

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

UNIVERSITE DE MOULOU D MAMMERI TIZI-OUZOU
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE DE DOCTORAT

Option : **GENIE MECANIQUE**

SUR LE THEME :

Influence des effets de vieillissement et du laminage à froid sur la microstructure, associés aux propriétés mécaniques et chimiques des alliages Aluminium-Magnésium

Présentée par : Mr ZAZI NACER

Soutenue le 12 janvier 2011

Devant le jury composé de :

Mr Fatah HELLAL	Professeur à	l'ENPA,	President
Mr Ahcène BOUABDALLAH	Professeur à	l'USTHB,	Directeur de thèse
Mr Jean Paul CHOPART	Professeur émérite à	l'UREIMS	Examineur
Mr Zakaria BOUMERZOU G	Professeur à	l'UBISKRA,	Examineur
Mr Arezki DJEBBAR	Maître de conférence	l'UM MTO,	Examineur
Mr Ali BILLEK	Maître de conférence	l'UM MTO,	Examineur
Mr Antoine ALEMANY	Directeur de recherche émérite au CNRS,		Invité

Remerciements

En préambule à ce manuscrit, je souhaite exprimer ma reconnaissance et mes remerciements aux personnes qui m'ont soutenu et aidé durant les années consacrées à la réalisation de ce travail.

Sous la direction et la Co-direction de Messieurs Ahcène Bouabdallah, Professeur à l'Université Houari Boumediene, et Jean Paul Chopart, Professeur à l'Université de Reims Champagne Ardenne, respectivement. Qu'il me soit permis de leur exprimer ici toute ma gratitude pour la confiance qu'ils m'ont témoignée tout au long de ce travail, leurs commentaires et suggestions. Je les remercie aussi pour l'autonomie qu'ils m'ont accordée, tout en restant disponibles, et pour leurs qualités humaines et scientifiques qui ont permis la réalisation de ce travail dans les meilleures conditions possibles et pour leur extrême gentillesse.

J'exprime mon entière reconnaissance à Monsieur Fatah Hellal, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, pour sa sympathie toujours présente et je le remercie d'avoir accepté de présider ce jury.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Zakaria Boumerzoug, Professeur au Département de Métallurgie de l'Université Mohamed Khider Biskra, Monsieur Arezki Djebbar et Monsieur Ali Billek Maîtres de conférence au département de Génie Mécanique de l'Université

Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, pour avoir accepté d'être examinateurs de ce travail.

Je tiens à remercier aussi Monsieur Ammar Bouazzouni, Professeur au Département de Génie Mécanique Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, et Monsieur Antoine Alemany, Directeur de recherche émérite au CNRS, d'avoir accepté d'être présents à ma soutenance.

Je remercie tous les membres du laboratoire LMSE de L'UMMTO, DTI de l'Université de Reims, LTSE de l'USTHB, pour leurs aides précieuses au quotidien qui s'est fortement impliqué dans ce travail.

Je remercie enfin mon épouse Dahbia Moulai et toute ma famille pour son soutien sans faille durant toutes ces années.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION.....	2
CHAPITRE I : L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES	7
I.1- GENERALITES SUR L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES.....	8
I. 1.1. Les alliages de corroyage.....	8
I.1.2. Les alliages de moulage.....	9
I.1.3 Diversité des alliages d'aluminium.....	9
I.1.4 Atouts de l'aluminium.....	10
I.1.4.1 Légèreté.....	10
I.1.4.2 Conductivité électrique et thermique.....	11
I.1.4.3 Tenue à la corrosion.....	11
I.1.4.4 Aptitudes aux traitements de surfaces.....	11
I.1.5.5 Aptitudes au soudage.....	12
I.1.4.6 Le recyclage.....	12
I.1.4.7 Propriétés mécaniques.....	12
I.1.4.7.1 La résistance mécanique de l'aluminium.....	13
I.1.5 Les domaines d'applications de l'aluminium et ses alliages	13
I.1.6 Comportement physique et mécanique des alliages d'aluminium.....	15
I.1.6.1 Effet des éléments d'alliage.....	15
I.1.6.2 Effet Portevin - Le Chatelier.....	18
I.1.6.3 Vieillissement dynamique.....	20
I.1.6.4 Anisotropie.....	21
I.1.6.4.1 Anisotropie élémentaire.....	21
I.1.6.4.2 Anisotropie d'organisation.....	22
I.1.6.4.3 Remarques.....	22
I.1.6.4.4 Etude de l'anisotropie.....	23
I.1.6.4.5 Importances des coefficients d'anisotropie.....	25
I.1.7 Frottement intérieur.....	25
I.1.7.1 Causes de la relaxation dans les métaux et alliages.....	27
I.1.7.2. Technique de mesure de la capacité d'amortissement et du frottement intérieur	28
I.1.7.2.1 Introduction.....	28
I.1.7.2.2 Les techniques de résonances.....	29
I.1.7.2.3. Techniques de Subrésonance.....	33
I.1.8 Mécanismes de durcissement des alliages d'aluminium.....	37
I.1.8.1 Effet du recuit d'homogénéisation sur le durcissement des alliages d'aluminium.....	38
I.1.8.2 Ecrouissage.....	39
I.1.9. Restauration et Recristallisation.....	40
I.1.9.1 Restauration dynamique.....	41
I.1.9.2 Recristallisation dynamique.....	41
I.1.10 Contraintes résiduelles.....	42
I.1.10.1 Classification des contraintes résiduelles.....	43
I.1.11. Corrosion de l'aluminium et ses alliages.....	44
I.1.11.1 Contexte de l'étude	44
I.1.11.2 Rôle de la réactivité de la surface de l'aluminium et ses alliages dans les solutions aqueuses	45
I.1.11.3 Comportement des alliages d'aluminium vis- à -vis de la corrosion.....	47
I.1.11.3.1 Rôle des éléments d'addition.....	47
I.1.11.3.2 Effet des éléments chimiques sur la corrosion des alliagesd'aluminium.....	48
I.1.11.3.3 Paramètres contrôlant le comportement de la cellule de couplage bimétallique dans les alliages d'aluminium.....	50
I.1.11.3.4 Les différents types de corrosion structurale des alliages d'aluminium.....	51

I.1.12. Relations entre les propriétés physiques, les propriétés chimiques et les propriétés mécaniques.....	57
I.1.13. Les alliages de la série 5000 (Alliages Al-Mg).....	58
I.1.13.1 Caractéristiques de ces alliages.....	59
I.1.13.2 Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications.....	60
I.2 ETAT DE L'ART SUR LA CARACTERISATION DES ALLIAGES D'ALUMINIUM-MAGNESIUM.....	64
I.2.1- Caractérisation de la microstructure et de la texture.....	64
I.2.2- Caractérisation des propriétés mécaniques.....	68
I.2.3- Caractérisation chimique et électrochimique.....	70
I.3 CONCLUSION.....	72
CHAPITRE II : METHODES ET PROCEDURES EXPERIMENTALES.....	74
II.1 MATERIAU ETUDIE (ALLIAGE D'ALUMINIUM AA5083-H 321).....	74
II.1.1 Choix de l'alliage AA5083-H321.....	76
II.1.2 Le laminage à froid.....	76
II.1.3 Le traitement thermique.....	77
II.1.4 Opérations thermomécaniques effectués.....	77
II.2 TECHNIQUES DE CARACTERISATION STRUCTURALE ET MECANIQUE DU MATERIAU.....	78
II.2.1 Diffraction des rayons X.....	78
II.2.1.1 Principe de la méthode.....	78
II.2.1.2 Caractérisation de la texture.....	79
II.2.1.3 Problèmes rencontrés.....	80
II.2.2 Analyse de structure.....	81
II.2.2.1 Microscopie optique.....	81
II.2.2.1.1 Analyse d'images.....	81
II.2.2.1.2 Techniques de détermination de la taille des grains (selon la norme AFNOR 04-102 /-503, et ISO 2624).....	82
II.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	84
II.2.3 Essais Mécaniques.....	85
II.2.3.1 Mesure de micro dureté.....	85
II.2.3.2 Essai de traction.....	86
II.2.4 Techniques Analyse des contraintes résiduelles.....	87
II.2.4.1 Principes de détermination des contraintes résiduelles.....	88
II.2.5 détermination de la texture.....	92
II.2.6 Mesure du nombre de dislocations.....	92
II.2.7 Technique de la mesure du frottement intérieur.....	92
II.3 METHODES DE CARACTERISATIONS CHIMIQUES ET ELECTROCHIMIQUES.....	94
II.3.1 Méthodes stationnaires.....	94
II.3.1.1 Potentiel de corrosion.....	94
II.3.1.2 Courbes de polarisation.....	95
II.3.1.3 Mesure de la résistance de polarisation.....	97
II.3.1.4 Essais stationnaire.....	98
II.3.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS).....	99
CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION.....	101
III.1-Caractérisation structurale de l'alliage.....	102
III.1.1 Caractérisation structurale de l'alliage avant immersion.....	102
III.1.1.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage.....	102
III.1.1.2 Caractérisation par microscopie optique avant et après traitements thermomécanique.....	104

III.1.2	Caractérisation structurale après immersion dans une solution de chlorure de sodium à 3%	110
III.1.2.1	Caractérisation par microscopie optique	110
III.1.2.2	Caractérisation de la corrosion par microscopie électronique à balayage	114
III.2-	Caractérisation de l'alliage AA5083-H321 par diffraction RX	117
III.2.1	Caractérisation par diffraction RX à l'état de tôle (alliage AA5083-H321)	117
III.2.2	Caractérisation par diffraction RX de l'échantillon 0 de la poudre de l'alliage AA5083-H321	119
III.2.3	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la réponse en diffraction des rayons X de l'alliage AA5083-H321	119
III.2.4	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la densité des dislocations de l'alliage AA5083-H321	120
III.2.5	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur le paramètre de maille des plans (hkl) de l'alliage AA5083-H321 par caractérisation de la diffraction des rayons X sous des angles rasants	121
III.2.6	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur les contraintes résiduelles du premier ordre à la surface des échantillons de l'alliage AA5083-H321) par caractérisation de la diffraction des rayons X à angles rasantes	123
III.2.7	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur le paramètre de maille du plan (422) de l'alliage AA5083-H321 par caractérisation avec la méthode standard de la diffraction des rayons X	124
III.2.8	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur les contraintes résiduelles du premier ordre à la surface des échantillons de l'alliage AA5083-H321 par caractérisation avec la méthode standard de la diffraction des rayons X	125
III.2.9	Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la texture de l'alliage AA5083H321	126
III.3-	Caractérisation mécanique de l'alliage AA5083-H321	129
III.3.1	Essai de traction	130
III.3.1.1	Présence de l'effet PLC dans l'alliage utilisé (AA5083-H321)	131
III.3.1.2	Effet du taux de déformation par le laminage à froid sur le type et l'intensité des instabilités d'oscillation PLC	132
III.3.1.3	Effet du taux de déformation par laminage à froid sur le degré d'hétérogénéité	133
III.3.1.4	Variation de la longueur du palier de l'effet Portevin le Chatelier en fonction de la direction et du taux de réduction lors du laminage à froid	133
III.3.1.5	Effet du recuit intermédiaire au laminage à froid sur le type et l'intensité des instabilités d'oscillation PLC	134
III.3.1.6	Effet du temps de recuit intermédiaire lors du laminage à froid sur le degré d'hétérogénéité	135
III.3.1.7	Effet du recuit intermédiaire lors du laminage à sur la longueur du palier de Portevin le Chatelier	136
III.3.1.8	Effet du taux de déformation par laminage à froid sur les propriétés mécaniques	137
III.3.1.8.1	L'effet sur la limite élastique et la résistance à la traction	137
III.3.1.8.2	L'effet sur le coefficient d'érouissage	138
III.3.1.8.3	L'effet sur le coefficient l'anisotropie	139
III.3.1.8.4	L'effet sur le coefficient d'anisotropie normale	141
III.3.1.8.5	L'effet sur le coefficient d'anisotropie planaire	141
III.3.1.9	Effet du recuit intermédiaire lors du laminage à sur les propriétés mécaniques	142
III.3.1.9.1	Effet sur la limite d'élasticité et la résistance à la traction	142
III.3.1.9.4	Effet sur le coefficient d'érouissage	143
III.3.1.9.4	Effet sur le coefficient d'anisotropie	144
III.3.1.9.5	Effet sur le coefficient d'anisotropie normale	145
III.3.1.9.6	Effet sur le coefficient d'anisotropie planaire	146

III.3.1.10 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la ductilité du matériau.....	147
III.3.2 Résultats de l'essai de microdureté.....	147
III.3.2.1 L'effet du taux de laminage sur la microdureté Vickers.....	147
III.3.2.2 Effet du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid sur la microdureté Vickers.....	148
III.3.2.1 Après le taux de réduction primaire.....	148
III.3.2.2 Après le taux de réduction final.....	148
III.3.3 Résultats de l'essai de spectroscopie mécanique isotherme (à 25°C).....	149
III.3.3.1 Effet du laminage à froid sur le frottement interne.....	150
III.3.3.2 Effet du recuit intermédiaire sur le frottement interne.....	151
III.3.3.3 Effet du laminage à froid sur le module en torsion.....	153
III.3.3.3 Effet du recuit intermédiaire sur le module en torsion.....	155
III.4. Résultats des essais électrochimiques.....	157
III.4.1 Potentiel de corrosion libre en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	157
III.4.1.1 Echantillon 0.....	157
III.4.1.2 Effet du laminage à froid.....	158
III.4.1.2.1 Echantillon 3.....	158
III.4.1.2.2 Echantillon 10.....	158
III.4.1.2.3 Echantillon 11.....	159
III.4.1.3 Effet du recuit intermédiaire au laminage à froid.....	160
III.4.1.3.1 Echantillon 5.....	160
III.4.1.3.2 Echantillon 6.....	160
III.4.1.3.3 Echantillon 7.....	161
III.4.1.4 Potentiels de corrosion de tous les échantillons.....	162
III.4.1.5 Effet de la présence d'une fissuration.....	163
III.4.1.5 Effets mémoire des traitements thermomécaniques et des prétraitements de l'échantillon 0.....	164
III.4.2 Essais potentiodynamique (Courbes intensité-potentiel).....	165
III.4.2.1 Echantillon 0.....	165
III.4.2.2 Effet du laminage à froid.....	167
III.4.2.2.1 Echantillon 3.....	168
III.4.2.2.2 Echantillon 10.....	169
III.4.2.2.3 Echantillon 11.....	170
III.4.2.3 Effets du recuit intermédiaire au laminage à froid.....	171
III.4.2.3.1 Echantillon 5.....	172
III.4.2.3.2 Echantillon 6.....	172
III.4.2.3.3 Echantillon 7.....	173
III.4.2.3.4 Effets du laminage à froid et du recuit intermédiaire au laminage à froid sur la résistance à la polarisation (résultats obtenus à partir des essais potentiodynamique).....	174
III.4.3 Essais de spectroscopie d'impédance électrochimiques.....	174
III.4.3.1 Essais de spectroscopie d'impédances électrochimiques effectuées sur l'échantillon 0.....	174
III.4.3.1.1 En absence d'oxygène préparé par polissage mécanique (face du laminage).....	174
III.4.3.1.2 En absence d'oxygène préparé par décapage électrochimique (face du laminage).....	180
III.4.3.1.3 En présence d'oxygène préparé par polissage mécanique (face du laminage).....	186
III.4.3.1.4 En présence d'oxygène préparé par décapage électrochimique (face du laminage).....	189
III.4.3.1.5 Face perpendiculaire à la face du laminage en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	194
III.4.3.1.6 Résumé des caractéristiques électrochimique de l'échantillon 0.....	199
III.4.3.1.7 Echantillon 3 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	201

