10%. En revanche, pour les deux autres compositions (B1710 et B2420) nous avons constaté une diminution de leur allongement à la rupture par rapport à la valeur obtenue à l'état trempé. A partir de l'analyse des résultats obtenus pour tous les alliages et pendant tous les états considérés, on peut dire que les valeurs de l'allongement sont acceptables parce qu'ils sont supérieurs à la valeur de la déformation minimale de 7% ciblée pour l'alliage de base B206 modifié dans le cadre de ce travail.

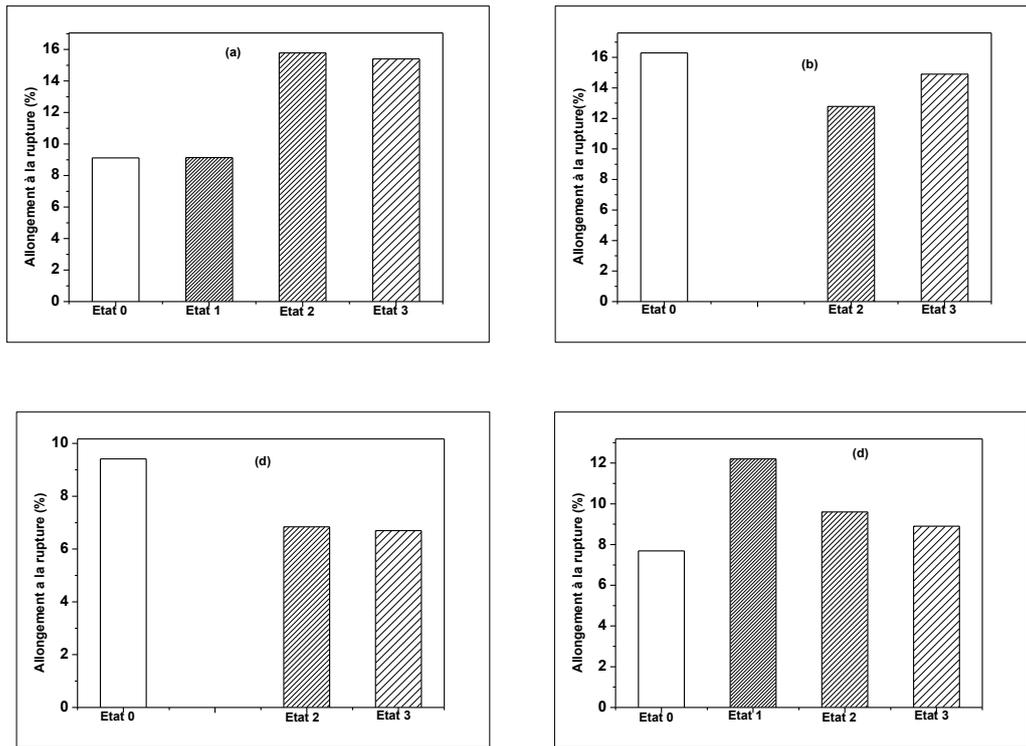


Figure III.3 : Allongement à la rupture des alliages de type B206 en fonction du temps du vieillissement naturel pour les différentes compositions. (a) B1106. (b) B1710. (c) B2710. (d) B2420.

Les résultats obtenus relativement aux essais de traction sur les alliages de type B206 étudiés, révèlent que ces propriétés changent en fonction de la teneur en Fer et en Si, mais aussi en fonction du temps du vieillissement à la température ambiante. On a constaté l'augmentation de la limite élastique et de la résistance à la traction presque pour les quatre compositions. Concernant la déformation de ces alliages, on a enregistré l'augmentation pour certains et une diminution pour d'autres, mais ces résultats sont acceptables.

III. 2 . 1 . 4. Indice de qualité

Pour relier les caractéristiques étudiées durant l'essai de traction, on a recours au calcul d'indice de qualité (IQ) qui nous permet de prédire si l'alliage utilisé présente de bonnes propriétés mécaniques, en reliant la limite d'élasticité à la ductilité [1, 2, 87, 90,93]. Ce facteur de qualité est calculé en utilisant la formule suivante :

$$I Q = UTS + d \log (E \%) \quad (\text{MPa})$$

Ou : UTS est la limite d'élasticité ; d est une constante, dans notre cas, $d=270$ ([1, 51, 54,94]) et E représente l'allongement relatif.

Les valeurs de l'indice de qualité pour les alliages considérés sont données sur le tableau III.2 et représenté sur la figure IV.4.

Code d'alliages	Indice de qualité $Q = UTS + d \log (E\%)$ (MPa)			
	Etat 0	Etat 1	Etat 2	Etat 3
A (B1106)	597.95	661.88	728.43	781.23
B (B1710)	753.59	-	690.81	774.26
D (B2420)	609.78	679.40	656.85	684.43
C (B2710)	496.07	-	569.18	623.64

Tableau III.2 : Indice de qualité des alliages de type B206 pour différentes états du vieillissement.

Le tableau III-2 montre les résultats de l'indice (QI) de qualité pour les quatre compositions et pour les différents états du vieillissement.

D'une manière générale, on remarque que ce facteur augmente en fonction du temps du vieillissement naturel. Par ailleurs, on a enregistré la plus grande valeur pour l'alliage B1106, c'est-à-dire que pour l'alliage contenant une faible teneur en Fe et en Si, ce résultat est en accord avec celui de Kamga et al, [54]. Par contre, le plus faible indice est celui calculé pour l'alliage contenant une haute teneur en fer (B2710).

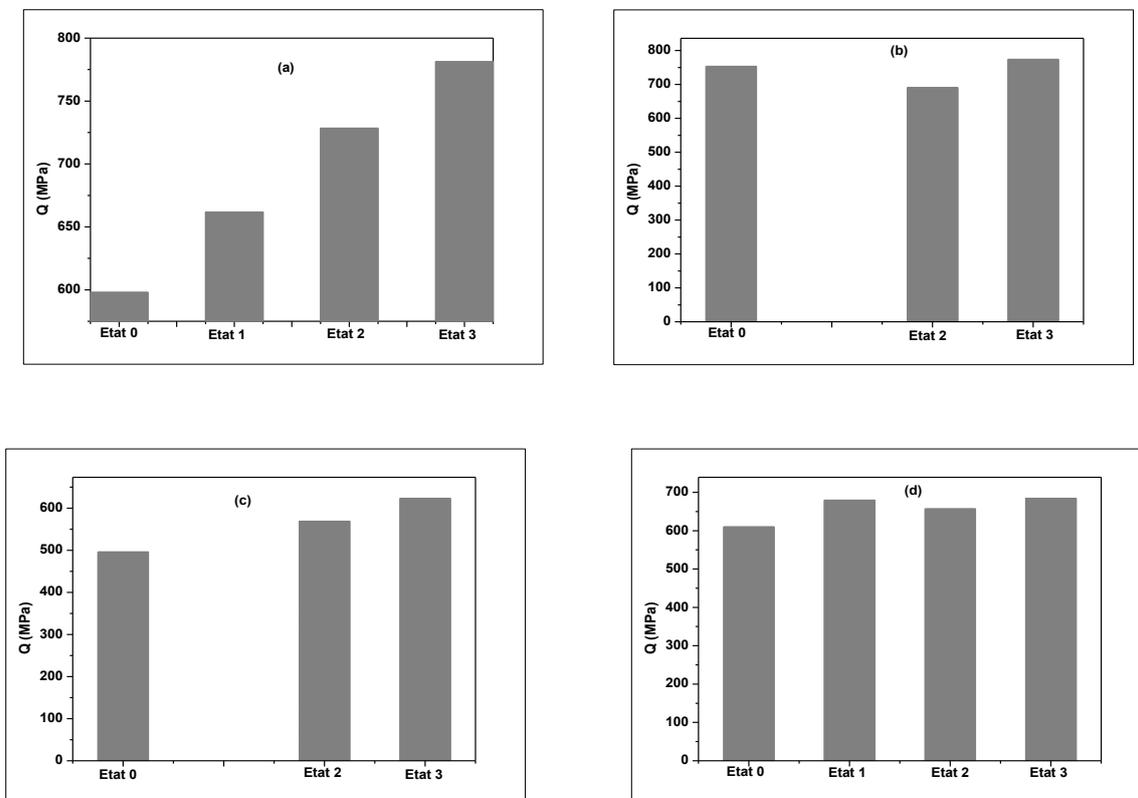


Figure III.4 : Indice de qualité en fonction de la teneur en Fe et Si et du vieillissement naturel pour les différentes compositions. (a) B1106. (b) B1710. (c) B2710. (d) B2420.

III. 2 .2. Essai de résilience

La résilience des alliages étudiés dans ce chapitre et pour toutes les compositions varie en fonction du rapport de Fe/Si et en fonction du temps du vieillissement naturel. On n'a pas les résultats du troisième état, mais en comparant les résultats de l'état 0 et l'état 2, on a constaté que les propriétés de résiliences diminuent en fonction du vieillissement. Les données de la résilience pour les compositions étudiées sont montrées sur le tableau III.3 et elles sont présentées sur les figures III.5.

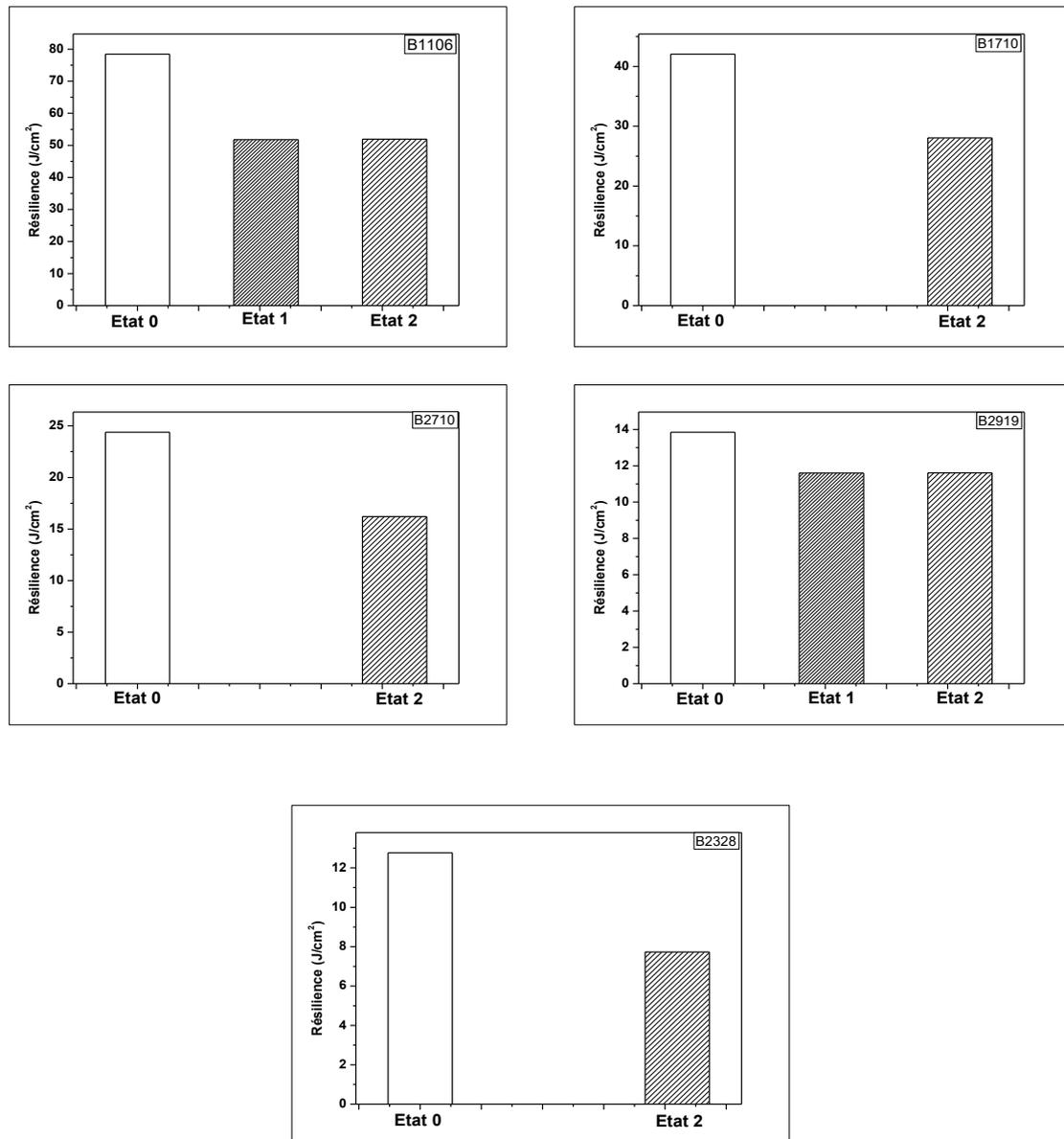


Figure III.5 Résilience des alliages de type B206 en fonction de la teneur en Fe et Si et du vieillissement naturel. (a) B1106. (b) B1710. (c) B2710. (d) B2919. (e) B2328.

Comme on le voit sur les figures ci-dessus, la plus grande valeur de la résilience est enregistrée pour la composition B1106 (faible teneur en Fe et Si) et à l'état non vieilli (trempé). Par contre, la valeur la plus faible est enregistrée pour l'alliage B2328 (0.23% Fe et 0.28% Si) après 42 jours du vieillissement. Ce qui signifie que le vieillissement naturel diminue les caractéristiques de la résilience.

Code de l'alliage	Vieillessement (jours)	Energie appliquée (Joule)	Energie absorbée (Joule)	Résilience $K=Eab/S(J/cm^2)$
A(1106)	0	300	78.46	78.46
	21	300	51.765	51.765
	42	300	51.93	51.93
B(1710)	0	300	42.06	42.06
	21	-	-	-
	42	300	28.055	28.055
C(2710)	0	300	24.39	24.39
	21			
	42	300	16.20	16.20
D(2420)	-	-	-	-
E(2919)	0	300	13.85	13.85
	21	300	11.60	11.60
	42	300	11.61	11.61
G(2328)	0	300	12.765	12.765
	21	-	-	-
	42	300	7.73	7.73

Tableau III.3: Valeurs de résilience des alliages de type B206 pour différentes périodes du vieillissement naturel.

III. 3. Analyse microstructurale

La microstructure, des alliages étudiés dans cette partie du travail, a été observée avec un microscope électronique à balayage à l'Université de Tizi Ouzou. Les figures ci-dessus présentes les images obtenues avec les électrons secondaires pour les différentes compositions et pour différents états du vieillissement.

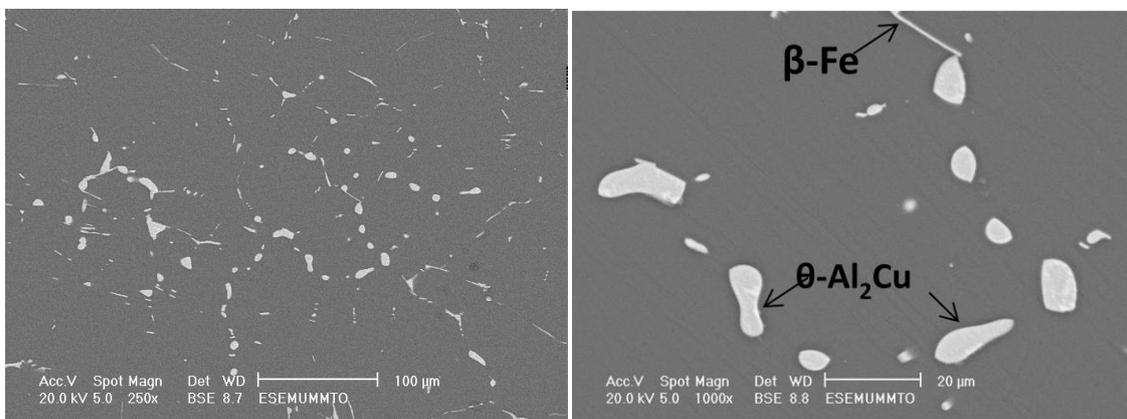
Les figures de III.6 à III.11 montrent les microstructures des alliages B1106, B1710, B2710, B2420 et B2919, respectivement, aux différents temps du vieillissement ((a) état trempé, (b) vieillissement pendant 21 jours, l'état (c) pour 42 jours et l'état (d) pour 84 jours du vieillissement).

L'observation de ces images montre la présence de quelques composés intermétalliques qui ne sont pas dissous pendant le traitement thermique T4. Nous avons constaté qu'à l'état

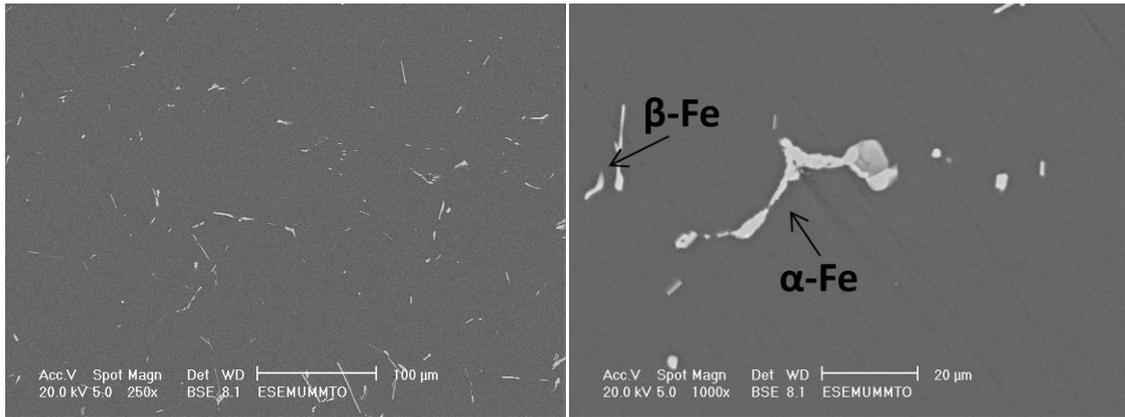
trempe, la totalité des intermétalliques sont dissous dans la matrice d'aluminium, excepté ceux à base du fer, puis ils renaissent après 21 jours. Il a été mentionné que ces composés riches en fer sont stables dans la microstructure même après un traitement de mise en solution. Des études antérieures ont signalé que ces composés peuvent se transformer pendant le traitement thermique en d'autres intermétalliques toujours à base du fer moins nuisible en changeant leur morphologie [105, 132,133].

Les composés intermétalliques les plus observés dans la microstructure des échantillons analysés sont montrés sur les figures ci-dessus: la phase Al_2Cu , les composés à base du fer, tel que $\beta\text{-Fe}$ et $\alpha\text{-Fe}$ et d'autres phases qu'on ne peut pas détecter, en raison de leurs faibles quantités. Ou bien elles sont complètement dissoutes dans la matrice comme ceux à base du magnésium (Mg_2Si). Des travaux de recherches précédentes ont constaté la présence de ces phases dans la microstructure des alliages de type B206 [20, 53, 80].

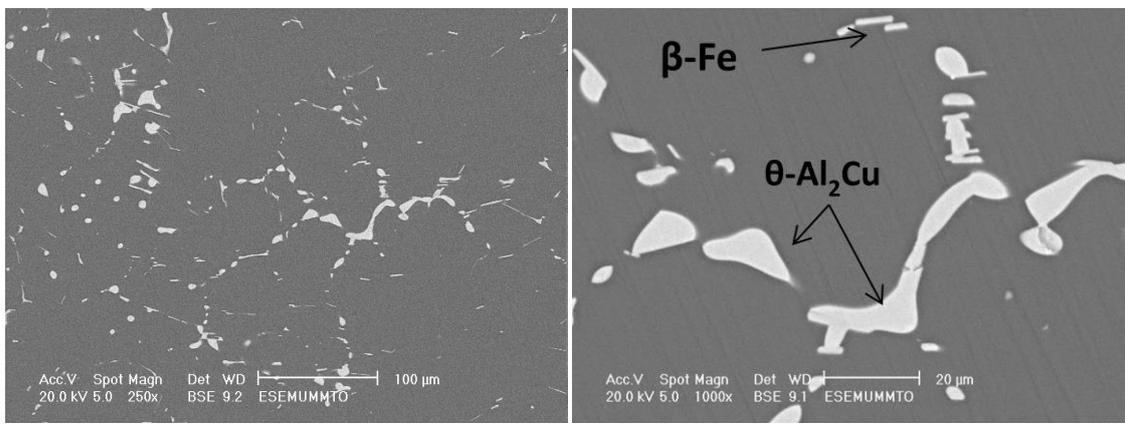
Au delà de 84 jours du vieillissement, la microstructure de l'alliage B1710 montre l'apparition de la porosité en grande quantité. Même chose a été observée pour la composition B2710. Cependant ce phénomène n'a pas été détecté pour les compositions B1106 et B2420. En plus de la porosité nous avons constaté la présence des particules de la phase $\alpha\text{-fer}$ en grande quantité dans la microstructure de la composition B2710 et les particules de la phase $\beta\text{-fer}$ dans les compositions B2420 et B1710.



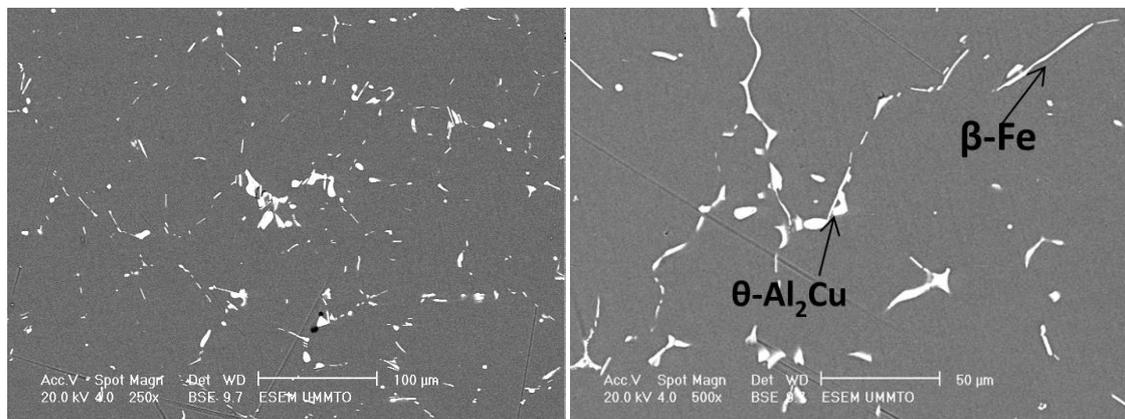
a-Vieillissement naturel pendant 0 jours.



b-Vieillessement naturel pendant 21 jours.

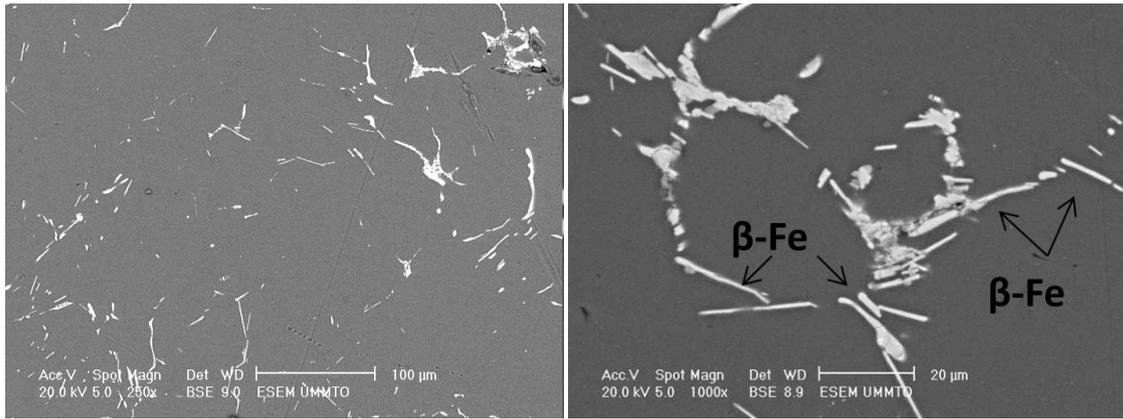


c-Vieillessement naturel pendant 42 jours.

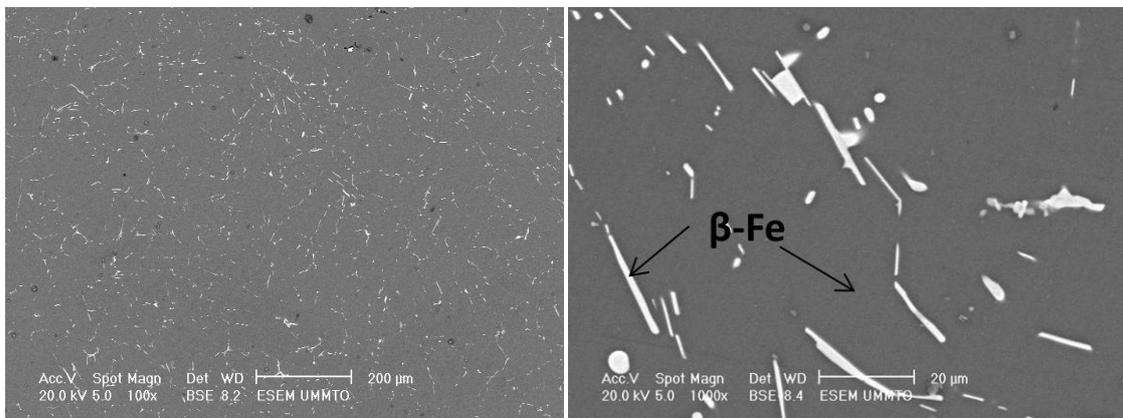


d-Vieillessement naturel pendant 84 jours.

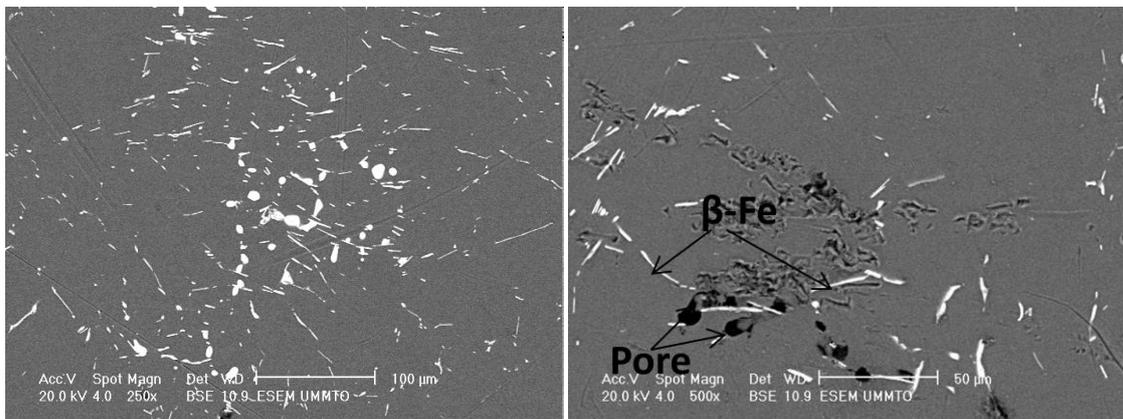
Figure III.6 : Microstructures de l'alliage B1106 en fonction de la durée du vieillissement.



a-Vieillessement naturel pendant 0 jours.

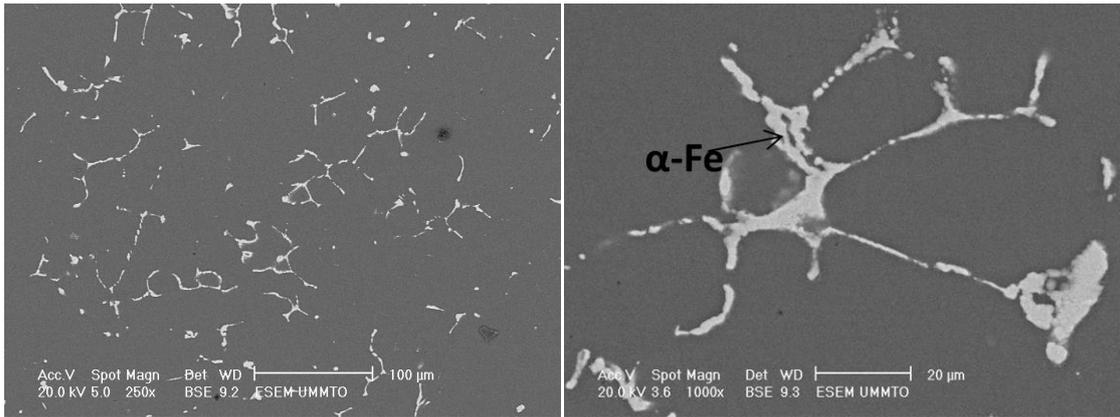


c-Vieillessement naturel pendant 42 jours.

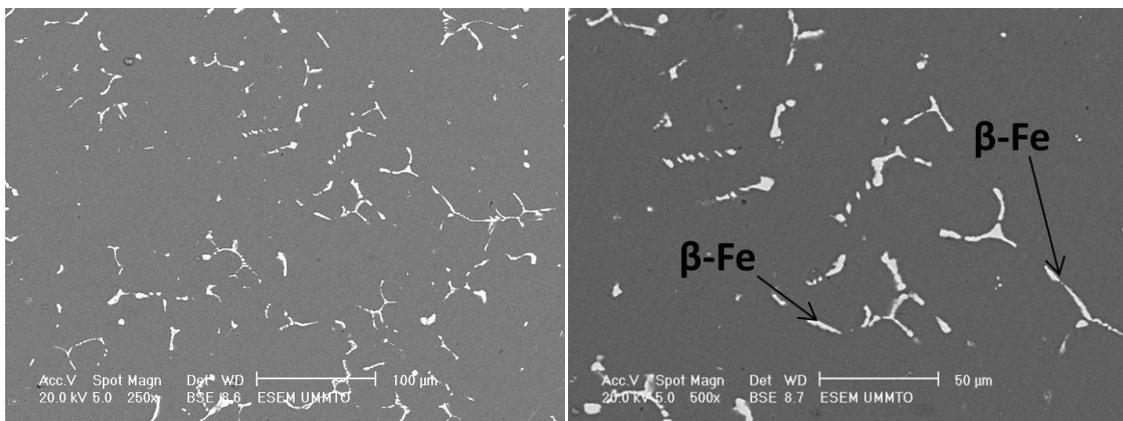


d-Vieillessement naturel pendant 84 jours.

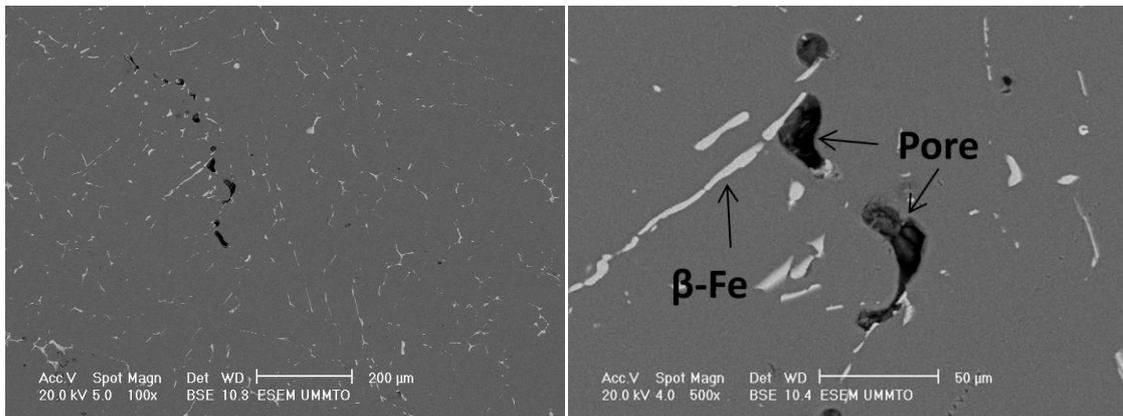
Figure III.7 : Microstructures de l'alliage B1710 en fonction de la durée du vieillissement



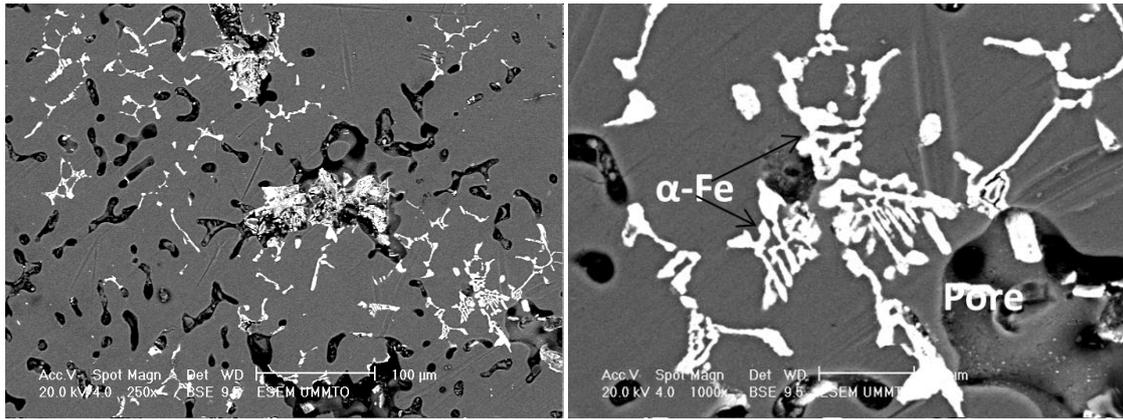
a-Vieillissement naturel pendant 0 jours.



b-Vieillissement naturel pendant 21 jours.

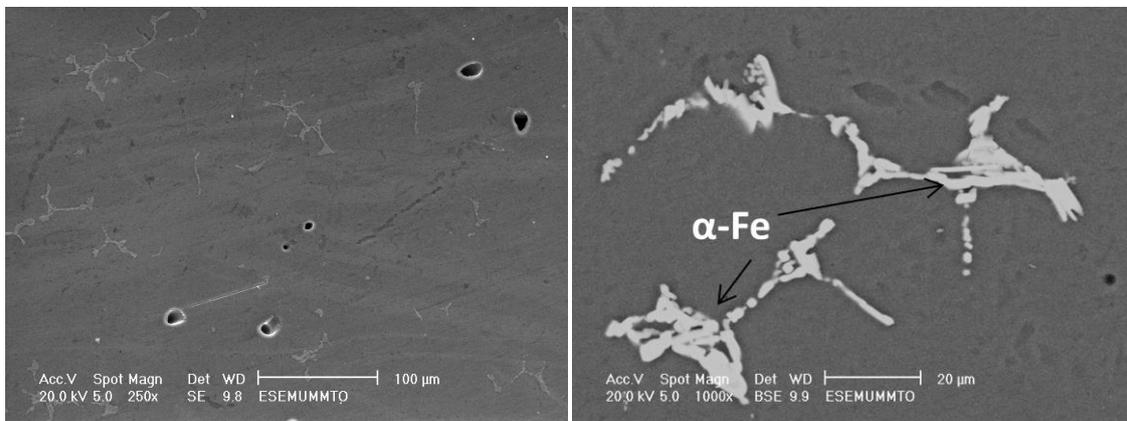


c-Vieillissement naturel pendant 42 jours.

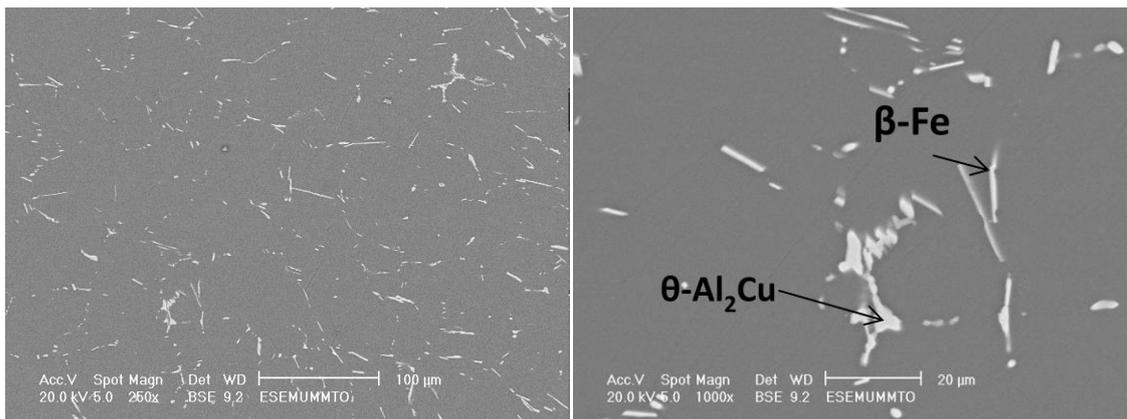


d-Vieillissement naturel pendant 84 jours.

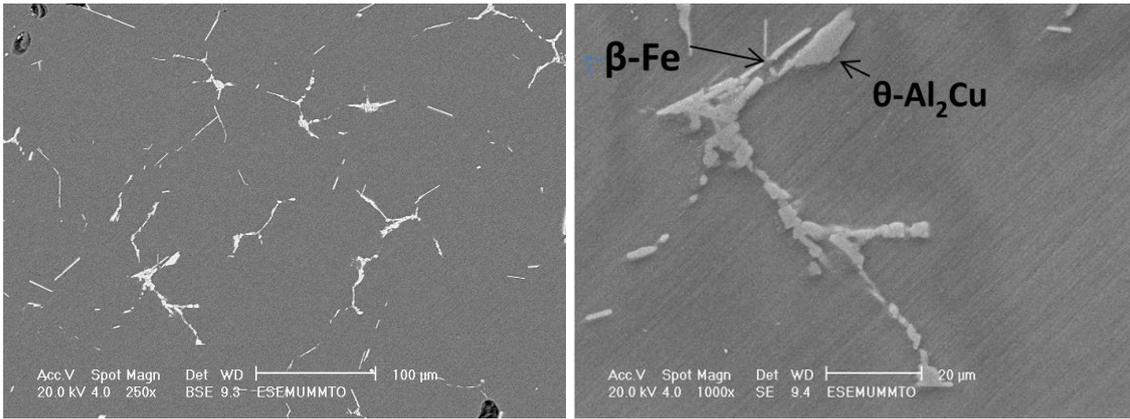
Figure III.8 : Microstructure de l'alliage B2710 en fonction de la durée du vieillissement.



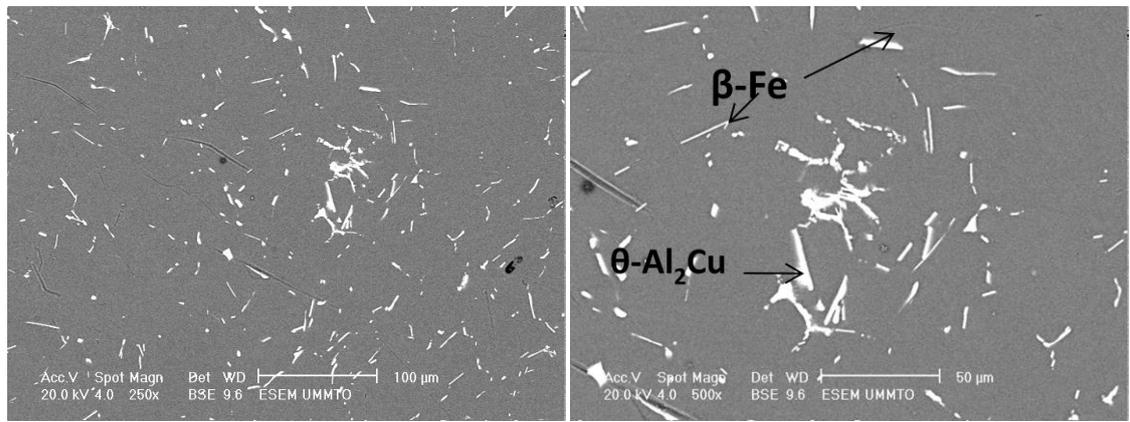
a-Vieillissement naturel pendant 0 jours.



b-Vieillissement naturel pendant 21 jours.

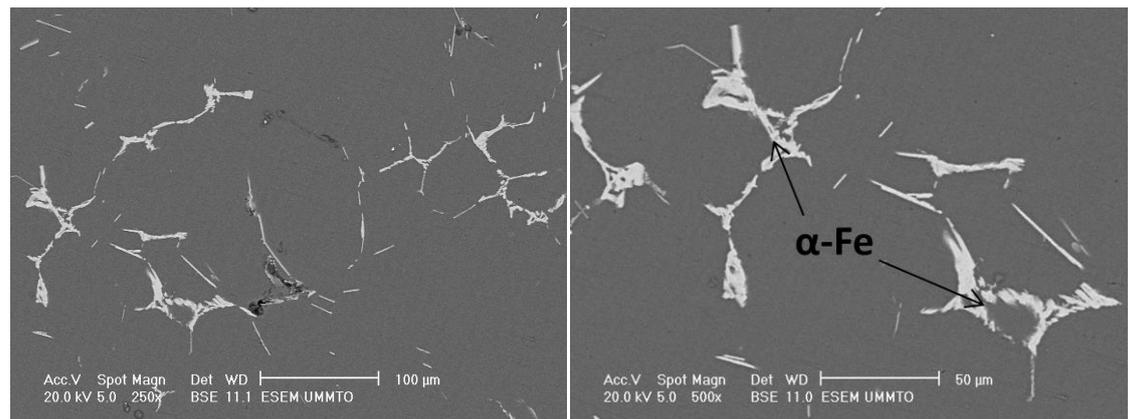


c-Vieillessement naturel pendant 42 jours.

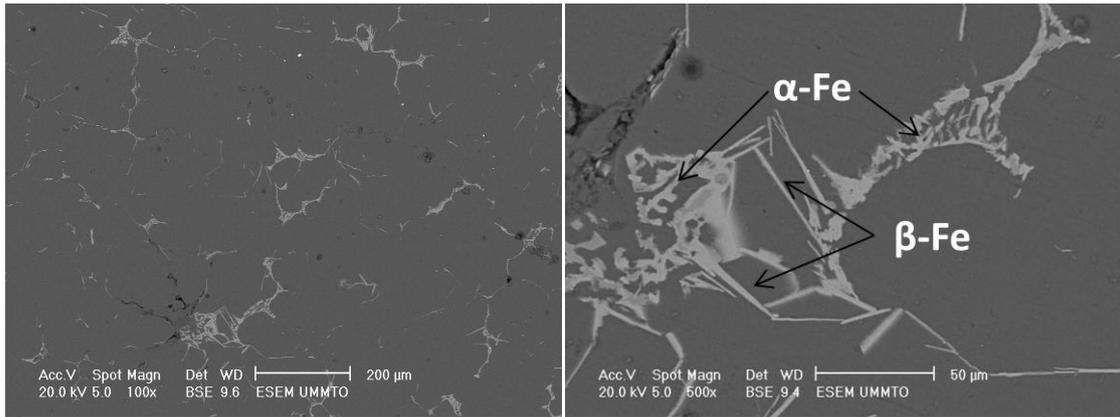


d-Vieillessement naturel pendant 84 jours.

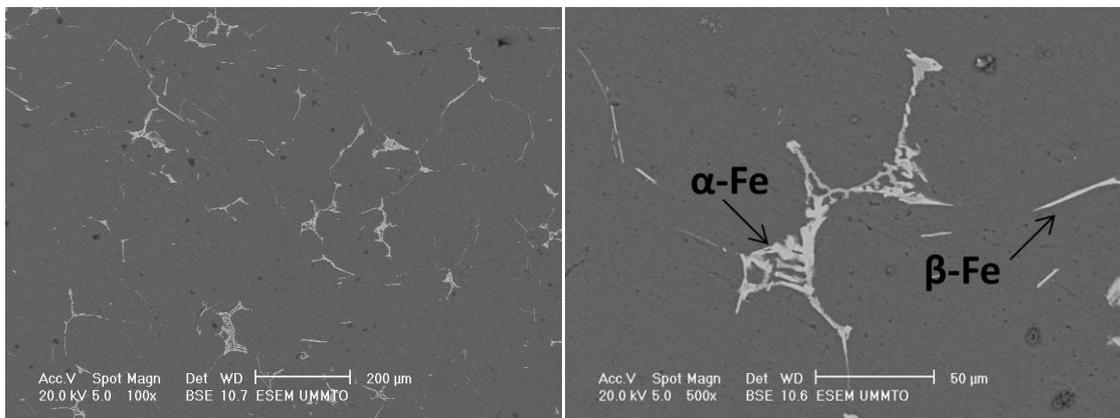
Figure III-9 : Microstructure de l'alliage B2420 en fonction de la durée du vieillissement.



a-Vieillessement naturel pendant 0 jours.



b-Vieillissement naturel pendant 21 jours.



c-Vieillissement naturel pendant 42 jours.

Figure III.10 : Microstructure de l'alliage B2919 en fonction de la durée du vieillissement.

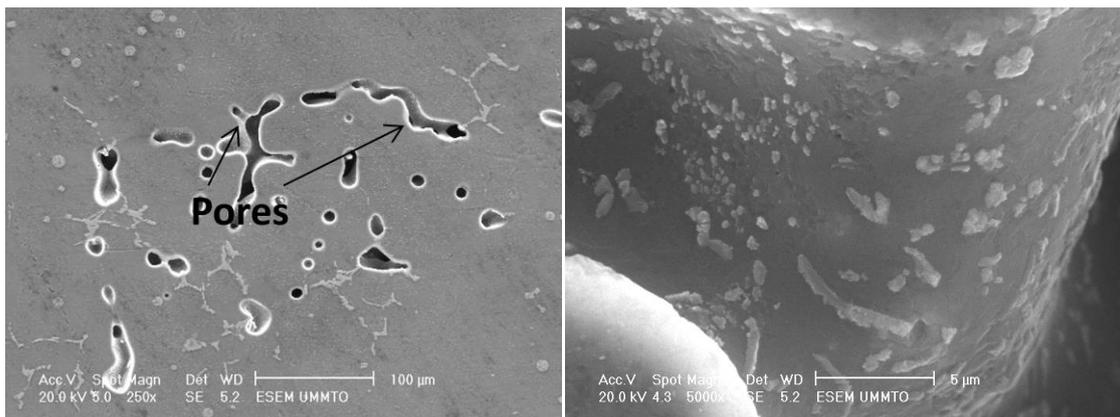


Figure III.11 : Microstructure de l'alliage B2328 à l'état trempé.

La microstructure de l'alliage G (0.23% de Fe et 0.28% de Si) à l'état trempé montre la présence des pores en grande quantité, probablement ceci est dû à la grande teneur du Si par rapport à celle du fer.

Suite aux résultats obtenus pour la microstructure des alliages, on constate que la porosité augmente en fonction du temps du vieillissement naturel. Ce phénomène est surtout observé pour les compositions B1710etB2710. Aussi, cette augmentation de la porosité est due probablement à la fusion de la phase riche en cuivre (Al_2Cu) pendant le vieillissement.

Les résultats obtenus relativement aux observations microstructurales et aux essais de traction sur les alliages de type B206 étudiés, révèlent que l'ajout d'éléments alliés, notamment le Fe et le Si, résulte en une augmentation des valeurs de contrainte ultime et de limite d'élasticité. En outre, suite aux traitements thermiques de mise en solution, de trempe et du vieillissement naturel, ces alliages modifiés montrent des valeurs élevées de contrainte ultime, de limite d'élasticité et de ductilité en raison du changement de morphologie des particules de la phase β -Fe de forme d'aiguilles aux particules α -Fe sous forme de chine script qui sont moins nocifs aux propriétés des alliages [20-21, 54, 94,105].

De même, les résultats démontrent qu'après l'application d'un traitement thermique, les alliages possèdent des valeurs de déformation de l'ordre de 4 à 12%, ce qui est bien supérieur à la valeur de déformation minimale de 7% ciblée pour l'alliage de base B206 modifié dans le cadre de ce travail. Pour l'alliage B1106 on a enregistré un allongement allant jusqu'à 16% pour un vieillissement de 42 jours. Ainsi, des compromis seront faits entre la nécessité d'obtenir des valeurs élevées de contrainte ultime et de limite d'élasticité d'une part et celle d'obtenir une ductilité qui soit suffisante, d'autre part.

III. 4. Diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X a été effectuée sur les échantillons à l'état trempé et à ceux qui ont subi un vieillissement naturel de 21 et 42 jours. Les résultats sont tels que illustrés sur les figures ci-dessus.

Les diagrammes DRX obtenus sont représentés sur les figures III-12 à III-17. Dans cette partie nous avons obtenu uniquement les pics correspondant aux réflexions des plans (111), (200), (220), (311) de la matrice α -Al. En revanche, les autres pics qui correspondent aux composés intermétalliques, n'ont pas été détectés, cela probablement, revient à la capacité du dispositif utilisé et à leur faible quantité. Sachant que le traitement du vieillissement naturel est connu par son effet de faire dissoudre les composés à base des éléments qui participent au durcissement de l'alliage, particulièrement le cuivre et le magnésium pour renforcer la matrice d'aluminium et augmenter certaines propriétés mécaniques comme la résistance à la traction et l'allongement à la rupture [13]. Mais, l'analyse de la microstructure à l'aide d'un MEB met

en évidence la présence de quelques composés intermétalliques pour les différents états du vieillissement.

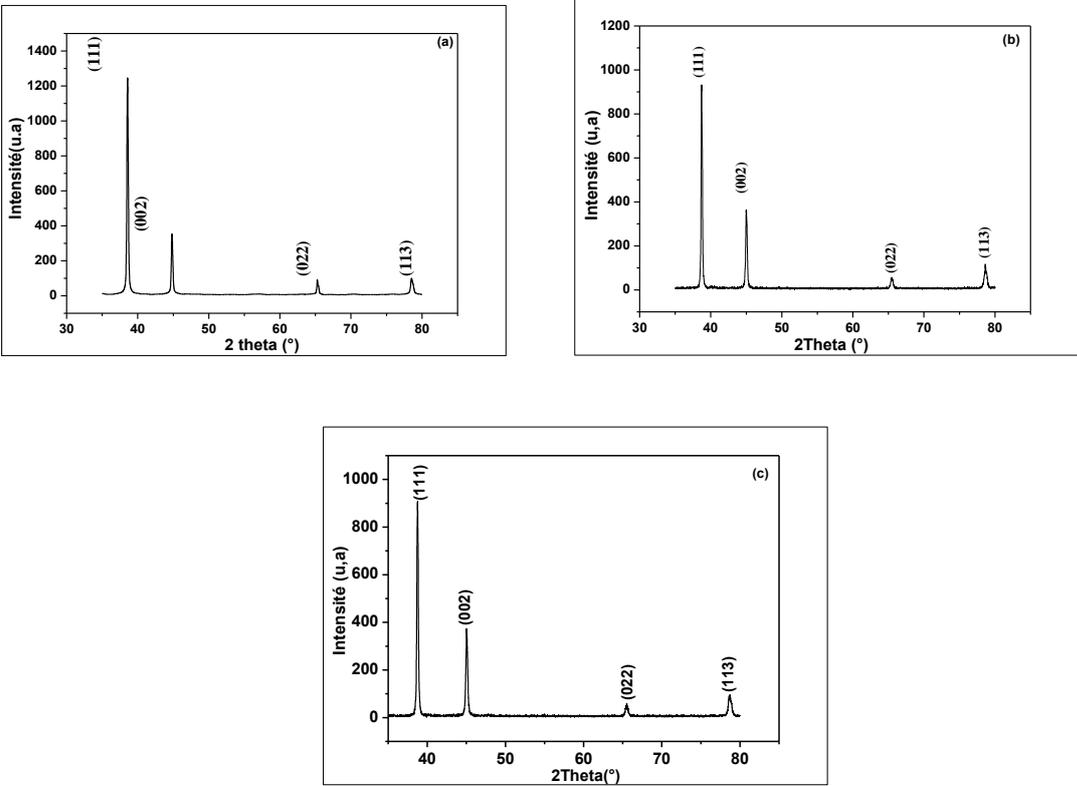
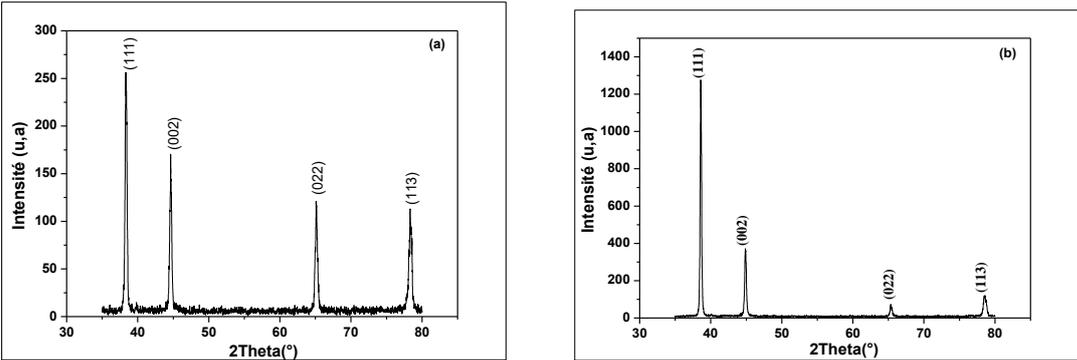


Figure III.12 : DRX de la composition A pour différents état du vieillissement naturel. (a) Etat trempé. (b) Vieillissement pendant 21 jours. (c) Vieillissement pendant 42 jours.



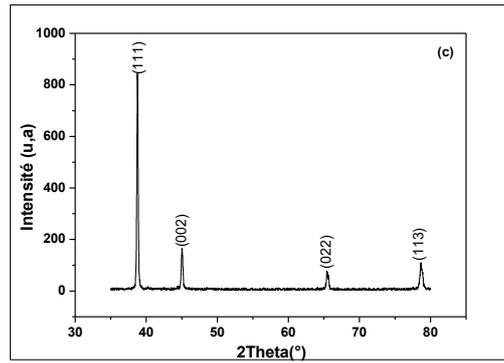


Figure III.13 : DRX de la composition D pour différents état du vieillissement naturel. (a) Etat trempé. (b) Vieillissement pendant 21 jours. (c) Vieillissement pendant 42 jours.

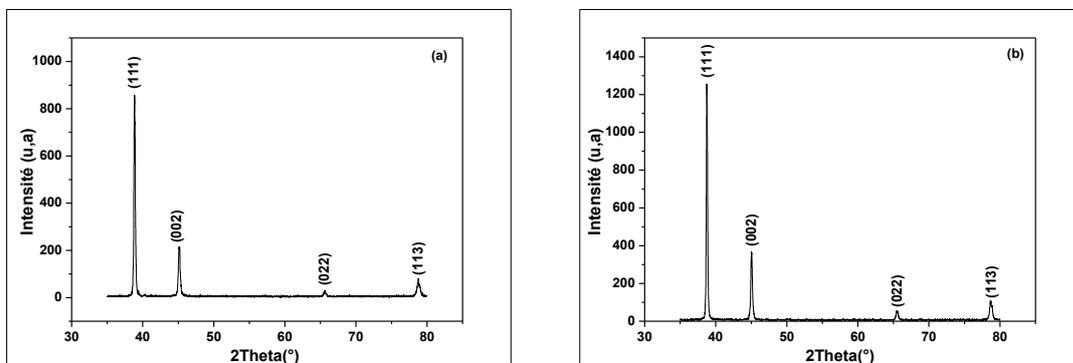


Figure III.14 : DRX de la composition B pour différents état du vieillissement naturel. (a) état trempé. (b) vieillissement pendant 42 jours.

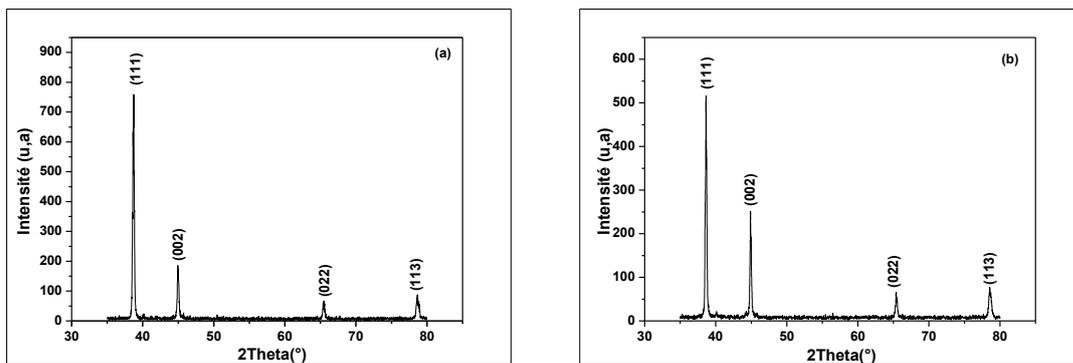


Figure III. 15 : DRX de la composition C pour différents état du vieillissement naturel. (a)-trempé. (b) Vieillissement pendant 42 jours.

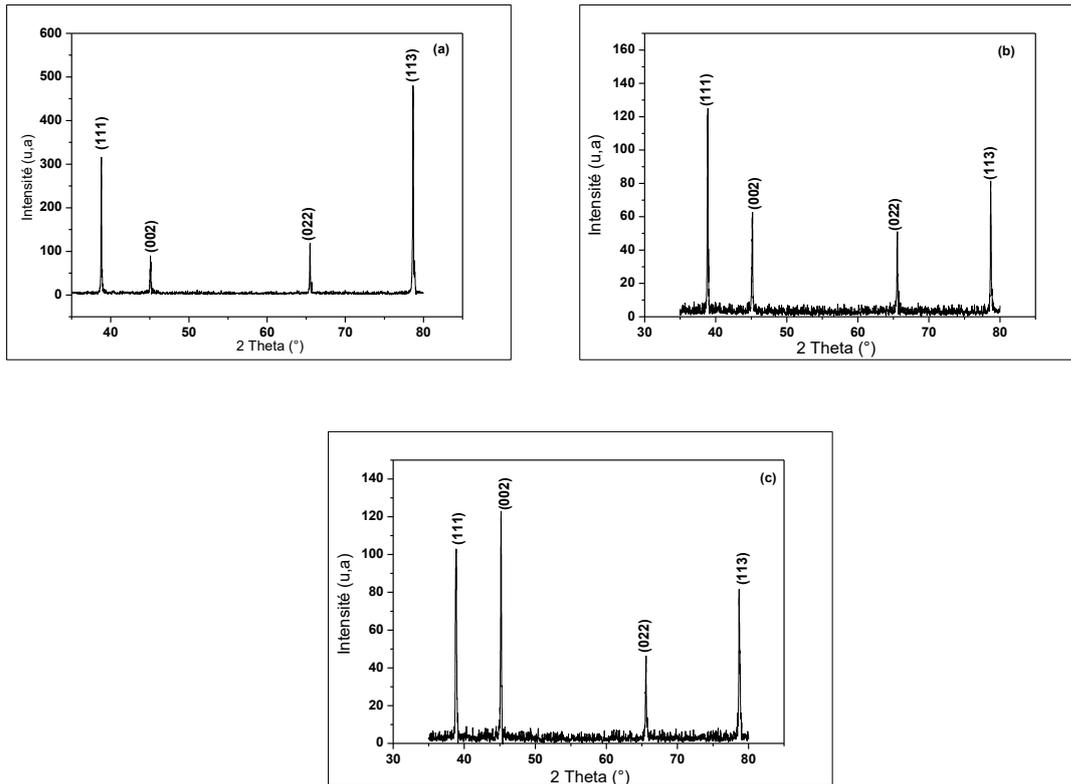


Figure III.16 : DRX de la composition E pour différents états du vieillissement naturel. (a) Etat trempé. (b) Vieillissement pendant 21 jours. (c) Vieillissement pendant 42 jours.

Les figure III 12-16 montrent les résultats obtenus par la DRX, des alliages de type B206 en fonction de la teneur en fer et en silicium et du temps du vieillissement naturel, pour des angles 2θ variant entre 30° et 80° .

Alliage		a_{111}	a_{002}	a_{022}	a_{113}
A(1106)	A0	4.0425	4.0437	4.0395	4.0361
	A21	4.0264	4.0270	4.0305	4.0312
	A42	4.0279	4.0252	4.0316	4.0356
B(1710)	B0	4.0132	4.0132	4.0225	4.0256
	B42	4.0234	4.0222	4.0259	4.0292
C (2710)	C0	4.0198	4.0326	4.0216	4.0315
	C42	4.0215	4.0358	4.0196	4.0359
D(2420)	D0	4.0648	4.0536	4.0348	4.0438
	D21	4.0334	4.0396	4.0247	4.0365
	D42	4.0179	4.0276	4.0224	4.0339
E(2919)	E0	4.0123	4.019	4.0153	4.0299
	E21	4.0061	4.0142	4.0131	4.0282
	E42	4.0113	4.0138	4.0142	4.0305

Tableau III.4 : Paramètre du réseau en fonction du temps du vieillissement naturel.

En comparant les valeurs du paramètre cristallin des alliages A, D et E pour les trois états, qui sont donnés dans le tableau III.4, on remarque qu'ils diminuent pour 21 jours de vieillissement puis, augmentent pour 42 jours. Cela, probablement est attribué à la dissolution des composés Al_2Cu dans la microstructure à l'état 1, puis augmentent à leur renaissance à 42 jours du vieillissement. En effet, cette dissolution libère des atomes du cuivre qui rentrent en solution solide de substitution dans le réseau de la matrice et comme le rayon atomique de Cu est petit par rapport à celui de l'aluminium, la substitution des atomes de Cu conduit à une diminution du paramètre cristallin.

La plus grande valeur du paramètres du réseau est enregistrée à l'état trempé et pour toutes les compositions étudiées, puis diminuées en fonction du temps du vieillissement naturel. Ce qui est expliqué par la substitution des atomes du cuivre dans la matrice d'aluminium en augmentant le temps du vieillissement, mais certaines atomes se combinent avec d'autres éléments présents pour former des composés intermétalliques.

Pour les alliages B(1710) et C(2710), leur paramètre du réseau augmente de l'état trempé à 42 jours du vieillissement, cela est logique parce qu'à l'état trempé les atomes du cuivre substituent les atomes d'aluminium ce qui rétrécit la maille et engendre une diminution de ce paramètre.

Les résultats obtenus relativement aux analyses DRX et en accord avec les observations microstructurales.

CHAPITRE IV

SOLIDIFICATION DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU MAGNESIUM

Chapitre IV

SOLIDIFICATION DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU MAGNESIUM

Ce chapitre est réservé à l'étude du comportement microstructural et mécanique de l'alliage de type B206 à l'état brut de coulée. Dans cette partie, nous avons fait varier la teneur en magnésium, en gardant le rapport de Fe/Si égale à un et pour deux concentrations du Fe et du Si (0.2% et 0.3%). La teneur en Mg varie de 0.2% à 0.6% (% massique). La composition chimique de ces alliages est telle que donnée dans le tableau III.4 du troisième chapitre.

La caractérisation de la microstructure a été évaluée par la microscopie optique et le microscope électronique à balayage (MEB), équipé d'un système d'analyse d'image (EDS) pour l'identification des phases présentes. L'analyse DSC a été réalisée pour déterminer les réactions de solidification durant lesquelles ont été formées les différentes phases. Ensuite, les échantillons ont subi une analyse par diffraction des rayons X (DRX), pour confirmer la nature des phases observées dans la microstructure.

Quant aux propriétés mécaniques, nous avons opté pour l'essai de traction, la dureté et la microdureté Vickers, ainsi que la résilience. Nous avons calculé l'indice de qualité pour les alliages étudiés afin d'optimiser leur propriétés de traction.

IV.1- Microstructure

IV.1.1-Microscopie optique

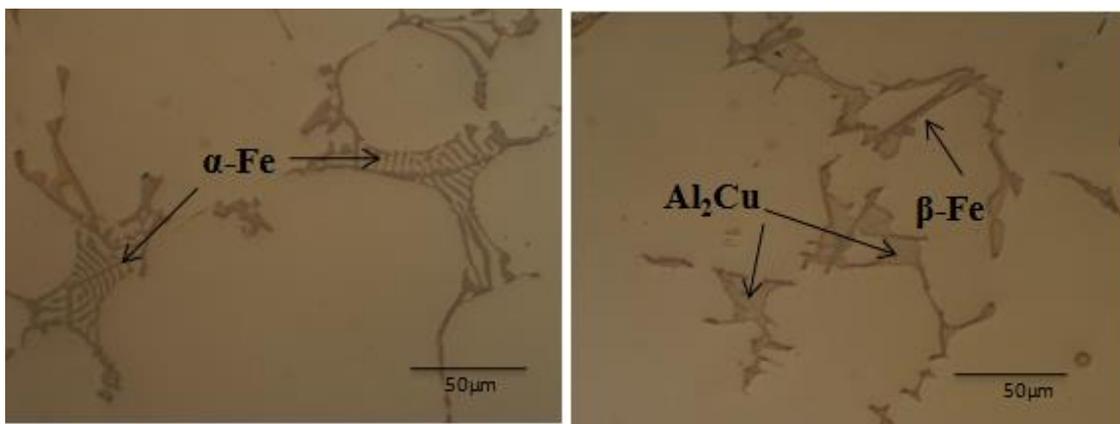
La microstructure des alliages à l'état brut a été observée à l'aide d'un microscope optique pour différents grossissements. Des micrographies optiques à moyen grossissement ($\times 500$) de l'alliage à 0,3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg et pour un rapport du Fe et du Si proche de 1 ($Fe/Si \approx 1$) ont été représentées sur les figures IV.1 (a) à (d). Cette microstructure montre une structure dendritique, cela est bien observé à des faibles grossissements.

L'observation, à fort grossissement, révèle la présence de plusieurs composés intermétalliques qui se précipitent entre les bras des dendrites et aux limites des grains.

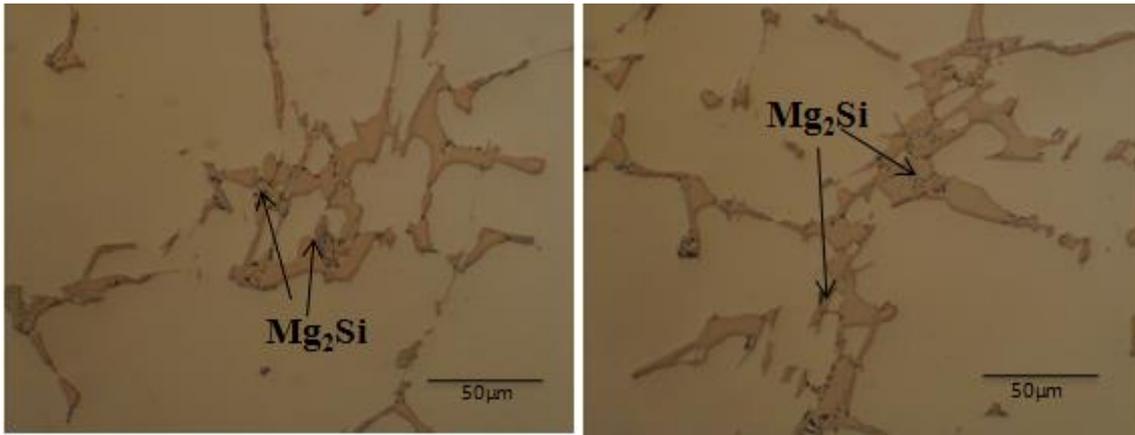
La microstructure des alliages de type B206 a été rapportée par plusieurs travaux de littérature, [20-21, 51, 54,80], la plupart d'entre eux indiquent qu'elle se compose par une structure dendritique en plus des divers composés intermétalliques en fonction de la teneur des éléments dans la composition chimique, ainsi que de taux de solidification appliqué.

Dans notre observation, principalement les micrographies révèlent l'existence de quatre composés qui se présentent aux joints de grains. Ces composés se distinguent par leur forme, leur taille, leur distribution et leur quantité. Ils se divisent en deux catégories : les deux premières sont Al_2Cu ou θ sous forme de rose (bloc) et Mg_2Si qui apparaît sous forme de point noir, ces deux composés sont bénéfiques pour les propriétés mécaniques grâce à leur effet de durcissement, particulièrement après que l'alliage subit un traitement thermique approprié. Le deuxième type est les composés riches en fer, comme la phase β -Fe (Al_7Cu_2Fe) sous forme d'aiguille et la phase α -Fe sous forme de script chinois. Il est à noter que, la phase α -Fe est moins nuisible pour les propriétés mécaniques grâce à sa structure compacte[63]. Contrairement à la phase β -Fe, sa présence fragilise la microstructure et ces particules sont des sites d'initiation des fissures [20-23], surtout, si elle est présente en grande quantité.

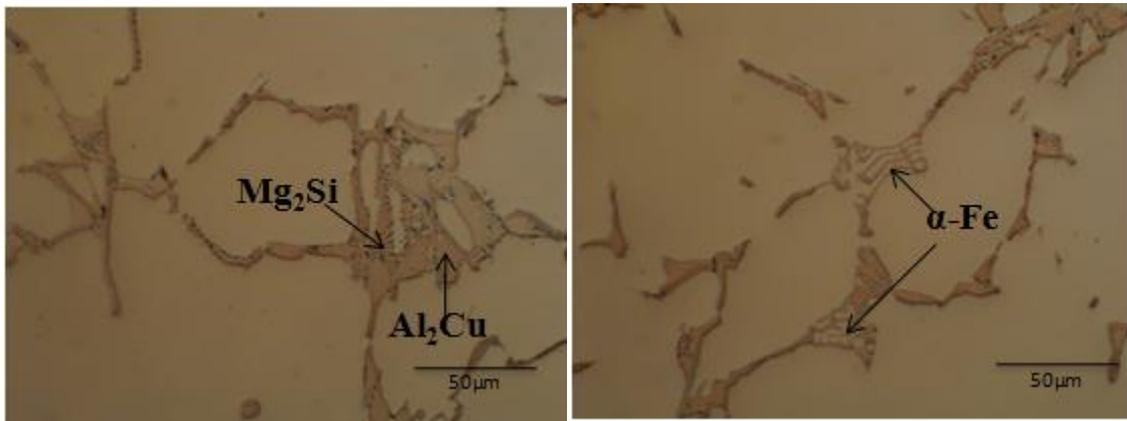
En augmentant la concentration en magnésium, la microstructure représentée montre l'augmentation de la quantité de la phase Mg_2Si . Cela est bien observé dans les figures IV.1 (b), (c) et (d) correspondant aux compositions qui ont des teneurs élevées en Mg, 0.5%, 0.6% et 0.66% respectivement.



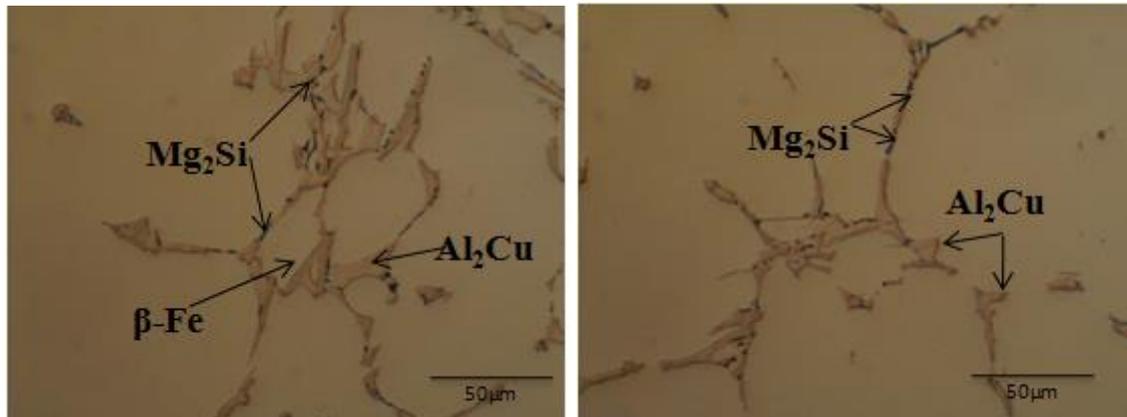
(a)



(b)



(c)

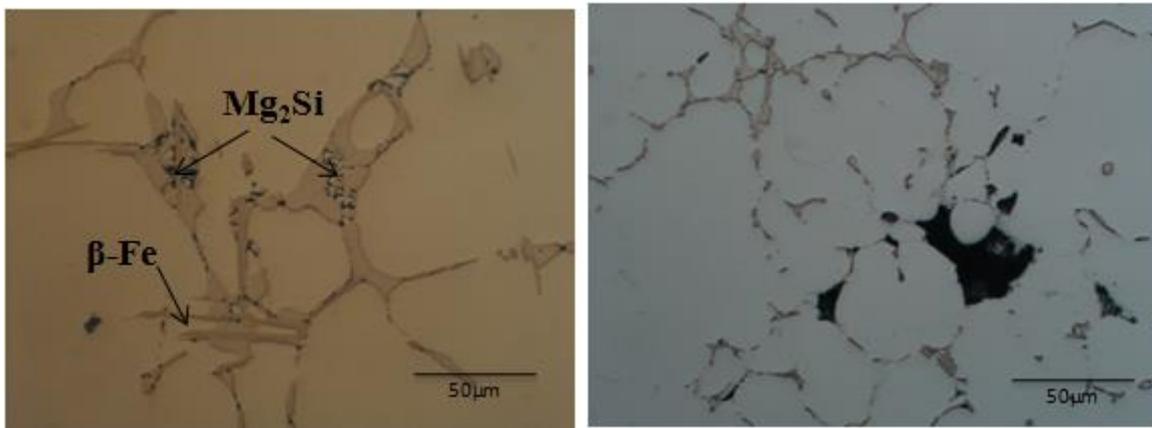


(d)

Figure IV.1 : Micrographie optique de l'alliage de type B206 ($\times 500$) à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. (a) 0.26%. (b) 0.40%. (c) 0.50%. (d) 0.60%.