III.4.3.1.8 Echantillon 10 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	203
III.4.3.1.9 Echantillon 11 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	206
III.4.3.1.10 Courbes globales montrant l'effet du laminage à froid.....	208
III.4.3.1.11 effet du laminage à froid sur les caractéristiques électrochimiques.....	210
III.4.3.1.12 Echantillon 5 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	211
III.4.3.1.13 Echantillon 6 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	213
III.4.3.1.15 Echantillon 7 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.....	215
III.4.3.1.1.5 Courbes globales montrant l'effet du laminage à froid.....	217
III.4.3.16 Effet du recuit intermédiaire sur les caractéristiques électrochimiques.....	218
III.5 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimiques après traitements thermomécaniques.....	219
III.5.1 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimique après le laminage à froid sans recuit intermédiaire.....	219
III.5.2 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimique après le laminage à froid avec recuit intermédiaire.....	220
III.6 Conclusion.....	220
CHAPITRE IV : MODELISATION DE LA CINETIQUE DE LA CORROSION (EIS) ET APPROCHE DU CIRCUIT ELECTRIQUE DE L'ALLIAGE AA5083-H321 (DANS UNE SOLUTION DE 3% DE NaCl)	223
IV.1 ETUDE DE SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCES ELECTROCHIMIQUES DES ALLIAGES D'ALUMINIUM.....	224
IV.2 CONDITIONS D'UTILISATION ET LIMITES DE LA SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE ELECTROCHIMIQUES.....	226
IV.3 DEMARCHE A SUIVRE POUR L'ANALYSE DES SPECTRES D'IMPEDANCES.....	226
IV.4 LE CONCEPT.....	227
IV.4.1 Les éléments et leurs significations physiques.....	228
IV.4.1.1 Résistance.....	228
IV.4.1.2 Condensateur.....	228
IV.4.1.3 CPE.....	228
IV.4.1.4 Élément (Warburg).....	228
IV.4.1.5 Diffusion Finie.....	228
IV.5 LES TYPES DE CIRCUITS EQUIVALENTS DE L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES POSSEDANTS UN SENS PHYSIQUE PROPOSES DANS LA LITTERATURE.....	229
IV.5.1 Circuits équivalent de l'aluminium pur.....	229
IV.5.1.1 Le circuit le plus simple (cas d'une surface homogène).....	229
IV.5.1.2 Circuit pour le cas d'une Surface hétérogène.....	229
IV.5.1.3 Circuit équivalent pour une corrosion par piqûre d'aluminium.....	230
IV.5.1.4 Chemin électronique.....	233
IV.5.1.5 Chemin des ions.....	233
IV.5.1.6 Surface ayant subie une corrosion par piqûre.....	233
IV.5.2 Circuits équivalent proposés dans la littérature pour les alliages d'Aluminium-Magnésium.....	234
IV.5.2.1 Circuit équivalent proposé J.R. Scully.....	234
IV.5.2.2 Circuits proposés par K.Djafarzadeh.....	235
IV.5.2.3 Circuits proposés par A.Aballe et al pour simuler les impédances des échantillons d'aluminium Al-Mg (5083) (la surface d'essai est de 7,5 cm ²).....	236
IV.5.2.4 Circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al.....	236
IV.5.2.5 Circuits proposés Ladislav Vrsalović pour l'alliage aluminium-magnésium à 2,5% de magnésium.....	237
IV.6 Modélisation des impédances de l'alliage 5083 Modèle des équations de la cinétique de la corrosion proposé par L.Legrand.....	238
IV.6.1 Modélisation des impédances par méthode des restes.....	238
IV.6.2 modélisation par la méthode de dissolution de l'aluminium.....	238
IV.6.2.1 Les hypothèses suivantes ont été prises en considération.....	240
IV.6.2.2 L'impédance de la dissolution de l'aluminium.....	240

IV.6.2.3 circuit électrique du modèle de dissolution de l'aluminium.....	242
IV.6.2.4 Modélisation des courbes impédances de l'alliage 5083 par le modèle de cinétique de dissolution de l'aluminium.....	242
IV.7 Modélisation par des circuits électriques équivalents déduits a partir de l'allure des diagrammes expérimentaux des impédances.....	245
IV.7.1 Modèle dérivée de la construction par partie du circuit électrique	246
IV.7.1.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.....	246
IV.7.1.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.....	251
IV.7.1.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.....	254
IV.7.2 Modélisation avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al.....	258
IV.7.2.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.....	258
IV.7.2.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.....	262
IV.7.2.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.....	265
IV.7.3 Modélisation de l'impédance avec le circuit électrique équivalent inspiré de celui proposé par J.R.Scully.....	269
IV.7.3.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence.....	270
IV.7.3.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.....	274
IV.7.3.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.....	279
IV.CONCLUSION.....	284
CONCLUSION...ET PERSPECTIVES.....	286
CONCLUSION GENERALE	287
PERSPECTIVES.....	289
ANNEXE.....	290

Nomenclature des symboles latins

Chapitre I :

- r_i : Coefficient de Lanckford dans la direction i
- r_n : Coefficient d'anisotropie normale
- Δr : Coefficient d'anisotropie planaire
- Q^{-1} : Frottement interne
- K_1 : Constante de ressort
- I : Moment d'inertie
- f : Fréquence de vibration en (Hz)
- K : Constante de proportionnalité dans le domaine élastique
- n : Coefficient d'écroutissage

Chapitre II :

- a : Air moyen du grain
- d_m : Taille moyenne des grains ou diamètre moyen des grains
- \bar{L} : Longueur moyenne d'intersections
- G : Grosseur du grain
- M : Numéro d'image type la plus proche
- I : Courant mesuré en (A)
- I^* : Courant corrigé de diffusion en (A)
- I_L : Courant du palier de diffusion en (A)
- I_{Corr} : Courant de corrosion en (A)
- V : Potentiel de corrosion en (V)

- A : Masse atomique du métal exprimé en g/ mole
- j : Densité de courant de corrosion A/cm²
- n : Valence du métal
- W : Pulsation du courant sinusoïdal en (1/Hz)
- f : Fréquence du courant sinusoïdal en (Hz)
- Z : Impédance électrochimique en (Ohms)
- Z_{re} : Impédance électrochimique réel en (Ohms)
- Z_{im} : Impédance électrochimique réel en (Ohms)
- E : Module de Young

Chapitre IV :

- b_i : Coefficient d'activité de la réaction
- J : Densité du courant en (mA)
- F : Faraday en (Coulomb)
- Z_F : Impédance Faradique en (Ohms)
- Z₁ : Impédance inductive en (Ohms)
- Z₂ : Impédance capacitive en (Ohms)
- Z_F⁻¹ : Admittance Faradique en (Ohms)
- Z₁⁻¹ : Admittance inductive en(Ohms)
- Z₂⁻¹ : Admittance capacitive en (Ohms)
- R_t : Résistance de transfert de charges en (Ohms)

Nomenclature des symboles grecs

Chapitre I :

$\varepsilon_2, \varepsilon_3$: Les déformations en directions respectivement de largeur et de l'épaisseur.

δ : Décrément logarithmique.

ω_R : Pulsation de résonance en (1/Hz)

ω : pulsation en (1/Hz)

θ : Rotation angulaire en (degré)

$\dot{\theta}$: Vitesse angulaire en (degré/s)

$\ddot{\theta}$: Accélération angulaire en (degré/s²)

$\tan\varphi$: Capacité d'amortissement

ψ : Déphasage angulaire

ε : Déformation vraie

σ : Contrainte vraie

Chapitre II :

θ : Angle de diffraction

λ : Longueur d'onde des rayons X

ε_{hkl} : la déformation dans la direction

$\varepsilon_{xx}, \dots, \varepsilon_{zz}$: composantes du tenseur de déformation

γ : Coefficient de Poisson

γ_c : Vitesse de la corrosion

Φ_1 : Angle de déphasage entre l'impédance réel et l'impédance imaginaire

ρ : Masse Volumique g/cm^3

Chapitre IV :

β : Taux de couverture maximal des atomes métalliques à la surface de l'électrode

θ_1, θ_2 : Taux de couverture de l'aluminium adsorbé

INTRODUCTION

Introduction

L'élément aluminium a été découvert en 1825. **C'est l'élément métallique le plus présent** à la surface de la terre. En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2 % environ de celle des aciers. Cependant, ce métal (et ses alliages) arrive en seconde position lorsque l'on parle de l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable. Les conductivités électrique (62 % de celle du cuivre, sa résistivité augmente avec la température, l'aluminium devient supraconducteur près de la température zéro absolu) et thermique de ce matériau sont élevées, le pouvoir réflecteur de l'aluminium poli est excellent et varie avec la longueur d'onde (dans le spectre visible est de l'ordre de 85 à 90 %, seul l'argent peut faire mieux) et le pouvoir émissif de l'aluminium revêtu de sa couche naturelle d'oxyde est très faible, de l'ordre de 5% du corps noir à l'état poli (cette propriété est utilisée en isolation). De plus, sa masse volumique de $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$ en fait un matériau léger et de ce fait très intéressant, notamment pour des applications dans le secteur de l'aéronautique. Néanmoins, l'utilisation de l'aluminium pur reste limitée en raison de ses propriétés mécaniques médiocres (par exemple, pour l'aluminium à 99,5 % : $R_{p0.2} = 10\text{-}20 \text{ MPa}$, $R_m = 70\text{-}80 \text{ MPa}$, $A \% = 50\text{-}60$ et $E = 65\text{-}70 \times 10^3 \text{ MPa}$).

Ainsi, il apparaît intéressant et nécessaire de développer des alliages d'aluminium ; le choix des éléments d'additions se fait dans le but d'obtenir une amélioration de certaines caractéristiques par rapport aux propriétés de l'aluminium pur. Il existe de nombreux domaines d'applications pour ces alliages, tels que, l'industrie automobile, d'industrie aéronautique, du bâtiment, navale et agro-alimentaire et de nombreuses nuances ont donc été développées afin de satisfaire les caractéristiques requises. Néanmoins, la modification de la composition chimique d'un alliage dans le but d'améliorer une performance donnée s'accompagne souvent d'une chute en ce qui concerne une autre propriété. Il est alors essentiel d'adopter un compromis : par exemple, entre de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion.

En matière de sécurité les alliages d'aluminium possèdent « un atout » très important car il présente une excellente capacité d'absorption d'énergie lors de collisions.

En outre, 90% des alliages d'aluminium d'équipement hors d'usage sont recyclé, car l'aluminium se recycle sans perte de propriétés. Les déchets en aluminium ont une valeur économique et une filière propre.

Ces dernières années les normes ont imposé aux constructeurs et aux industriels dans les secteurs suscités de faire une réduction des émissions en fumées de combustion, émis par leurs produits et de développer les conditions de sécurité pour les occupants du corps de ces produits et de faire une réduction de la consommation en combustible. Pour réaliser ces demandes, l'industrie dans ces secteurs a fait des efforts pour élever l'efficacité et diminuer le poids du produit, les alliages aluminium-magnésium sont convoités afin d'assurer cette fonction.

Les alliages d'Al-Mg sont des alliages à durcissement par écrouissage, ils sont destinés à travailler dans des conditions de température et de déformation très sévères. Par conséquent, leurs propriétés peuvent changer au cours de leurs mises en forme et utilisations.

L'obtention d'alliages d'aluminium-magnésium dont les propriétés de résistance mécanique et résistance à la corrosion adéquates, nécessite des connaissances exactes et précises, des phénomènes et processus se déroulant lors de leurs, élaboration, traitements, mises en forme ainsi que leurs utilisations.

L'objectif de notre travail est l'étude par la caractérisation physico-chimique du comportement des alliages Al-Mg, après le laminage et le recuit subi dans l'industrie de provenance et après laminage et le recuit subi au laboratoire, l'étude de l'effet du vieillissement, de la recristallisation et de l'écrouissage de l'alliage d'Al-Mg sur l'évolution de la structure, des propriétés mécanique et de la corrosion afin de trouver les conditions thermomécaniques répondent très bien au compromis entre de bonnes propriétés mécaniques (une plus grande résistance mécanique et une capacité à se déformer élevée) et une bonne résistance à la corrosion.

Pour approcher cet objectif nous avons caractérisé un alliage d'aluminium-magnésium non saturé en magnésium, d'importantes applications et possédant de bonnes propriétés mécaniques.

L'alliage que nous avons choisi pour ce travail est l'alliage Al-4,5 Mg en poids (AA5083-H 321), car les alliages d'Aluminium-Magnésium contenant plus de magnésium (alliages saturé en magnésium) ont de bonnes résistance mécanique et soudabilité, mais une faible aptitude à la déformation et une grande susceptibilité à la corrosion localisée, tandis

que les alliages d'aluminium contenant moins de magnésium ont de faibles résistance mécanique.

Le comportement mécanique, l'endommagement et la dégradation de cet alliage dépendent, de sa constitution, de son état de contraintes internes.

Ces alliages présentent, selon leur histoire thermomécanique, une présence de particules intermétalliques continue ou discontinue aux et en dehors des joints grains. Ces particules jouent un rôle essentiel dans les processus de la dégradation mécanique et de la corrosion localisées, qui se traduit par les propriétés physiques, mécaniques et chimiques du matériau. Un autre facteur à prendre en compte est l'état de contrainte local, la forme et le voisinage des particules intermétalliques pourrait expliquer pourquoi certains joints sont les sites de la formation de fissures et se corrodent, et pas d'autres, pour des états de présence de particules intermétalliques comparables.

Le développement d'un alliage aluminium-magnésium à haute limite d'élasticité est intéressant, mais un tel alliage est fragile, anisotrope et susceptible à dégradation mécanique et chimique lors de sa mise en service.

Les alliages aluminium-magnésium ont un potentiel moyen très négatif, il tend naturellement et rapidement à se passiver, donc à se protéger par une couche d'oxyde ou hydroxyde. La décomposition de la couche passive se fait par les ions halogénures qui dans la plus part des cas amorce la corrosion localisé par piqûre qui dégrade les propriétés de l'alliage.