La figure IV.2 représente la micrographie optique de l'alliage de type B206 ($\times 500$) à 0.2% du Fe et du Si pour une haute teneur en magnésium (0.66% du Mg). L'analyse de l'image met en évidence la présence en grande quantité de composé Mg₂Si. Des études antérieures [24-

25,137] ont signalé que l'augmentation de la teneur en magnésium conduit à l'augmentation de la fraction volumique de la phase Mg_2Si dans les alliages AlSi et AlCuMg.



(e)

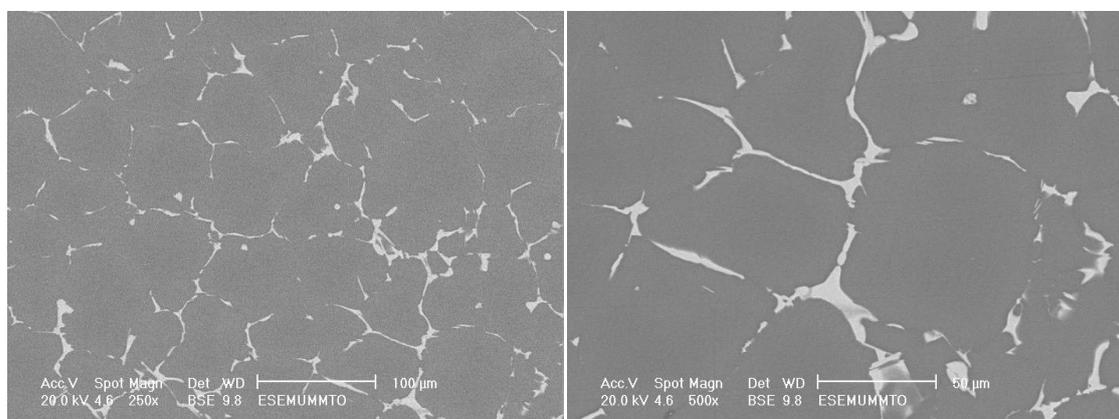
Figure IV.2 : Micrographie optique de l'alliage de type B206 ($\times 500$) à 0.2% du Fe et du Si avec 0.66% du Mg.

Pour plus de détails sur la microstructure et la composition chimique des phases observées, les échantillons ont été analysés avec un microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un système de micro-analyse EDS. Les résultats sont exposés dans les paragraphes ci-après.

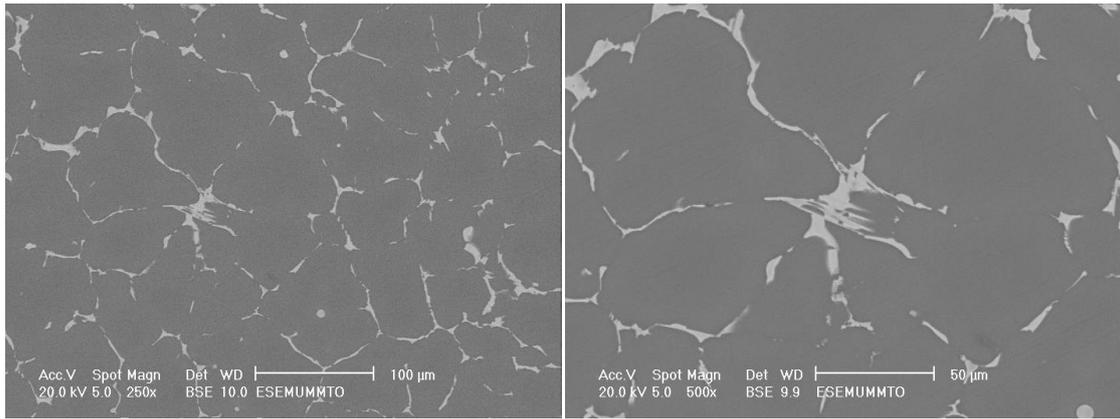
IV.1.2-Microscope électronique à balayage (MEB) et micro-analyse (EDS)

IV.1.2-1. Microscope électronique à balayage (MEB)

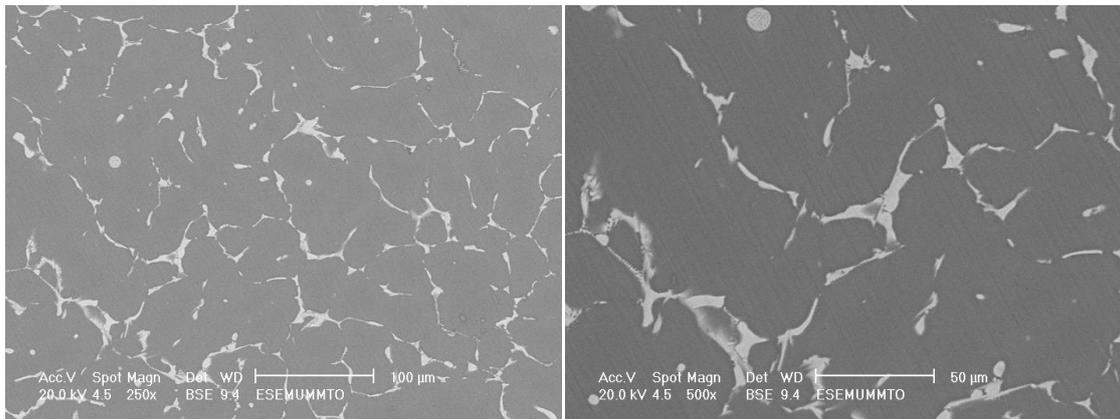
Sur la figure IV-3(a, b, c, d) a été montrée la microstructure obtenue par observation MEB des échantillons à 0.2% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. Cependant, la figure IV-4 (a, b, c, d) présente les observations des compositions d'alliage à 0,3% du fer et du Si.



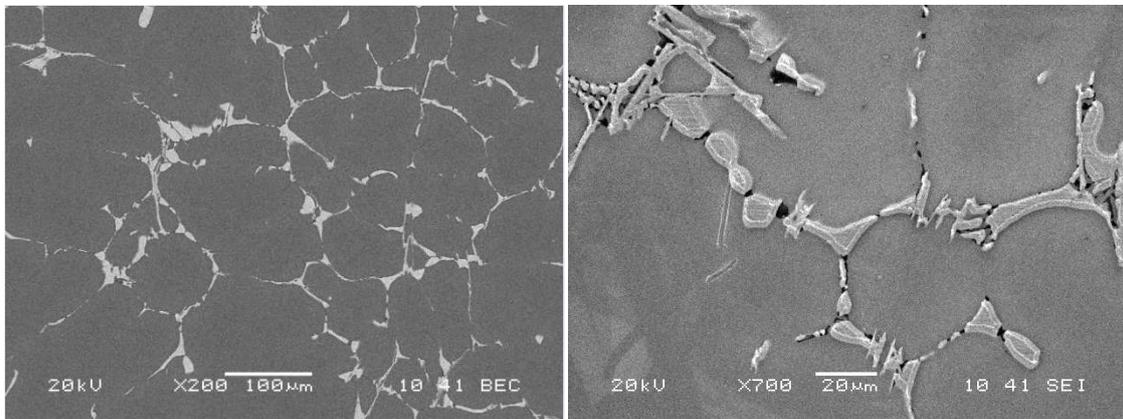
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV. 3 : Microstructure MEB des alliages de type B206 à 0.2% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg.(a) 0.26%. (b) 0.40%. (c) 0.50%. (d) 0.60%.

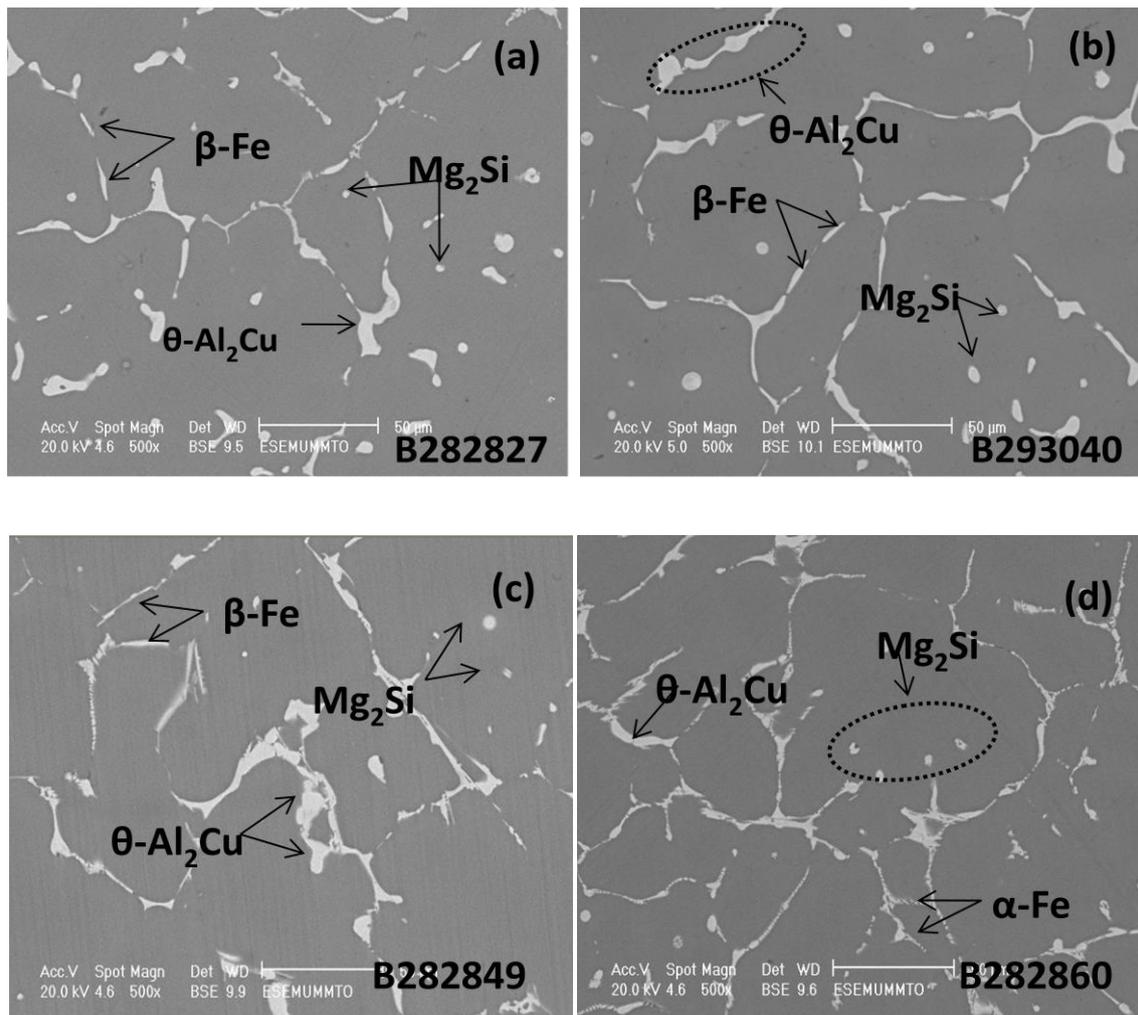


Figure IV.4 : Microstructure MEB et phases observées dans l'alliage de type B206 à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. (a) 0.27%. (b) 0.40%. (c) 0.49%. (d) 0.60%.

L'analyse de la microstructure des alliages à l'état tel que coulée, et pour toutes les compositions montre la présence d'un réseau dendritique et des phases secondaires qui se logent entre les joints de grains. Ces phases sont montrées sur la figure IV-4 de (a) à (d).

En outre, dans tous les alliages considérés, l'analyse de leurs microstructures montre la présence de plusieurs phases intermétalliques telles que la phase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, appelée β -fer et la phase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$, appelée α -Fe (fig.1-a-). Ces composés ont été trouvés dans la microstructure de l'alliage de base B206 et dans des compositions voisines [60, 69].

La structure de la phase β -fer est tétragonale. Ses paramètres de maille sont comme suit : $a = 0.6336 \text{ nm}$ et $c = 1.4879 \text{ nm}$ [63]. La présence des particules de cette phase est très nuisible aux propriétés mécaniques en raison de leur forme en aiguille à l'échelle microscopique. Par contre, la présence de la phase α -fer a un effet positif sur les propriétés mécaniques grâce à la forme script que possèdent ses particules. Cette phase procure au matériau d'excellentes

propriétés mécaniques en augmentant sa limite élastique, sa résistance à la traction, son allongement à la rupture et sa dureté [63].

Il a été constaté que les faibles taux de refroidissement lors de la solidification favorisent la précipitation des particules β -fer en aiguilles, alors que des taux plus élevés ont tendance à favoriser la formation de particules α -fer [38].

On a aussi constaté la présence de la phase Al_2Cu (fig.1-b), également désignée θ , dans la littérature, sa structure est tétragonale avec les paramètres de maille $a = 0.6063$ nm et $c = 0.4872$ nm [50, 86]. La présence de cette phase dans la structure du matériau lui procure de bonnes propriétés de traction, surtout lorsque ces particules sont réparties d'une manière homogène.

La phase Mg_2Si (fig.1-b-), possède une structure cubique du paramètre de maille $a = 0,6350 - 0.6400$ nm. Sa densité est 1.88g/cm^3 [50,57].

Il a été remarqué que l'augmentation de la teneur en Mg procure au silicium une tendance tout d'abord à se combiner en priorité avec le magnésium comme Mg_2Si , puis il peut se combiner avec d'autres éléments comme le cuivre pour former la phase Al_2CuMg , qui elle aussi joue un rôle important dans l'amélioration des propriétés mécaniques. Mais dans une certaine mesure, elle réduit la quantité du cuivre disponible pour la formation de la solution solide avec l'aluminium.

La phase Mg_2Si améliore les caractéristiques de la résistance à la déformation des alliages étudiés, mais, malheureusement, fait diminuer considérablement leur ductilité [134-136].

IV.1.2-2. Microanalyse (EDS) et répartition des éléments dans la microstructure

Sur la figure V. 5 a été montrée la microstructure ainsi que la répartition des éléments dans la matrice d'aluminium pour la composition à 0.2% du Fe et du Si pour un niveau élevé du magnésium. En effet, la figure (a) représente la microstructure obtenue par observation MEB et les différentes phases présentes, cependant, les autres images (b, c, d, e et f) présentent la distribution des éléments dans la microstructure tel que Al, Cu, Fe, Si et Mg respectivement. L'analyse de la figure IV-5 montre que l'aluminium se concentre dans la matrice et la totalité des éléments présents se trouvant aux joints de grains, où on constate aussi que ces régions sont pauvres en aluminium. Les spectres EDS correspondants pour cette composition sont présentés sur la figure IV 6.

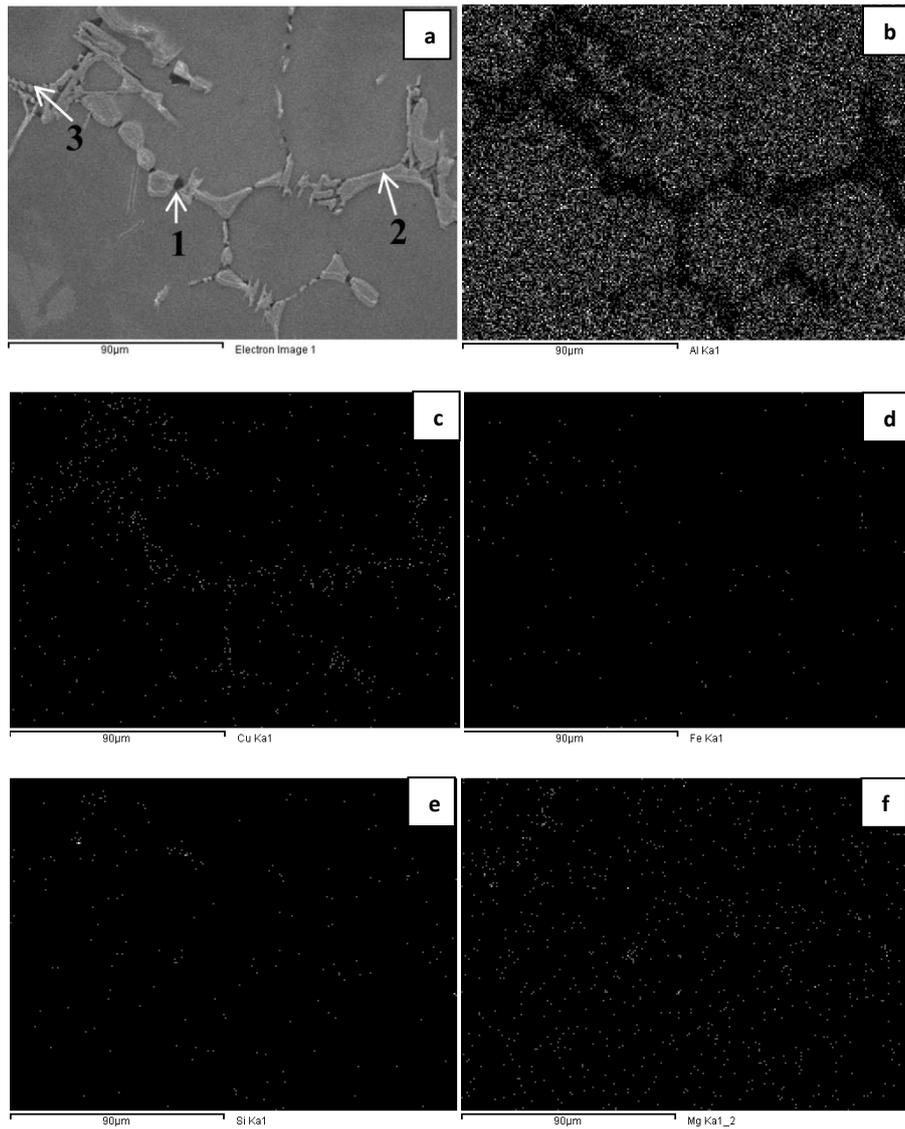
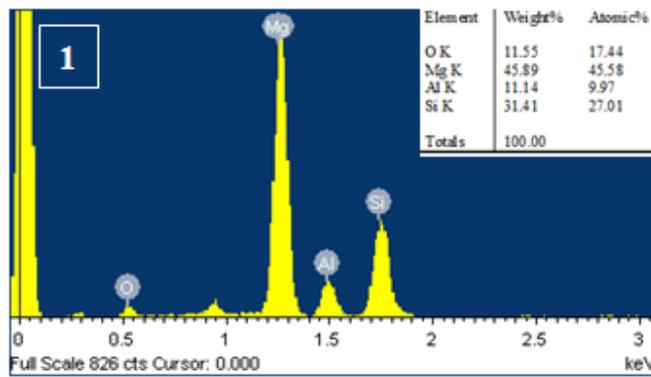


Figure IV.5 : Répartition des éléments dans la matrice de l'alliage B202060. (a) matrice. (b) Al. (c) Cu. (d)Fe. (e)Si. (f)Mg.



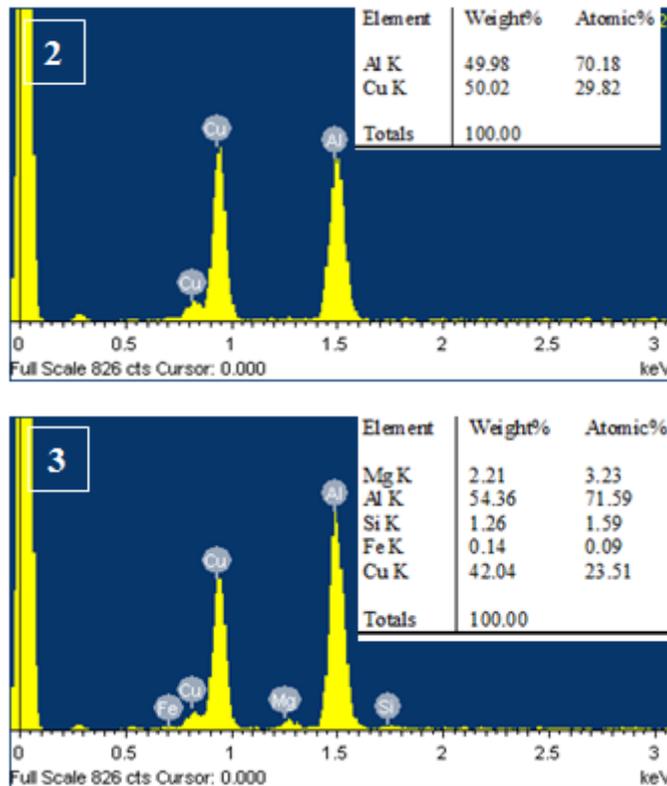


Figure IV.6 : Analyse EDS et composition chimique des phases observées dans la microstructure de la composition B202060. (1) Mg_2Si . (2) Al_2Cu . (3) β -Fe.

Sur la figure IV-6 son représentés les spectres d'analyses EDS de l'échantillon de la composition à 0.2% du Fe et du Si (B202060) et pour une haute teneur du Mg. L'analyse quantitative de ces spectres montre que le pourcentage des éléments correspond respectivement, à la présence des composés Mg_2Si , Al_2Cu et la phase riche en fer (β -Fe) montrés sur les figures 1, 2 et 3 respectivement.

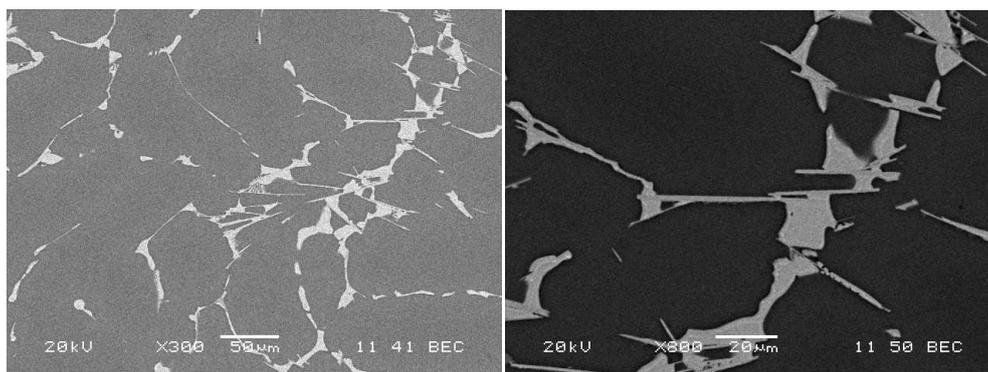


Figure IV.7 : Microstructure de la composition à 0,3% en Fe et en Si et à faible teneur en Mg (B292927).

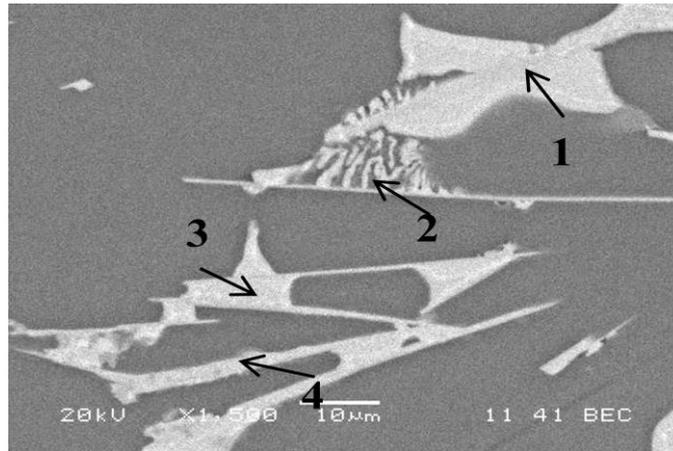


Figure IV.8 : Microstructure la composition B292927

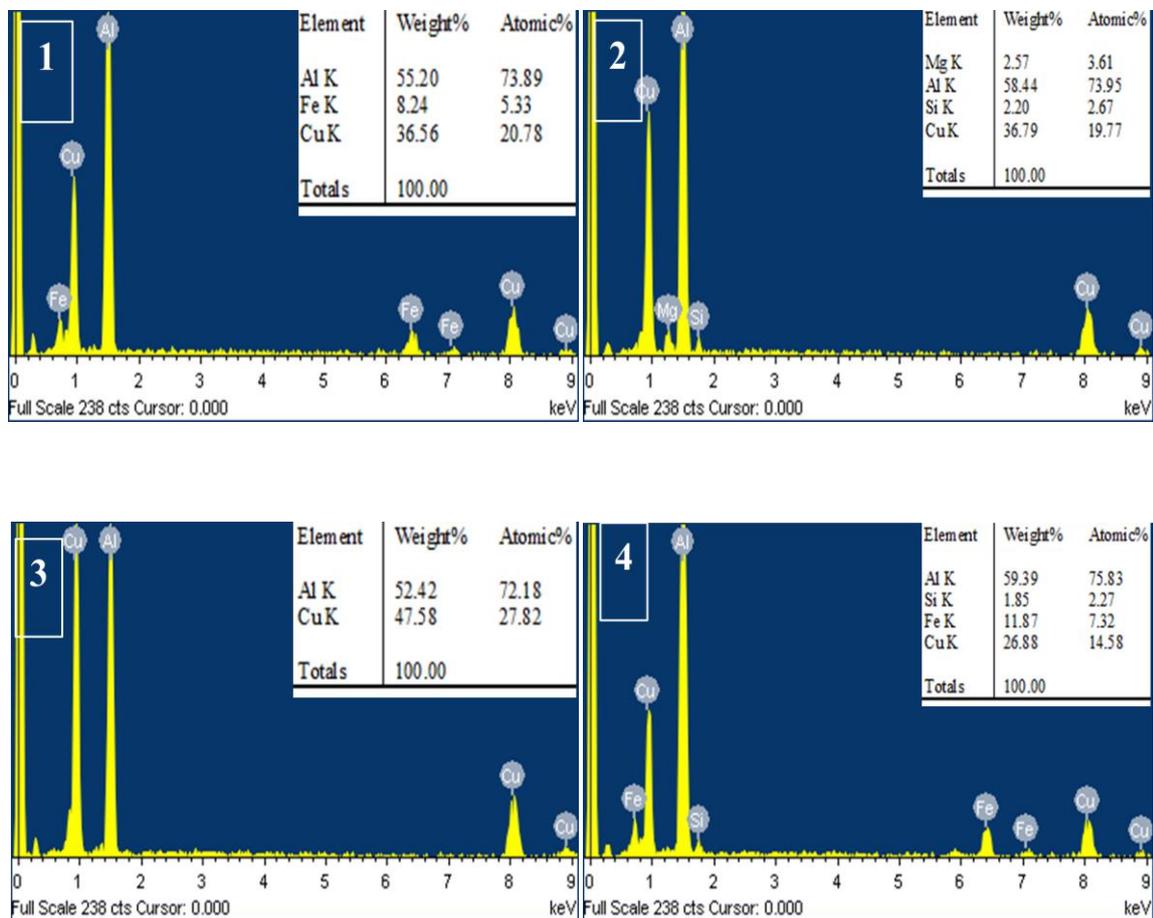


Figure IV.9: Analyse EDS et composition chimique des phases observées dans la composition B292927. (1) β -Fe. (2) Mg_2Si . (3) Al_2Cu . (4) β -Fe.

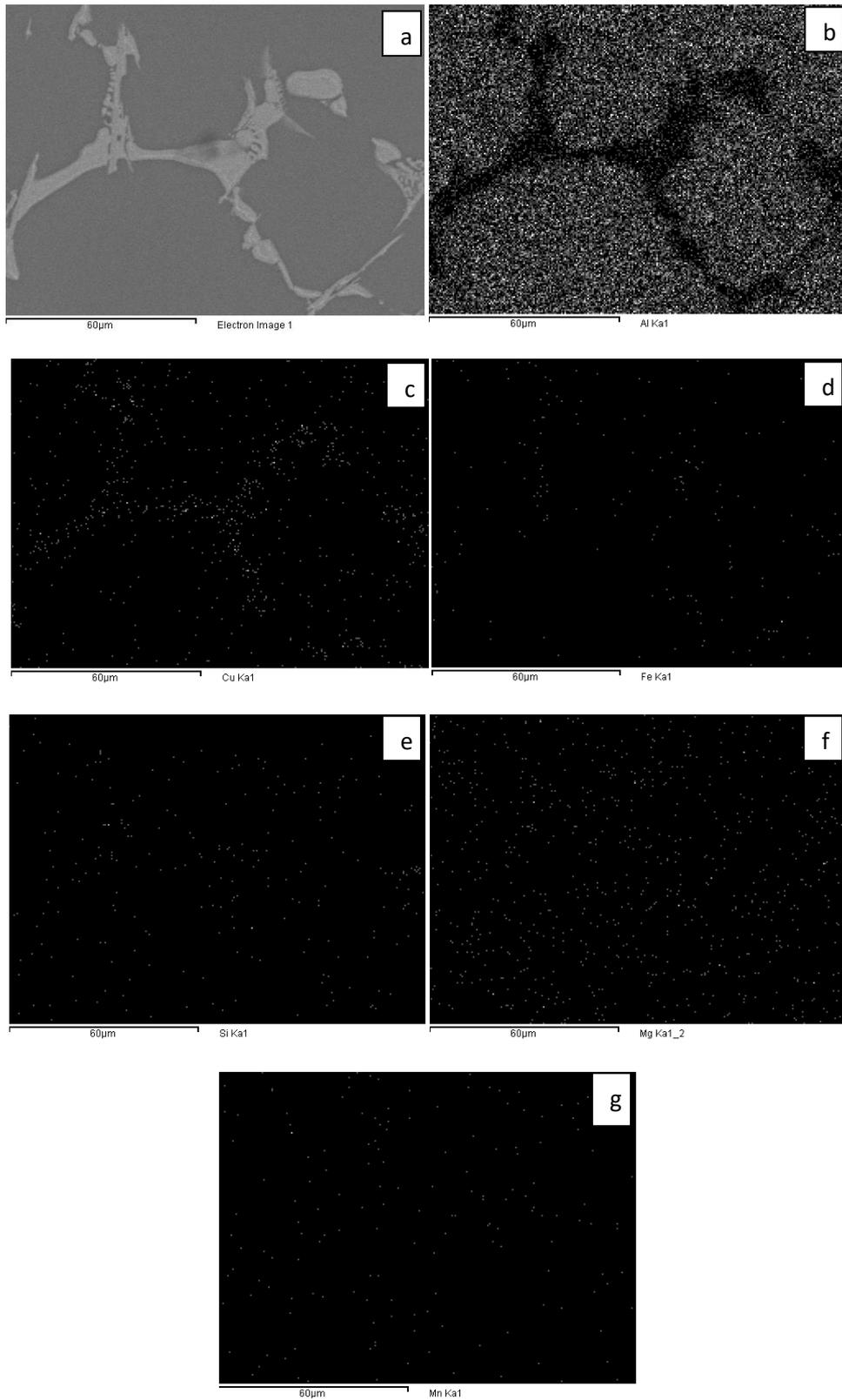


Figure IV.10 : Répartition des éléments dans la microstructure de l'alliage B293040. a) matrice. b)Al. c)Cu. d)Fe. e)Si. f)Mg. g) Mn.

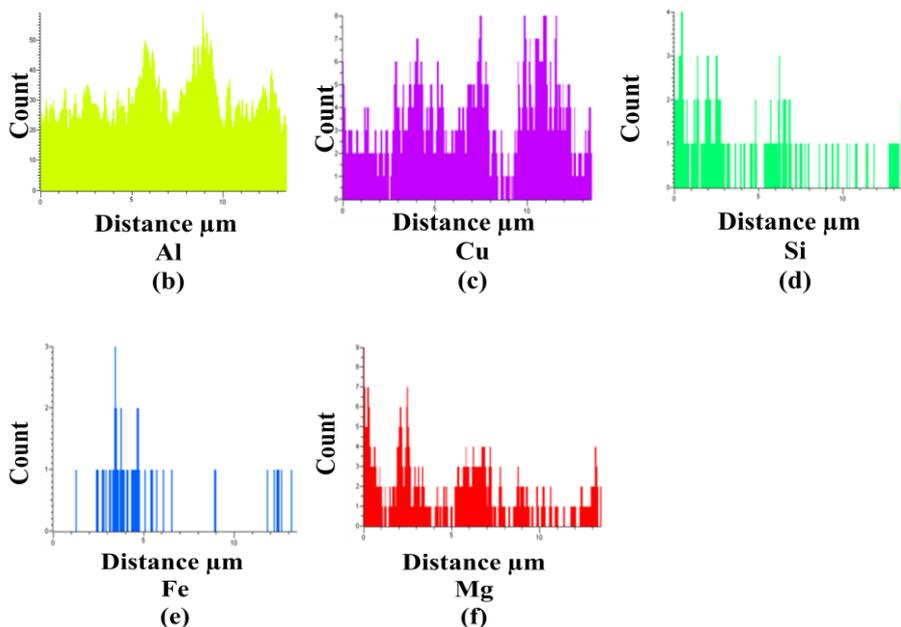
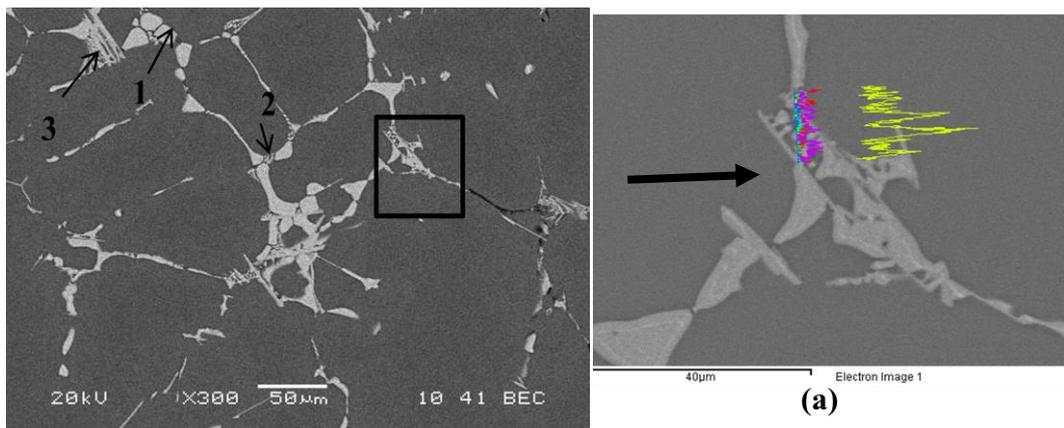


Figure IV.11 : Distribution des éléments le long d'une ligne repérée sur la phase β -Fe et Mg_2Si de la composition B293040. (a) matrice. (b)Al. (c)Cu. (d)Si. (e)Fe. (f)Mg.

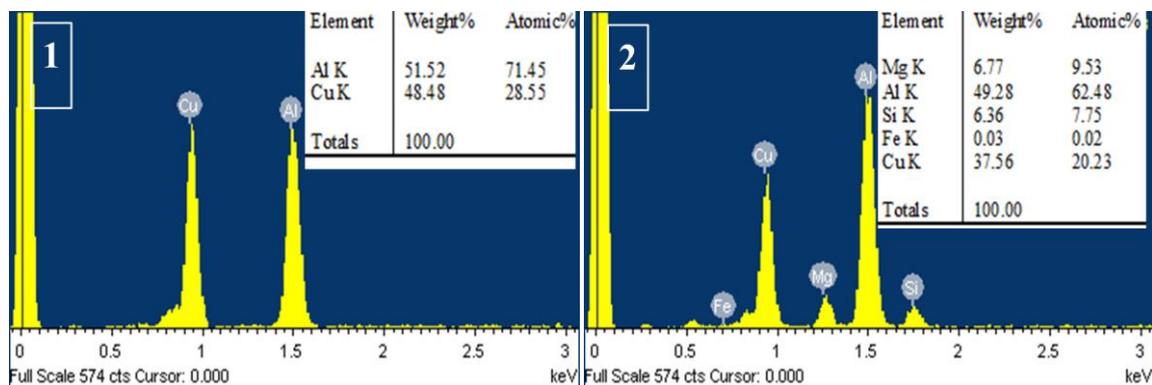


Figure IV.12 : Analyse EDS et composition des phases observées dans la composition B293040.(1) Al_2C . (2) β -Fer.