Les premiers travaux se rapportant, à la recristallisation, l'écroutissage et le vieillissement de l'aluminium et ses alliages, ont été réalisés au moyen des techniques les plus diverses mais à notre connaissance personne à ce jour n'a parlé de la signification de l'évolution de la longueur (du nombre d'oscillation ou d'instabilités) du palier sur les courbes de traction due au phénomène de Portevin le Chatelier, ni de l'effet de l'anisotropie des propriétés physiques, vis-à-vis de la corrosion ni de l'effet mémoire des traitement thermomécanique sur la cinétique de corrosion. Il n'existe que très peu d'études reliant les propriétés mécaniques, les propriétés physiques, les phénomènes de vieillissement y compris le vieillissement dynamique, la restauration dynamique, la recristallisation dynamique, et l'écroutissage dans des alliages d'aluminium en général et les alliages d'Al-Mg en particulier à la cinétique de la corrosion.

Le laminage à froid et les traitements thermiques sont des procédés intervenant dans la mise en forme des matériaux. Mais en dehors de cela, ils servent aussi à l'amélioration des

produits métallurgiques comme les alliages d'aluminium-Magnésium destinés à l'emboutissage (profilés de véhicules, boitage etc.). Donc les qualités du produit mis en forme dépendent des propriétés initiales de l'alliage Al-Mg qui sont induites par les processus avant la mise forme, comme le laminage à froid, le recuit intermédiaire, vieillissement et vieillissement dynamique ou et de recristallisation et la recristallisation dynamique, étapes qui provoquent une évolution de la structure métallurgique du métal et de sa texture qui se développe en interaction étroite avec l'histoire thermomécanique et qui va conditionner les propriétés mécaniques et chimiques finales du produit.

La mesure du frottement interne rend compte du fait qu'un solide complètement isolé, ayant acquis une certaine énergie mécanique de vibration la transforme en un temps plus au moins court en une autre forme d'énergie (chaleur par exemple) cette transformation irréversible d'énergie provoque l'amortissement de l'amplitude de la vibration mécanique et cet amortissement caractérise le frottement interne. Une caractérisation par le frottement intérieur renforce l'étude de l'effet des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécanique et chimique.

Nous avons déterminé:

- Les contraintes internes résiduelles, la texture et la densité des dislocations par diffraction des rayons.
- Les valeurs des propriétés mécaniques (dureté, résistance à la traction, élasticité, coefficients d'écroutissage, de l'alliage AA 5083-H321) dans les directions du laminage, transversale au laminage, et 45° par rapport la direction du laminage, les valeurs du coefficient d'anisotropie, coefficient d'anisotropie planaire, et coefficient d'anisotropie normale.
- L'évolution de la taille et de la forme des grains (représentant la phase mère), de la taille et de la forme et le nombre des particules intermétalliques (représentant les autres phases), et nous avons analysé la composition et la répartition de ces particules intermétalliques.
- Les valeurs du frottement intérieur, du module d'élasticité arbitraire en torsion par la technique de spectroscopie mécanique (dans le domaine de fréquences variant de 10^{-4} Hz à 10^3 Hz), dans les directions du laminage, transversale au laminage et 45° par rapport au laminage.

Nous avons étudié la corrosion après immersion des tôles dans une solution aqueuse de chlorure de sodium à 3% en masse aérée désaérées à la température ambiante, par le suivi du potentiel de la corrosion libre, des courbes intensité-potentiel et par la spectroscopie

d'impédance électrochimique dans un domaine de fréquence variant de 20kHz- à 1mHz, sur la surface du laminage et sur la surface perpendiculaire au laminage et nous avons observé la morphologie de la corrosion par microscopie optique et microscopie électronique à balayage en fonction du taux de réduction par le laminage à froid et le temps de maintien lors du recuit intermédiaire.

Nous avons tenté de modéliser la cinétique de corrosion de cet alliage par le logiciel ZSIMWIN3.21, par les équations de la cinétique de dissolution de l'aluminium proposées par L.Legrand et al, et par la décomposition des courbes d'impédance électrochimiques en plusieurs parties.

Le premier chapitre, représente une étude bibliographique, nous avons présenté synthétiquement les propriétés physiques et chimiques des alliages à base d'aluminium en général et des alliages Aluminium-Magnésium en particulier, le comportement de ses alliages aux sollicitations mécaniques et à la corrosion, les effets des traitements thermiques et mécaniques sur ses alliages et l'évolution de leurs propriétés structural en fonction de contraintes mécaniques et chimiques.

Le deuxième chapitre, présente le matériau étudié et les techniques expérimentales de caractérisation utilisées.

Le troisième chapitre présente l'influence des traitements thermomécaniques sur caractérisations structurales, mécaniques et chimiques de l'alliage 5083-H321.

Le quatrième chapitre présente les résultats de la modélisation de la cinétique de corrosion de l'alliage 5083-H321.

Nous avons terminé le travail par une conclusion et les perspectives futures.

CHAPITRE I

ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

CHAPITRE I: L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

Même si, à l'heure actuelle, l'industrie lance de nombreux travaux de recherche autour des matériaux composites, les alliages métalliques et notamment les alliages d'aluminium, restent incontournables. Dans l'objectif de réaliser de nouveaux alliages répondant à des critères de durabilité toujours plus drastiques, une compréhension approfondie des mécanismes d'endommagement est indispensable. Les alliages d'aluminium de la série 5000 sont largement utilisés pour des applications mécaniques, navales, aéronautiques, automobiles et alimentaires. La microstructure de ces alliages sera détaillée, ainsi que les aspects généraux concernant les propriétés mécaniques et chimiques. Les techniques de la caractérisation structurale, mécanique et chimique permettent d'avoir accès au comportement global du matériau.

I.1- GENERALITES SUR L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES.

Dans ses principales applications, l'aluminium est utilisé sous forme d'alliages, l'ajout des éléments d'additions augmente sa résistance mécanique, mais souvent au détriment d'autres propriétés. Pour trouver le meilleur compromis entre les propriétés pour un usage donné, les métallurgistes n'agissent pas uniquement sur la composition de l'alliage, mais aussi sur les traitements thermiques ou Thermomécaniques auxquels le matériau est soumis lors de sa mise en forme et son utilisation [DIN05], [VAR99].

Les éléments d'alliage les plus courants sont le Magnésium, le Silicium, le Cuivre, le Manganèse et le Zinc, seuls ou en combinaison. Les teneurs sont en général de l'ordre de quelques pourcents %. Il existe plusieurs centaines d'alliages commerciaux.

On distingue deux grandes catégories d'alliages d'aluminium :

I.1.1. Les alliages de corroyage.

Obtenus par (corroyage = déformation à chaud), coulés en plaques ou billettes puis transformés à chaud par laminage, filage, forgeage, matriçage...

Les principales propriétés requises de ces alliages sont, selon les applications :

- Résistance mécanique

- Ductilité
- Résistance à la propagation des fissures
- Résistance à la fatigue (efforts alternés)
- Résistance aux multiples formes de corrosion
- Conductibilité électrique [HAT84], [BAI00].

1.1.2. Les alliages de moulage.

Obtenus par coulés dans des moules d'où sortent des produits (presque) finis. Ils ne subissent donc pas de déformation importante mais doivent présenter, selon les applications, certaines des autres propriétés ci-dessus, et aussi d'autres qualités bonnes telles que coulabilité, retrait faible à la solidification, aucune formation de criques... une grande part des alliages de moulage provient de métal recyclé refondu [BAI00], [MIL00].

Les traitements thermiques et la déformation, agissent sur les propriétés physico-chimiques des alliages en modifiant la microstructure, la texture et les contraintes internes résiduelles. Ceci par une dispersion des éléments d'alliages dans le réseau de la matrice, par formation de fines particules intermétalliques avec les éléments d'additions, par recristallisation et restauration, création ou éliminations des différents défauts dans le matériau etc.... [HAT84], [BAI00].

Le développement des applications de l'aluminium et ses alliages, la croissance régulière de sa consommation, s'expliquent par plusieurs propriétés qui sont autant décisive dans le choix des utilisateurs, en particulier pour le transport, le bâtiment, l'industrie électrique et l'emballage [DIN05], [VAR99], [HAT84], [BAI00], [MIL00], [PAY01], [REB87].

1.1.3 Diversité des alliages d'aluminium.

Les progrès permanents de la métallurgie de l'aluminium ont abouti à proposer une gamme étendue de nuances, bien adaptées aux utilisations envisagées.

Les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature rigoureuse et complexe. Ainsi le métal pur non allié constitue la série 1000 et les autres séries dépendent de la nature des éléments d'alliages principal (2000 pour le Cuivre, 3000 pour le Manganèse, 4000 pour le Silicium, 5000 pour le Magnésium, 6000 pour le Silicium et le Magnésium, 7000 pour le Zinc) [VAR99], [AME67].

D'une famille à une autre les propriétés caractéristiques sont très variables : les alliages de la famille **5000** sont soudables résistants à la corrosion tandis que ceux de la famille 2000 ont des caractéristiques mécaniques plus élevées, mais sans possibilité de soudage par les procédés classiques, et avec une sensibilité marquée à la corrosion atmosphérique [DIN05], [HAT84], [AME67].

Les alliages de la série 3000 se caractérisent par :

- Une résistance mécanique faible mais qui peut être augmentée par écrouissage, ou addition de Magnésium,

- une bonne aptitude à la mise en forme, au soudage et au brasage,

- une excellente résistance à la corrosion dans les conditions normales d'utilisation [DIN05], [VAR99], [PAY01], [REB87].

I.1.4 Atouts de l'aluminium.

I.1.4.1 Légèreté.

L'aluminium est léger et de plus présente des caractéristiques mécaniques très élevées telles que (sa bonne plasticité tant que métal, et sa résistance à la traction qui se rapproche de celle des aciers lorsqu'il est allié à d'autres éléments). Il constitue de ce fait 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé dans les transports terrestres rapides (TGV) et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile. Bien qu'en tonnage, la production de l'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, ce métal et ses alliages qui en dérivent arrivent en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'expérience montre que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier inoxydable [DIN05], [AME67].

I.1.4.2 Conductivité électrique et thermique.

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cette raison qu'on le retrouve de plus en plus utilisé pour les lignes hautes tension.

A l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple sa présence dans les dispositifs de refroidissement [DIN05], [BAI00], [MIL00], [AME67].

I.1.4.3 Tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, industriel. L'aluminium est utilisé de façon courante par les architectes, aussi bien dans les édifices publics (grande arche de la défense, pyramide de Louvre) que pour les habitations individuelles. Toute en offrant de nombreuses possibilités de formes et de traitements de surface, les structures de bâtiments en aluminium traité demandent peu d'entretien et résistent bien au cours du temps. Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis un développement des applications de l'aluminium dans le bâtiment. Les utilisateurs disposent ainsi :

- d'une durée de vie des équipements accrue. Il n'est pas rare de trouver intacts des toitures, des bardages, des équipements de portes, des bateaux..., vieux de plusieurs décennies [DIN05], [VAR99], [REB87], [AME67].

- d'un entretien facile, même sans protection ad hoc (pentures et anodisation).

- d'une esthétique pérenne. Les produits de corrosion de l'aluminium sont blancs et propices à traitements de coloration. [DIN05], [VAR99].

I.1.4.4 Aptitudes aux traitements de surfaces.

Les traitements de surfaces sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels : [HAT84], [BAI00].

a) la protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle » est jugée insuffisante,

- b) la pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement,
- c) la modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle,
- d) la décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire,

I.1.5.5 Aptitudes au soudage.

Le soudage peut être employé avec les séries 1000, 3000, 4000, **5000**, 6000 et sur certains Alliages de la série 7000 [HAT84], [BAI00], [AME67].

Il demande une absence d'oxygène. Les procédés TIG, MIG, plasma, laser et faisceau d'électrons peuvent être utilisés. Le produit d'apport choisi doit éviter les risques de fissuration à chaud [BAI00], [AME67].

Le brasage sous flux est réservé aux séries 1000, 3000, **5000** et à quelques alliages de la série 6000 [BAI00].

I.1.4.6 Le recyclage.

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. La refusion de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir d'un minerai.

L'expérience montre que les déchets d'aluminium ont une valeur marchande supérieure à celle des ferrailles car une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite, En évitant l'étape de l'électrolyse qui réclame beaucoup d'énergie, on évite les rejets polluants qui lui sont associés. L'aluminium est quasiment recyclable à l'infini sans perdre ses qualités [DIN05], [VAR99], [HAT84], [BAI00], [AME67].

I.1.4.7 Propriétés mécaniques.

L'aluminium commercialement pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques faibles. On peut toutefois améliorer considérablement ces propriétés par écrouissage, par addition d'éléments d'alliage ou par traitements thermiques, selon les cas. L'aluminium et ses alliages ont une structure cristalline cubique à faces centrées. Ils font donc preuve, à l'état recuit, d'une excellente ductilité par rapport aux aciers [HAT84], [BAI00].

L'aluminium a une température de fusion relativement basse, d'environ 660°C. Il en résulte une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. Sa ductilité à l'état solide permet de l'usiner facilement. Il ne crée pas d'étincelles. En outre, l'aluminium est un matériau relativement élastique mais peu malléable. Sa rigidité permet d'avoir des structures tubulaires et profilées (application en robotique, en aviation et en cyclisme) [HAT84], [BAI00].

I.1.4.7.1 La résistance mécanique de l'aluminium.

Les propriétés mécaniques de l'aluminium sont bien différentes de celles de l'acier. Parmi les principales différences avec l'acier notons l'élasticité (module de Young) et la densité qui sont trois fois moins élevées. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. C'est pourquoi il est important de bien connaître les limites du matériau avant de l'utiliser [HAT84], [BAI00].

Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés. En premier lieu, il faut retenir ce paradoxe : « Plus on soude l'aluminium, plus on l'affaibli ».

Cette situation se produit en raison d'un changement des propriétés métallurgiques de l'aluminium de base dans la zone thermiquement affectée (ZAT). Les propriétés mécaniques de l'aluminium soudé sont durement touchées puisqu'il y a 40% de perte en limite d'élasticité pour l'alliage **5083** par exemple [HAT84], [BAI00].

I.1.5 Les domaines d'applications de l'aluminium et ses alliages.

I.1.5.1 Dans le domaine de l'automobile.

Sa légèreté permet de réduire la consommation et les émissions de carburant. Son utilisation réduit le bruit et les vibrations. Son absorption de l'énergie cinétique fait que, dans un accident, une grande partie du choc est absorbé par la structure en aluminium, et non par les occupants du véhicule. L'aluminium ne rouille pas comme l'acier. La longévité d'une pièce en aluminium est trois à quatre fois supérieure à celle de l'acier. Sur de petits véhicules, le poids de la structure en aluminium peut être jusqu'à 45% moins important qu'une structure en acier [MIL00].

I.1.5.2 Dans le domaine de l'aérospatiale.

L'aluminium est très présent du fait surtout de sa légèreté. Il permet d'économiser le carburant, de réduire les émissions et d'augmenter la charge utile d'un avion [AME67].

I.1.5.3 Dans le domaine du transport ferroviaire.