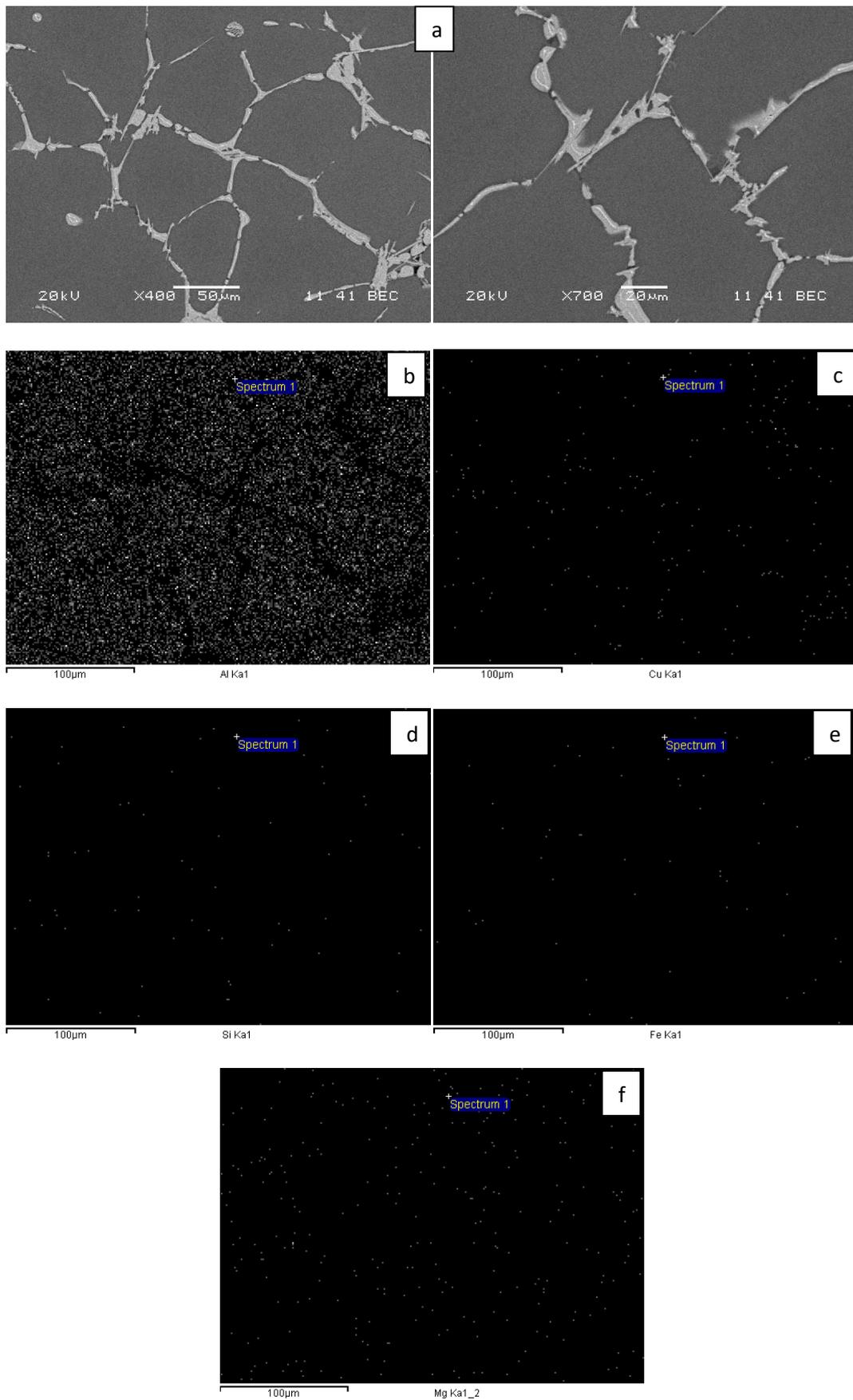


Figure IV.13 : Répartition des éléments dans la microstructure de l'alliage B282860. a) matrice. b) Al. c) Cu. d) Fe. e)Si. f) Mg.

L'analyse des figures précédentes montre qu'à l'état brut de coulée, la plupart des éléments d'addition se précipitent aux joints de grains. En effet, comme on le voit sur les figures IV.10 et IV.13 le cuivre se trouve dans toute la microstructure, il rentre en solution solide avec l'aluminium et précipite aux joints de grains en grande quantité, sous forme de composés intermétallique avec les autres éléments. Le fer et le Si dans les figures (c) et (d) respectivement, se logent aux joints de grains. Le Mg se trouve dans toute la microstructure, il a une grande miscibilité dans l'aluminium, comme il s'unit avec le Si pour former le composé Mg_2Si . La spectroscopie à rayons X a révélé que les zones Mg_2Si contiennent un niveau d'oxygène ce qui rend difficile d'identifier ces phases. En revanche, elles sont bien claires par l'observation à l'aide d'un microscope optique montré sur les figures précédentes IV.1 et IV.2.

D'après l'analyse de la microstructure de toutes les compositions considérées, on a constaté la présence de quatre phases principales, pour les deux concentrations en Fe et en Si, mais, nous avons remarqué aussi qu'en augmentant la teneur en magnésium la fraction volumique de la phase Mg_2Si augmente. La présence de ces différentes phases dans la microstructure de l'alliage B206 a été signalée par des travaux de la littérature [20-21, 50-54, 80]

IV-2 Calorimétrie à balayage différentiel (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel (DSC) a été réalisée sur les échantillons de l'alliage de type B206 à l'état brut de coulée pour accéder aux différentes températures de formation et de dissolution des différents constituants de la microstructure (dendrites et composés intermétalliques).

Les figures IV.14-(a, b, c, d) à IV.15-(e, f, g, h) représentent les résultats obtenus pour l'alliage de type B206 à 0.2% et 0.3% en fer et en silicium (% massique) avec une variation de la teneur en Mg de 0.2% jusqu'à 0.6%. Les échantillons étudiés ont subi un chauffage en deux étapes. En premier lieu, ils ont été chauffés de l'ambiante jusqu'à 450°C à une vitesse de 10°C/min, puis à une vitesse de 4°C/min jusqu'à 700°C. Après ce cycle, on a appliqué le chemin inverse lors de refroidissement.

L'analyse des courbes DSC des différentes compositions révèlent l'existence de quatre pics lors de refroidissement, ce qui se traduit par la production de quatre réactions importantes pendant la solidification qui sont due à la transformation des phases. Le premier pic a été enregistré aux alentours de 633°C, ce pic est dû à la formation des dendrites d'aluminium, il est constant pour toutes les compositions. Le deuxième pic, est enregistré à $573\pm 5^\circ C$. Ce pic

est attribué à la formation des intermétalliques riches en fer. Des études antérieures ont montré que cette température correspond à la formation des phases riches en fer tel que β -Fe et α -Fe [20, 51, 80, 129]. Le troisième pic est apparu aux environs de 533°C dans l'alliage à 0.26% du Mg, il correspond probablement à la formation de l'eutectique Al-Al₂Cu comme prédit par le diagramme de phase de l'alliage Al5%Cu. Il a été montré que la phase Al₂Cu précipite à des températures similaires pendant la solidification [20,51]. Par contre, pour les compositions à 0.40% et 0.50% du Mg ce pic est observé autour de 523°C et pour la composition à 0.6% du Mg à 516°C, en accord avec les résultats des auteurs cités dans les références [20,51]. Selon ces résultats, on ne constate que l'augmentation de la teneur en Mg conduit à la diminution de la température de formation de la phase Al₂Cu.

Le quatrième pic est enregistré à 529°C pour la première composition (0.26% Mg), en revanche dans les autres alliages avec des teneurs plus élevées en magnésium ce pic est apparu à 508°C et probablement dû à la formation des composés riches en magnésium comme, Mg₂Si et Al₂CuMg. Backerud et al [80] ont rapporté que ces composés se sont formés ensemble à partir d'une réaction eutectique complexe à 500°C.

Les résultats obtenus lors de l'analyse DSC sont en accord avec ceux observés par les travaux des références [20,51, 80, 135].

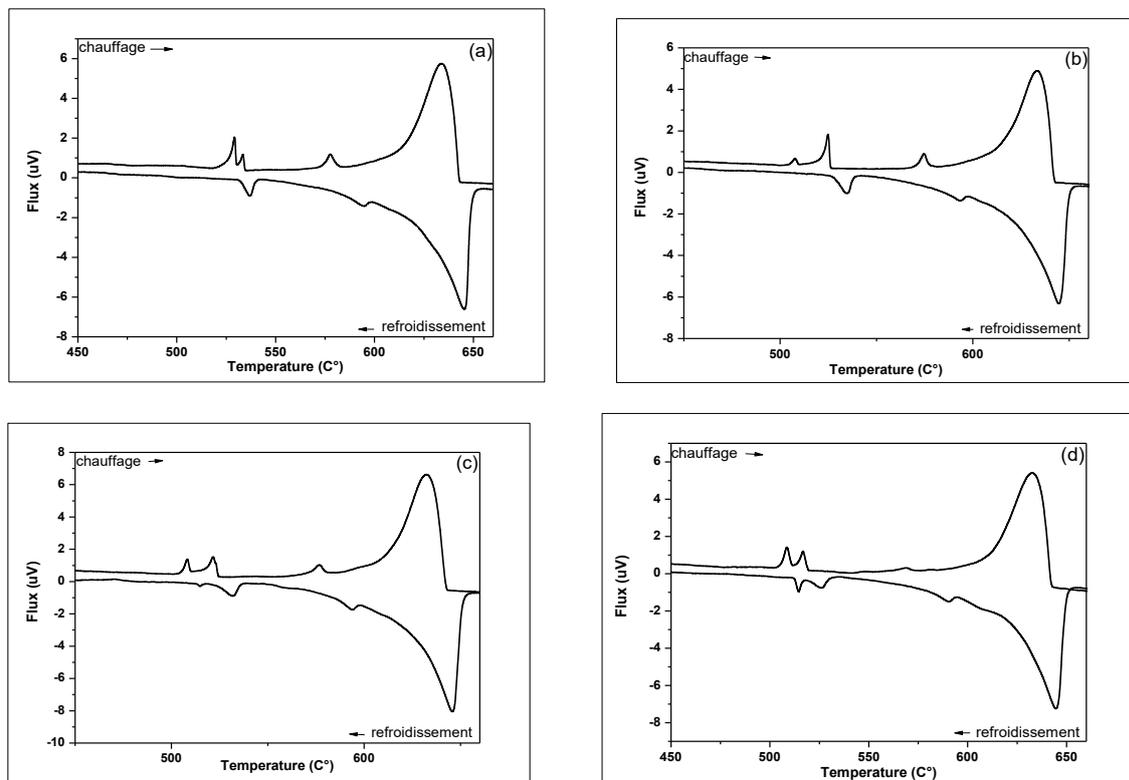


Figure IV. 14 : Courbe DSC d'alliages à 0.2% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg a)0.27% Mg. b) 0.4% Mg. c) 0.5%Mg. c)0.6% Mg.

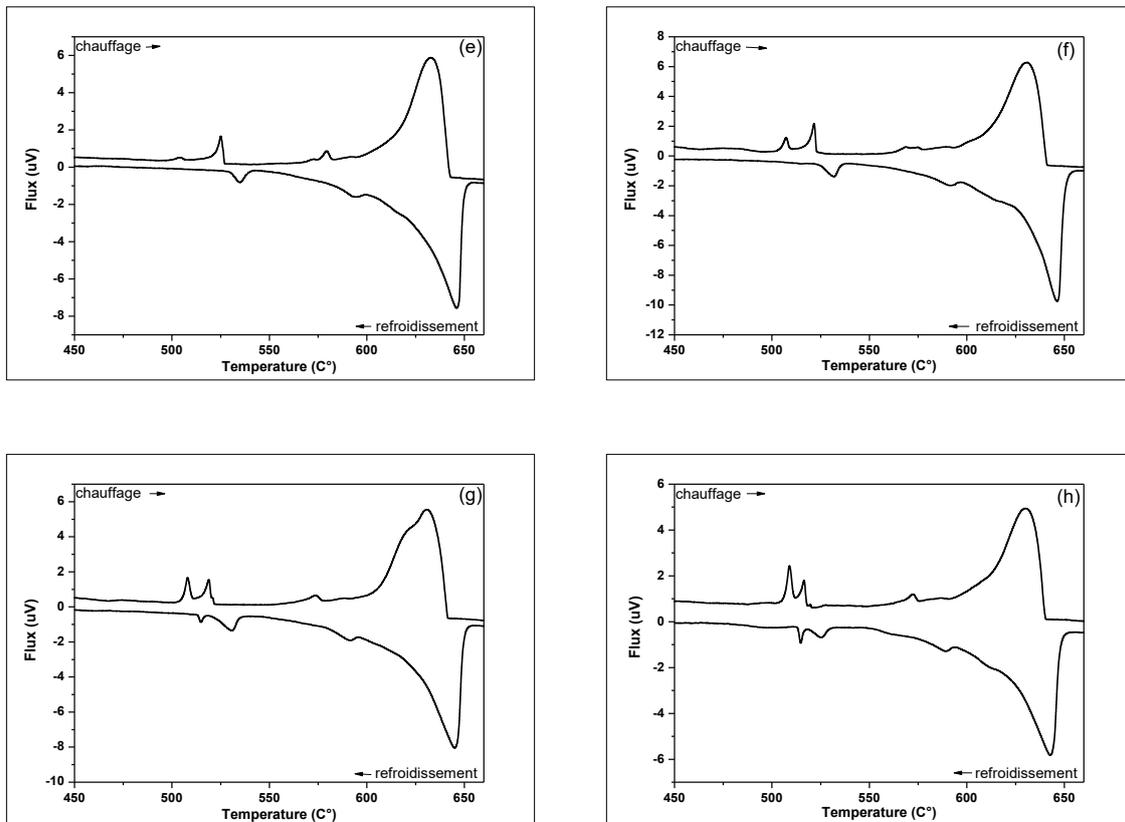


Figure IV. 15 : Courbe DSC des alliages à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. (e)0.27% Mg. (f)0.4% Mg. (g)0.5%Mg. (h)0.6%Mg.

Pendant le chauffage (dissolution des phases), trois et/ ou quatre pics endothermiques ont été observés sur les courbes DSC. En effet, on a observé trois pics pour toutes les compositions considérées, en plus d'un quatrième pic pour la composition à 0.2% du Fe et du Si et pour 0.66% du Mg et pour les niveaux de 0.49% et 0.60% en Mg pour les alliages à 0.3% du Fe et du Si.

Le premier pic est apparu aux alentours de 645°C, et il correspond à la fusion des dendrites d'aluminium (température de liquidus). Le deuxième pic est observé aux alentours de 590°C. Il correspond à la fusion des intermétalliques du Fe qui ont été signalés par les autres auteurs [51, 20, 80, 126]. Le troisième pic est enregistré aux environs de 530°C, il correspond probablement à la fusion de l'eutectique Al-Al₂Cu comme prédit par le diagramme de phases de l'alliage Al5%Cu [56]. Le quatrième pic a été observé aux alentours de 514°C, ce pic est apparu uniquement pour les compositions à haute teneur en Mg ce qui signifie qu'il correspond à la fusion des composés riches en magnésium tels que Mg₂Si et Al₂CuMg [20].

Pour mieux mettre en évidence les différents pics enregistrés, nous avons tracé les courbes de chauffage et leur dérivée première en fonction de la teneur en Mg. Elles sont représentées sur la figure V.16 (a, b, c, d) pour les compositions à 0.2% en Fe et du Si et IV.17 de (e) a (h), pour les compositions à 0.3% Fe et Si.

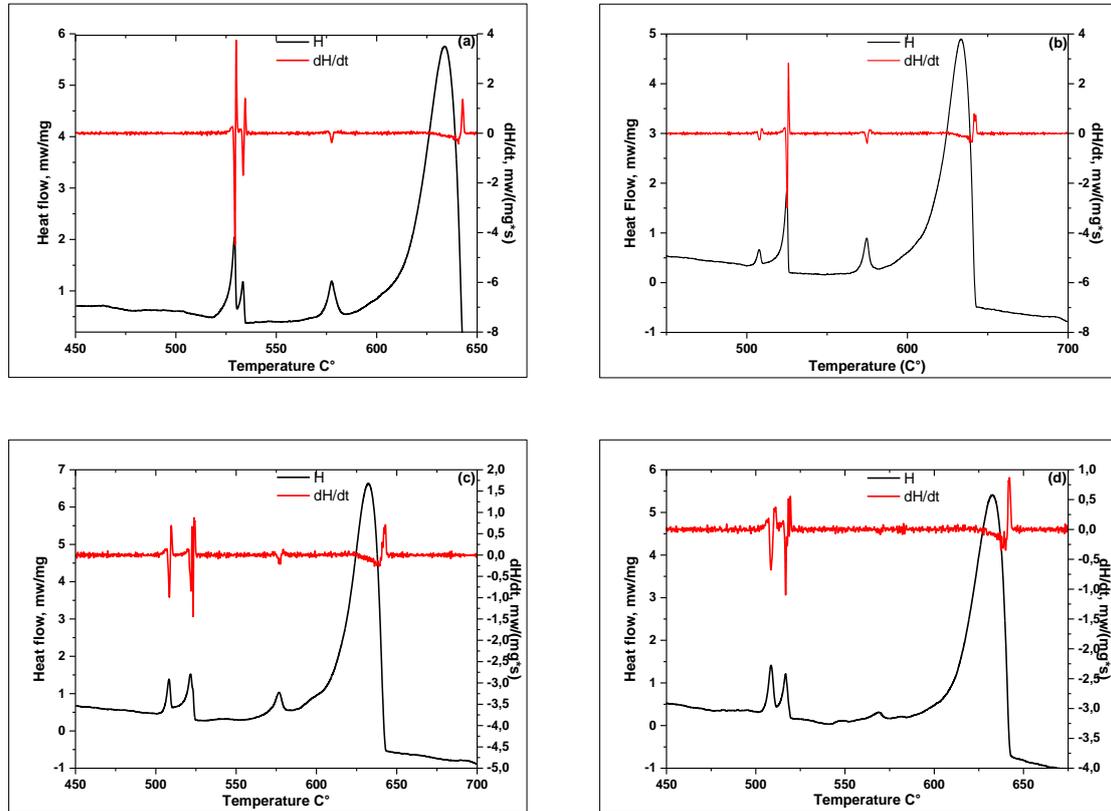


Figure IV.16 : Courbes de chauffage et leur dérivée première pour les compositions à 0.2% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. (a)0.26% Mg. (b)0.41% Mg. (c) 0.50%Mg. (d)0.66 %Mg.

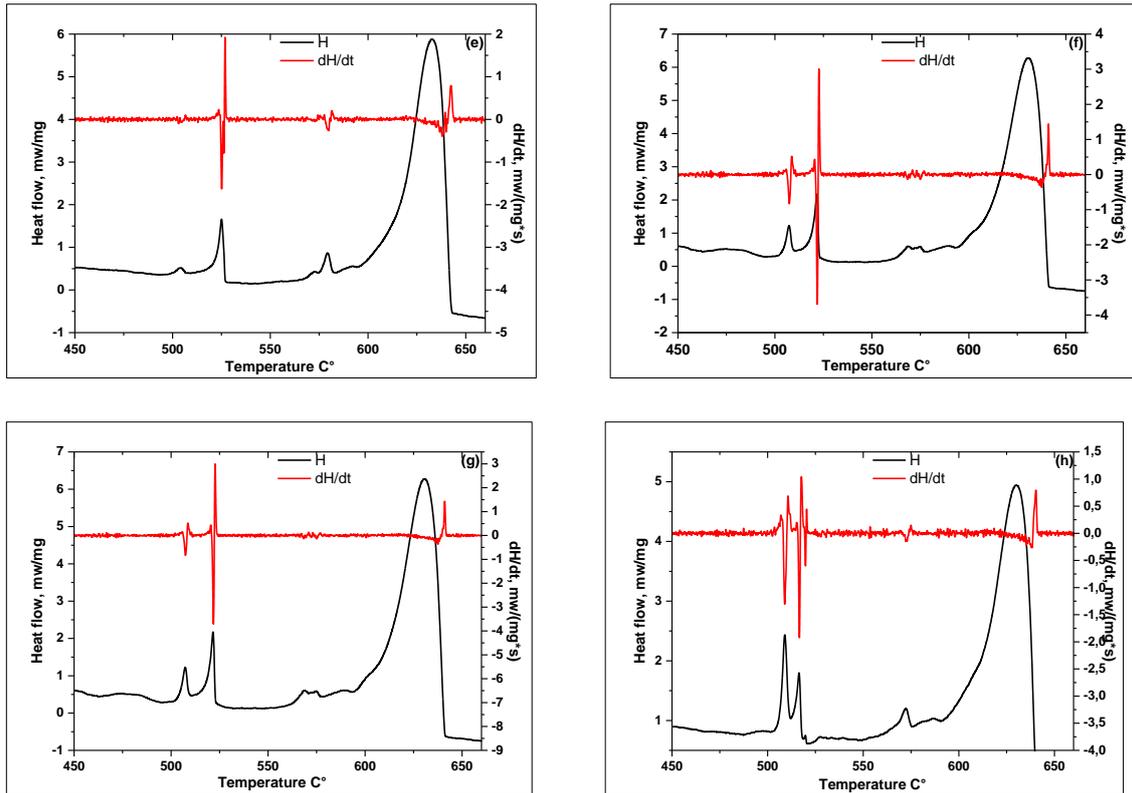


Figure IV.17 : Courbes de chauffage et leur dérivée première pour les compositions à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. e)0.27%. (f) 0.40 %. (g) 0.49 %. (h) 0.60 %.

Pour mieux observer l'effet de l'addition du magnésium sur la microstructure des alliages étudiés, nous avons tracé la dérivée première des courbes DSC. Les résultats sont représentés sur la figure IV.16 et IV.17, l'analyse de celle-ci montre que la quantité de la phase Mg_2Si augmente avec l'augmentation du magnésium. Cela se traduit par l'augmentation de la hauteur du dernier pic observé aux alentours de 514°C.

Nous avons aussi constaté que l'augmentation de titre en magnésium dans les alliages étudiés diminue la température de formation de la phase eutectique Al_2Cu et les composés riches en magnésium (Mg_2Si et Al_2CuMg). Cela est montré sur les figures IV.18 et IV.19. Cette observation est bien claire pour les compositions à 0.3% du Fe et du Si.

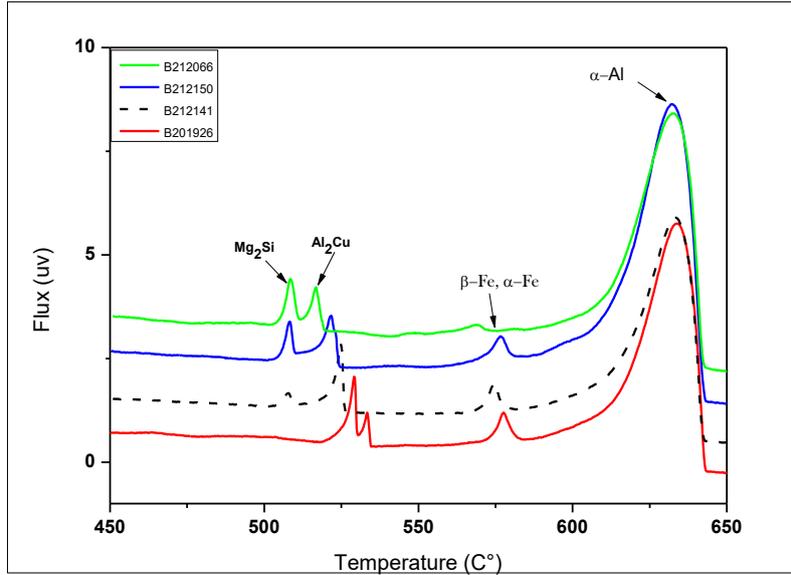


Figure IV.18 : Courbe DSC pour les alliages de type B206 en fonction de la teneur en magnésium et pour une concentration de 0.2% en Fe et en Si.

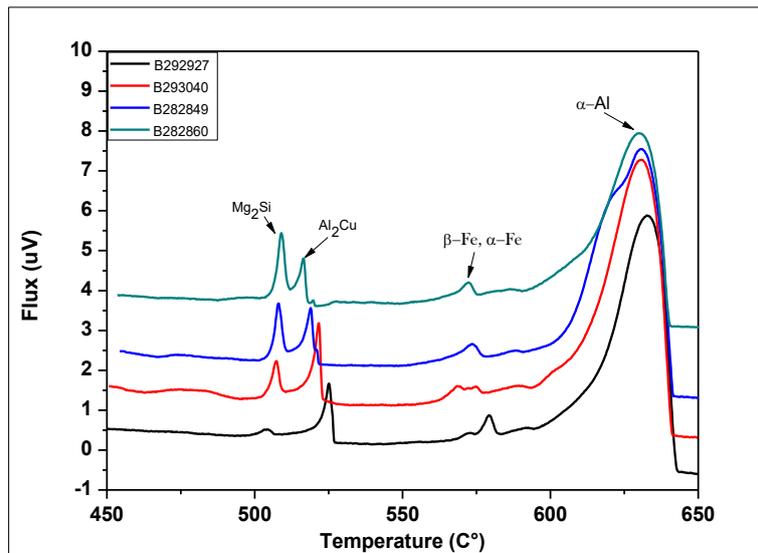


Figure IV.19 : DSC des alliages B206 avec 0.3% du Fe et du Si en fonction de la concentration en Mg.

Les tableaux ci-dessus (V.1 et V.2) présentent les températures de formation et de dissolution des différentes phases observées pendant le refroidissement et le chauffage de l'alliage B206 en fonction de la teneur en Mg.

Code des alliages	Température de refroidissement (formation des phases) (°C)					
	1	2	3	4	5	6
B201926	633.83C°	577.12C°	533.39	529	-	-
B212141	633.25C°	574.48C°	-	524.84	-	507.62
B212150	632.32C°	576.51C°	-	523.03 C°	-	507.95C°
B212066	632.63C°	568.62C°	-	/	516	508.74C°
B292927	633.08C°	579.35C°	-	524.17	-	-
B293040	631.54	-	-	521.27	-	506.93
B282849	631.12	573.6	-	518.96	-	507.4
B282860	630.38	572.2	-	519.41	516.36	508.88

Tableau IV.1: Température de formation des pics en fonction de la concentration en Mg.

Code des alliages	Température de chauffage (dissolution des phases) (°C)			
	1	2	3	4
B201926	645.50	592.87	536.93	-
B212141	644.50	593.24	534.87	-
B212150	645.51	594.56	531.43	-
B212066	644.76	590.81	525.80	514.84
B292927	646.68	593.40	534.16	-
B293040	646.63	592.04	532.12	-
B282849	645.19	591.73	530.98	515.29
B282860	642.77	589.06	525.42	514.14

Tableau IV.2 : Température de dissolution des pics en fonction de la concentration en Mg.

Les températures de dissolution des phases sont listées dans le tableau IV-1. Trois pics ont été observés pour toutes les compositions, autour de 645°C, 592±2°C et a 534±3°C. Excepté pour l'alliage B282860 avec un niveau de 0.6% en magnésium, ce troisième pic est apparu à une température de 526°C. En plus, pour cette composition on a remarqué l'existence d'un quatrième pic autour de 514°C. Ces observations sont en accord avec les travaux de Kamga et al [20], uniquement lui a signalé un autre pic entre 622°C et 635°C dans deux compositions de ses alliages ; le premier a une teneur en fer de 0.21% et 0.28 %Si, le deuxième à 0.31% du Fe et 0.28% du Si. Ce pic est attribué à la dissolution de la phase Al₆(CuMnFe), que nous n'avons pas observé dans la microstructure de nos échantillons.

Les résultats obtenus dans l'analyse DSC sont en accord avec les observations par la microscopie optique et la microanalyse par la technique EDS. En effet, les différents pics enregistrés par la DSC correspondent aux différentes phases observées dans la microstructure des alliages étudiés dans ce travail, ainsi que les résultats trouvés dans la littérature [20,53, 135].

IV. 3. Analyse structurale par DRX

Les diffractogrammes des rayons X des alliages de type B206 étudiés à l'état brut de coulée en fonction de la teneur en magnésium sont montrés sur les figures IV-20 (a, b, c, d) et IV-21 (a, b, c, d). On constate que pour toutes les compositions, il ya apparition de plusieurs pics de différentes intensités.

Ces diffractogramme sont été analysés à l'aide du logiciel Highscore, puis tracés avec Origin. Plusieurs pics de différentes intensités ont été observés. Selon les fiches ASTM, quelques pics correspondent à la structure cubique à face centrée (CFC), de la matrice d'aluminium, et d'autres représentent les différents composés intermétalliques observés dans les microstructures des échantillons analysés. En effet, pour la matrice on constate que le pic le plus intense et celui des plan (111), les autres pics de la matrice ((200), (311), (222), (220),...) ont des d'intensité variables. Aussi, nous avons remarqué une variation d'intensité du pic (111) en fonction de la teneur en Mg, ce qui se traduit par un changement de la texture.

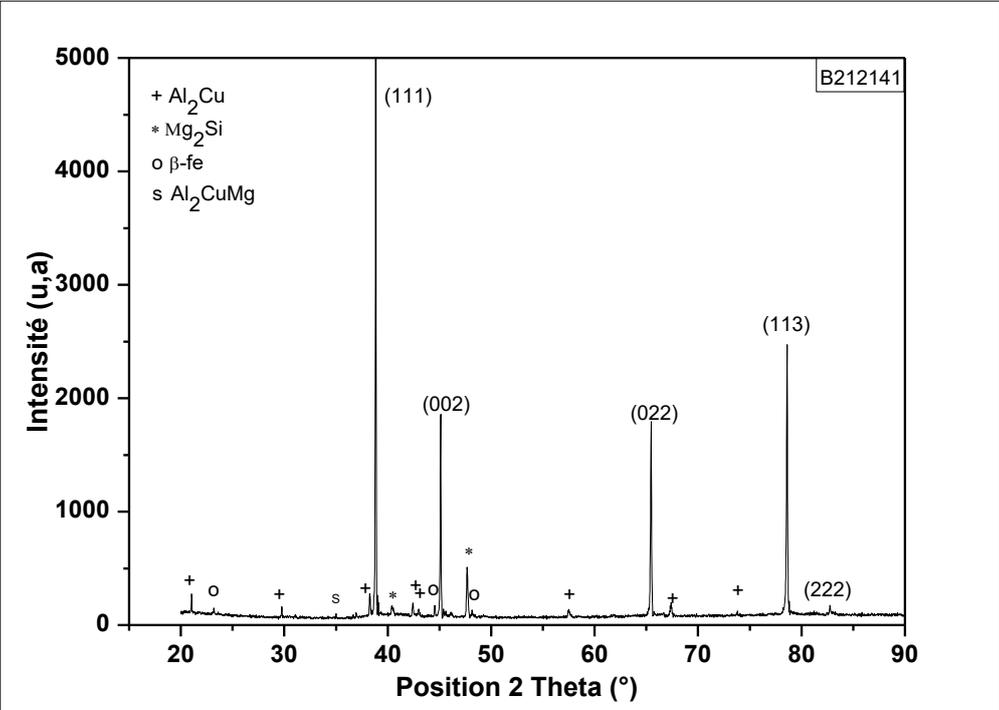
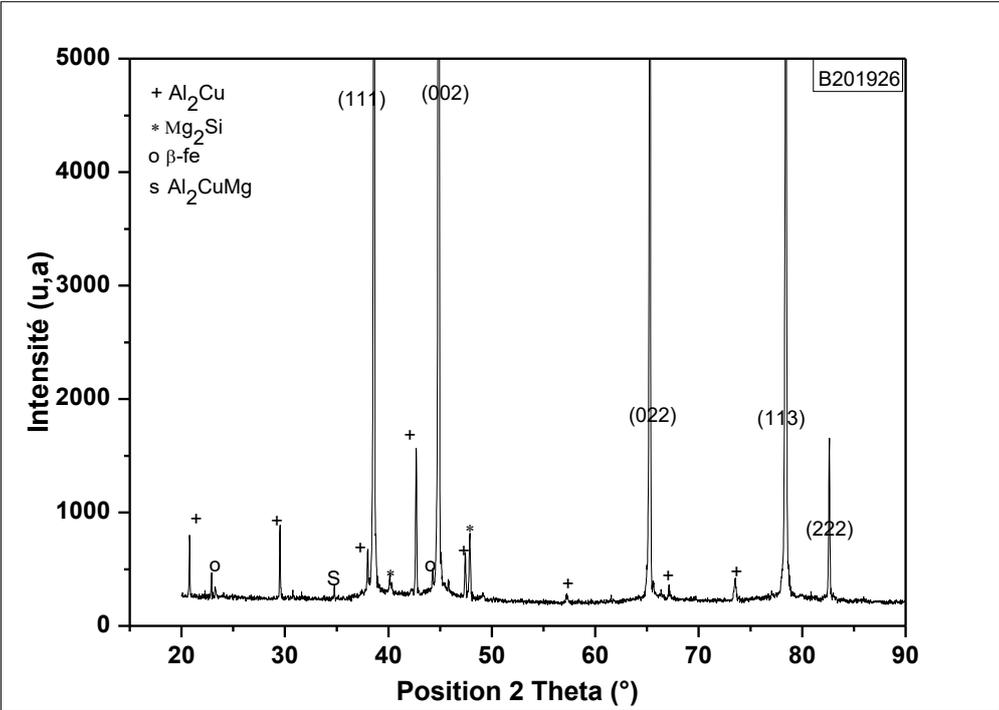
Comme nous avons constaté la présence des pics de la phase Al_2Cu et ceux de la phase Mg_2Si . La comparaison entre les diffractogrammes des rayons X montre que cette phase augmente avec l'augmentation du la concentration du magnésium, ceci et en bon accord avec les observations microstructurales obtenues à l'aide d'un microscope optique et MEB, la DSC aussi confirme cette augmentation de la fraction volumique de la phase Mg_2Si à l'état brut.

Dans certaines compositions, l'analyse DRX confirme la présence de quelques particules de la phase Al_2CuMg en faible quantité. Cette dernière n'a pas été détectée par l'observation MEB et l'analyse EDS. La phase Al_2CuMg est connue par sa participation au durcissement structural des alliages, mais en contre partie elle diminue la quantité du cuivre nécessaire pour le renforcement de la matrice.

En plus de ces composés on a remarqué l'existence d'autres pics de faibles intensité correspondants aux composés intermétalliques riches en Fer, β -Fe et α -Fe, mais les pics représentant la phase sous forme d'aiguille sont plus nombreux que ceux de la phase sous forme de script chinois, cela aussi, confirme les observations microstructurales et les analyses EDS.

Vue la complexité de nos échantillons (présence de plusieurs éléments de traces) nous avons trouvé quelques difficultés dans l'analyse des spectres DRX, mais d'une façon globale et selon des résultats exposés dans la littérature [20-21, 51, 127, 137] pour des compositions voisines de notre composition, la totalité des phases ont été rapportées dans ces travaux.

Excepté, dans notre travail, nous avons remarqué l'augmentation des particules de la phase Mg_2Si , qui est due à l'élévation de la teneur en magnésium.



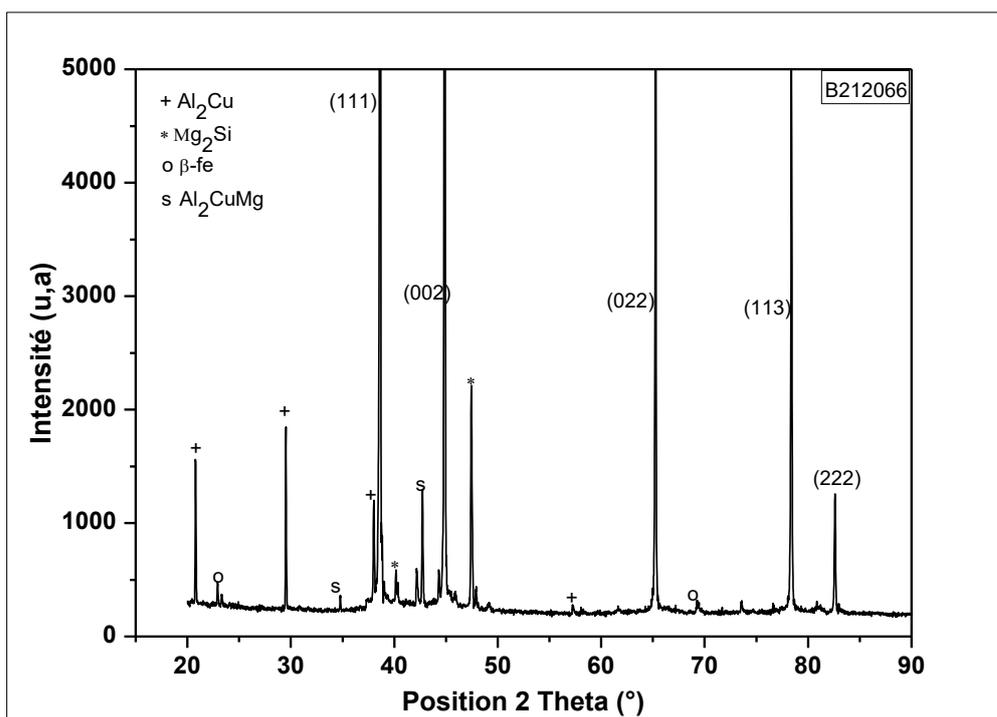
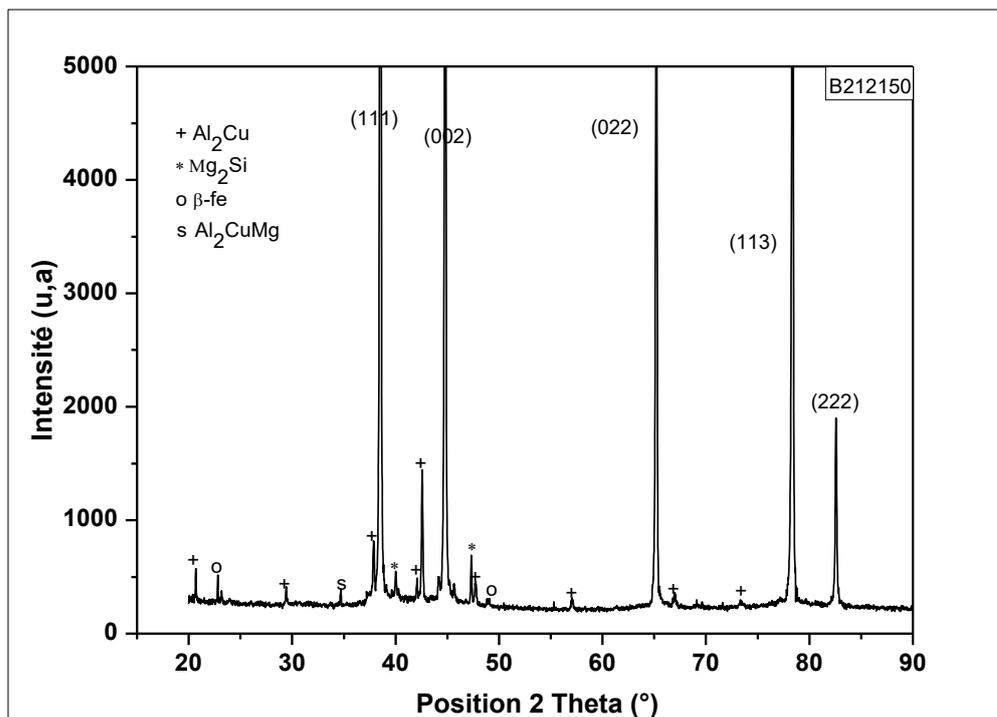
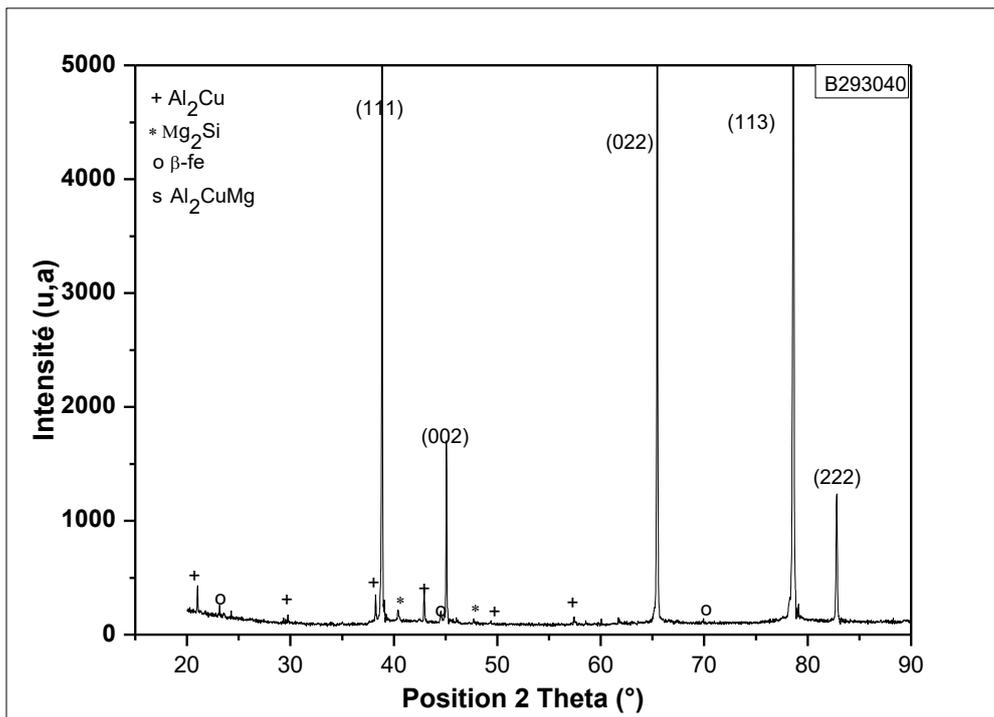
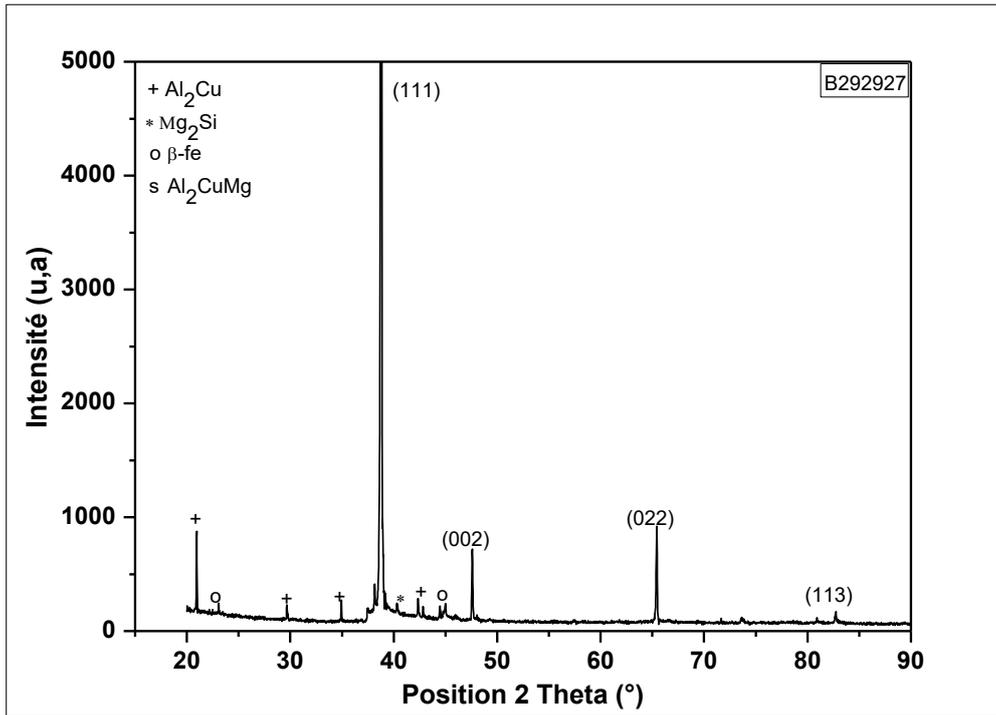


Figure IV.20 : Diffractogrammes de l'alliage de type B206 (0.2% Fe et Si) en fonction de la teneur en Mg. a)0.26 %. b) 0.41 %. c)0.50 %. d)0.66 %.



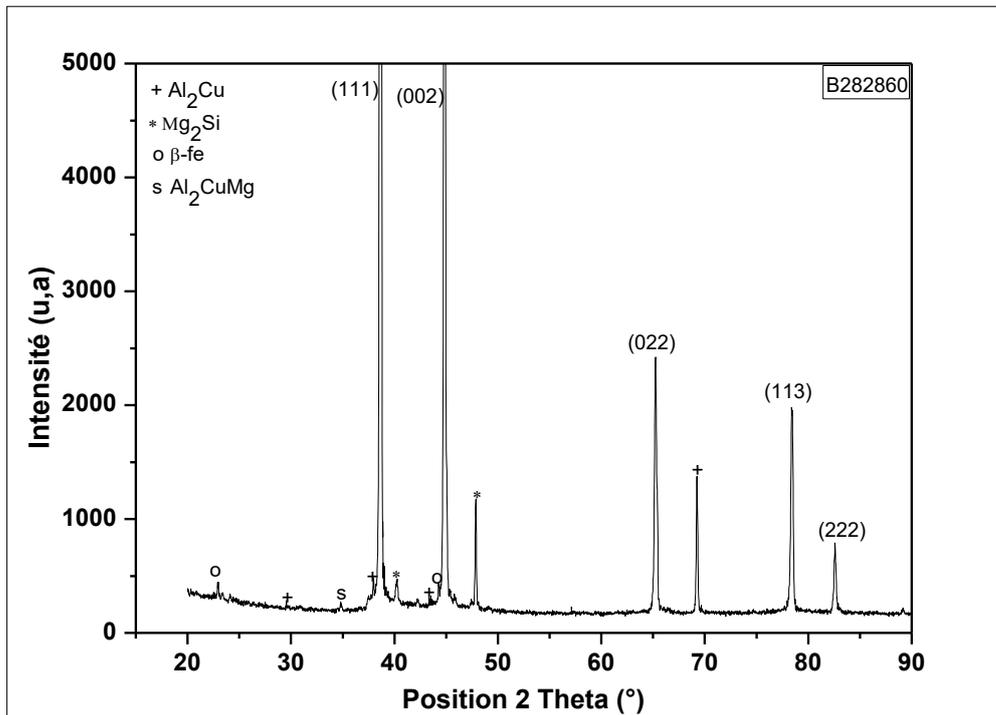
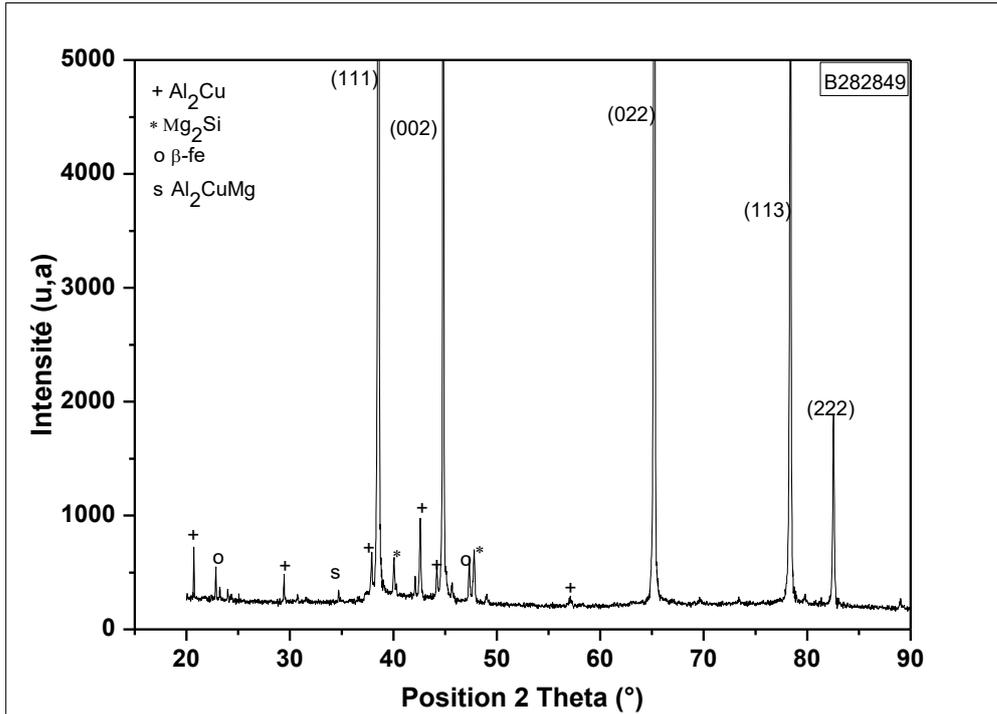


Figure IV.21 : Diffractogrammes de l'alliage de type B206 à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. (a) 0.27%. (b) 0.40%. (c) 0.49%. (d) 0.60%.

Les figures IV.22 et IV.23 montrent la comparaison des spectres DRX obtenus pour les deux concentrations en Fe et en Si (0.2% et 0.3%), respectivement, en fonction de la teneur en Mg. L'analyse de celles-ci montre qu'il y a un changement d'intensité d'une composition à l'autre, ce qui se traduit par la variation de la quantité d'éléments qui rentrent en solution solide dans la matrice d'aluminium et de la quantité des phases présentes dans la microstructure (changement de la texture).

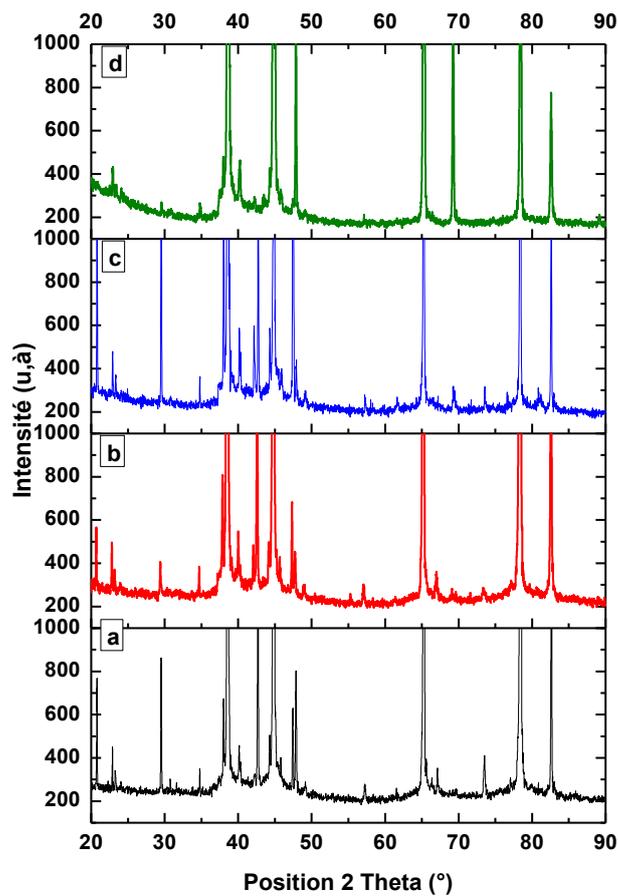


Figure IV.22 : Comparaison entre les diffractogrammes DRX des alliages à 0.2% en Fe et en Si en fonction de la concentration en Mg. (a) 0.26 %. (b) 0.41 %. (c) 0.50 %. (d) 0.66 %.

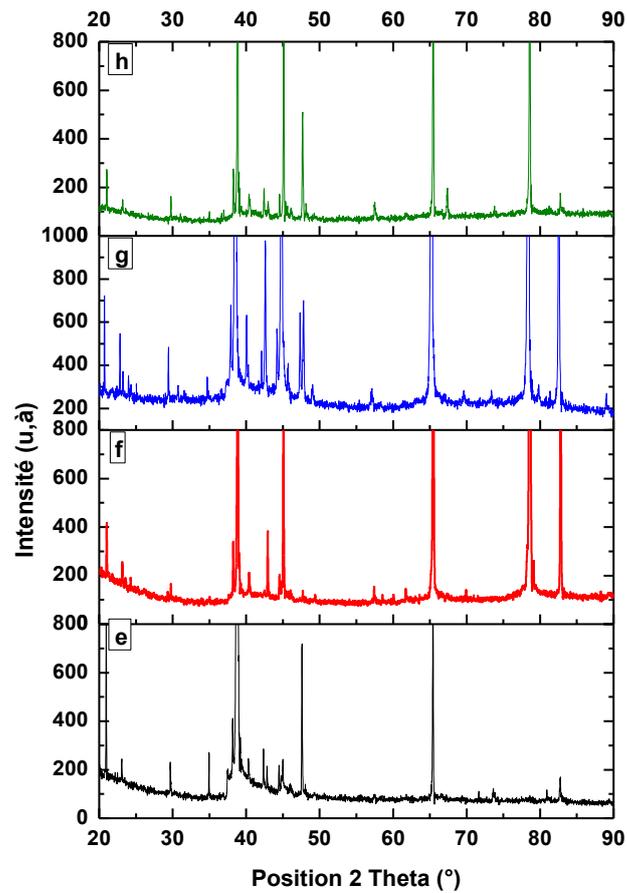
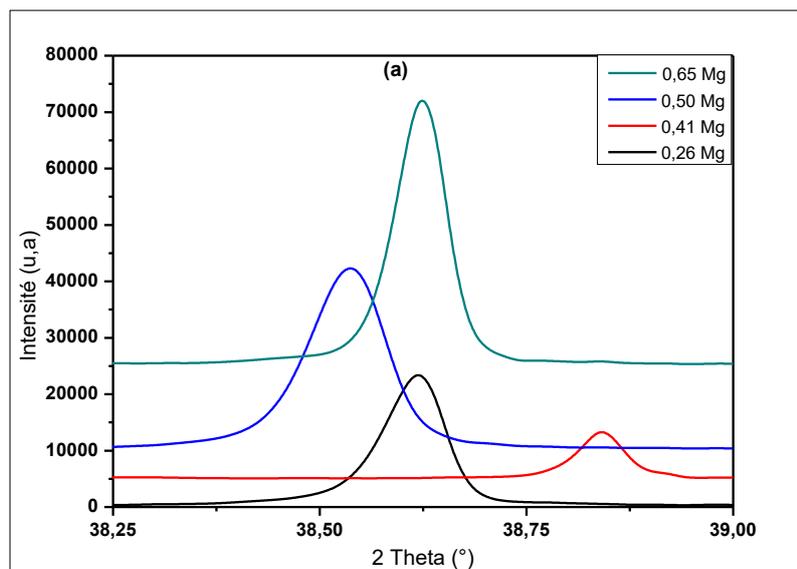


Figure IV.23 : Comparaison entre les spectres DRX des alliages à 0.3% en Fe et en Si en fonction de la concentration en Mg. e) 0.27 %. f) 0.40 %. g) 0.49 %. h) 0.60 %.



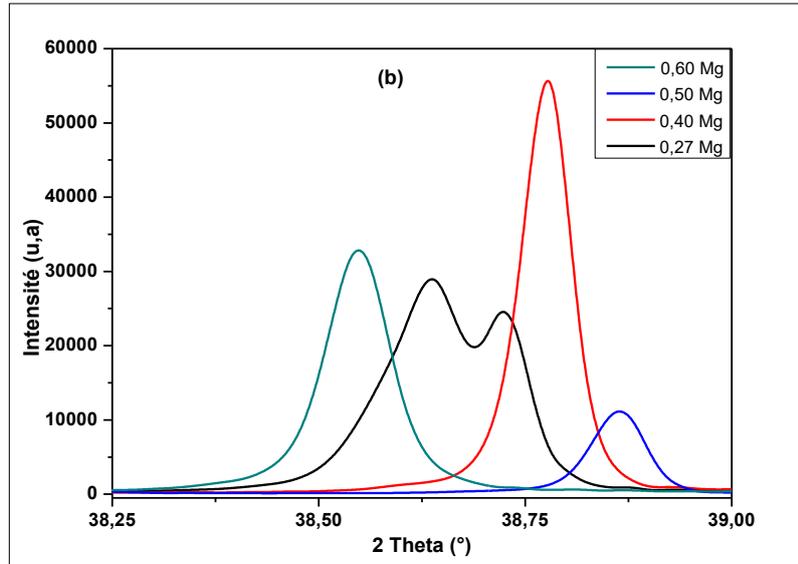


Figure IV.24 : Variation du pic a_{111} de la matrice en fonction de la concentration en Mg pour deux niveaux du Fe et du Si. (a)0.2%. (b) 0.3%.

En plus, l'observation de ces figures nous indique qu'en augmentant la concentration du Mg de 0.27% à 0.50%, la position du pic le plus intense (111) de la matrice se décale vers les grands angles, ce qui augmente le paramètre du réseau, puis vers les petits angles pour une concentration de 0.60% du Mg. Cette augmentation signifie que les atomes du Mg substituent les atomes de l'aluminium et forment une solution avec la matrice, mais dès qu'on dépasse 0.50% du Mg, le paramètre du réseau diminue (tableau IV.3), ce qui se traduit par l'augmentation de la fraction volumique du composé Mg_2Si . Cela est en accord avec les observations microstructurales, montrées dans les paragraphes précédents de ce chapitre.

Code de l'alliage	a_{111} (Å°)	a_{002} (Å°)	a_{022} (Å°)	a_{113} (Å°)	a_{222} (Å°)	a_{400} (Å°)
B201926	4.03519	4.03700	4.03889	4.03968	4.04214	4.04228
B212141	4.04325	4.04208	4.04265	4.04207	4.04422	4.04352
B212150	4.03478	4.03696	4.04013	4.04183	4.04228	4.04464
B212066	4.03408	4.03826	4.04268	4.04286	4.04352	-
B292927	4.01941	4.02666	4.03083	-	4.03784	-
B293040	4.01079	4.01900	4.02882	4.03228	4.03448	-
B282849	4.04240	4.04164	4.04206	4.04236	4.04512	4.04472
B282860	4.01304	4.01664	4.02902	4.03248	4.03718	4.04108

Tableau IV.3 : Paramètre du réseau de l'alliage B2020Mg.

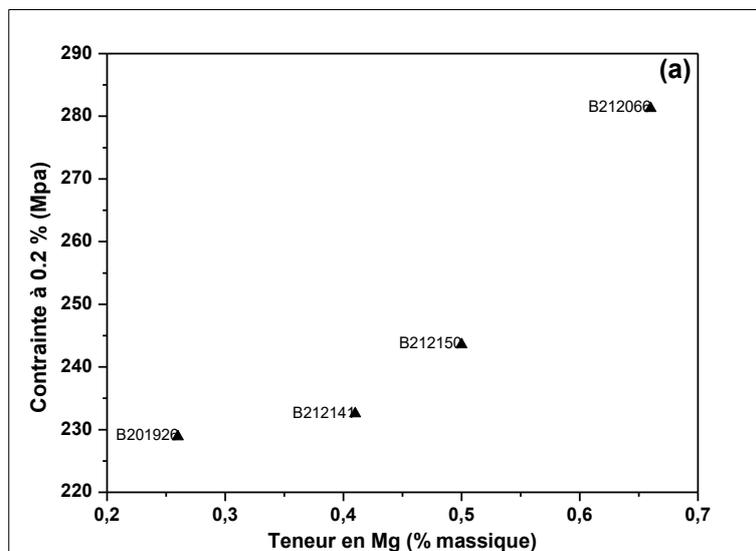
IV 4. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des alliages étudiés ont été évaluées par les essais de traction, la dureté Brinell, la microdureté Vicker et la résilience.

IV4.1- Essai de traction

Les propriétés de traction étudiées sont : la limite élastique à 0.2% (contrainte élastique), la résistance à la rupture (contrainte à la rupture) et l'allongement à la rupture (déformation).

A partir des tests de traction réalisés pour les alliages considérés, différentes caractéristiques mécaniques ont été déterminées (figure IV.25 et IV.26). En augmentant la teneur en Mg, on constate la croissance de la contrainte élastique pour les alliages de toutes les compositions, par contre, pour la contrainte et la déformation à la rupture, on a enregistré une diminution de ces deux paramètres en fonction de la teneur en Mg, excepté l'alliage qui contient 0.6% du Mg, on remarque que cette composition possède la plus grande contrainte à la rupture, mais, une déformation inférieure à celle de l'alliage qui contient 0.2% du Mg. Aussi, on a remarqué que pour les compositions à 0.3% du Fe et du Si, la contrainte à la rupture augmente en augmentant le niveau du Mg. La diminution de l'allongement à la rupture se traduit par une élévation de la dureté et une diminution de ductilité. Cette perte de ductilité revient à la précipitation de la phase Mg_2Si en grande quantité dans les alliages avec une grande teneur en Mg [134,136]. Comparés aux résultats de l'alliage B206 standard et ceux des auteurs [20-21,54] pour différentes compositions à l'état brut de coulée, on constate qu'il y a une nette amélioration de la limite d'élasticité.



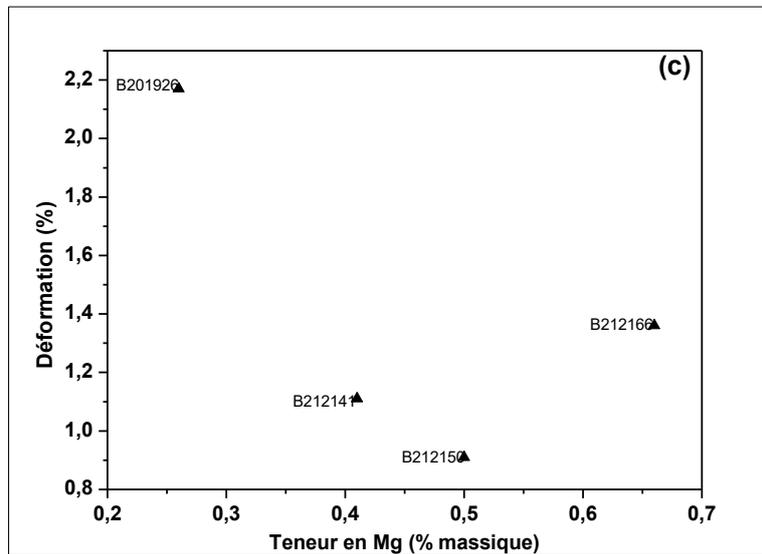
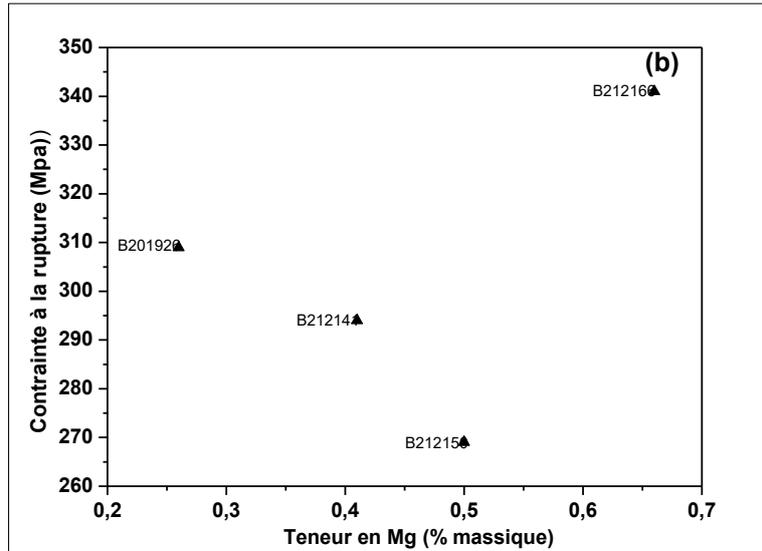


Figure IV.25 : Propriétés de traction des alliages de types B206 tel que coulés pour 0.2% du Fe et du Si, en fonction de la composition en Mg. (a) Contrainte à 0.2%. (b) Contrainte à la rupture. (c) Déformation à la rupture.

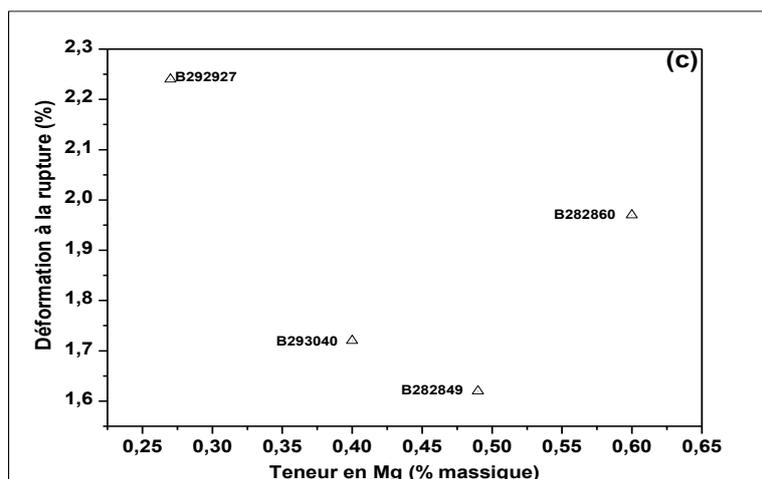
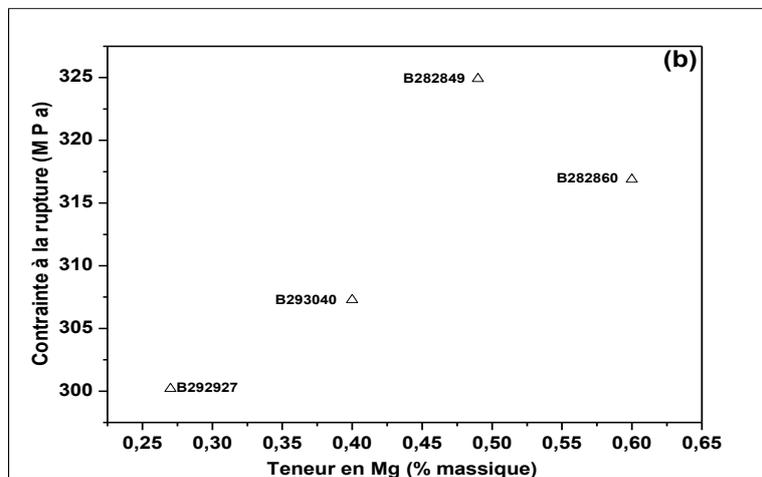
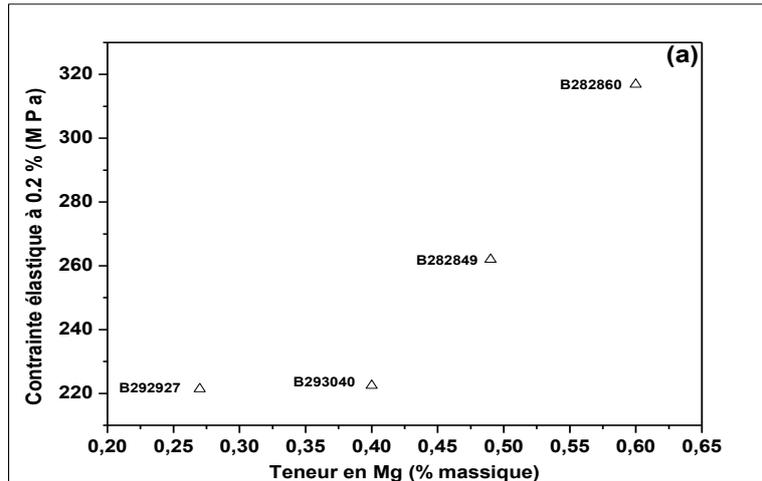


Figure IV.26 : Propriétés de traction des alliages de types B206 à 0.3% du Fe et du Si à l'état brut de coulée, en fonction de la teneur en Mg. (a) Contrainte à 0.2%. (b) Contrainte à la rupture. (c) Déformation à la rupture.

Indice de qualité

Code de l'alliage	Indice de qualité (MPa)	Code de l'alliage	Indice de qualité (MPa)
B201926	399.77	B292927	394.74
B212141	306.23	B293040	370.87
B212150	282.94	B282849	381.47
B212066	377.05	B282860	-

Tableau IV.4 : Indice de qualité en fonction de la teneur en Mg pour 0.2% du Fe.

Les valeurs de l'indice de qualité pour les alliages de type B206 en fonction de la teneur en Mg sont données sur le tableau IV.4, en analysant ces résultats, on constate que l'augmentation de titre en Mg conduit à la diminution de ce paramètre et cela a été enregistré pour les deux concentrations en Fe et en Si (0.2% et 0.3%). Ce résultat est attendu parce que l'addition du Mg conduit à l'augmentation de certaines propriétés mécaniques (résistance à la traction), mais, en dépit de l'allongement à la rupture [135, 137].

IV 4.2. Dureté et microdureté

Le tableau IV.4 présente les valeurs de la dureté Brinell et Rockwell de l'alliage B206 en fonction de la teneur en magnésium. L'analyse des résultats obtenus qui sont tracés sur la figure IV. 27, montre qu'il n'y pas de changement dans la dureté des cinq compositions à l'état brut de coulée. Par contre, lorsque on a calculé les valeurs de la microdureté de ces alliages, pour trois régions différentes, comme montrée sur les figures IV.28 et IV.29, on a remarqué que la microdureté est constante dans la région de la matrice dépourvue en phase (3), et augmente un peu dans les régions qui sont riches en phases (1 et 2). Cette légère augmentation est due à la présence des phases dans la microstructure des échantillons analysés. Ces résultats ont été observés pour les deux niveaux du Fe et du Si.

Echantillon	Dureté Brinell HB 500/10/30	Rockwell HRE Moyenne de 5 essais
B212066	92.6	89.7
B292927	92.6	88.0
B293040	92.6	88.7
B282849	92.6	87.5
B282860	92.6	88.4

Tableau IV.5 Valeurs de dureté de cinq compositions d'alliages à l'état brut.

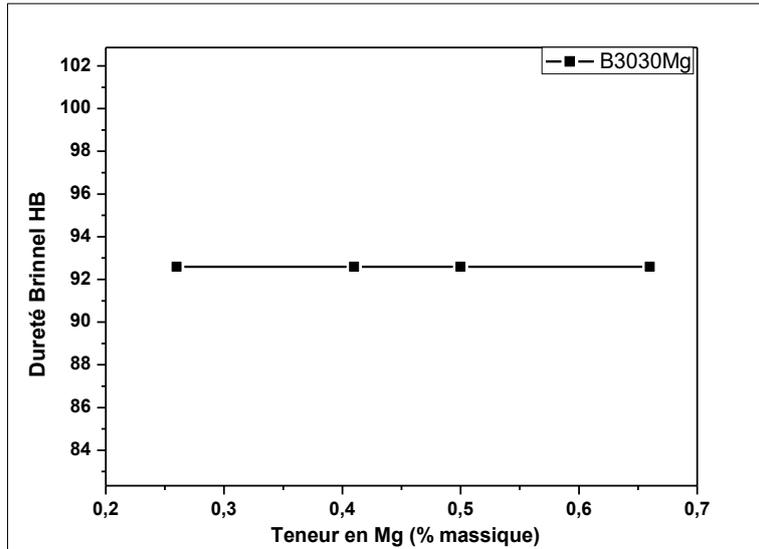


Figure IV. 27 : Dureté Brinell de l'alliage B206 à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg.