Il est utilisé pour les mêmes raisons que précédemment : son poids (sur un wagon, on économise 10 tonnes) et sa tenue à la corrosion (permet de transporter du soufre, et tout autre produit corrosif [VAR99], [AME67]).

I.1.5.4 Dans le domaine marin.

Des alliages d'aluminium ont été développés, et aujourd'hui, 50% des moteurs hors-bords sont fait d'aluminium. Une coque en aluminium peut tenir plus de 30 ans sans donner de signe de fatigue. Le peu d'entretien que demande ce matériau est une raison de son utilisation dans ce domaine [VAR99], [AME67].

I.1.5.5 Dans le domaine de l'Alimentation.

Boîtes de conserves, papier aluminium, canettes, barquettes, ustensiles de cuisine. Cependant, l'aluminium en cas d'ingestion importante peut parfois avoir des effets néfastes pour le système nerveux. Il a été reporté que des personnes exposées à des taux élevés d'aluminium (comme celles qui reçoivent des traitements de dialyse) aient développé une encéphalopathie (forme de démence) [VAR99], [AME67].

I.1.5.6 Dans le domaine de la construction.

Le poids et la polyvalence de l'aluminium font de lui un matériau idéal pour les bâtiments et les revêtements. Sa résistance à la corrosion l'exempt pratiquement d'entretien.

I.1.5.7 Dans le domaine de l'électricité.

Lignes aériennes, câbles électriques de distribution et de transport d'énergie électrique, câbles d'énergie pour usage industriel. L'aluminium est en particulier adapté à cette utilisation en raison de sa conductivité électrique élevée, de sa base densité et sa bonne résistance à la corrosion [VAR99], [AME67], [BAI00], [PAY01].

I.1.6 Comportement physique et mécanique des alliages d'aluminium.

Les alliages d'aluminium présentent des propriétés mécaniques différentes selon le type de traitement (thermique, chimique, mécanique) qu'ils ont subi préalablement. Le fait de faire subir à un alliage d'aluminium un traitement quelconque, induit une optimisation d'une ou plusieurs de ses caractéristiques physico-chimiques. Pour comprendre pourquoi le traitement subi par l'alliage améliore certaines de ces propriétés, il est nécessaire d'étudier l'évolution des constituants de sa microstructure, sa texture et son état de contraintes internes [HAT84], [FRI64], [HIR82], [JAO08], [DIE86], [MAR00].

Les alliages d'aluminium sont composés d'un point de vue structural d'une matrice d'aluminium avec une granulométrie définie dans laquelle sont repartis, un ou plusieurs types d'autres phases sous forme de particules intermétalliques, et des défauts de structures qui peuvent être mis en évidence par microscopie, et de contraintes résiduelles internes dues à la quantité de défauts de structure existants dans le matériau qui peuvent être mis en évidence par diffraction (des rayons X et neutrons). Durant les traitements (thermiques, mécaniques, et chimiques) subis par le matériau, des changements dans la composition, la répartition et la forme des particules intermétalliques, la dimension et la forme des grains, de la texture, de l'état des contraintes internes résiduelles et des propriétés mécaniques ont lieu [HAT84], [JAO08].

I.1.6.1 Effet des éléments d'alliage

Il y a une influence considérable des éléments d'alliage d'aluminium sur les propriétés mécaniques et la microstructure liée à l'état métallurgique du matériau, des éléments en solution solide (de substitution ou d'insertion) ou des éléments présents sous forme d'une dispersion de deuxième phase [HAT84], [HON98], [LEM96], [VAR79], [POR80], [JAC].

En solution solide de substitution, certains éléments influencent l'énergie des défauts d'empilement (EDE) et donc la possibilité de créer des cellules de dislocation et de les faire évoluer ; en général ces éléments abaissent l'EDE du métal. Cela a tendance à confiner les

dislocations dans les plans de glissement et fait augmenter le taux d'écroutissage en rallongeant le stade II de formation de cellules de dislocations et en repoussant le stade III vers des contraintes ou des déformations nettement plus importantes. Des matériaux à très faibles valeurs d'EDE se déforment également par maillage, par formation de microbandes de cisaillement, voire même par transformation martensitique [HON98].

A des températures de déformation intermédiaires, les atomes de soluté sont suffisamment mobiles pour ségréger rapidement aux dislocations et l'écroutissage augmente très sensiblement. Dans ces conditions, la mobilité réduite des dislocations « décorées d'atomes de soluté » retarde la formation de cellules « propres » et, par conséquence, fait augmenter la densité des dislocations pour une déformation donnée. Cette influence sur les contraintes d'écoulement s'accompagne d'effets de déformation hétérogène à l'échelle macroscopique (bandes de Lüders, phénomène Portevin- Le Chatelier) avec des discontinuités dans les courbes d'écroutissage [HAT84], [HON98], [LEM96], [VAR79], [POR80], [JAC].

Les éléments d'alliage sous forme de précipités de deuxième phase ou plus (due soit à un vieillissement dynamique ou non) peuvent durcir le matériau de manière importante Figure (1.1). Si la limite élastique est maximale pour une dispersion fine de précipités de taille égale à 10 à 20 nm, le taux d'écroutissage dans cet état est relativement faible. Le maximum du taux d'écroutissage est atteint pour des tailles de particules proches de celles des cellules de dislocation (1 μm). Cette consolidation est plus importante pour des particules aplaties ou allongées qu'équiaxes. En particulier, les microstructures fibreuses ou lamellaires formées lors de transformations eutectiques ou eutectoïdes présentent des taux d'écroutissage élevés [HAT84], [HON98], [LEM96], [VAR79], [POR80], [JAC].

L'influence d'une deuxième phase sur l'écroutissage s'explique par son influence sur le taux d'accumulation de dislocations. Une fraction importante des dislocations doit accommoder les différences de déformation plastique locale entre les précipités (durs) et la matrice (molle). L'accumulation des dislocations autour des particules a deux effets selon la taille de celles-ci :

a) à faible taille, la multiplication des boucles de dislocations autour d'une particule crée des contraintes internes qui permettent éventuellement de cisailer la particule. Il en résulte une propagation rapide de zones cisillées favorisant une déformation localisée par bandes de cisaillement avec un taux d'écroutissage relativement faible [HAT84], [HON98], [LEM96], [VAR79], [POR80], [JAC].

b) en revanche, si la taille de la particule permet à celle-ci de résister aux contraintes locales, l'accumulation des dislocations (géométriquement nécessaires) autour de chaque

particule développe une microstructure de dislocations de forte densité avec une dimension caractéristique de la distance moyenne entre particules [HAT84], [HON98], [LEM96], [VAR79], [POR80], [JAC]. Cet effet est d'autant plus important que la deuxième phase soit répartie sous forme de disques ou de fibres [POR80].

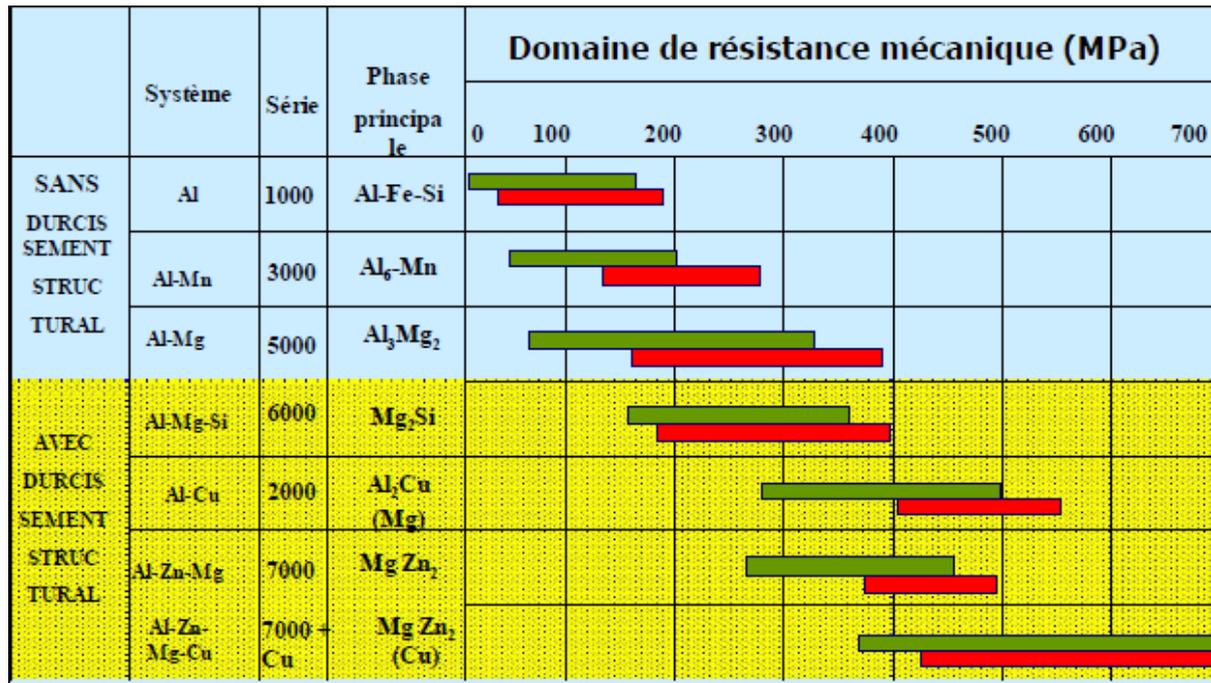


Figure (1.1) : Domaine de résistance mécanique et phases principales des alliages d'Aluminium [REB87]

L'origine principale de l'interaction entre dislocations et atomes étrangers (d'éléments d'alliage) est liée à un certains nombre d'effets dont :

I.1.6.1.1. L'effet de taille.

Une importante interaction est obtenue lorsque la différence de taille entre les rayons atomique du solvant et du soluté est élevée. Ce qui déforme fortement le réseau soit par attraction ou répulsion.

I.1.6.1.2. L'effet chimique.

Il est le résultat de l'interaction solvant-soluté qui se traduit par l'existence d'un ordre plus au moins local.

I.1.6.1.3. L'effet Suzuki.

Il consiste en un regroupement d'atomes de soluté au voisinage des défauts d'empilement, pouvant conduire au durcissement de la solution solide.

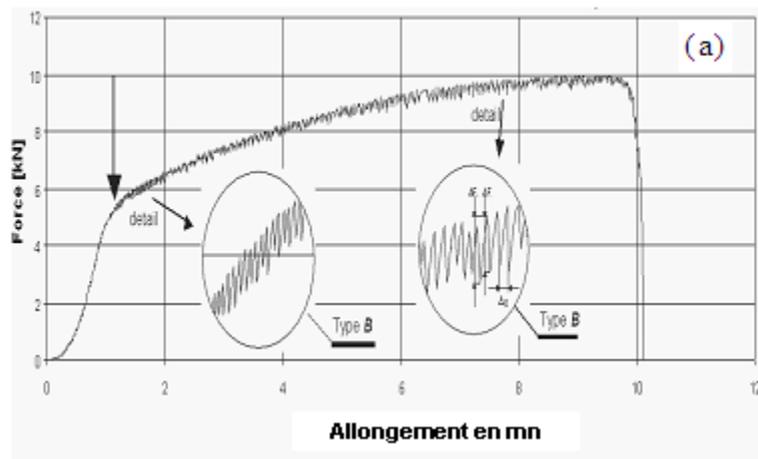
I.1.6.1.4. Atmosphère de Cottrell.

C'est un regroupement d'atomes de soluté à l'entourage des dislocations qui bloquent le déplacement de celles-ci [HAT84].

I.1.6.2 Effet Portevin - Le Chatelier.

La déformation plastique des matériaux métalliques, bien qu'hétérogène à l'échelle microscopique, est considérée généralement comme homogène à l'échelle macroscopique, cependant, à certains stades de déformation d'alliages contenant des impuretés interstitielles ou des solutés en position substitutionnelle, des instabilités peuvent apparaître conduisant à un régime de déformations localisées. L'une des instabilités souvent rencontrées est le phénomène Portevin - Le Chatelier (PLC) qui se manifeste macroscopiquement sur les courbes de traction sous forme de décrochements répétés ou de paliers successifs selon que les essais sont effectués à vitesse imposée de déformation ou de contrainte Figure (1.2), car les atomes du soluté peuvent en diffusant rattraper les dislocations qui glissent. Plus exactement, les dislocations glissent jusqu'à un obstacle ou elles s'arrêtent et sont ancrées par la diffusion des atomes du soluté, il faut alors augmenter la contrainte pour faire repartir les dislocations [ZAG96], [CHA23],[GAR08], MAC89], [KUB85],[CHI86], [BRE95][BAL01], [BHA03].

Lors d'un essai de traction à vitesse de déformation imposée constante, les instabilités PLC se caractérisent par l'apparition de sauts de contraintes typiques sur la courbe de la réponse mécanique. La déformation plastique se produisant localement et se propage sous forme de bandes visibles à la surface de l'éprouvette au cours du chargement et entraînent de fortes variations de contrainte.



Types d'instabilités	Courbe de traction	Cinématique des bandes
(b) A		<p>Propagation d'un front de bandes</p>
B		<p>Succession de bandes.</p>
C		<p>Apparition aléatoire des bandes.</p>

Figure (1.2) : Effet PLC sur une courbe de traction: représentation de l'effet PLC sur une courbe de traction (a) [OZG08], représentation des types d'instabilités sur les courbes de traction (b) [CHI86].

I.1.6.3 Vieillessement dynamique.

Le vieillissement dynamique est un vieillissement ayant lieu lors d'une déformation plastique. Le mouvement des dislocations peut favoriser une augmentation très significative de la cinétique du vieillissement pour plusieurs raisons :

- Les dislocations sont des sites de germination préférentiels de la précipitation, ainsi si elles balayent l'ensemble du matériau la germination peut être facilitée ;
- Il existe des interactions élastiques entre les dislocations et les solutés, ainsi lorsque les dislocations sont bloquées sur des obstacles (notion du temps d'attente), une ségrégation de soluté peut avoir lieu dans leur environnement, favorisant la précipitation.
- Tout simplement, le mouvement des dislocations implique un mouvement des atomes (sous forme d'une diffusion aléatoire). Ce mouvement des atomes, dans des cas favorables, peut favoriser un phénomène de précipitation [MAC89], [BRE96], [MCC72], [COT53], [YOS71], [MES95].

Inversement il est bien connu que la déformation plastique peut avoir un effet inverse sur une précipitation existante : en effet, le passage d'un grand nombre de dislocations à travers un précipité cisailable peut tout bonnement le couper en deux, et le nouveau diamètre devient inférieur au diamètre critique de précipitation, l'amenant ensuite à se dissoudre. Ce type d'argument a été utilisé de nombreuses fois pour expliquer la faible ductilité de matériau au pic de durcissement [MAC89], [BRE96], [MCC72], [COT53], [YOS71], [MES95].

Schématiquement, la précipitation dynamique (ou bien le vieillissement dynamique) est surtout associée aux déformations aux hautes températures de solutions solides sursaturées.

Le cas principal où ce type de précipitation est rencontré est le laminage à chaud, bien que le mécanisme exact soient mal connu, on sait que la déformation plastique accélère grandement dans ce cas la décomposition de la solution solide, et aboutit à la présence de précipités grossiers, peu durcissant, qui appauvrissent la solution solide, diminuant la contrainte d'écoulement [MAC89], [BRE96], [MCC72], [COT53], [YOS71], [MES95].

D'autre part, la dissolution de précipités par déformation plastique est essentiellement associée à une déformation à basses température (ambiante généralement) de précipités cisailables (généralement un état proche d'un maximum de durcissement, T6 pour les alliages

d'aluminium). Dans ce cas, la sursaturation est presque inexistante, la diffusion est lente, et le phénomène de cisaillement domine sur celui de précipitation [BRE96], [MCC72], [COT53], [YOS71], [MES95].

Cependant, il existe un cas intermédiaire qui a été jusqu'à ici peu étudié : la déformation à basse température d'une solution solide sursaturée. Une application pratique de cette situation est par exemple le détensionnement des tôles d'alliages d'aluminium à durcissement structural, trempées depuis la température de mise en solution. Dans certains cas (alliages contenant du Mg) qui est notre cas, il est bien connu que la diffusion des solutés en présence de déformation plastique est significative : elle se traduit par l'effet Portevin - Le Chatelier.

Nous nous intéressant au vieillissement dynamique, et de son influence sur les propriétés mécaniques et chimiques [MAC89], [BRE96], [MCC72], [COT53], [MES95].

I.1.6.4 L'anisotropie.

Les comportements physiques chimiques et mécaniques sont généralement anisotropes (dépendance de la réponse vis-à-vis de la direction), propriétés découlant de la construction anisotrope du matériau, elle-même étroitement reliée à l'hétérogénéité de sa microstructure. Cependant, lorsque la microstructure présente certains éléments de symétrie, il en est de même de l'anisotropie et de la loi de comportement correspondant doit respecter ces éléments de symétrie.

L'origine de l'anisotropie du comportement mécanique d'un matériau ne peut se déterminer sans l'analyse de l'hétérogénéité de sa microstructure. Si l'on décompose celle-ci en éléments homogènes, l'anisotropie macroscopique résulte d'une anisotropie élémentaire, qui est celle des éléments homogènes de la microstructure, et d'une anisotropie d'organisation, attachée à l'agencement spatial de ces éléments homogènes, ainsi que la composition de ces deux formes d'anisotropie [MOU86], [BEN00], [OZG08].

I.1.6.4.1 Anisotropie élémentaire.

L'anisotropie élémentaire est déterminée par l'anisotropie des mécanismes de déformations, elle-même liée à l'anisotropie de la structure interne des éléments.

L'anisotropie des liaisons interatomiques, moléculaire, électroniques... se traduit par celles des modules et des complaisances d'élasticités (C_{ijkl}, S_{ijkl}) : ainsi le module de Young d'un cristal dépendant de l'orientation par rapport au réseau cristallin.

L'anisotropie du glissement cristallographique, ne pouvant se réaliser que sur certains plan et/ou certaines directions cristallographiquement déterminées ; anisotropie d'écroutissage à travers celles des interactions entre familles de défauts ou entre système de glissement, anisotropie du maillage ou de la diffusion... [MOU86], [BEN00], [OZG08].

I.1.6.4.2 Anisotropie d'organisation.

L'anisotropie d'organisation résulte de l'hétérogénéité de la microstructure. On peut en distinguer de diverses sortes :

Anisotropie de forme (ou morphologie) : influence de la forme des grains cristallins, des inclusions, des cavités, des domaines de phase..., dont l'écart à l'isotropie (forme sphérique) détermine une contribution spécifique à l'anisotropie résultante.

Anisotropie d'orientation (n'existe que dans la mesure où les éléments ont eux même un comportement anisotrope ou une forme non sphérique) : distribution non isotrope des orientations cristallographiques (textures), orientations préférentielles d'inclusions, de pores, de microfissures... [MOU86], [BEN00], [OZG08].

Anisotropie de répartition : liée à la distribution spatiale des éléments de la microstructure (bandes de phase dans l'autre, structure lamellaire, composites orientés, alignement ou ségrégations d'inclusions...).

Il faut y ajouter des mécanismes spécifiques de déformations, liés à l'organisation relative des éléments : glissement aux joints des grains, décohésion aux interfaces, ... [MOU86], [BEN00].

I.1.6.4.3 Remarques.

En plus de l'anisotropie initiale, on doit se préoccuper de sa modification avec la déformation, cette anisotropie induite étant principalement déterminée par les modifications de l'organisation de la microstructure et de l'anisotropie correspondante.

La combinaison des deux sources précédentes d'anisotropie détermine les caractères de l'anisotropie résultante. Ainsi, un agrégat isotrope de cristaux anisotropes aura un comportement global isotrope. Inversement, une organisation anisotrope de composants (hétérogènes) individuellement isotropes sera responsable d'un comportement résultant anisotrope.

L'anisotropie traduisant une dépendance des propriétés avec l'orientation, les rotations prennent une importance toute particulière.

La restriction des sollicitations isotropes peut masquer l'anisotropie du comportement : ainsi, un état de contraintes sphérique (pression hydrostatique) ne permet pas de révéler l'anisotropie de l'élasticité d'un cristal cubique (ou même d'un agrégat de tels cristaux) [MOU86], [BEN00].

I.1.6.4.4. Etude de l'anisotropie.

L'anisotropie des tôles d'aluminium est induite par les procédés du laminage, elle entraîne des défauts lors de l'opération de mise en forme des pièces par déformation. Dans le travail présenté ici on a une étude phénoménologique de cette anisotropie sur les tôles de l'alliage AA5083-H321. Au cours du laminage des alliages d'aluminium-magnésium, tous les paramètres susceptibles d'avoir une incidence sur la répartition des constituants insolubles dans le métal et sur la déformation des grains du métal ont un effet considérable sur l'anisotropie.

Le matériau a un comportement isotrope si les grains le constituant forment une orientation cristalline aléatoire. En revanche, si les orientations des différents grains du polycristal ne sont pas distribuées de manière aléatoire, on dit que ces grains possèdent des orientations privilégiées où texture (anisotropie). Cette notion de texture cristallographique est très importante car elle est à l'origine de l'anisotropie existante ou induite des propriétés mécaniques des matériaux poly cristallins.

L'étude de l'anisotropie d'un matériau peut se faire :

- Par une caractérisation de la texture cristallographique du matériau en question, cette technique consiste à la détermination des orientations préférentielles des grains par rapport à un référent extérieur lié au mode de mise en forme de l'échantillon (direction du laminage dans le cas des tôles laminées).

- Par essais mécaniques de traction uniaxiale et essais de dureté dans de différentes directions.

- Par essais des corrosions sur de différentes surfaces.

On peut distinguer au moins trois raisons d'anisotropie : [MOU86], [BEN00].

- a) l'anisotropie originale ou innée, par exemple dans les monocristaux ;
- b) l'anisotropie acquise (ou déformation induite), due à des déformations plastiques antérieures ;
- c) enfin, l'anisotropie structurale, par exemple dans des matériaux renforcés par des fibres de verre ou renforcés par des nervures, si leurs propriétés sont ramenées à une moyenne (par homogénéisation) [MOU86], [BEN00].

L'anisotropie plastique est liée, en principe, à l'état microstructural du matériau et entraîne la distorsion de la surface d'écoulement, par rapport à une forme isotrope, comme l'ont décrite Tresca, von Mises ou Hosford.

L'anisotropie (mécanique) plastique est évaluée grâce au coefficient d'anisotropie (coefficient de Lanckford (r)) :

$$r = \frac{\epsilon_2}{\epsilon_3} \quad (1.1)$$

ϵ_2 ; ϵ_3 sont les déformations en direction respectivement de la largeur et de l'épaisseur, obtenues lors d'un essai de traction [MOU86], [BEN00].

Le coefficient de Lankford, également appelé coefficient d'anisotropie plastique, est une caractéristique mécanique des matériaux utilisés pour la mise en forme.

Le coefficient de Lankford est représentatif du degré d'anisotropie plastique du matériau. Il se détermine au cours d'un essai de traction par l'évolution de la déformation plastique transversale par rapport à celle engendrée en épaisseur. Il permet de déterminer la résistance du matériau à l'amincissement et donc sa capacité à la formabilité. La valeur du coefficient de Lankford pour une déformation isotrope est de $r=1$.

Par convention, les valeurs de r sont habituellement déterminées pour un allongement de 20%. Les machines d'essai de traction modernes mesurent instantanément les quantités

nécessaires pour évaluer le coefficient d'anisotropie, y compris sa variation et la déformation pendant l'essai. Les expériences prouvent que r dépend de la direction dans un plan. Après avoir déterminé sur une tôle les valeurs du coefficient Lankford (r) pour trois directions du plan de laminage (0° , 45° , 90°) par rapport à la direction du laminage, on obtient le coefficient d'anisotropie normale à partir de l'équation : [MOU86], [BEN00].

$$r_n = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad (1.2)$$

La mesure de la variation de r , en tenant compte de la direction, est connue comme le coefficient d'anisotropie planaire : [MOU86], [BEN00].

$$\Delta r = \frac{r_0 + r_{90} - 2r_{45}}{2} \quad (1.3)$$

I.1.6.4.5 Importances des coefficients d'anisotropie.

Le coefficient d'anisotropie normal caractérise l'anisotropie normale de la tôle, c'est-à-dire la résistance à l'amincissement car la valeur élevée de celui-ci signifie que la déformation en largeur l'emporte sur la déformation en épaisseur.

L'augmentation de la valeur du coefficient d'anisotropie planaire est nuisible pour la mise en forme par emboutissage des tôles, si ce coefficient est positif on a des cornes d'emboutissage dans les directions du laminage et transversale si par contre le coefficient est négatif on a des cornes d'emboutissage dans la direction 45° par rapport à la direction du laminage.

I.1.7 Frottement intérieur.

Un solide complètement isolé thermiquement, ayant acquit une certaine énergie mécanique de vibration voit cette énergie se transformer en un temps plus au moins court en une autre forme d'énergie (chaleur par exemple), cette transformation irréversible d'énergie provoque un amortissement de l'amplitude de vibration mécanique et cet amortissement caractérise le frottement interne. L'expérience a montré que tous les solides réels présentaient cet effet d'amortissement, et que par conséquent la loi de Hooke exprimant la stricte

proportionnalité entre l'effort et la déformation était inexacte même à très faible déformations. C'est ainsi que la théorie d'anélasticité et du non élasticité à été introduite. On conclut que l'anélasticité résulte généralement du fait que dans un solide réel l'effort est la seule cause de la déformation. Lorsqu'on mesure le frottement intérieur d'un échantillon en fonction d'un paramètre tel que la température, fréquence de vibration mécanique, etc. et que l'on reporte les valeurs du frottement interne en fonction de ce paramètre, il arrive que la courbe obtenue présente un maximum, appelé « pic de frottement interne ». Ces pics ont une très grande importance dans l'interprétation des résultats [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

Bordoni à été le premier à constater la présence en basse température d'un fort pic de frottement intérieur dans les métaux cubiques à faces centrées, préalablement écrouis. La température à laquelle apparaît le pic est relativement indépendante du taux d'écrouissage et du taux d'impureté dans le cristal. Ce pic disparaît lors d'un recuit (d'ailleurs c'est pour cette raison que nous n'avons pas effectué des essais de frottement intérieur sur l'échantillon recuit) [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

Granato et Lücke ont développé une théorie quantitative sur les variations du frottement interne et du mouvement des dislocations. Elle est basée sur le modèle de dislocations épinglées par les imperfections du réseau cristallin vibrant à la manière de corde [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

A.S Nowick et al, R. Schaller et al, S. A. Golovin et al, J.Woirdard, Vittoz.B et al, Ont montrés l'existence de deux types de frottement interne distincts: l'un est dépendant de la fréquence et résulte d'un mécanisme d'amortissement s'opposant au mouvement forcé imposé à la dislocation par la contrainte extérieure appliquée; le second dépend de l'amplitude de la vibration. En effet, à une certaine valeur critique de la contrainte, la dislocation n'est plus épinglée par les imperfections; c'est ainsi que le déplacement de la dislocation n'est pas le même pour des contraintes croissantes et pour des contraintes décroissantes. On a alors un phénomène d'hystérèse [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

On constate en général que le frottement interne provient de plusieurs causes différentes dont les mieux connues sont les suivantes : défauts de structure du réseau, impuretés (processus de diffusion), effets thermoélastiques. A chacune de ces causes correspond une certaine énergie d'activation maximale caractérisée par une température et un temps de

relaxation pour lequel le frottement interne est lui aussi maximum [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

L'observation et l'évolution du spectre des temps de relaxation en fonction d'un certain nombre de paramètres tels que traitements thermiques et traitements mécaniques, taux d'irradiation, etc. permet de tirer des conclusions qualitatives et quantitatives intéressantes sur les différents processus physiques de transformation du réseau cristallin [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

Les cristaux parfaits présentent généralement de très faibles capacités d'amortissement, car les mécanismes de dissipation les plus fréquents font intervenir les défauts de structure, les mécanismes d'amortissement étant liés à l'anélasticité [NOW72], [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

La détermination de la mobilité des dislocations par le frottement intérieur a été étudiée la première fois par Baker en utilisant le modèle à détachement. La vitesse de la dislocation est liée à la quantité de déformation en supposant la proportionnalité entre le frottement intérieur et le défaut de module dans la partie dépendant de l'amplitude [SCH79].

L'évolution du frottement interne d'un métal dépend des traitements thermomécaniques qu'a subis ce dernier. Nous proposons dans cette étude de suivre l'effet de l'écroutissage et du recuit intermédiaire sur le frottement interne [SCH79], [GOL02], [WOI74], [VIT63].

I.1.7.1 Causes de la relaxation dans les métaux et alliages.

Les phénomènes de la relaxation (caractérisé par un pic de frottement intérieur) ne se limitent pas uniquement aux matériaux polycristallins J.Woigard [WOI74] montra la présence sur des monocristaux de pics ayant des caractéristiques identiques à ceux observés sur les polycristaux et attribua donc les pics de haute température à des mouvements des dislocations.

De nombreux mécanismes ont été associés aux pics de frottement interne dans ce type de matériaux on peut citer :

L'effet thermoélastique ;

- La relaxation des joints des grains ;
- La relaxation à la présence de défauts ponctuels simples :

a) réarrangement des atomes interstitiels dans les métaux cubiques centrés (pic de Snoek).

b) réarrangement des atomes interstitiels dans les alliages cubiques à faces centrées.

c) le frottement interne dû aux interstitiels dans les métaux cubiques à faces centrées.

• Réorientations des paires de défauts ponctuels :

a) pic de Zener (substitutionnels).

b) relaxation des lacunes et interstitiels des bilacunes.

c) relaxations de bi-interstitiels.

d) relaxation des paires d'atomes substitutionnels.