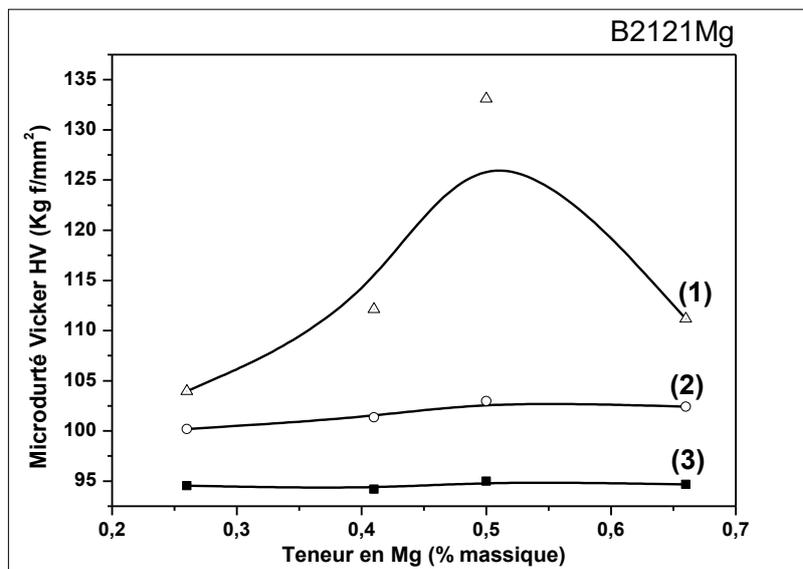


Figure IV.28 : Microdureté Vickers (HV) de l'alliage de type B206 à 0.2% du Fe et Si en fonction de la teneur en Mg.

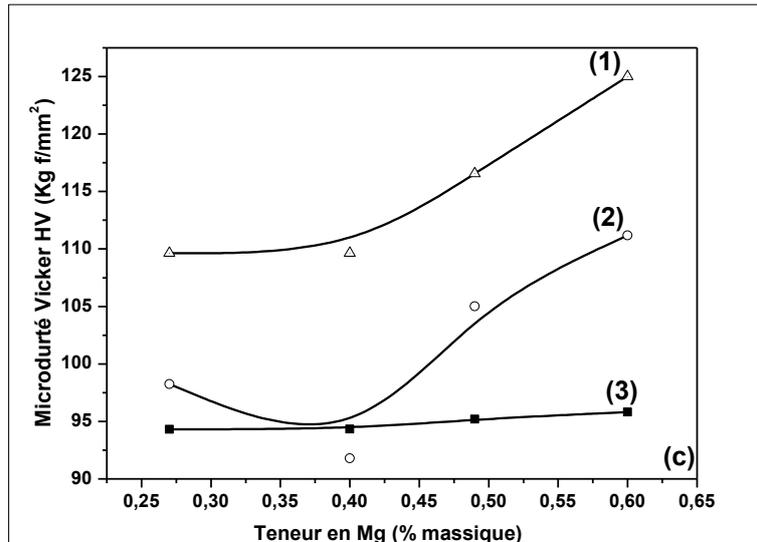


Figure IV.29 : Microdureté Vickers (HV) de l'alliage de type B206 à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg.

IV 4.3 Essai de résilience

La propriété de résilience de l'alliage B206 étudié dans le cadre de ce travail et pour les deux niveaux du Fer et du Silicium est montrée sur les figures IV.30 et IV.31.

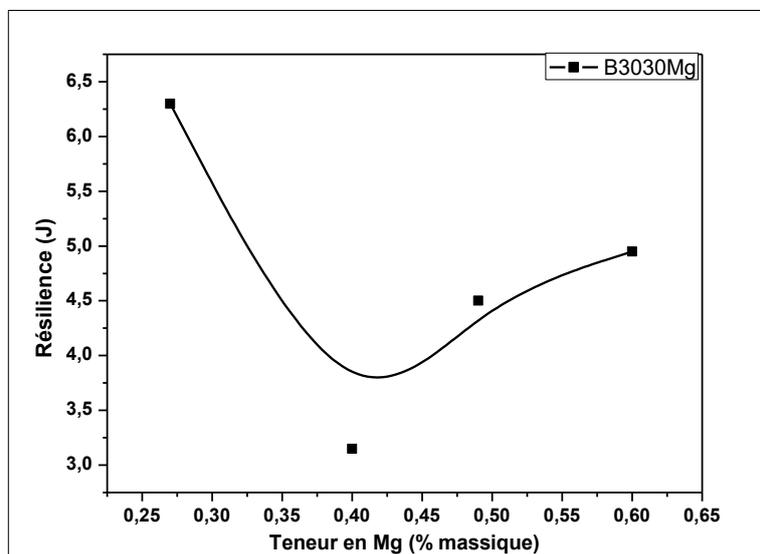


Figure IV.30: Résilience de l'alliage de type B206 en fonction de la teneur en magnésium pour 0.3% du Fe et du Si.

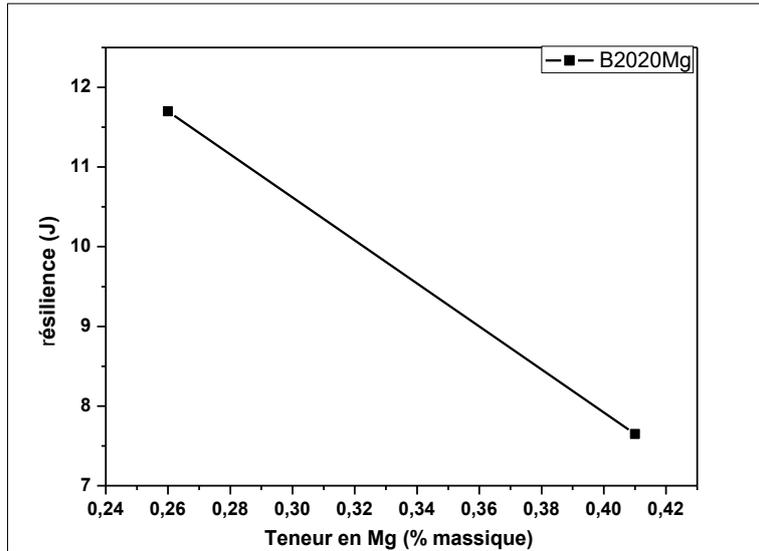


Figure IV.31 : Résilience de l'alliage de type B206 à 0.2% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg.

L'analyse des résultats obtenus montre que la résistance au choc diminue en augmentant la teneur du magnésium d'une manière globale. Cette diminution est due à la précipitation de la phase Mg_2Si en grande quantité avec l'augmentation du niveau du magnésium, ce qui diminue la ténacité. Excepté pour la composition à haute teneur en Fer, on a constaté que cette propriété diminue, puis, augmente pour 0.5% et 0.6% du magnésium. Les résultats de la résilience sont en accords avec ceux de l'essai de traction.

CHAPITRE V

**VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE DE
TYPE B206 AVEC ADDITION DU
MAGNESIUM**

Chapitre V

VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE DE TYPE B206 AVEC ADDITION DU MAGNESIUM

Ce chapitre est dédié à l'étude de l'effet du vieillissement naturel sur le comportement mécanique et microstructural de l'alliage de type B206 en fonction de la teneur en magnésium. Pour cela, des tests mécaniques (traction, dureté et résilience) ont été effectués sur ces alliages après une mise en solution, trempe dans l'eau chaude à 66 C° suivis d'un vieillissement naturel de 21 jours à la température ambiante. L'évolution de la microstructure a été suivie par la microscopie optique, le MEB et la DRX.

V.1. Microstructure

V.1.1. Microscopie optique

Les échantillons qui ont subi un traitement du vieillissement naturel pendant 21 jours montrent des microstructures différentes de celles à l'état brut exposé dans le chapitre précédent. En effet, l'observation de leur microstructure, à l'aide d'un microscope optique à différents grossissements, indique que la plupart des phases qui se logent aux joints de grains sont dissoutes, puis renaissent d'une façon homogène dans la matrice. Particulièrement, les phases qui contiennent le cuivre et le magnésium. Il est bien connu que ces deux éléments participent au durcissement de l'alliage pendant la mise en solution. En revanche, les composés riches en Fe sont stables dans la microstructure, comme la phase β -Fe et α -Fe. Sur les figures ci-dessus a été représentée la microstructure pour les différentes compositions considérées.

L'observation de la microstructure avec un microscope optique pour un grossissement de 500, montre la présence des phases riches en Fer qui ne sont pas dissoutes lors de la mise en solution. A titre d'exemple, la phase β -Fe est présente dans toutes les compositions. Par contre, on a enregistré peu de phases α -Fe qui est indiqué sur la figure c. aussi on a constaté la présence des phases riches en magnésium sous forme de point noir dans la composition à haute teneur en Mg (0.60Mg et 0.66Mg) sur les figures V.1 d et V. 2.

Des études antérieures ont signalé la transformation des particules de la phase β -Fe en phase α -Fe qui est moins dommageable [20-21, 54, 105]. La présence de la phase, sous forme

d'aiguille (β -Fe) dans la microstructure, influence négativement les propriétés de traction. En effet, à cause de la forme que possèdent ces particules, ça conduit à des ruptures brutales et altère l'allongement à la rupture des alliages de fonderie [138].

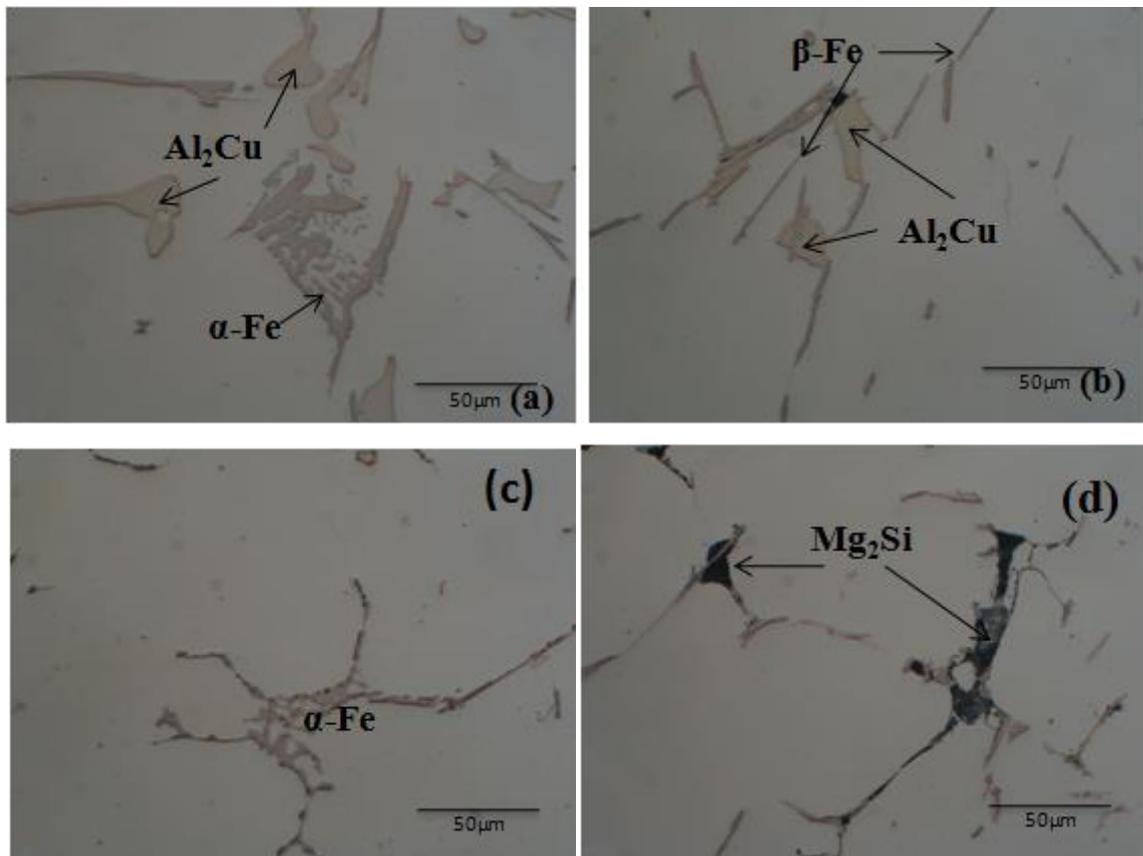


Figure V.1 : Micrographie optique des alliages de type B206 ($\times 500$) à l'état vieilli. a)0.27% Mg. b)0.4 Mg. c)0.5Mg. d)0.6Mg.

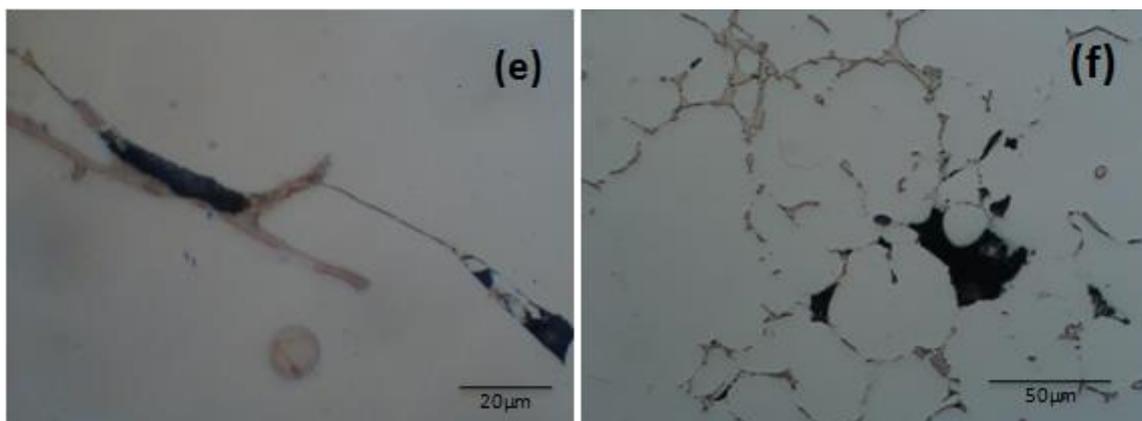


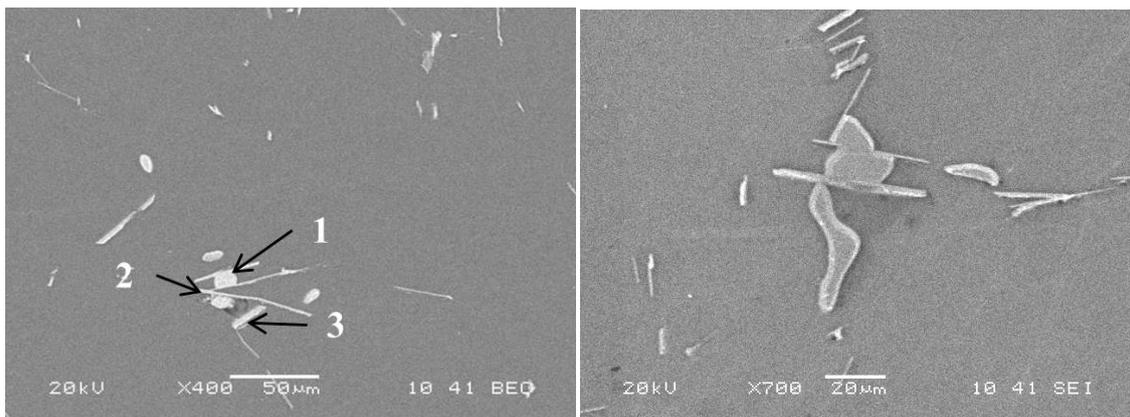
Figure V. 2 Microstructure de l'alliage B206 ($\times 500$) à 0.66% du Mg (B212066).

V.1.2. Microscopie électronique à balayage et micro-analyse EDS

Les figures ci-dessous présentent les microstructures des alliages à différentes teneurs en Mg, à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), qui est équipé d'un système d'analyse d'images (EDS). Cette technique est utilisée pour déterminer la composition des différentes phases observées après le traitement du vieillissement naturel.

L'analyse de la microstructure obtenue montre la dissolution des dendrites (disparition des joints des grains) et la plupart des phases, à l'état vieilli se répartissent d'une façon homogène dans la matrice d'aluminium, ce qui conduit à l'obtention d'une microstructure homogène après le traitement de mise en solution, suivie d'une trempe et d'un vieillissement. Dans certains cas, la phase Al_2Cu sous forme de bloc reste constante dans la microstructure des alliages qui ont subi une mise en solution. En effet, récemment, des études ont rapporté la présence de celle-ci dans la microstructure d'un alliage de type B206 subit un traitement de mise en solution au-delà de $530^{\circ}C$ [135]. La présence des phases à base du Fer dans les échantillons analysés a été détectée. Il a été signalé que ces composés riches en fer sont considérés comme stables dans les alliages d'aluminium et sont difficiles à se dissoudre dans la matrice pendant le traitement de mise en solution. Néanmoins, des transformations à l'état solide entre ces composés peuvent se produire [105,139].

Pour plus d'informations sur la nature des phases observées à l'état vieilli, le MEB utilisé est équipé d'une analyse EDS pour accéder à la composition chimique des phases, ses spectres EDS sont présentés dans les figures ci-dessus.



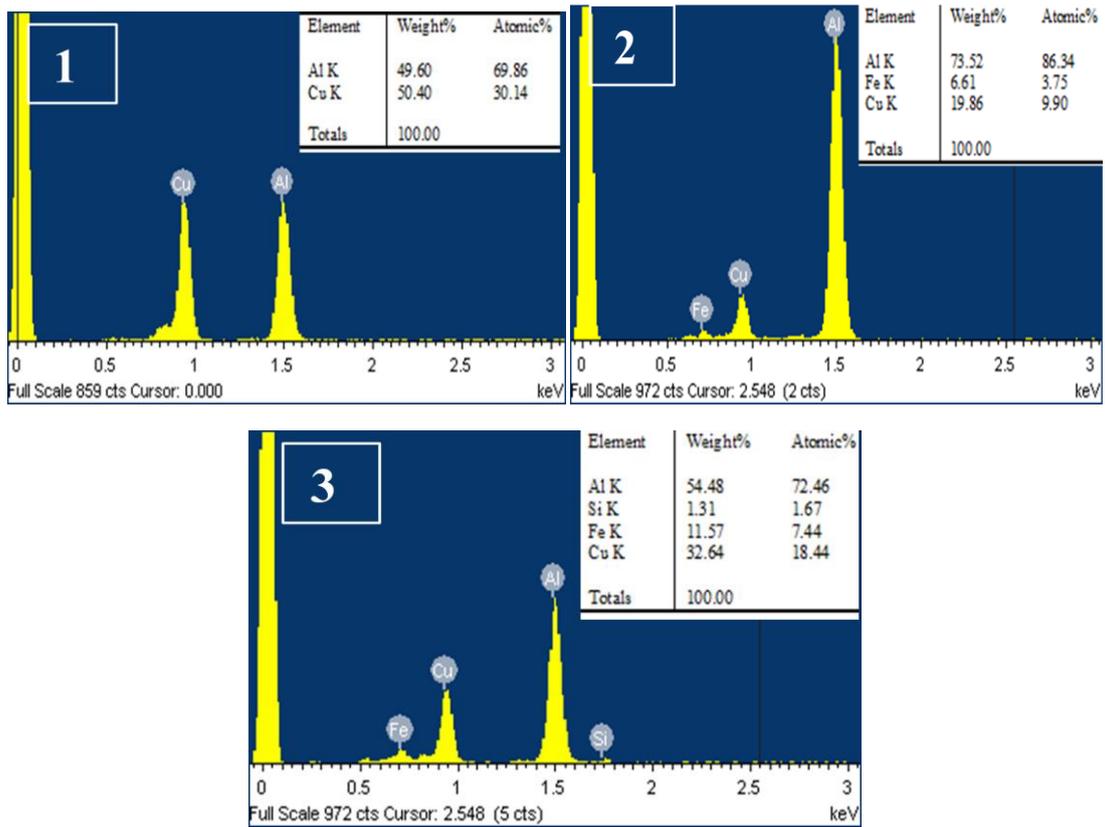
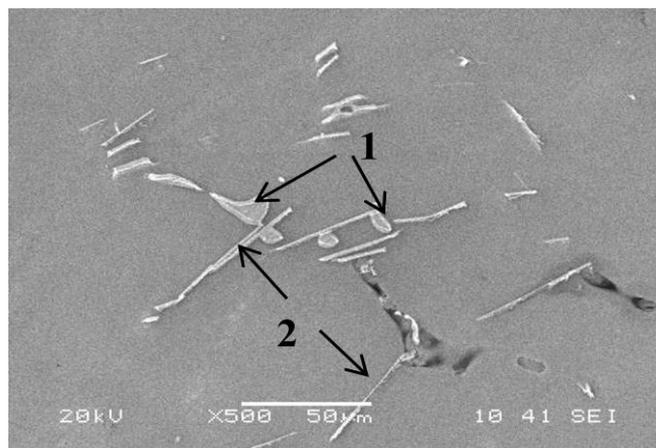


Figure V.3 : Analyse EDX confirmant la présence des phases dans la microstructure de la composition à 0.2% du Fe et du Si pour 0.66% du Mg. (a) et (b) - Al_2Cu . (c) et (d)- $\beta\text{-Fe}$.

Les spectres EDS relativement à la microstructure de la composition à 0,3% du Fe et du Si avec une faible teneur en Mg (B303026) et à l'état vieilli, révèlent la présence de la phase Al_2Cu (appelé θ), tandis que les autres phases consistent à un mélange de Al, Fe, Si et Cu, qui sont probablement les intermétalliques à base du Fer, comme $\beta\text{-Fe}$ et $\alpha\text{-Fe}$ [20,61, 66].



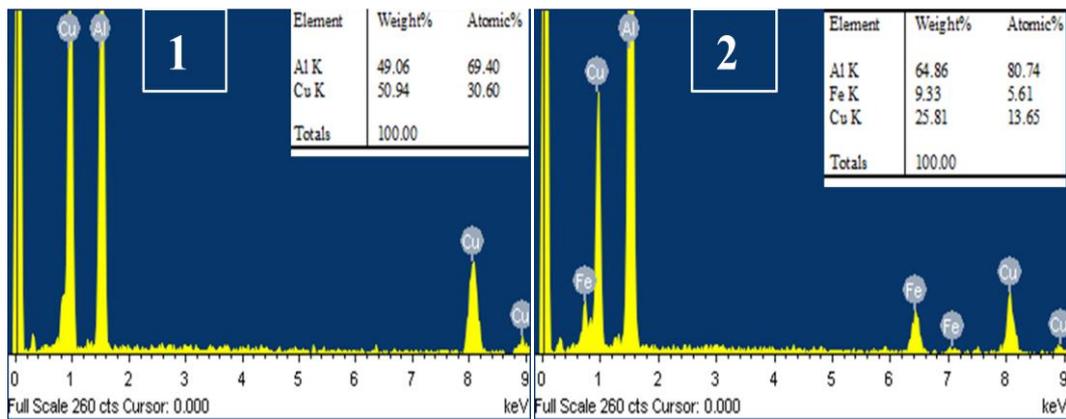


Figure V.4 : Micrographie MEB et analyse EDS de la composition B282827.

La figure V.4 présente la micrographie MEB et les spectres EDS de la composition à 0,3% du Fe et du Si, pour une teneur de 0,27% en Mg. Sur cette microstructure, on remarque la présence de deux types de composés intermétalliques, à savoir, la phase qui a une morphologie sous forme d'aiguille et la phase θ . Les spectres EDS qui sont représentés sur la même figure confirment que ces deux composés sont la phase β et la phase θ , respectivement. Comme on a aussi observé la présence de quelques pores qui ont été probablement présents suite à un arrachement de la matière lors de polissage de l'échantillon.

Sur la figure V.5 a été représentée la micrographie MEB ainsi que le spectre EDS et la répartition des éléments de la phase riche en fer (α -Fe) dans la microstructure des échantillons analysés. En effet, comme le montre la figure, la morphologie de ce composé est sous forme de script chinois et son spectre EDS révèle qu'elle contient le fer, l'aluminium, le cuivre et le manganèse.

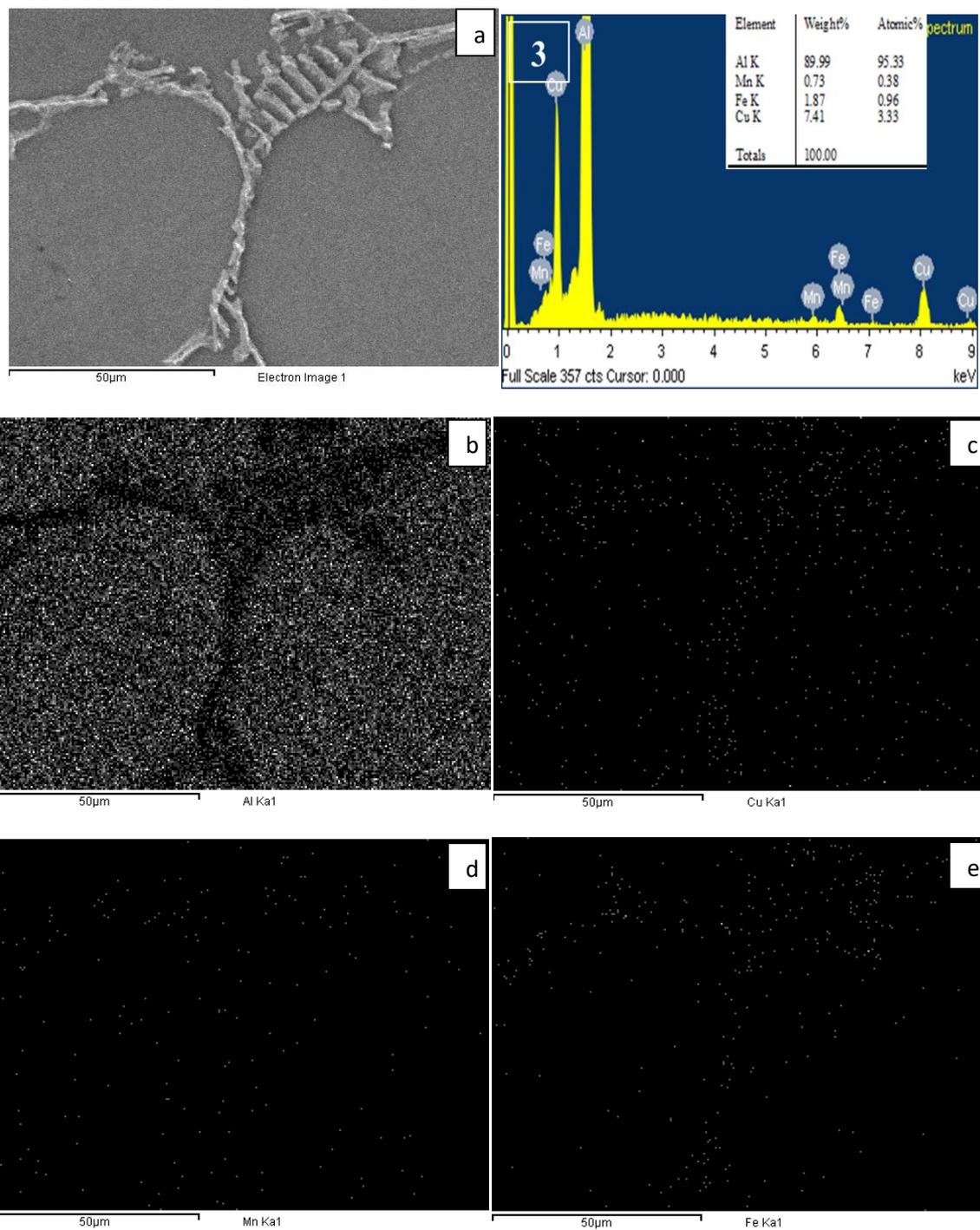


Figure V.5 : Répartition des éléments dans la phase α -Fer. a) la morphologie ; b) Al ; c) Cu ; d) Mn; e) Fe. (B292927)

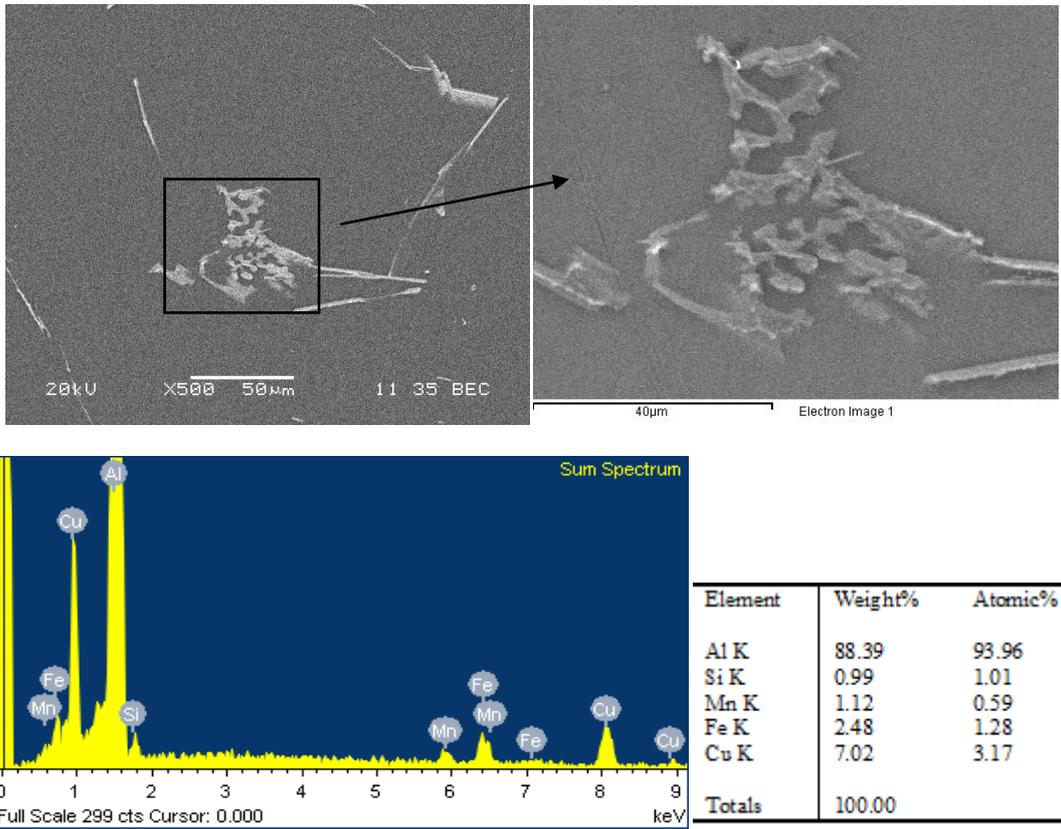
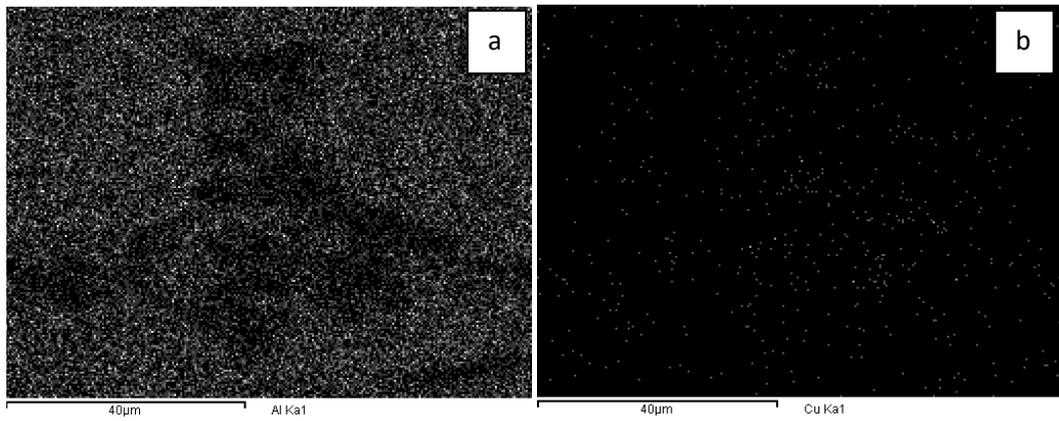


Figure V.6 : Microstructure et spectre EDS de la phase α -fer (B293040).



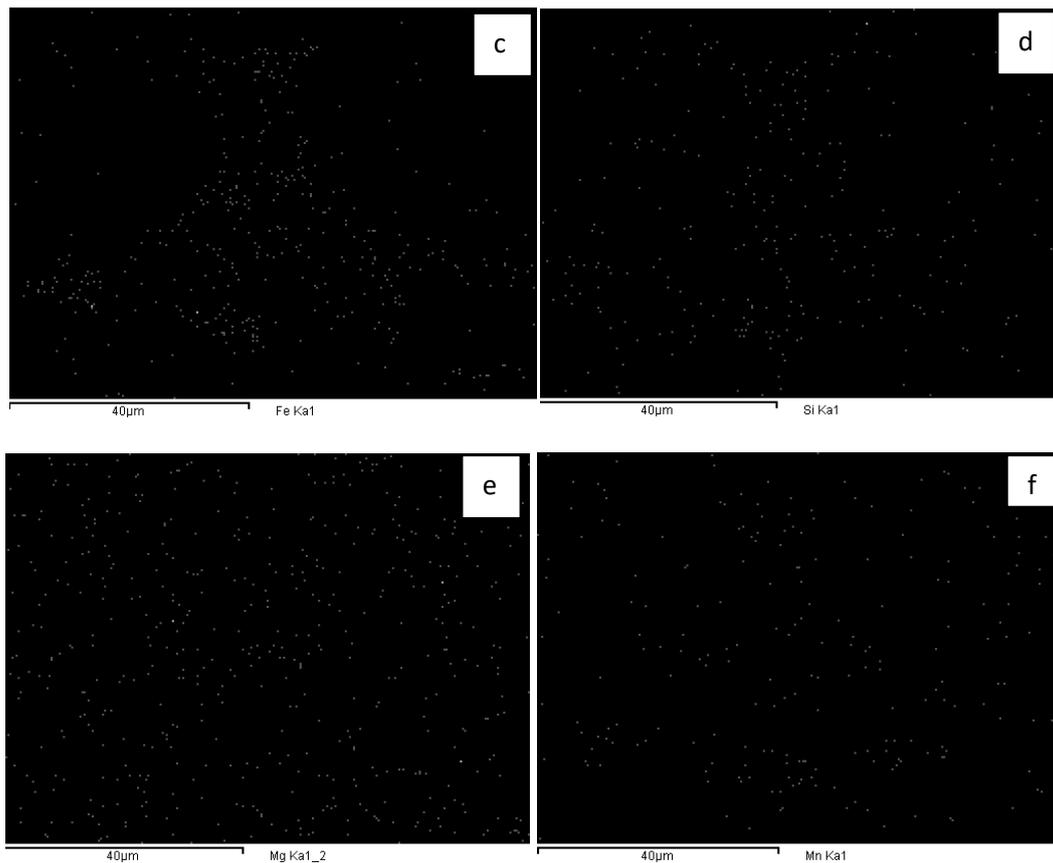


Figure V.7 : Répartition des éléments dans la phase α -fer. (a) Al ; (b) Cu ; (c) Mn; (d) Fe; (e) Mg; (f) Mn. (B293040)

La figure V.6 représente la phase riche en fer (α -fe) et son spectre EDS pour la composition B293040, par contre, la distribution des éléments le long de cette phase a été représentée sur la figure V.7. L'analyse de celle-ci, révèle que la répartition du silicium et du fer se concentre sur la phase observée. Cependant, le magnésium et le cuivre sont distribués d'une manière uniforme dans la matrice. En effet, il est bien connu que ces deux éléments possèdent un rayon atomique voisin que celui de l'aluminium, ce qui facilite leurs substitution dans la matrice après le traitement de la mise en solution suivi d'une trempe à l'eau chaude et d'un vieillissement à la température ambiante.