• Relaxation des dislocations ;

I.1.7.2. Technique de mesure de la capacité d'amortissement et du frottement intérieur.

I.1.7.2.1 Introduction.

La capacité d'amortissement (ou bien le frottement intérieur) des échantillons soumis à des oscillations vibratoires, peut être mesuré à la fréquence de résonance du système d'échantillon- appareil ou bien en utilisant des oscillations subrésonnantes.

Dans le premier cas, le frottement intérieur Q^{-1} est relié au logarithme du décrement δ des oscillations libre par la relation :

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} \quad (1.4)$$

Q^{-1} peut aussi être déduit de la largeur de bande $\Delta\omega$ (à la mi-hauteur) du pic de résonance associe la fréquence naturelle à la résonance ω_R à partir de la relation (1.4) :

$$Q^{-1} = \frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega_R} = \frac{\Delta\omega}{\omega_R}$$

ω_2 est ω_1 sont les fréquences à mi hauteur du pic (par convention $\omega_2 > \omega_1$).

D'une autre part, dans le cas du mode des oscillations subrésonnantes forcées, Q^{-1} est relié à $\tan \Phi$, telle que Φ est le déphasage entre la contrainte appliquée et la déformation résultante.

L'utilisation de cette méthode dépend aussi des appareils utilisés et de la façon avec laquelle les échantillons sont fixés à ces appareils.

Si l'échantillon est fixé en utilisant un fil de suspension ou bien maintenu à un appui, la capacité d'amortissement (Damping) peut être mesurée par la méthode libre affaiblissement à la fréquence de résonance ou bien par la méthode de déphasage pour des vibrations forcées subrésonnant.

Pour des modes libre-libres l'échantillon est fixé comme points de nœuds de vibration et la capacité d'amortissement peut être mesurée à partir de la largeur du pic de résonance et aussi par affaiblissement des oscillations libres.

I.1.7.2 Les techniques de résonances :

I.1.7.2.1 Le pendule de torsion :

a) Historique.

Le pendule de torsion est largement utilisé comme la méthode expérimentale principale pour l'étude du phénomène anélastique, on distingue trois types de pendules de torsion : le pendule direct, le pendule inversé et le pendule de Collette.

Le premier est simple inspiré de l'original pendule de Coulomb l'échantillon est un fil supportant un bras à inertie. Les premières mesures frottement intérieur indépendamment de la température ont utilisé un pendule direct. Car, dans cette configuration, le bras d'inertie présente une contrainte longitudinale qui peut induire la déformation de fluage de l'éprouvette à température élevée.

Pour contourner cet inconvénient, le pendule inversé à été introduit est a été jusqu'ici le plus généralement utilisé dans cet arrangement, le bras d'inertie est placé au-dessus de l'éprouvette et la masse mobile est équilibrée avec le contrepois.

Le pendule de Collette est introduit pour mesuré le frottement intérieur de l'éprouvette avec une plus grande surface utile et pour exécuter des mesures à de petites amplitudes de contrainte de l'ordre (10^{-7} - 10^{-6}), ce qui n'étaient pas possible avec les autres types de pendules. La différence de ce dernier avec un pendule inversé est la présence du deuxième fil entre le bras d'inertie et l'échantillon [RIV03].

b) Equation de mouvement.

L'équation du mouvement du pendule de torsion (en oscillations libres) est :

$$I \ddot{\Theta} + \eta \dot{\Theta} + k\Theta = 0 \quad (1.5)$$

Où I , Θ , η , k , représentent respectivement, le moment d'inertie, la rotation angulaire, la viscosité et constante du ressort. Le frottement intérieur est donné par la relation (4)

δ est le décrétement logarithmique mesuré lors de la décroissance libre des vibrations. Cette relation est valable pour de petites valeurs du frottement intérieur (si $\delta^2 \ll 1$).

Pour un pendule direct, où le bras d'inertie est au-dessous de l'échantillon de fil, le frottement interne et la fréquence libre de l'échantillon correspondent exactement aux ceux mesurés mais ceci n'est pas vrai pour un pendule inversé (composé de deux fils de torsion : suspension et échantillon) ou pour le pendule collette - type considéré comme système avec trois composants. Dans ce dernier cas, il est nécessaire de mesurer respectivement, les fréquences et le décrétement logarithmique quand l'extrémité du fil inférieur est libre (f_c), quand ce fil est fixé à l'appui de pendule (f_1 et δ_1) et à l'échantillon (f_2 et δ_2).

Le frottement intérieur réel de l'échantillon peut être approché par la relation :

$$\delta = K_1 \delta_2 - (K_1 - 1) \delta_2 \quad (1.6)$$

Avec

$$K_1 = \frac{f_0^2}{f_2^2 - f_0^2} + \frac{f_1^2}{f_1^2 - f_2^2} \quad (1.7)$$

Pour un pendule (inversé sans fil inférieur) les équations (6) et (7) donnent :

$$Q^{-1} = K_1' Q_m^{-1} \quad (1.8)$$

$$K_1 = \frac{f_0^2}{f_m^2 - f_0^2} \quad (1.9)$$

Où Q^{-1} et f_m sont, respectivement, le frottement intérieur et la fréquence libre mesurée en présence de l'échantillon et f_0 la fréquence mesurée en absence de l'échantillon.

En effet cette expression ne tient pas compte de l'interaction entre les composants. Une expression plus exacte de K a été obtenue par Sinning [RIV03], [BEL06], [RIV09]. Généralement, le fil de suspension est fait à partir d'un matériel de faible capacité d'amortissement et de petite rigidité, et Q^{-1} se rapproche de Q_m^{-1} . Cependant si la rigidité d'échantillon diminue fortement, lors des mesures à hautes températures pour le cas des alliages métalliques ou des matériaux polymères à la transition de verre f_m ne diffère pas de manière significative de f_0 ; alors K devient très grand et la correction du frottement interne ne peut pas être négligé.

c) Amplitude de déformation.

Pour un pendule de torsion, la contrainte dans l'échantillon n'est pas homogène. Si l'échantillon est un fil avec un diamètre d , la contrainte est égale à 0 le long de l'axe de l'éprouvette et maximale (ϵ_m) à la surface.

Sa valeur est ($\epsilon_m = d\Theta/2$), où Θ est l'angle de torsion par l'unité de longueur [RIV03]. Pour l'échantillon de section transversale rectangulaire, la contrainte maximale est 0 sur la fibre neutre et la valeur de la déformation maximale est : ($\epsilon_m = e\Theta/2$), e est l'épaisseur de l'échantillon. Si le frottement interne ne dépend pas de la contrainte, aucune correction n'est nécessaire. Dans d'autres cas, il est nécessaire de calculer la vraie capacité amortissement de la valeur mesurée (la valeur est moyenne mesurée).

En fait, les mesures libres d'amortissement (d'affaiblissement) dans les échantillons dépendants de d'amplitude ne peuvent pas permettre une détermination précise de frottement interne intrinsèque. Ceci a été précisé par Povolo et Ritchie et al. [RIV03]. La décroissance moyenne du décrement logarithmique est habituellement mesurée sur une gamme des amplitudes de P . Si P est trop grand, alors la valeur mesurée d'amortissement peut avec sensibilité différer de la valeur vraie si la dépendance d'amplitude est forte. Cependant, par les techniques numériques appropriées [RIV03] la valeur moyenne de l'amortissement libre peut offrir une bonne évaluation du frottement interne dépendant d'amplitude réelle.

d) Mesure de capacité d'amortissement élevée.

Ces dernières années, quelques auteurs ont employé l'Equation (2) approximatif pour calculer le frottement interne mesuré par la méthode libre d'affaiblissement (d'amortissement) dans le cas très haute capacité amortissement. En fait, comme remarquable par [RIV03], [BEL06], [RIV09], l'utilisation d'une constante force complexe n'est pas un harmonique simple : plus la capacité d'amortissement est haute, plus la divergence de la forme harmonique simple de la solution est grande. Par conséquent Equation (2) sera plus valide dans ce cas-ci.

Zener [RIV03] a évalué la :

$$\tan \phi = (\delta/\pi) [1 - (\delta/2\pi) + \dots]$$

Avec cette relation, l'erreur en employant l'équation (4) est d'environ 5%, pour des niveaux de la capacité d'amortissement de $\tan \phi = 0,1$.

Récemment, Zhu et al. [RIV03] proposés une autre expression pour le frottement interne déterminé par la méthode libre d'affaiblissement (d'amortissement). Ils ont obtenu :

$$Q^{-1} = 1/2 \pi (1 - e^{-2\delta}) \quad (1.10)$$

Où le δ est le décrement logarithmique quand le frottement interne est petit, pour le $\delta^2 \ll 1$, l'équation (10) peut être ramenée en négligeant les autres termes, à la relation classique :

$$Q_A^{-1} = -\delta/\pi$$

Q_A^{-1} représente le frottement interne approximatif mesuré en utilisant Equation (4). L'erreur relative en employant l'équation (2) augmente d'une façon exponentielle :

Quand $Q_A^{-1} = 5.10^{-3}$, l'erreur est de l'ordre de 1% et quand $Q_A^{-1} = 0.1$, l'erreur est de l'ordre de 30%. Par conséquent, selon Zhu et al, l'équation (2) serait seulement appropriée au calcul du frottement linéaire moins de 5.10^{-3} .

I.1.7.2.2.2 Mode en flexion.

Quelques auteurs [RIV03] ont utilisé un pendule inversé fonctionnant en flexion avec une fréquence d'environ de 1Hz essentiellement pour étudier la relaxation de joints des grains en matériaux bi cristallin. L'équation du mouvement d'un tels du système est plus compliquée que pour un pendule de torsion [RIV03], [BEL06], [RIV09], mais le frottement interne peut être correctement mesuré par la méthode libre affaiblissement (amortissement). Cependant, des sollicitations en flexion sont généralement employées pour le mode libre maintenu où une extrémité de l'échantillon est fixée à un support. Fréquemment, une bride mécanique souffre l'inconvénient qu'il peut causer des pertes significatives dues au à l'usure. Pour réduire au minimum cet inconvénient, quelques auteurs avaient utilisés des éprouvettes avec la forme spéciale pour la partie mobile : triangle, épaisseur variable, etc.

I.1.7.2.2.3 barres libre-libres.

Pour des modes libre-libres, l'éprouvette est fixe aux points de nœuds de vibration par les fils, les bords de couteau ou les points fins d'aiguille.

Tous les modes normaux de vibration d'une barre (longitudinal, de torsion ou flexion) peuvent être employés pour des mesures de frottement internes. En fait, de diverses formes d'éprouvettes sont employées pour de tels expériences: barres, tige, tube, disque...

La capacité d'amortissement peut être obtenue en utilisant la méthode libre d'affaiblissement (d'amortissement) (pour le mode en flexion) ou la largeur du pic de résonance. Dans le dernier cas, Q^{-1} peut être déduit de la largeur de bande ($\Delta\omega$) du pic de résonance (à mi hauteur) et de la fréquence naturelle liée à la résonance (ω_R) par la relation [1] :

$$Q^{-1} = \frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega_R} = \frac{\Delta\omega}{\omega_R}$$

Là où ω_2 et ω_1 sont les fréquences à mi hauteur du pic de frottement interne (par convention $\omega_2 \ll \omega_1$) mais valides seulement pour la petite capacité d'amortissement, ($\delta \ll 1$). Plus la capacité d'amortissement est grande, plus le pic de résonance est large. Par conséquent pour une haute capacité d'amortissement, la méthode libre-libre ne permet pas d'avoir une valeur précise.

I.1.7.2.3. Techniques de Subrésonance .

I.1.7.2.3.1 Introduction.

Les méthodes de subrésonance consistent en tendant des éprouvettes à des fréquences assez basses pour négliger ou éliminer mathématiquement les forces de l'inertie, le module

dynamique directement obtenu par le rapport complexe effort/contrainte. L'avantage principal de ces méthodes est que des mesures peuvent être effectuées sur une gamme très étendue de fréquences.

Le déphasage de la contrainte, φ , derrière l'effort imposé au matériel est lié au frottement interne comme suit : $Q^{-1}(\omega) \approx \tan(\varphi)$ si $\omega \ll \omega_R$ ou ω_R représente la fréquence de résonance.

Après que Kê et Ross [RIV03] qui ont, à l'aide d'un galvanomètre mobile à enroulement, prolongé un pendule direct de torsion, de libre affaiblissement (amortissement) à un appareil de vibration forcée avec une résolution de l'angle de pertes environ de 10^{-3} , le premier appareil subrésonant été développés pour des études de polymère, comme l'appareillage de Morrison et al [RIV03], [BEL06], [RIV09]. A la même année, Takayanagi a construit le Rheovibron, laissant alternant l'élongation à de diverses fréquences discrètes. Ce dernier appareil était le premier commercialisé sous le nom d'analyseur mécanique dynamique (DMA).

I.1.7.2.3.2 Analyseur mécanique dynamique (DMA).

Dans le système de a (DMA), l'échantillon est soumis à une oscillation forcée. Le signal d'entrée est une force sinusoïdale qui effectue une déformation viscoélastique de l'échantillon (le signal de sortie). Cette déformation est également sinusoïdale mais déphasée. La gamme de fréquence est généralement comprise entre 0.01-10 Hz avec des étapes souvent de fréquence fixes. Des mesures peuvent être effectuées entre le (-70 et 600) °C selon l'appareil. Les investigations sur les propriétés viscoélastiques couvrant un module large s'étendent (10^{-3} - 10^6 MPa) par exemple peuvent être effectués. Une caractéristique de (DMA) est sa polyvalence permettant une variété de supports témoin pour le divers mode de déformation : trois-points se pliant, se pliant en porte-à-faux duel ou simple en compression, cisaillement linéaire, tension alterné, etc.... La perte de phase est calculée au moyen d'analyse de fourrier associe a un logiciel permettant généralement la présentation du résultat en fonction de la température [RIV03], [BEL06], [RIV09].

Les appareillages de DMA sont employés pour les matériaux polymères pour la détermination des températures de la relaxation primaire et secondaire ou pour le calcul de module dans la fréquence et les températures larges des matériaux polymères. DMA peut être employé aussi pour d'autres matériaux, toutefois l'amplitude de déformation est généralement

trop grande et la capacité d'amortissement de la mesure n'est pas précise [RIV03], [BEL06], [RIV09].

I.1.7.2.3 Pendule subrésonant de torsion.

Le premier expérimente obtenu à l'aide d'un pendule à oscillations forcées permettant des mesures de l'angle de pertes avec une résolution de 10^{-4} a été présenté par Woïrgard en 1976 [RIV03]. Un tel appareil est un pendule inversé de torsion avec une fréquence normale élevée (150-200Hz) et la suspension spéciale offrant une basse rigidité de torsion et une rigidité transversale très élevée, en fait, de divers systèmes de suspension ont été complètement examinées et plus de tige est fixée par les rubans métalliques très minces tenus par les couteaux bas plats enfoncer correctement sans n'importe quel roulement.

Des vibrations de torsion sont conduites par un aimant permanent situé dans le champ de deux enroulements de Helmholtz et la détection de la déformation de torsion est obtenue par une méthode optique [RIV03], [BEL06], [RIV09].

a) Détermination de frottement interne et de module.

• Équation de mouvement.

Puisqu'une force périodique $F_0 e^{i\omega t}$ est appliquée, le pendule de torsion obéit à l'équation du mouvement :

$$I\ddot{\Theta} + \eta(\omega)\dot{\Theta} + k(\omega)\Theta = F_0 e^{i\omega t} \quad (1.11)$$

La solution à l'équation peut être anticipée sous la forme :

$$\Theta = \Theta_0(\omega) e^{i(\omega t - \Psi)} \quad (1.12)$$

Où Ψ est le déphasage de l'angle de la rotation derrière la force appliquée, tandis que le déphasage de la contrainte imposé sur le matériel est relié au frottement interne par la relation :

$$Q^{-1}(\omega) = \tan\phi(\omega) \quad (1.13)$$

On le voit facilement [RIV03] que :

$$\tan \Phi = [1 - (\omega / \omega_R)^2] \cdot \tan \Psi$$

Où (ω_R) est la fréquence de résonance, évidemment

$$\tan \Phi = \tan \Psi$$

Seulement si $\omega \ll \omega_R$.

• **Fréquence de résonance.**

Généralement, une grande gamme de fréquence est recherché pour décrire complètement un phénomène de relaxation et parce que le temps nécessaire pour exécuter des expériences à très de basse fréquence serait trop long, il est convenable que la résonance soit le plus élevé possible. Avec une conception appropriée de la partie mobile, des poignées et de la suspension, une fréquence de résonance de 200 hertz peut être obtenue sur un pendule de torsion, laissant effectuer des mesures de frottement internes dans le cas vibrations forcée en-dessous de 20 Hz.

D'ailleurs, en mesurant la capacité d'amortissement à la fréquence de résonance par la méthode libre vibration, le frottement interne peut être mesuré dans une grande gamme de fréquence (plus de cinq décades) dans approximativement 10 points par décade.

• **Vibrations forcées.**

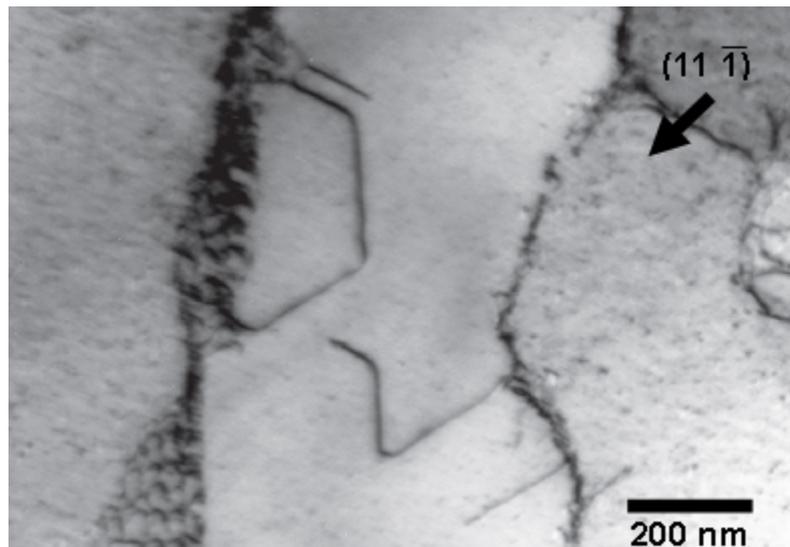
Généralement, les premiers termes de la transformée rapide de Fourier (FFT) des signaux de l'effort et de la contrainte sont utilisés comme moyen pour déterminer le déphasage et le module d'élasticité [RIV03]. Puisque les valeurs des forces et des déplacements sont exprimées en tensions, le module dynamique absolu est obtenu en unités arbitraires. Au contraire, $\tan \varphi$ est une mesure en valeurs absolues, parce que elle représente le rapport la partie imaginaire et la partie vrai du module d'élasticité.

I.1.8 Mécanismes de durcissement des alliages d'aluminium.

Les mécanismes de durcissement dans les matériaux cristallins sont variés et résultent donc d'une diminution de la mobilité des dislocations. Durcir un métal le rend donc potentiellement plus fragile. Il s'agit alors de trouver un compromis entre une plus grande résistance et une capacité à se déformer. Dans certaines applications (blindage, carrosserie automobile), il est nécessaire d'élaborer des pièces relativement rigides qui gardent la possibilité de se déformer rapidement lors d'un choc. Une des causes du durcissement peut être attribuée aux interactions entre les dislocations. En effet, lorsque la déformation commence, les nombreuses dislocations créées vont interagir pour former un enchevêtrement. Les dislocations finissent par s'immobiliser et le mouvement de nouvelles dislocations est considérablement freiné à la traversée de cette « forêt » de dislocations immobiles. Conclusion, plus la densité de dislocations augmente, plus le mouvement des dislocations est difficile (c'est le phénomène d'écrouissage). Il existe bien d'autres paramètres qui influencent le comportement des dislocations, ce qui en fait un sujet d'étude particulièrement complexe et ouvert, au cœur de l'étude des propriétés mécaniques des métaux et leurs alliages [JAO08],[MAR00],[LEM96],[HAT84].

Les métaux purs sont très plastiques et se déforment même à très basses contraintes appliquées.

Cependant pour augmenter la limite élastique, il existe plusieurs procédés au blocage du mouvement des dislocations en les ancrant par des atomes du soluté, en augmentant leurs densité et en introduisant des fines particules d'une seconde phase dans le réseau par précipitation. Les précipités dans ce dernier cas peuvent soit, se déformer élastiquement avec la matrice ce qui s'explique par le passage des dislocations à travers les particules, soit ne peuvent pas être franchies, ce qui exige une contrainte nécessaire pour forcer une dislocation à passer entre deux particules Figure (1.3), soit par écrouissage qui donne naissance a de nouvelles dislocations [JAO08],[MAR00],[LEM96],[HAT84].



→
Figure (1.3) : Dislocations de type $b = a [010]$ qui traversent par montée un précipité [TOU09]

I.1.8.1 Effet du recuit d'homogénéisation sur le durcissement des alliages d'aluminium.

L'homogénéisation des solutions solides est considérée comme une des parties importantes des transformations de phases dans les systèmes métalliques. Dans plusieurs cas elle détermine la cinétique et les mécanismes de ces transformations. Ainsi, pour arriver à un durcissement structural des alliages d'aluminium (par exemple le système Al-Mg), il faut procéder à un recuit d'homogénéisation d'une durée de 10 à 25 heures (suivant la teneur en magnésium) à 430°C, suivi d'une trempe rapide dans les milieux (l'eau, l'air, l'huile) et d'un vieillissement ultérieur dans les conditions qui assurent l'obtention des propriétés nécessaires au matériau.

L'étape la plus longue et qui nécessite beaucoup d'énergie est le recuit d'homogénéisation avant trempe.

Comme il a été vérifié par L.I. Kiarodova et al, R.Bouquet et al [HAM87] les conditions de trempe n'ont pas, dans les limites courantes, une grande influence sur la structure et les propriétés des alliages Al-Mg.

Les traitements dits d'homogénéisation consistent à maintenir à une température assez élevée (le plus souvent entre 400 et 550°C) et pendant des temps prolongés (en général durant 6 à 48 heures) les échantillons d'aluminium afin de rapprocher l'alliage de l'état d'équilibre, de dissoudre les phases intermétalliques en excès et de niveler les concentrations dans la solution solide [MOU86], [BEN00], [ASM67], [HAM87].

Ces traitements ont pris depuis ces dernières années une ampleur considérable, si bien qu'à l'heure actuelle ils sont extrêmement répandus.

Dans la pratique on conçoit que la température à laquelle on chauffe le matériau présente une très grande influence sur les caractéristiques obtenues et sur la vitesse d'homogénéisation.

On pourrait alors être tenté, pour accroître la résistance et diminuer la durée de recuit, d'augmenter la température. C'est ce qu'ont fait Boudanova et al. Dans le nouveau procédé de traitement thermique des alliages d'aluminium qu'ils ont présenté [HAM87] une élévation de la température de 430 à 550°C intensifié le processus de diffusion et réduit la durée de recuit de 2-3 fois. Malheureusement, pour une série d'alliages dont Al-Mg fait partie, l'utilisation de températures aussi élevées mène à ce qu'on appelle « Brulures » de l'échantillon. Ce dernier commence à fondre localement et spécialement aux joints des grains. C'est pour cette raison que nous avons choisie de ne pas prolonger le temps de maintien lors du recuit d'homogénéisation. Il ya à noter que la résistance mécanique et surtout la plasticité sont sérieusement affectées par la brûlure, la dureté de l'alliage n'est pas sensiblement modifiée [MOU86],[BEN00],[ASM67],[HAM87].

I.1.8.2 Ecroutissage.

L'écroutissage est un durcissement du matériau suite à une déformation à froid, lors de celui-ci de nombreux défauts sont introduits en particulier une forte densité de dislocations, l'énergie interne du matériau écroui est supérieure à celle du matériau non écroui et l'écroutissage induit une nouvelle orientation préférentielle du matériau et une nouvelle texture.

1.8.2.1 Coefficient d'écroutissage.

Le coefficient d'écroutissage est mesuré lors de l'essai de traction, et la relation de Holloman a été proposée pour rendre compte de la forme de la courbe de traction, cette relation est valable uniquement pour les métaux doux cette relation est donner par l'équation :

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (1.14)$$

Ou n représente le coefficient d'écroutissage, σ représente la contrainte vraie et ε représente la déformation vraie, le coefficient d'écroutissage est calculé à partir de du tracé de courbe rationnelle en coordonnées logarithmique [BEN00].

I.1.9. Restauration et Recristallisation.

Lorsque un métal pur ou bien un alliage est écroui par déformation à froid (ex : le laminage à froid), il subit une modification de ses propriétés microstructurales, physiques, mécaniques et chimiques, une partie du travail de déformation est emmagasinée sous forme de contraintes internes résiduelles, ou bien sous forme d'énergie potentielle conduisant à une multiplication de défauts structuraux (ponctuels, linéaires, de surface).

Les défauts structuraux accumulés lors de la déformation se trouvent dans un état thermodynamiquement instable, de ce fait l'état thermodynamique du métal ou de l'alliage écroui est instable. Pour retrouver la stabilité thermodynamique, un apport d'énergie est nécessaire, cet apport doit s'effectuer par chauffage c.-à-d. par recuit.

Le recuit d'un métal ou alliage écroui provoque selon la température atteinte, la restauration et la recristallisation qui détruisent les effets de la déformation à froid et recrée une structure détendue et équiaxe avec une texture moins marquée.

Du point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal ou d'un alliage conduit à une augmentation de la dureté, de la résistance à la traction, et de la limite d'élasticité, mais diminue l'allongement à la rupture et l'aptitude à la déformation.

La restauration est un traitement de stabilisation des matériaux, il s'effectue à une température allant de $(0,2-0,3) T_f$, T_f (température de fusion), ce traitement est défini comme un traitement de stabilisation, qui permet la suppression d'une partie importante des contraintes internes résiduelles et des défauts de structure sans modification apparente de la structure (les grains initiaux demeurent la base de la macrostructure).

La recristallisation est un traitement qui se fait une température plus élevée $(0,4T_f)$, celle-ci est caractérisée par le développement de nouveaux grains au dépend d'une matrice se trouvant dans un état structural instable et imparfait. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'écrouissage. Pour un même taux d'écrouissage. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des joints des grains. Pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est long.

Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de la résistance à la traction, de la limite d'élasticité et de la dureté et d'une augmentation de l'allongement à la rupture et de la résistance au choc.

Les germes moteurs de la recristallisation sont d'autant plus nombreux que le taux de déformation et d'écroutissage est plus élevé. En conséquence, plus le taux d'écroutissage est important plus la dimension des cristaux formés à la suite d recuit est faible [BEN05].

I.1.9.1 Restauration dynamique.

La multiplication des dislocations est compensée par la restauration dynamique. Celle-ci peut être envisagée comme l'annihilation de dislocations de signe opposé chaque fois qu'elles se rapprochent à une distance suffisamment faible, de ce fait il y a diminution de la densité des dislocations [FRA95].

La déformation induit une création de dislocations, qui, peuvent se déplacer et amener le développement de sous-structures. Lorsque les dislocations sont effectivement très mobiles, on voit se former, à l'intérieur des grains initiaux, des sous-grains, c'est à dire des cellules contenant peu de dislocations et désorientées les unes par rapport aux autres de quelques degrés. Pendant la suite de la déformation, les sous-grains se détruisent et se reforment continuellement lors d'une étape appelée repolygonisation, avant d'atteindre un état quasi stationnaire qui repose sur un équilibre entre la création de dislocations, et l'arrangement et l'annihilation de dislocations. L'ensemble de ces phénomènes constitue les caractéristiques de la restauration dynamique [ASH98].

I.1.9.2 Recristallisation dynamique.

Recristallisation peut avoir lieu lors de la déformation à chaud, ou bien après un fort taux de déformation à froid en produisant une nouvelle souche grains libres.

Lorsque les dislocations sont peu mobiles et restent très dispersées, si bien que le phénomène de restauration dynamique est peu efficace. A partir d'un certain taux de déformation, on voit alors apparaître des germes de nouveaux grains, avec leur propre orientation cristallographique, qui se développent dans la matrice écroutie en annihilant les dislocations. C'est donc un phénomène typique de germination croissance qui est semblable à ceux rencontrés dans les phénomènes de solidification ou de cristallisation. Mais, comme la déformation se poursuit, les grains recristallisés s'écroutissent à leur tour ; dans différentes zones du matériau, se mettent alors en place des cycles d'écroutissage et de recristallisations successives qui ne sont pas a priori synchronisés. A partir de ce stade, le matériau est donc constitué de volumes de matière présentant différents taux d'écroutissage. La recristallisation dynamique influe sur la texture et la taille des grains du matériau travaillé [ASH98].

I.1.10 Contraintes résiduelles.

On définit les contraintes internes résiduelles comme étant les efforts internes qui subsistent dans les pièces mécaniques lorsque ces dernières ne sont soumises à aucun effort extérieur.

Les contraintes internes proviennent des procédés de fabrication (trempe, mise en forme, soudage ...). Elles influent sur la durée de vie des composants mécaniques en accélérant ou en retardant l'apparition de fissures et de la déformations, et n'ont donc pas toujours un effet négatif sur le comportement mécanique des structures, lorsque des contraintes de compressions sont générées, pour augmenter leurs durées de vie en fatigue.

Ainsi le comportement mécanique et la durée de vie des structures mécaniques soumises à des chargements variés (mécanique, thermique et chimiques) dépendent de l'état des contraintes induites dans le matériau.