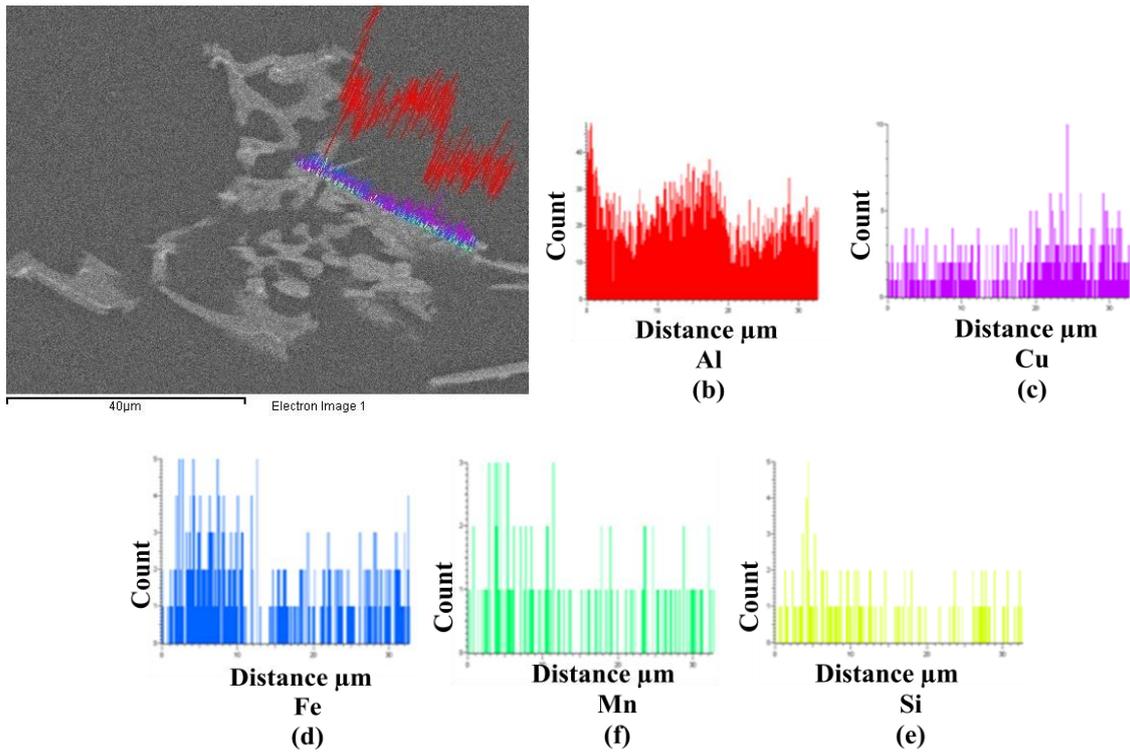


Figure V.8 : Distribution des éléments le long d'une ligne repérée sur la phase α -Fe.

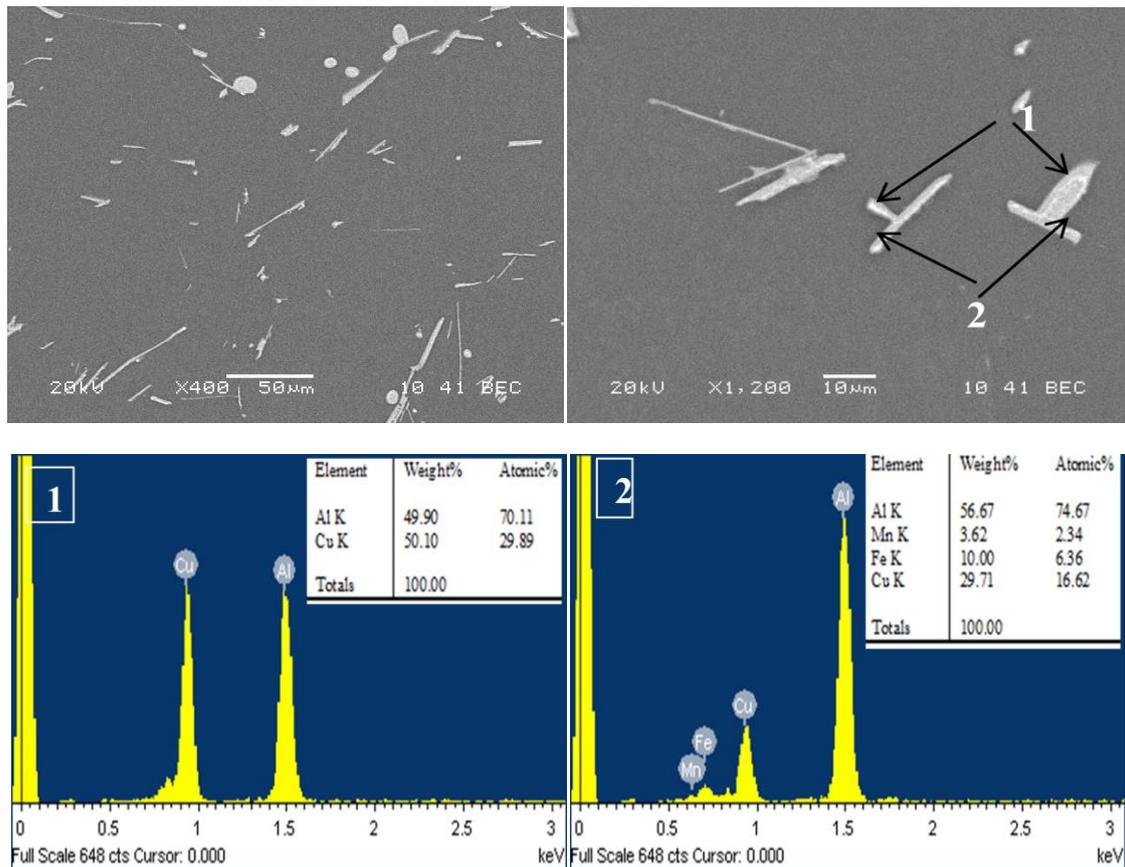
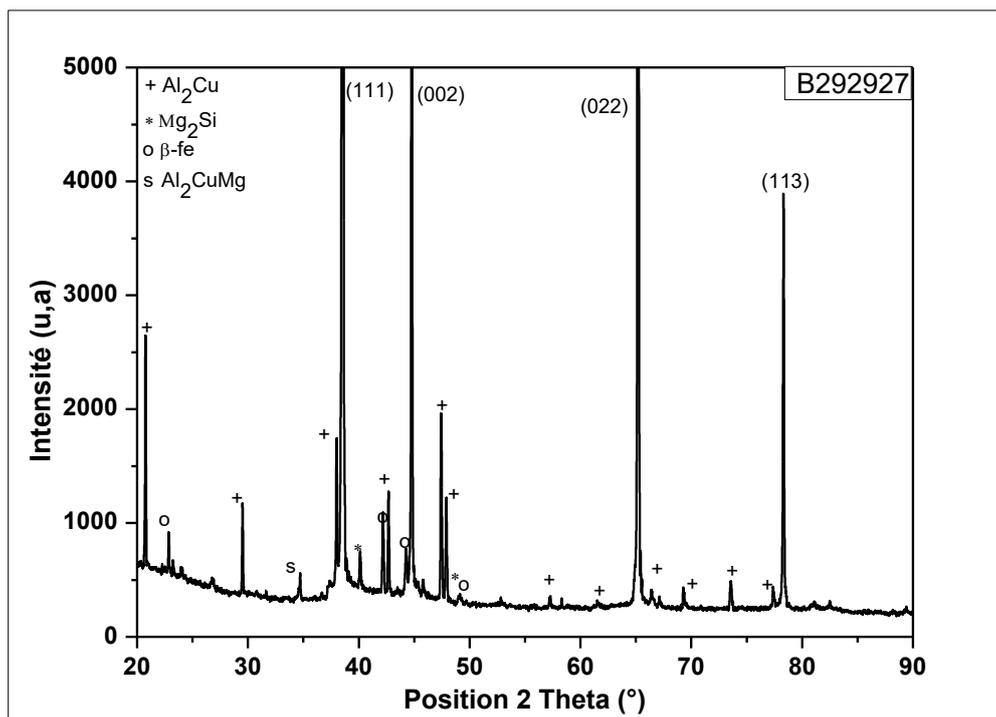


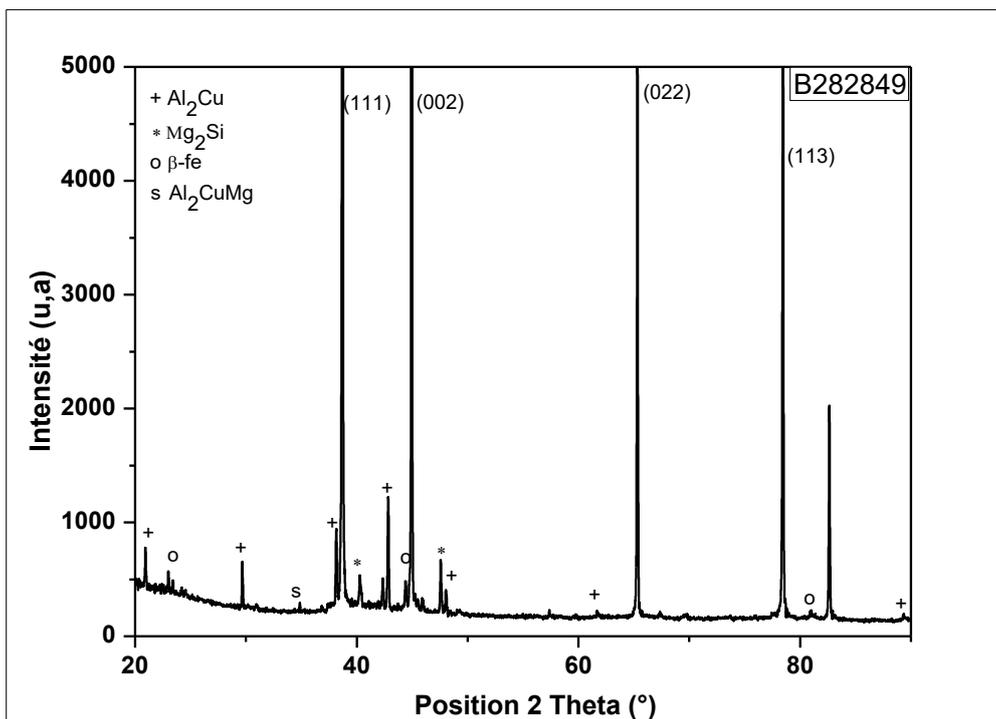
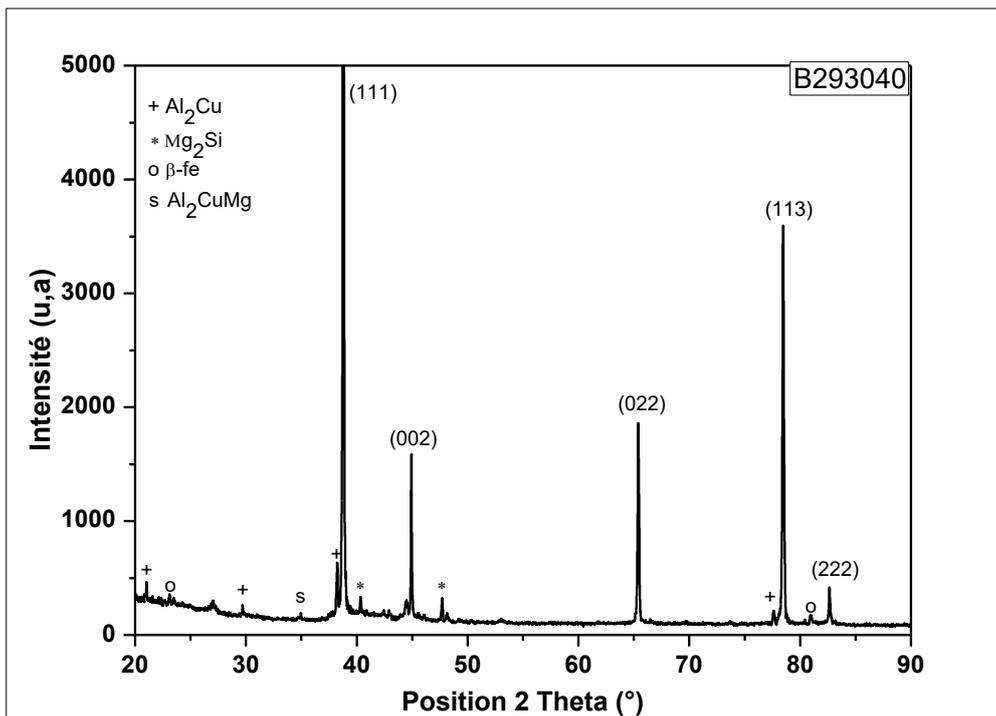
Figure V.9 : Microstructure et spectre EDS des phases observées dans la composition B282860.

Après le traitement de mise en solution, suivi d'une trempe à l'eau chaude (66C°) et d'un vieillissement naturel pendant 21 jours, on a constaté la dissolution de la plupart des composés qui participent au durcissement de l'alliage, contenant les éléments Cu et Mg, puis renaissent d'une manière homogène dans la matrice d'aluminium. Aussi, nous avons enregistré la présence des intermétalliques riches en Fer dans la microstructure des échantillons analysés. Pour plus de détails et pour confirmer la présence de ces composés, ces mêmes échantillons ont été analysés à l'aide de la DRX, les résultats obtenus sont exposés dans le paragraphe ci- après.

V.3. Analyse structurale par DRX

Sur les figures VI.10 (a, b, c, d) a été montré les spectres DRX des alliages de type B206 en fonction de la teneur en Magnésium à l'état vieilli, pour une concentration de 0.3% en Fe et en Si.





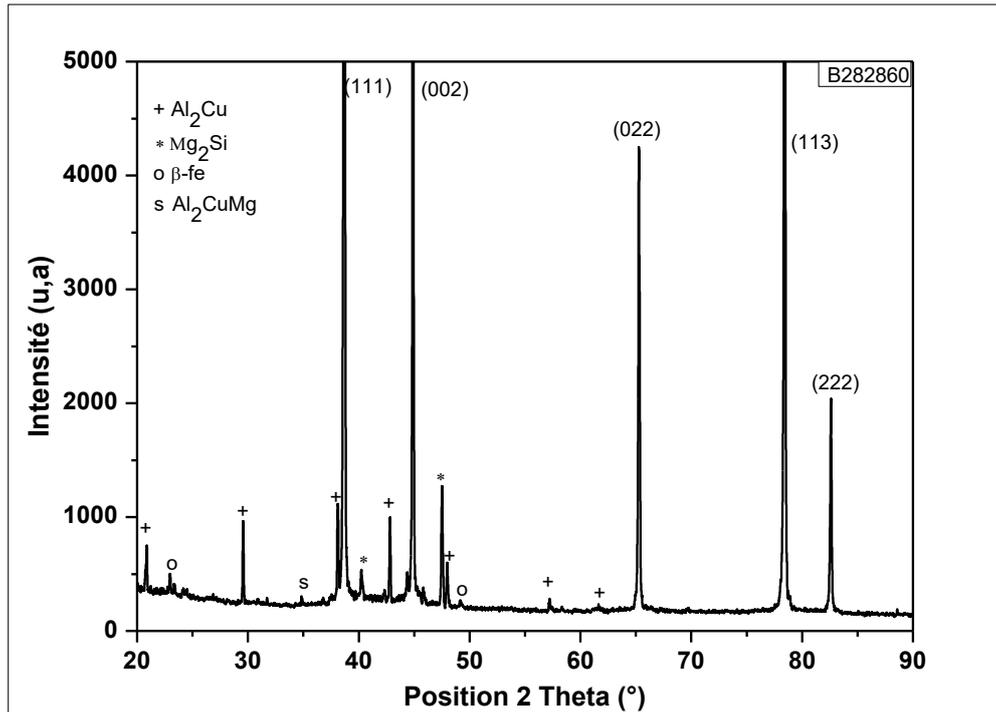


Figure V. 10 : Diffractogrammes des alliages de type B206 (0.3% Fe et Si) en fonction de la teneur en Mg. a)0.26% Mg. b)0.41% Mg. c)0.50% Mg. d)0.66% Mg.

La comparaison des diagrammes DRX pour les quatre compositions à haute teneur en Fe et Si (0.3%) qui est montré sur la figure V.11, montre qu'elles présentent presque les mêmes spectres. Ce qui s'explique par la présence des phases similaires dans la microstructure. A part pour la composition B293040, on a remarqué la présence de peu de phases par rapport aux autres compositions.

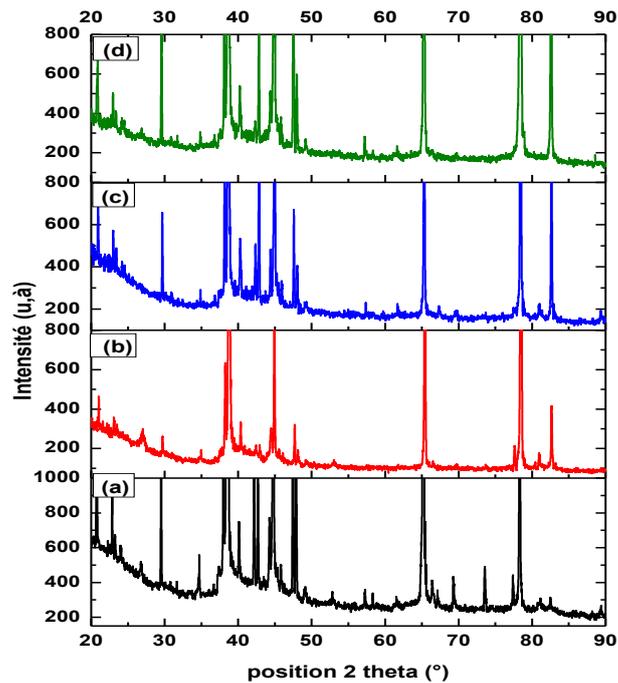
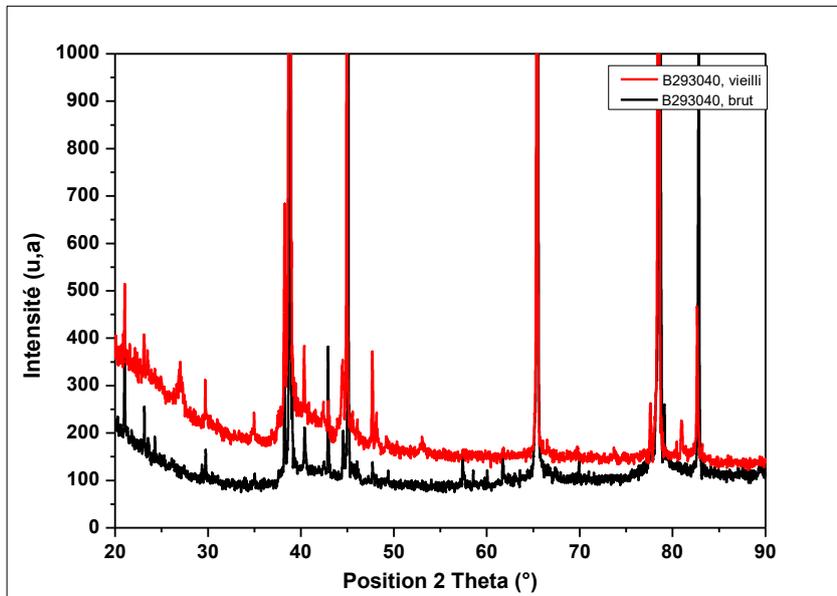
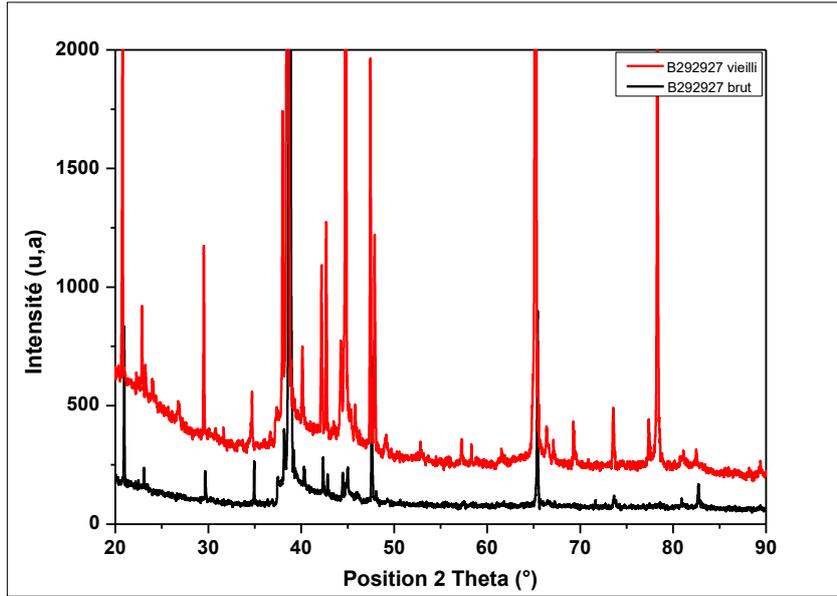


Figure V.11 : Comparaison entre les diffractogrammes des alliages à 0.3% en Fe et en Si en fonction de la teneur en Mg à l'état vieilli. a)0.26% Mg. b)0.41% Mg. c)0.50% Mg. d)0.66% Mg.

Pour mettre en évidence le changement microstructural entre l'état brut de coulée et l'état vieilli, nous avons tracé les spectres DRX pour les mêmes compositions en fonction de la composition en Mg (pour 0.3% du Fe et du Si). Ces spectres sont présentés sur la figure V.12 (a - d). À partir de ces spectres, on peut constater la présence des pics plus intenses et d'autres d'une faible intensité. En outre, les premiers pics correspondent à la matrice d'aluminium. Ils sont plus intenses à l'état vieilli par rapport à l'état brut de coulée, ce qui se traduit par le changement de la microstructure. Aussi, cela signifie qu'il ya plus d'atomes d'éléments d'addition en solution solide après le traitement de mise en solution qui forment des solutions solides avec l'aluminium, puis se répartissent d'une façon homogène pendant le vieillissement naturel pour affiner la microstructure et augmenter les propriétés mécaniques. Les pics observés d'une faible intensité sont dus aux différentes phases qui se précipitent.



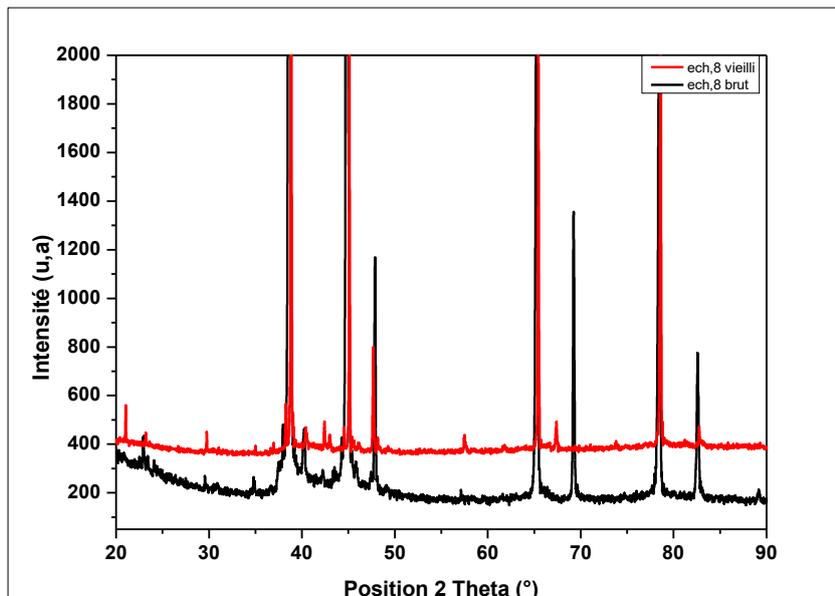
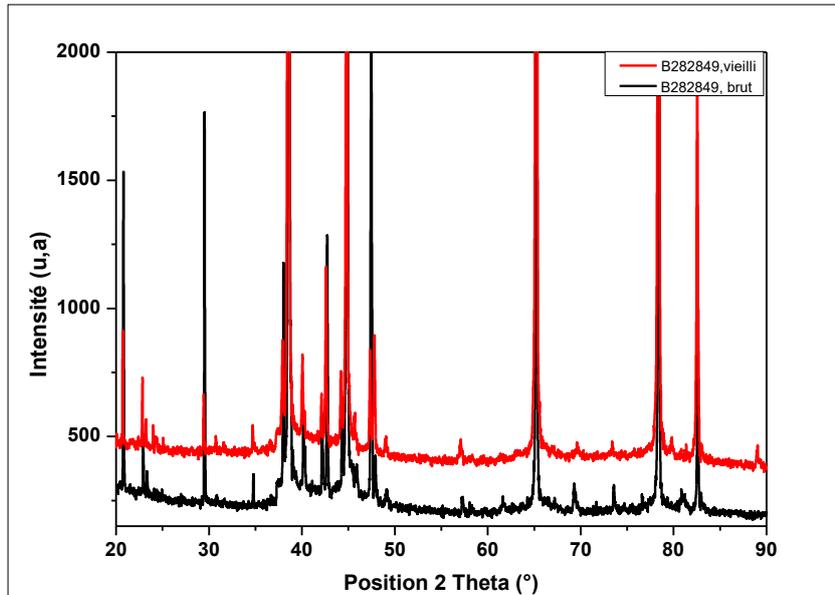


Figure V.12 : Comparaison entre l'état brut et l'état vieilli de l'alliage de type B206 pour la composition à 0.3% du Fe et du Si en fonction de la teneur en Mg. a) B292927. b) B293040. c) B282849. d) B282860.

Par rapport à l'état brut de coulée, on a constaté une augmentation du paramètre du réseau à l'état vieilli. Les résultats sont tels que représentés sur le tableau V.1. Cette augmentation est due probablement à la dissolution des particules de la phase Mg_2Si qui sont formées lors de la solidification aux joints de grains. Puis, après vieillissement naturel ces particules se sont formées d'une façon homogène dans la matrice d'aluminium comme montré dans les

paragraphes précédents par l'observation de la microstructure et la répartition des éléments dans la matrice.

Etat brut de coulée						
	a ₁₁₁ (A°)	a ₀₀₂ (A°)	a ₀₂₂ (A°)	a ₁₁₃ (A°)	a ₂₂₂ (A°)	a ₄₀₀ (A°)
B292927	4.01941	4.02666	4.03083	-	4.03784	-
B293040	4.01079	4.01900	4.02882	4.03228	4.03448	-
B282849	4.04240	4.04164	4.04206	4.04236	4.04512	4.04472
B282860	4.01304	4.01664	4.02902	4.03248	4.03718	4.04108
Etat vieilli						
	a ₁₁₁ (A°)	a ₀₀₂ (A°)	a ₀₂₂ (A°)	a ₁₁₃ (A°)	a ₂₂₂ (A°)	a ₄₀₀ (A°)
B292927	4.04357	4.0441	4.04324	4.04492	4.04730	
B293040	4.01782	4.03176	4.03385	4.03858	4.04113	
B282849	4.02644	4.02974	4.03702	4.03948	4.04144	
B282860	4.02494	4.0339	4.04010	4.04004	4.04286	

Tableau V.1 : Comparaison du paramètre du réseau cristallin de l'alliage B206 en fonction du magnésium (0.3% du Fe et du Si) entre l'état brut et l'état vieilli.

V 4. Propriétés mécaniques

V 4.1- Essai de traction

Les figures V.13 présentent les résultats des tests de traction (contrainte élastique, contrainte à la rupture et allongement à la rupture) à l'état vieilli en fonction de la teneur en Mg et pour deux teneurs en Fe et Si. Les figures (a), (b) et (c) correspondent à la composition de 0.2% du Fe et du Si et (e), (f) et (g) à la composition de 0.3% en Fe et Si.

Les résultats obtenus, relativement, à l'essai de traction, montre que ces propriétés diminuent en fonction de la teneur en magnésium à l'état vieilli, mais sont meilleurs que ceux obtenus à l'état brut de coulée. Particulièrement, pour les compositions à faible teneur en Mg. A l'état vieilli, nous avons constaté une augmentation considérable de la contrainte élastique de 283.3 MPa, la contrainte maximale est de 438.57 MPa et un allongement meilleur de 12.4 % pour la composition à 0.2% en Fe. Pour 0.3% du Fe et du Si, la contrainte élastique est de 273.67 MPa, la contrainte maximale est de 397.497 MPa et l'allongement à la rupture est de 7.3%. Cependant, pour les autres compositions nous avons enregistré des ruptures brutales des éprouvettes testées, et cela probablement est du à la présence de la phase β -fer en plus de l'augmentation des particules de la phase Mg_2Si qui réduit la ductilité.

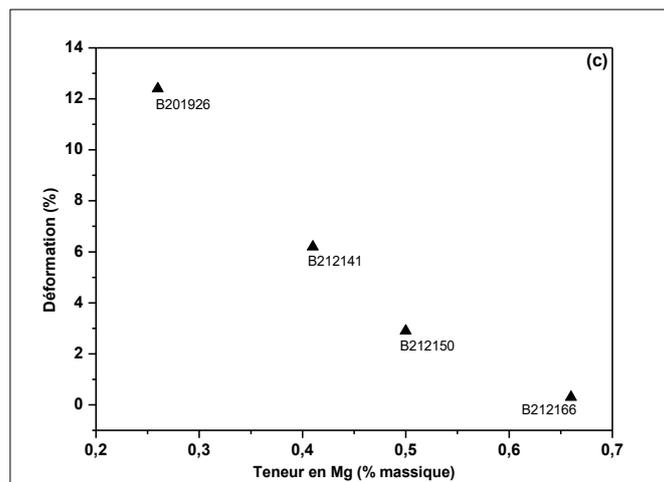
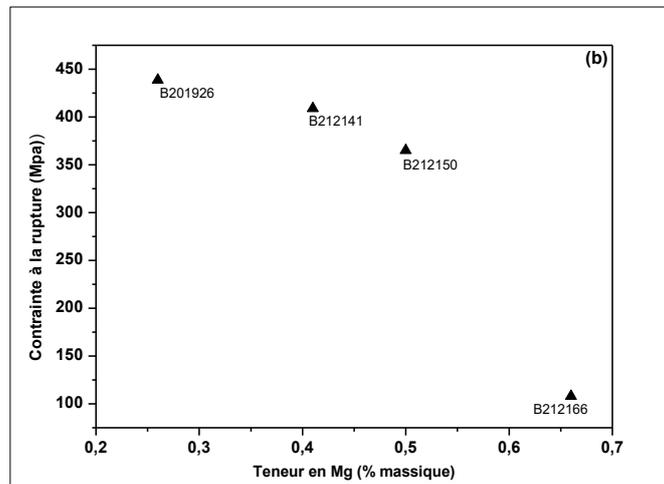
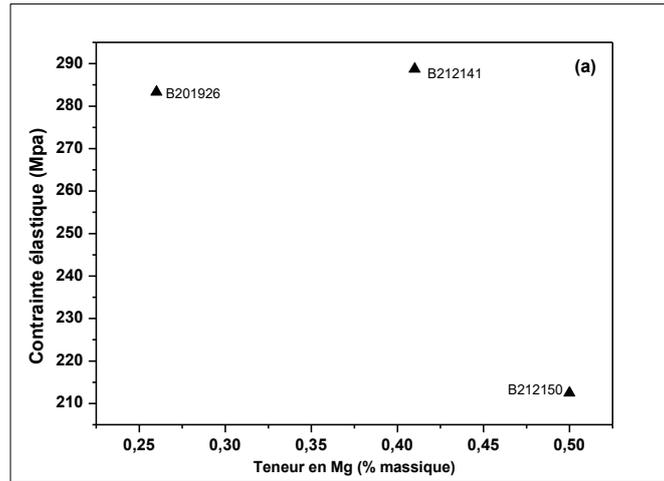


Figure V.13 : Propriétés de traction à l'état vieilli en fonction de la teneur en Mg et pour 0.2% du Fe et du Si. a) Contrainte élastique. b) Contrainte à la rupture. c) Déformation.

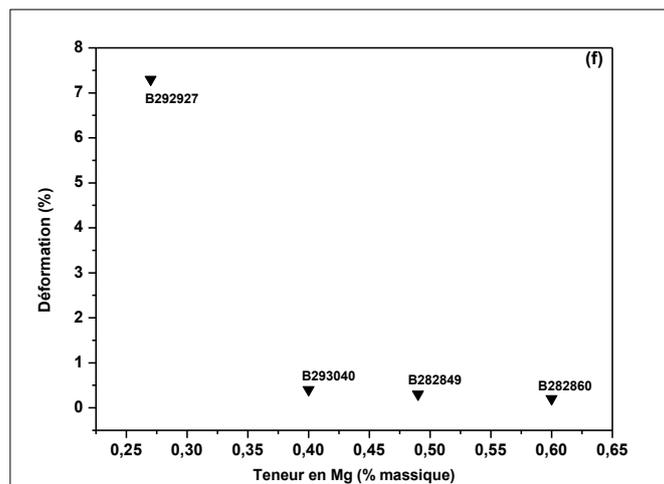
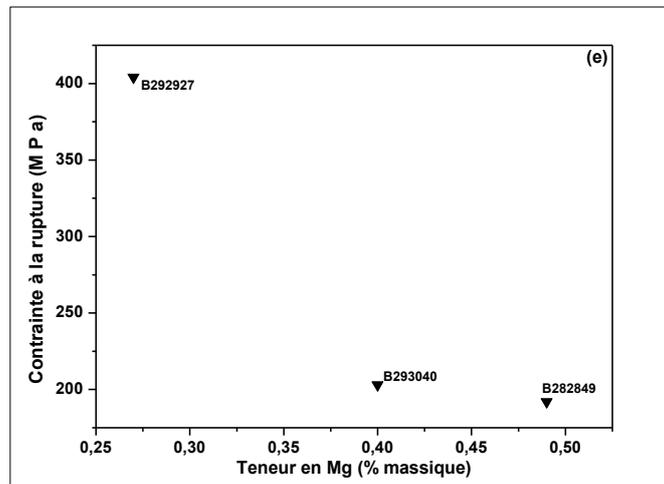
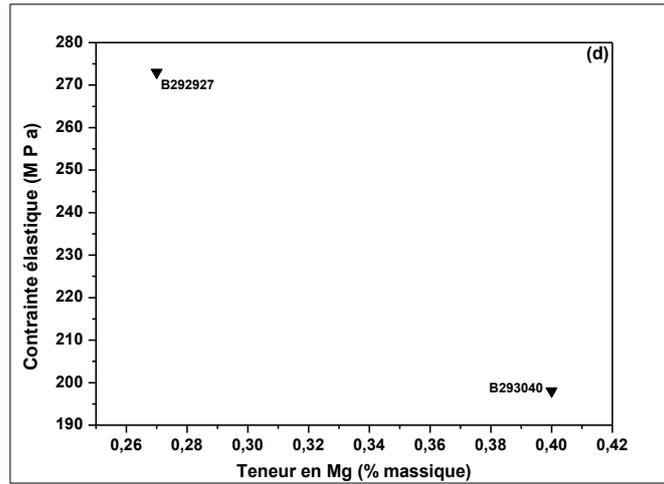


Figure V.14 : Propriétés de traction à l'état vieilli en fonction de la teneur en Mg, pour 0.3% du Fe et du Si. d) Contraite élastique. e)Contraite à la rupture. f) Déformation (%).

D'après les résultats obtenus relativement aux essais de traction, un bon compromis entre les propriétés de traction (résistance à la traction, la limite d'élasticité et la ductilité) a été obtenu pour les compositions à faible teneur en Mg, c'est-à-dire pour les alliages qui ont des concentrations de 0.26% et 0.27% et pour les deux niveaux du Fer considérés.

V 4.2- Essai de résilience

Les figures V-15 (a) et (b) montrent la variation de la résilience des alliages étudiés en fonction de la teneur en Mg à l'état vieilli. La figure (a) représente les compositions avec des teneurs de 0.2% en Fe et Si et la figure (b) pour 0.3% du Mg.

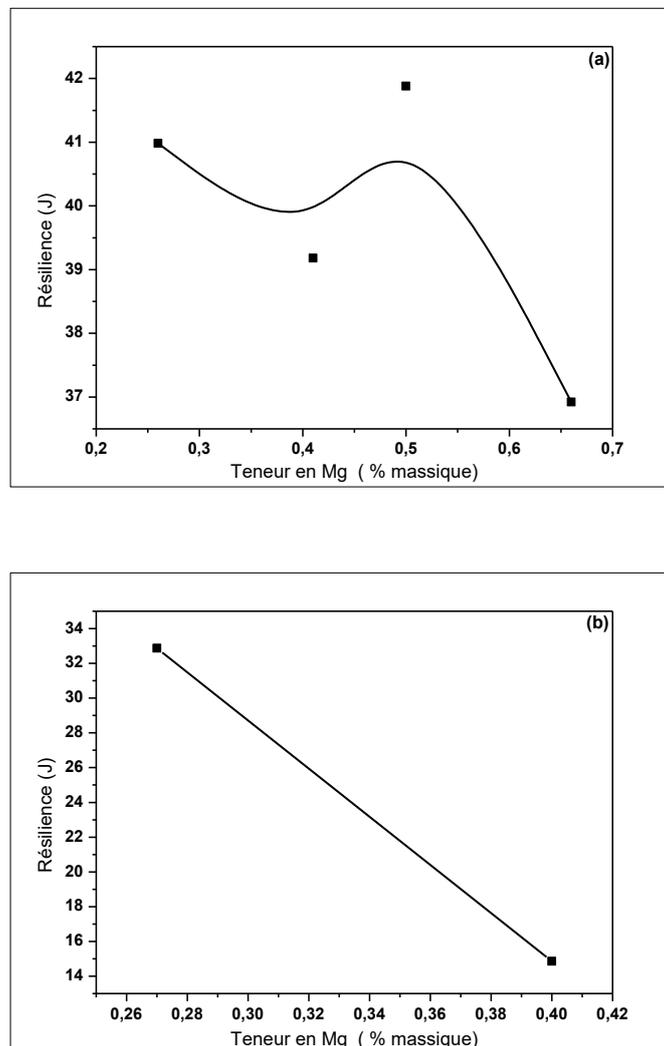


Figure V.15 : Résilience des alliages de type B206 en fonction de la teneur en magnésium à l'état vieilli. a)0.2% du Fe et du Si. b) 0.3% du Fe et du Si.

L'analyse des résultats obtenus montre que la résilience diminue lorsque la concentration en Mg augmente. Cependant, elle présente des valeurs élevées par rapport à l'état brut montré dans le chapitre précédant. En effet, nous avons enregistré une augmentation considérable, ce qui signifie que le vieillissement naturel améliore la résilience des alliages de type B206.

V.4.3 Dureté Brinell et Rockwell

La dureté des alliages étudiés a été déterminée par deux méthodes : Brinell et Rockwell. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau V. 2, ils correspondent à ceux de la composition à 0.3% du Fe. Pour la composition à 0.2% du Fe, on a donné celle qui contient la plus haute valeur du Mg (0.6%).

Ces résultats, comparés à ceux de l'état brut, montrent que la dureté des alliages étudiés est bien influencée par le vieillissement naturel. En effet, par exemple, on remarque que la dureté de la composition B212066 augmente de 92.6 à 118.7 dans le cas de la dureté Brinell et de 89.7 à 96.5 pour la dureté Rockwell. Même chose observée pour les compositions à 0.3% du Fe et ces résultats sont bien montrés sur la figure V-16. L'amélioration de la dureté est attribuée au renforcement de la matrice par la solution solide des éléments présents, ainsi qu'à la répartition homogène des composés intermétalliques après le vieillissement.

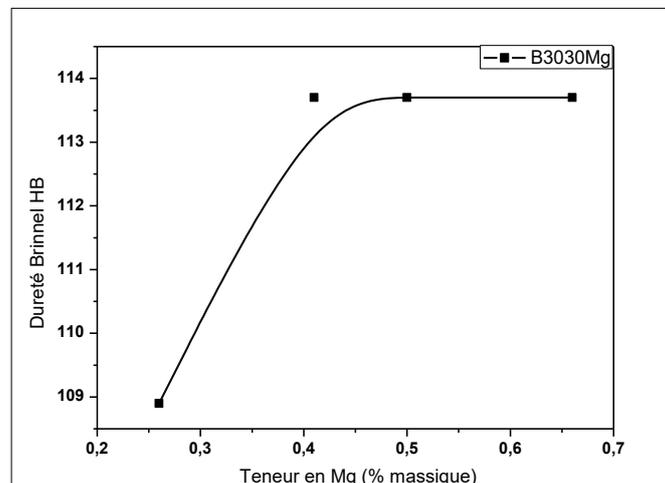


Figure V.16 : Dureté Brinell des alliages à 0.3% du Fe et du Mg à l'état vieilli.

Echantillon	Dureté Brinell HB 500/10/30	Rockwell HRE Moyenne de 5 essais
B212066	118.7	96.5
B292927	108.9	96
B293040	113.7	96.8
B282849	113.7	97.1
B282860	113.7	98.4

Tableau V.2 : Valeurs de dureté de cinq compositions d'alliage à l'état vieilli.

La courbe de dureté de l'alliage à 0,3% en Fer et en Si en fonction de la teneur en magnésium après le vieillissement naturel est représentée sur la figure V.16. L'analyse des résultats, montre qu'une augmentation considérable de la dureté est observée jusqu'à 0,5% du Mg, puis se stabilise au delà de cette teneur. En outre, la dureté augmente de 109 HB pour une concentration de 0,26% du Mg, pour atteindre sa valeur maximale de 113,5 HB pour 0,5% du Mg. En plus, nous avons enregistré une nette amélioration par rapport à l'état brut. Ce résultat est cohérent avec la littérature car il est bien connu que l'addition du Mg entraîne une augmentation de la dureté des alliages à base d'aluminium, aussi le magnésium est connu par son effet de durcissement après le vieillissement, ce qui augmente sa solution solide dans l'aluminium et cela se traduit par l'augmentation de la dureté.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

1. CONCLUSION

L'objectif de la thèse était d'étudier l'effet de la solidification et du vieillissement naturel sur le comportement microstructural et mécanique de l'alliage Al-Cu de type B206 avec l'addition des éléments chimiques tel que le fer, le silicium et le magnésium. Notre travail peut être divisé en deux parties importantes, selon la composition et le choix des alliages qu'on a étudiés.

Par ailleurs, la première partie est consacrée particulièrement à l'étude de l'effet du vieillissement naturel sur les propriétés des alliages contenant différents teneurs en fer et en silicium pour une concentration fixe en magnésium. Dans la deuxième partie, nous avons essayé de comprendre l'effet de l'ajout du magnésium sur la performance de ces alliages pour des concentrations bien déterminées du Fe et du Si. Les auteurs des références [20-21, 54] dans leurs travaux ont montré que pour des proportions bien déterminées du Fe et du Si et pour des rapports de Fe/Si proche de 1, ces alliages présentent de bonnes propriétés mécaniques.

Pour cela, nous avons utilisé plusieurs méthodes expérimentales simples, mais rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques.

L'évaluation des propriétés mécaniques a été réalisée avec différents essais, comme : la traction, la dureté et la microdureté ainsi que, l'essai de la résilience. La microstructure de nos alliages a été révélée en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'une microanalyse (EDS) pour la quantification des phases présentes et un microscope optique (OM). Pour confirmer et identifier les différentes phases, nous avons utilisé la diffraction par rayons X (DRX). Enfin les températures de formation et de dissolution des phases ont été identifiées par l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) à l'état brut de coulé.

Les principaux résultats de la thèse peuvent se résumer de la manière suivante :
Pour les alliages de la première série, nous avons constaté une amélioration considérable des caractéristiques mécaniques en fonction du temps du vieillissement naturel.
Pour la microstructure, on n'a pas observé la création de nouvelles phases par rapport à celles présentes dans les alliages B206 de base. Par contre, nous avons constaté une dissolution

partielle des phases intermétalliques après 21 jours du vieillissement naturel puis réformées dans la matrice.

Pour les alliages contenant un niveau du fer élevé, nous avons remarqué la présence de la porosité en grande quantité, particulièrement, pour la période de 84 jours du vieillissement.

En comparant nos résultats à d'autres résultats obtenus dans la littérature, on peut dire qu'on a obtenu des propriétés mécaniques acceptables.

Les résultats obtenus pour les alliages de la deuxième série se résument comme suit :

L'analyse microstructurale montre la présence de plusieurs phases intermétalliques telle que la phase Al_7Cu_2Fe , appelée β -fer et la phase $\alpha-Al_{15}(Fe, Mn)_3Si_2$, appelée α -Fe, Mg_2Si , Al_2Cu . Pour les compositions qui ont une teneur élevée en Mg nous avons constaté la présence de quelques particules de la phase Al_2CuMg .

La DRX nous a permis de confirmer la précipitation des phases observées par le MEB et le MO.

L'analyse des courbes DSC des alliages à l'état tel que coulé, montre que l'augmentation en titre du magnésium diminue la température de formation de composé Al_2Cu et Mg_2Si (décalage des pics).

La DSC nous a permis de déduire la température de formation et de dissolution de chaque phase. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux des auteurs des références [20,51, 138].

Il a été remarqué que l'augmentation de la teneur en Mg procure au silicium une tendance tout d'abord à se combiner en priorité avec le magnésium comme Mg_2Si , puis il peut se combiner avec d'autres éléments. La phase Mg_2Si améliore les caractéristiques de la résistance à la déformation des alliages étudiés, mais, malheureusement, fait diminuer considérablement leur ductilité.

Nous avons observé l'augmentation de la dureté en augmentant le niveau du Mg.

Comparés aux résultats de l'alliage B206 standard et ceux du travail de thèse de H.Kamguo Kamaga [20-21, 54], pour différentes compositions à l'état brut de coulé, on constate qu'il y a une nette amélioration de la limite d'élasticité.

Après le vieillissement naturel, l'observation de la microstructure montre une dissolution partielle des phases contenant les éléments durcissant tels que le Cu et le Mg qui précipitent au niveau de joints de grains, puis renaissent d'une façon homogène dans la matrice.

Nous avons enregistré la présence des composés à base du Fer qui ne sont pas dissoutes durant la mise en solution, particulièrement la phase β -Fe.

Après le traitement du vieillissement naturel, nous avons constaté une augmentation des propriétés mécaniques comme la dureté et les propriétés de traction des alliages contenant de faible teneur en Mg. En revanche, pour des teneurs élevées en Mg, les propriétés de traction se détériorent et cela probablement lié à la présence d'une grande quantité de la phase Mg₂Si, en plus de la phase β-Fe dans la microstructure. La ténacité des alliages étudiés diminue en fonction du Mg, cela se traduit par la diminution de la résilience. Néanmoins, on a enregistré une nette amélioration par rapport à l'état brut.

2. PERSPECTIVES

Comme perspective on compte réaliser les essais électrochimiques de corrosion pour les alliages de type B206 étudié dans le cadre de ce travail.

REFERENCES

References

- [1] G.K. Sigworth, J.F. Major, Factors influencing the mechanical properties of B206 alloy castings. *J. Light Met.* 4, 795–799(2006).
- [2] M. Tiryakioğlu, J. Campbell, N.D. Alexopoulos. On the ductility potential of cast Al–Cu–Mg (206) alloys. *Mater Sci. Eng. A506*, 23–26 (2009).
- [3] J.F. Major, G.K. Sigworth, Chemistry/property relationships in AA 206 alloys. *Trans AFS*. 114, 117–128(2006).
- [4] D. Apelian, Aluminum cast alloys: enabling tools for improved performance. Wheeling, Illinois: NADCA; (Worldwide report) (2009).
- [5] G.K. Sigworth, F. DeHart, S. Millholen, Use of high strength aluminum casting alloys in automotive applications. *Light Metals*, 313–322(2001).
- [6] G.K. Sigworth, C.H. Caceres, Quality issues in aluminum net shape castings. *AFS Trans*. 112, 373–386(2004).
- [7] G. Davies, *Materials for automobile bodies*, Oxford: Butterworth-Heinemann, 61–98 (2003).
- [8] J.E. Hatch, *Aluminum Properties and Physical Metallurgy* (American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 322–323(1984).
- [9] G.K. Sigworth, D. Fran, Recent Development in the High Strength Aluminum-Copper Casting Alloy A206, *AFS Transactions*, 111, 341-354(2003).
- [10] B. Kesharan et al. Aluminum Alloys for Automotive Knuckle Castings, SAE technical paper, No 2000-01-1291, in *Casting Solutions for the Automotive Industry*, (SP-1504) (2000).
- [11] J. Wannasin, D. Schwam, J.A. Yurko, C. Rohloff, G. Woycik, Hot Tearing Susceptibility and Fluidity of Semi-Solid Gravity Cast Al-Cu Alloy, *Solid State Phenomena*, Switzerland, 116-117, 76-79(2006).
- [12] A.L. Kearney, J. Raffin, Mechanical Properties of Aluminum Casting Alloys X206.0-T4 and XA206.0-T7 vs Comparable Alloys at Various Cooling Rates, *AFS Transactions*, 85, 559-570(1977).
- [13] K.J. Oswalt, New Generation High-Strength Aluminum Casting Alloys, *AFS Transactions*, 75, 62(1967).
- [14] F.R. Mollard, Influence of Chemical Composition and Heat Treatment on Properties of KO-1 Alloy, *AFS Transactions*, 87, 443(1979).
- [15] K. Liu, X. Cao and X.G. Chen, Formation and phase selection of iron-rich intermetallics in Al-4.6Cu-0.5Fe cast alloys. *Metall. Mater. Trans. A*, online published, DOI: 10.1007 /s11661-012-1419-7(2012).
- [16] P.N. Crepeau, Effect of iron in Al-Si casting alloys: a critical review (95–110). *AFS Trans*. 103, 361–366(1996).
- [17] L.F. Mondolfo, *Manganese in aluminum alloys*. Neuilly sur Seine: The Manganese Centre (1978).
- [18] K. Liu, X. Cao, and X.G. Chen, Solidification of Iron-Rich Intermetallic Phases in Al-4.5Cu-0.3Fe Cast Alloy. *Metallurgical and Materials Transaction*, 42A, 2004-2015(2011).
- [19] K. Liu, X. Cao, and X.G. Chen, Effect of Mn, Si, and Cooling Rate On the Formation of Iron-Rich Intermetallic in 206 Al6Cu Cast Alloys. *Metallurgical and Materials Transaction B*. 43B, 1231-1240(2012).
- [20] H.K. Kamga, D. Larouche, M. Bournane, et al. Solidification of aluminum–copper B206 alloys with iron and silicon additions. *Metall Mater Trans A*. 41, 2844–2855(2010).
- [21] H.K. Kamga, D. Larouche, M. Bournane, et al. Hot tearing of aluminum–copper B206 alloys with iron and silicon additions. *Mater Sci Eng A*. 527, 7413–7423(2010).

- [22] F. D'Elia, C. Ravindran, D. Sediak,. Interplay among solidification, microstructure, residual strain and hot tearing in B206 aluminum alloy. *Materials Science&Engineering A624*, 169–180(2015).
- [23] C.J. Tseng, S.L. Lee, T.F. Wu et al. Effects of Fe content on microstructure and mechanical properties of A206 alloy. *Mater Trans JIM*. 41(6), 708–713(2000).
- [24] H.N. Girisha, K.V. Sharma, Effect of magnesium on strength and microstructure of Aluminium Copper Magnesium Alloy, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, Volume 3, Issue 2, 2 ISSN 2229-5518(2012).
- [25] N. Nafsi, M.A. Rashed, Effects of Copper and Magnesium on Microstructure and Hardness of Al-Cu-Mg Alloys, *International Journal of Engineering and Advanced Technology*, 2, 533-536(2013).
- [26] H. Yang, S.W. Yang, Y. Wang, and Z. Fan, Effect of Mg level on the microstructure and mechanical properties of die-cast Al–Si–Cu alloys, *Materials Science & Engineering A642*, 340–350(2015).
- [27] M.Yıldırım , D. Özyürek, The effects of Mg amount on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg alloys, *Materials & Design*, 51, 767-774(2013).
- [28] M.S. Salleh, M.Z. Omar, and J. Syarif, The effects of Mg addition on the microstructure and mechanical properties of thixoformed Al–5%Si–Cu alloys, *Journal of Alloys and Compounds* , 621,121–130(2015).
- [29] Y. Hailin, J. Shouxun, Y. Wenchao, Y. Wang, Z. Fan, Effect of Mg level on the microstructure and mechanical properties of die-cast Al–Si–Cu alloys, *Materials Science&Engineering*, A642, 340–350(2015).
- [30] Alcan Primary Products Corporation, Alloy Bulletin - Alcan AA206 Primary Foundry Alloys 206.2, A206.2 and B206.2(2004).
- [31] J.E. Hatch, *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy* (American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 332–338(1984).
- [32] J.R. Davis, *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*, ASTM, OH (1994).
- [33] G.K. MacAllister, Effects of Cooling Rates on the Mechanical Properties of A206.0-T4 and A206.0-T71 Aluminum Alloy Castings, *AFS Transactions*, 95, 775-786(1987).
- [34] K.J. Oswalt, *The Development and Application of High Strength Aluminum Casting Material Specifications*, Current Aluminum Research and Applications: CARA 87. American Foundrymen's Society.Inc, Des Plaines, IL(1988).
- [35] J.F. Major, and G.K. Sigworth, Chemistry/Property relationships in AA206 alloys, *AFSInt Cast MetJ* , 12(2006).
- [36] M.C Flemings, *Solidification Processing*, McGraw-Hill, New York(1974).
- [37] B. Keshavaram, D. Seiler, D. Dewitt, Aluminum Alloys for Automotive Knuckle Castings, SAE Technical Paper, No 2000-01-1291, in *Casting Solutions for the Automotive Industry*, (SP-1504) (2000).
- [38] G.K. Sigworth, and F. DeHart, Recent developments in the high strength aluminum-copper casting alloy A206, *AFS Trans*. 111, 341–354(2003).
- [39] G.K. Sigworth, Method for grain refinement of high strength aluminum casting alloys, U.S.A. Patent(2002).
- [40] W. Rosenhain, *An Introduction to the physical metallurgy*, D. van nostrand co.(1915).
- [41] Z. Jeffries, R.S. Archer, *The science of metals*, mcgraw-hill book co (192).
- [42] B.H. Alexander, F.N. Rhines, Dendritic Crystallization of Alloys, *AIME Transactions*, 188, 1267(1950).
- [43] B.P. Bardes, M.C. Flemings, Dendrite Arm Spacing and Solidification Time in a Cast Aluminum-Copper Alloy, *AFS Transactions*, 74, 406-412(1966).

- [44] B.P. Reis, R.P. França, Spim JA, Garcia A, Costa EM, Santos CA. The effects of dendritic arm spacing (as-cast) and aging time (solution heat-treated) of Al–Cu alloy on hardness, *Journal of Alloys and Compounds*, 549, 324–335(2013).
- [45] K. P. Youngand, D.H. Kirkwood, The dendrite Arm Spacing of Aluminum-Copper Alloys Solidification under Steady-State Cos *Metallurgical Transaction A-* 1975, 6A, 197-205.
- [46] Rohatgi, PK, Adams, CM. Dendritic Solidification of Aluminum-Copper Alloys, *TMS AIME*, 239, 1737-1746(1967).
- [47] M.D. Reed, The Effect of the Time of Solidification on the Dendrite Arm Spacing, S.B Thesis, MIT, Dept. of Metallurgy(1960).
- [48] P.E. Brown, C.M. Adams, Fusion-Zone Structures and Properties in Aluminum Alloys, *Welding Journal Research Supplement*, Dec. (1960).
- [49] J.A. Howarth, L.F. Mondolfo, Dendritic Growth, *Acta Metallurgies*, 10, 1037(1962).
- [50] L.F. Mondolfo, *Aluminum Alloys: Structure and Properties*, London: Butterworths (1976).
- [51] N. Haghdadi, A.B. Phillion, and D.M. Maijer, Microstructure Characterization and Thermal Analysis of Aluminum Alloy B206 During Solidification. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 46, 2073-2081(2015).
- [52] M. Solari, and H. J. Biloni, *Cryst. Growth*, 49, 451–57(1980).
- [53] J.B. Wiskel, K. Navel, H. Henein and E. Maire, *Can Metall*, 41, 193–204(2002).
- [54] H.K. Kamga, D. Larouche, M. Bournane et al. Mechanical properties of aluminium–copper B206 alloys with iron and silicon additions. *Int J Cast Met Res*. 25(1), 15–25(2012).
- [55] G.E. Totten, D.S. MacKenzie, *Handbook of aluminum. Physical metallurgy and processes*. New York, Marcel Dekker, 1, 115(2003).
- [56] R.M. Brick, R.B. Gordon, A. Phillips, *Structure and Properties of Alloys*, 3rd Edition, McGraw-Hill (1965).
- [57] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, *Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys*, Elsevier, U.K.(2005).
- [58] L. Lu, and A. K. Dahle, Iron-Rich Intermetallic Phases and Their Role in Casting Defect Formation in Hypoeutectic Al-Si Alloys: *Metall. Mater. Trans. A*, 36, 819-835(2005).
- [59] Q.G. Wang, P.E. Jones, M. Osborne, Effect of iron on the microstructure and mechanical properties of an Al- 7% Si-0.4% Mg casting alloy. *SAE Trans J Mater Manuf*, 112, 396–404(2003).
- [60] F. D’Elia, C. Ravindran, D. Sediako, R. Donaberger, Solidification analysis of Al–5 wt-%Cu alloy using in situ neutron diffraction, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 54, 9-15(2015).
- [61] Z. Wei-wen. L. Bo, L. Zhi, Z. Yu-liang, and L. Yuan-yuan, Formation of Fe-rich intermetallic compounds and their effect on the tensile properties of squeeze-cast Al–Cu alloys. *J. Mater. Res*. 30, 2474- 2484(2015).
- [62] A. Lemieux, J. Langlais, D. Bouchard, X. Grant Chen. Effect of Si, Cu and Fe on mechanical properties of cast semi-solid 206 alloys. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20 1555–1560(2010).
- [63] B. Legendre, M. Harmelin, *Ternary Alloys*, Eds. Petzow.G & Effenberg.G, Vol. 4, VCH, Weinheim, pp 475-489(1991).
- [64] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, *Iron in Aluminum Alloys: Impurity and Alloying Element*, Taylor & Francis, London (2002).
- [65] K. Liu, X. Cao, X.G. Chen, A new iron-rich intermetallic-AlmFe phase in Al–4.6Cu–0.5Fe cast alloy. *Metall Meter Trans* 43A,1097–101(2012).
- [66] K. Liu, X. Cao, X.G. Chen, Precipitation of iron-rich intermetallic phases in Al-4.6Cu-0.5Fe-0.5Mn cast alloy, *J Mater Sci*, 47,4290–4298(2012).

- [67] M.A. Talamantes-Silva, A. Rodríguez, J. Talamantes-Silva, S. Valtierra, C. Rafael Characterization of an Al–Cu cast alloy. *Materials Characterization*, 59, 1434–1439(2008).
- [68] K. Liu, X. CAO, and X.G. CHEN, Solidification of Iron-Rich Intermetallic Phases in Al-4.5Cu-0.3Fe Cast Alloy, the Minerals, Metals & Materials Society and ASM International (2010).
- [69] C.J. Tseng, S.L. Lee, T.F. Wu et al. Effects of manganese on microstructure and mechanical properties of A206 alloys containing iron. *J Mater Res*. 17, 2243-50(2002).
- [70] M.E. Drits, E.S. Kadaner, E.M. Padezhnova, L.L. Rokhlin, Z.A. Sviderskaya and N.I. Turkina. *Phase Diagrams of Aluminum and Magnesium Based Systems*, Ed. AbriKosov, N.Kh., Nanka, Moscou (1977).
- [71] L.F. Mondolfo et O. Zmeskal, *Engineering Metallurgy*, McGraw-Hill(1955).
- [72] R.F. Smart, Metallurgical aspects of aluminium-silicon eutectic alloys, *The British Foundry man*, 430-446(1971).
- [73] P. Ouellet, F.H. Samuel, Effect of Mg on the ageing behaviour of Al-Si-Cu 319 type aluminum casting alloys, *Journal of Materials Science*, 34, 4671-4697(1999).
- [74] A. Garg, and J.M. Howe, Grain-boundary precipitation in an Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag alloy, *Acta metall, mater.* 40, 2451-2462(1992).
- [75] D. C. Paul, J. G. Thomas, U. Arun, J. J. George, A. S. Anandhu, Effect of Mg Addition on the Microstructure, Secondary Dendritic Arm Spacing & Hardness of A356 Al Alloy, *International Journal for Innovative Research in Science & Technology*, 3, ISSN (online): 2349-6010(2017).
- [76] H.N. Girisha, K.V. Sharma, Effect of magnesium on strength and microstructure of Aluminium Copper Magnesium Alloy, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 3, 2229-5518(2012).
- [77] A. Zhu, B.M. Gable, G.J. Shiflet, E.A. Starke, Trace element effects on precipitation in Al–Cu–Mg–(Ag, Si) alloys: a computational analysis, *Acta Materialia*, 52, 3671-3679(2004).
- [87] L.A. Narayan, F.H. Samuel, J.E. Gruzlezki. *Metall. Mater. Trans A*, 26, 2161(1995).
- [79] L. Backerud, E. Krol, J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, Vol.1: Wrought Alloys, Skanuminium, Olso (1987).
- [80] X. Cao, J. Campbell, The Solidification Characteristics of Fe-Rich Intermetallics in Al-11.5Si-0.4Mg Cast Alloys, *Metall. Mater. Trans. A*, 35, 1425-1435(2004).
- [81] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty. Effect of Solution Heat treatment and Additives on the Microstructure of Al-Si (413.1) Automotive Alloys, *Journal of Materials Science*, 38, 4507- 4522(2003).
- [82] L. Bo, X. Rui, L. Haoyu & Z. Weiwen, Formation of Fe-rich intermetallics in Al–5.0Cu–0.5 Fe alloys with different Mn additions, *Materials Science and Technology*(2018).
- [83] C.H. Chang, S.L. Lee, J.C. Lin and R.R. Jeng, The Effect of Silver Content on the Precipitation of the Al-4.6Cu-0.3Mg Alloy, *Materials Transactions*, 46, 236-240(2005).
- [84] C.J. Tseng, S.L. Lee, T.F. Wu et al. Effects of Fe content on microstructure and mechanical properties of A206 alloy. *Mater Trans JIM*. 41(6), 708–713(2000).
- [85] N. Han, X.F. Bian, Z. K. LI, T. Mao, C.D. Wang. Effect of Si on the microstructure and mechanical properties of the Al–4.5% Cu alloys, *Acta Metallurgica Sinica*, 19, 405–410(2006).
- [86] M. Drouzy, S. Jacob, and M. Richard, Interpretation of Tensile Results by Means of Quality Index and Probable Yield Strength AFS Int. Cast Met. J5, 43–50(1980).
- [87] C.H. Cáceres, I.L. Svensson, J.A. Taylor, Strength-Ductility Behaviour of Al-Si-Cu-Mg Casting Alloys in T6 Temper, *Int. J. Cast Metals Res*. 15, 531-543(2003).
- [88] C.H. Cáceres, Microstructure design and heat treatment selection for casting alloys using the quality index, *JMEPEG*, 9, 215-221(2000).

- [89] C.H. Cáceres, Microstructure design and heat treatment selection for casting alloys using the quality index. ASM-IMS 1999 Meeting, October 1–4, Cincinnati, 1999
- [90] C.H. Cáceres, T. Din, A. Rashid, J. Campbell, Effect of Aging on Quality Index of an Al-Cu Casting Alloy, *Materials Science and Technology*, 15, 711-716(1999).
- [91] N.D. Alexopoulos, Generation of quality maps to support material selection by exploiting the quality indices concept of cast aluminum alloys, *Materials and Design*, 28, 534–543(2007).
- [92] G.K. Sigworth and J. Fred Major, *Light Metals, Minerals, Metals & Materials Soc. (TMS)*, San Antonio, TX, 795-799(2006).
- [93] C.H. Cáceres, J.H. Sokolowski, Effect of Aging and Mg Content on Quality Index of Two Model Al-Cu-Si-Mg Alloys, *Materials Science and Engineering A*, 271, 53-61(1999).
- [94] K. Liu, X. Cao, and X.G. Chen, Tensile Properties of Al-Cu 206 Cast Alloys with Various Iron Contents. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 45, 2498-2507(2014).
- [95] J. Wang, D. Yi, X. Su, F. Yin, Influence of deformation ageing treatment on microstructure and properties of aluminum alloy 2618. *Mater Charact*, 59, 965–968(2008).
- [96] M. Song, Y. He, D. Xiao, B. Huang, Effect of thermomechanical treatment on the mechanical properties of an Al–Cu–Mg alloy. *Mater Des.* 30, 857–61(2009).
- [97] X.Y. Liu, Q.L. Pan, Z. L. Lu, S.F. Cao, Y. B. He, W.B. Li, Effects of solution treatment on the microstructure and mechanical properties of Al–Cu–Mg–Ag alloy, *Materials and Design*, 31, 4392–4397(2010).
- [98] J.G. Kaufman, *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*, ASM International, Materials Park, OH(2000).
- [99] P.M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series*, McGraw-Hill Book Company inc. 1958.
- [100] D. Pfost, P. Crawford, J. Mendez, R. Barrosa, F. Quintanilla, F. Flores, et al. The effect of solution treatment and rolling mode on the mechanical properties of 2090 Al–Li alloy. *J. Mater Proc Techno.* 56, 542–51(1996).
- [101] O.N. Senkov, M.R. Shagiev, S.V. Senkova, D.B. Miracle, Precipitation of Al₃(Sc, Zr) particles in an Al–Zn–Mg–Cu–Sc–Zr alloy during conventional solution heat treatment and its effect on tensile properties. *Acta Mater* 15, 56, 3723–38(2008).
- [102] J.R. Davis, *Aluminum and Aluminum Alloys*, ASMI, 351-416(2001).
- [103] M.A. Talamantes-Silva, A. Rodríguez, J. Talamantes-Silva, S. Valtierra, C. Rafael, Effect of Solidification Rate and Heat Treating on the Microstructure and Tensile Behavior of an Aluminum-Copper Alloy. *Metallurgical and Materials Transaction B*, 39, 911-919(2008).
- [104] K.R. Van Horn, *Aluminum: Properties, Physical Metallurgy and Phase Diagrams*, Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio(1967).
- [105] K. Liu, X. Cao, G. Chen, Solid-State Transformation of Iron-Rich Intermetallic Phases in Al-Cu 206 Cast Alloys During Solution Heat Treatment. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 44, 3494-3503(2013).
- [106] J.L. Jorstad, W.M. Rasmussen, *Aluminum Casting Technology*, 2nd Ed, AFS Inc, Des Plaines, IL. (1997).
- [107] D.L. Zhang, L. Zheng, The Quench Sensitivity of Cast Al-7 Wt Pet Si- 0.4Wt Pet Mg Alloy, *Metall. Mater. Trans. A*, 27, 3983-3991(1996).
- [108] H.M. Kandil, Recent Developments in Age Hardening Behaviour of Aluminum Alloys- A Review Article, in *Heat Treating: Proceedings of the 21st Conference*, Indianapolis, Indiana, USA: ASM International, 343-351(2001).
- [109] A.J. Ardel, Precipitation Hardening, *Metall. Mater. Trans. A*, 1985, 16, 2132-65.
- [110] Guinier A. Structure of age-hardened aluminium-copper alloys, *Nature*, 142, 569-570(1938).

- [111] J.M. Silcock, T. Hea, H.K. Hardy, Structural ageing characteristics of aluminum-copper alloys, *J. Inst. Met.* 82, 239-248(1953-1954).
- [112] G.D. Preston, Structure of Age-Hardened Aluminum-Copper Alloys, *Nature*, 142, 570(1938).
- [113] C. Chiou, H. Herman, M.E. Fine, *Trans. TMS-AIME*, 218, 299-307(1960).
- [114] D. Turnbull, H.S. Rosenbaum, H.N. Treafitis. Kinetics of clustering in some aluminum alloys, *Acta Metallurgica*, 8, 277-95(1960).
- [115] J.M. Silcock, T.J. Heal, H.K. Hardy, Structural ageing characteristics of binary aluminum-copper alloys, *Journal of the Institute of Metals*, 82, 239-48(1953).
- [116] C. Laird, H.I. Aaronson, Mechanisms of Formation of G and Dissolution of θ' Precipitates in an Al-4% Cu Alloy, *Acta Metallurgica*, 14, 171-85(1966).
- [117] T.J. Smith, H.J. Maier, H. Sehitoglu, E. Fleury, J. Allison, Modeling high-temperature stress strain behaviour of cast aluminum alloys, *Metall. Mater. Trans. A*, 30, 133-46(1999).
- [118] D. Jean, J.F. Major, J.H. Sokolowski, B. Warnock, W. Kazprzak, Heat treatment and corrosion resistance of B206 aluminum alloy. *Trans. Am. Foundry Soc.* 117, 113–120(2009).
- [119] E. Sjölander, S. Seifeddine. The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys. *J Mater Process Technol.* 210(10),1249–59(2010).
- [120] T. Rajan, C. Sharma, A. Sharma, *Heat Treatment: Principles and Techniques*, PHI Learning Pvt. Ltd. (2011).
- I. [121] W. MIAO, D. LAUGHLIN, EFFECTS OF CU CONTENT AND PREAGING ON PRECIPITATION CHARACTERISTICS IN ALUMINUM ALLOY 6022, *METALL MATER TRANS A*, 31, 361–371(2000).
- II. [122] H. P. KLUG AND L. E. ALEXANDER. JOHN WILEY AND SONS, X-RAY DIFFRACTION PROCEDURES FOR POLYCRYSTALLINE AND AMORPHOUS MATERIALS. INC., NEW YORK (1954)
- III. [123] G.K. WILLIAMSON, W.H. HALL *ACTA METALL.* 1, 22–31(1953).
- [124] T. Huaguo, C. Zhiqiang, L. Jianwei, M. Xianfeng, Preparation of a high strength Al–Cu–Mg alloy by mechanical alloying and press-forming. *Materials Science and Engineering A*, 550, 51– 54(2012).
- [125] A. Rodriguez, R. Chavez, J. Hernandez, et al. The effect of solidification conditions and alloy composition on the castability and mechanical properties of B206 alloy. *AFS Trans.* 117, 79–91(2009).
- [126] H. Kamali, M. Emamy, A. Razaghian, The influence of Ti on the microstructure and tensile properties of cast Al–4.5Cu–0.3Mg alloy, *Materials Science&EngineeringA*, 590, 161–167(2014).
- [127] Z. Wei-wen, L. Bo, C. Pei, Z. Da-tong, L. Yuan-yuan, Effects of Mn content on microstructures and mechanical properties of Al_{5.0}Cu_{0.5}Fe alloys prepared by squeeze casting, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 23, 1525-1531(2013).
- [128] F. Wang, B. Xiong, Y. Zhang, Z. Li, P. Li, Microstructural characterization of an Al–Cu–Mg alloy containing Fe and Ni, *Journal of Alloys and Compounds*, 487, 445–449(2009).
- [129] Z. WeiWen , L. Bo, Z. DaTong, L. YuanYuan, Microstructures and mechanical properties of squeeze cast Al–5.0Cu–0.6Mn alloys with different Fe content. *Materials and Design*, 52, 225–233(2013).
- [130] K.M. Purnendu, P.S. Robi, Influence of micro-alloying with silver on microstructure and mechanical properties of Al-Cu alloy. *Materials Science & Engineering A*, 722, 99–111 (2018).
- [131] R.S. Rana, R. Purohit and S. Das, Reviews on the influences of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of aluminum alloys and aluminum alloy composites, *Int. J. Sci. Res. Public.* 2, 1–7(2012).
- [132] B. Lin, W.W. Zhang, Z.H. Lou, D.T. Zhang, Y.Y. Li. Comparative study on microstructures and mechanical properties of the heat-treated Al–5.0Cu–0.6Mn–xFe alloys prepared by gravity die casting and squeeze casting; *Materials and Design*, 59, 10–18(2014).

- [133] B. Lin, W.W. Zhang, Effect of heat treatment on morphology of Fe-rich intermetallics in Al–Cu alloys, *Materials Science and Technology*, DOI:10.1080/02670836.2016.1254871.
- [134] F.H. Samuel, A.M. Samuel, P. Ouellet et al. Effect of Mg and Sr additions on the formation of intermetallics in Al-6 wt pct Si-3.5 wt pct Cu-(0.45) to (0.8) wt pct Fe 319-type alloys. *Metall Mater Trans A*. 29, 2871–2884(1998).
- [135] A. Lombardi, W. Mu, C. Ravindran, N. Dogan, M. Barati, Influence of Al₂Cu morphology on the incipient melting characteristics in B206 Al alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 747, 131-139(2018).
- [136] Q.G. Wang, Microstructural effects on the tensile and fracture behavior of aluminum casting alloys A356/357. *Metall Mater Trans A*. 34, 2887–2899(2003).
- [137] A. Lombardi, D. Sediako, C. Ravindran, M. Barati, Analysis of precipitation, dissolution and incipient melting of Al₂Cu in B206 Al alloy using in-situ neutron diffraction. *Journal of Alloys and Compounds*, 784, 1017-1025(2019).
- [138] X. Cao, and J. Campbell, Morphology of β -Al₅FeSi Phase in Al-Si Cast Alloys, *Materials Transactions* 5, 47, 1303-1312(2006).
- [139] B. Lin, W.W. Zhang, Effect of heat treatment on morphology of Fe-rich intermetallics in Al–Cu alloys, *Materials Science and Technology* (2016), Dio: 10.1080/02670836.2016.1254871.