D'après la définition de Mura [MUR82], [LM3/MET97] les contraintes résiduelles sont des contraintes internes auto-équilibrantes qui existent dans un corps solide qui n'est soumis à aucune forces ou contraintes externes et qui se trouve en condition de température uniforme [LEB95]. En général ces contraintes sont dues à la présence de la déformation plastique, source d'incompatibilité locale engendrée par trois origines physiques fondamentales : l'écoulement plastique, la variation de volume et la contraction ou dilatation thermique. Ces incompatibilités sont compensées par des déformations plastiques qui engendrent des contraintes internes [LEB95], [MAC86], [HIR99].

Les sources de ces contraintes peuvent provenir de déformations aux échelles macroscopiques, mésoscopiques ou microscopiques, [HIR99].

Dans une phase non soumise à une déformation un grain peut être considéré comme un monocristal. Quand il y a chargement extérieur élevé pour provoquer des déformations plastiques, des sous joints de grains et des cellules de dislocations peuvent apparaître à l'intérieur du grain. Ces sous joints et cellules de dislocations sont les résultats des interactions et des réarrangements des dislocations au cours de la déformation. Les grains seront alors divisés par ces discontinuités du réseau cristallin.

Des sous grains et des cellules de dislocations peuvent être considérés, dans le cas d'un matériau déformé plastiquement comme un ensemble de petites zones élémentaires de structures cristallographiques. Un grain peut également être considéré dans le cas d'un

matériau recristallisé, comme divisé par des petits éléments de même nature. Ces éléments sont appelés domaines cohérents.

Chaque domaine cohérent est constitué par un empilement régulier d'atomes qui peut être défini par un ensemble de mailles cristallines identiques et parallèles.

Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations assurant la continuité du matériau [LM3/MET97], [HIR99], [MAC86].

I.1.10.1 Classification des contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles sont classifiées en trois ordres, liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau, proposés il y a quelque années par Macherauch [HIR99]:

a) contraintes résiduelles du 1^{er} ordre (σ_I , macro) homogènes sur un très grand nombre des domaines cristallins du matériau (plusieurs grains). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section et les moments liés à ces forces sont nuls autour de tout l'axe [HIR99].

b) les contraintes résiduelles du 2^{ème} ordre (σ_{II} , méso) sont homogènes sur de petits domaines cristallins du matériau (un grain ou une phase), les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand nombre de grains.

c) les contraintes résiduelles du 3^{ème} ordre (σ_{III} , micro) sont homogènes sur les plus petits domaines cristallins du matériau (quelques distances interatomiques). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines. En général il est très difficile de séparer les contraintes du 2^{ème} et du 3^{ème} ordres, et le terme micro-contraintes définit la somme des deux derniers ordres.

Dans le cas des matériaux réels, l'état des contraintes résiduelles résulte de la superposition des contraintes des 3 ordres.

Les contraintes résiduelles peuvent être introduites volontairement dans un composant pour améliorer ses performances, ou involontairement comme résultat de procédés de fabrication. En général, les contraintes résiduelles sont essentiellement d'origine mécanique (usinage, grenailage, laminage à froid etc.), thermique (trempe, traitement au laser), thermomécanique (laminage à chaud, forgeage, soudage etc.), thermochimique (cémentation, nitruration, carbonitruration etc.) et chimiques (dépôts en solution aqueuse) [LM3/MET97], [DAS95].

Les moyens de détermination des contraintes résiduelles utilisées actuellement sont destructifs ou semi destructifs, coûteux et complexes à mettre en œuvre.

La méthode par diffraction des rayons X et la méthode du trou par perçage incrémental sont les techniques de caractérisation de contraintes résiduelles les plus couramment utilisées, dans notre étude nous avons utilisé la méthode de diffraction des rayons X.

I.1.11. Corrosion de l'aluminium et ses alliages.

La corrosion est un processus interfacial, de manière générale entre un métal et son environnement. La corrosion aqueuse met en jeu des réactions hétérogènes entre le métal et l'électrolyte en contact avec celui-ci. Il s'agit dans la plupart des cas de processus électrochimiques. Le potentiel standard de l'aluminium est très électronégatif. Il vaut -1.66 V/ENH (Volt par rapport à l'électrode normale à hydrogène). Il s'agit donc d'un des métaux les plus faciles à oxyder. En contact avec un environnement oxydant tel que l'air ou l'eau, l'oxyde d'aluminium se forme de manière quasi instantanée. Cet oxyde étant très stable (compact et peu conducteur), il fait de l'aluminium un métal très peu sensible à la corrosion généralisée.

L'aluminium est un métal actif qui se recouvre en quelques millisecondes de son oxyde [VAR99]. Cette première couche correspond, comme à la couche dite barrière pour ses propriétés peu conductrices (semi-conducteur de gap 3 eV). Il s'agit de la forme native, alumine corindon de formule chimique Al_2O_3 , formée à l'air et non hydratée. C'est la réduction de l'oxygène dissout qui favorise la croissance de ce film d'oxyde. Une deuxième couche peut donc se former « au dessus » de la précédente ; elle correspond à une couche d'oxyde hydratée. L'hydratation par une molécule d'eau correspond à la boehmite ($Al_2O_3 \cdot H_2O$). La bayerite et hydrargillite (ou gibbsite), sont elles trihydratées ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) et correspondent aux formes les plus stables en solution aqueuse [VAR99].

I.1.11.1 Contexte de l'étude.

Les raisons qui imposent une évolution permanente de l'étude et du traitement de la corrosion des matériaux sont multiples.

Le consommateur veut pouvoir utiliser en toute sécurité pendant toutes les périodes de l'année et dans tous les milieux le matériau en question. Le constructeur doit donc tenir compte de plusieurs paramètres [VAR99]. Parmi ceux-ci on peut citer, la pollution atmosphérique qui entraîne une retombée de pluies acides, les conditions climatiques de forte humidité et la chaleur de certaines régions et enfin les milieux riches en espèces agressives parmi lesquelles les ions chlorure.

De plus, un des challenges que doit actuellement résoudre l'industrie des matériaux concerne l'allégement des produits pour réduire la consommation et la pollution émises.

Toutes les contraintes orientent souvent l'ingénieur en charge du choix des matériaux vers l'utilisation de l'aluminium.

Certaines pièces sont sensibles à la corrosion en raison de leur exposition particulière, un exemple dans l'industrie automobile, les pièces du compartiment moteur, le soubassement, l'extérieur (carrosserie), l'armature de siège, la colonne de direction, les pièces d'habillages ...etc.) [DIN05], [VAR99].

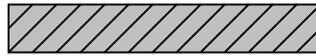
La corrosion des pièces en aluminium est superficielle et affecte seulement l'aspect, sans modifier la tenue mécanique dans le cas des pièces massives et volumineuses telles que la culasse du bloc moteur par exemple, mais ce n'est pas le cas de la carrosserie qui a une épaisseur de 1mm, l'altération se présente alors plutôt sous forme d'une piqûration [VAR99].

11.11.2 Rôle de la réactivité de la surface de l'aluminium et ses alliages dans les solutions aqueuses.

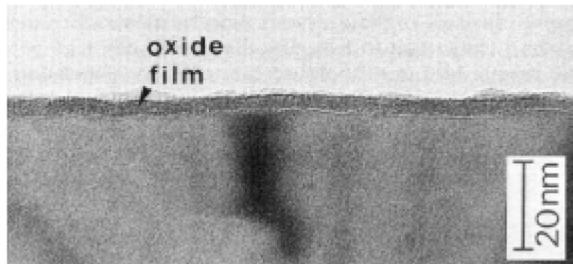
Dans un premier cas, nous ignorons la présence du film d'oxyde et considérons l'aluminium comme nu homogène et mis en contact de la solution [DIN05], [VAR99].

La théorie électrochimique s'applique à l'interface métal /solution parfaite, susceptible d'être polarisée. Cette représentation sera utilisée pour la présentation des concepts électrochimiques élémentaires appliqués à la surface de l'aluminium [DIN05], [VAR99]. La seconde présentation correspond à la formation d'un film d'oxyde isolant recouvrant intégralement le substrat d'aluminium. Du fait de l'isolation électrique, l'activité électrochimique est triviale : le substrat métallique d'aluminium n'est pas atteint. Dans la troisième représentation, nous considérons que l'aluminium est recouvert d'une couche d'oxyde dont certaines parties sont pour diverses raisons, altérées (soit par la présence de particules intermétalliques, soit par la présence de porosités ou soit par une discontinuité du film d'oxyde) et où alors le contact entre le métal et la solution devient partiellement possible Figure (1.4).

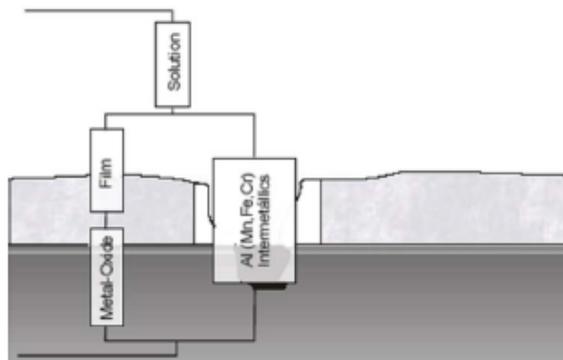
Cette représentation sera utilisée pour expliquer certaines différences de polarisation en solution aqueuse [DIN05], [VAR99].



Surface nue de l'aluminium toute la surface du métal est en contact avec la solution



Surface d'aluminium recouverte d'un film d'oxyde parfait : Aucun contact entre le métal et la solution [DAS95]



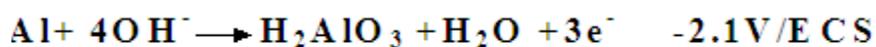
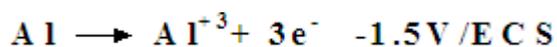
Couche d'oxyde perméable il ya des points de contact entre le métal et la solution [ABA01]

Figure (1.4) : Représentations idéalisées de la surface d'un substrat

• La surface d'aluminium est en condition d'équilibre :

Considérons la situation où une surface d'aluminium est plongée dans une solution aqueuse contenant des ions Al^{3+} .

L'aluminium possède deux états d'oxydation dont l'un peut exister sous deux formes



Du fait de la valeur très négative de ces potentiels, l'aluminium est un métal très réactif. Cette forte réactivité conduit dans la plus part des milieux à la formation d'un film d'oxydation passif (Présente les caractéristiques d'un métal « noble »), mais malgré ce potentiel très électronégatif l'aluminium est très résistant à la corrosion et sous un état passif. La bonne tenue à la corrosion de l'aluminium dépend de la formation et du maintien à la surface du film d'oxyde. Cette résistance est très limitée par des environnements où ces oxydes sont légèrement solubles par un pH compris entre 4 et 9 [DIN05], [VAR99], [ELB88].

I.1.11.3 Comportement des alliages d'aluminium vis- à -vis de la corrosion.

I.1.11.3.1 Rôle des éléments d'addition.

Tous les processus de corrosion localisée sont contrôlés par un couplage galvanique qui va intervenir à différentes échelles selon que l'on se préoccupe de la résistance d'un assemblage (millimétrique), de la protection exercée par un revêtement (100 μ m) ou du rôle des phases précipitées (inclusions, et autres phases) qui dans ce dernier cas sera directement relié à la microstructure qui imposera le facteur d'échelle (10 μ m et en dessous). Sur le plan électrochimique on pourra décrire le phénomène de corrosion mis en jeu en se basant sur l'analyse du problème par une approche bimétallique des constituants des microstructures [OLT57].

Il est souvent attribué à l'aluminium le comportement électrochimique de l'alliage (caractère passivable, sensibilité à la corrosion localisée...) [DIN05]. Cependant certains éléments chimiques peuvent influencer la résistance à la corrosion des alliages à base d'aluminium. Ainsi la Figure (1.5) présente schématiquement la baisse de la résistance à la corrosion des échantillons d'aluminium en milieu chloré en fonction de la série. Il est toute fois à noter que cet effet favorable s'accompagne de propriétés mécaniques accrues [VAR99].

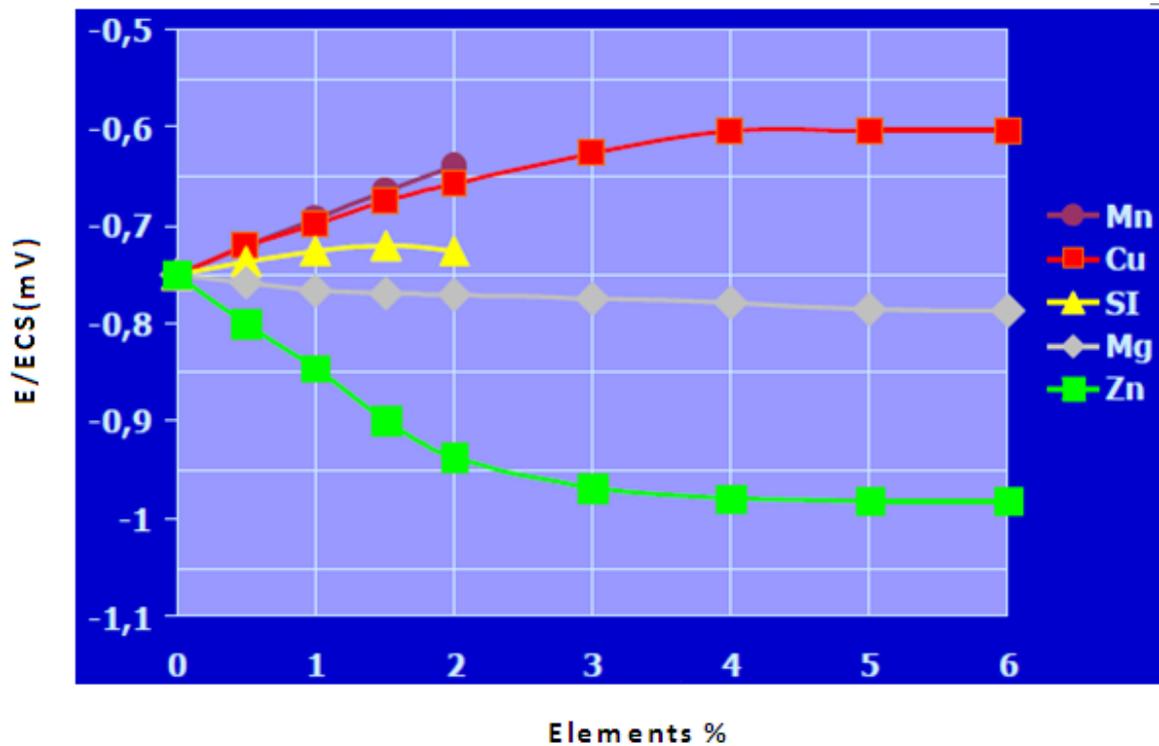


Figure (1.5) Effet des éléments d'addition sur la résistance à la corrosion et à la fatigue des alliages d'aluminium [REB87]

I.1.11.3.2 Effet des éléments chimiques sur la corrosion des alliages d'aluminium.

De nombreuses études ont porté sur l'influence de la plupart des éléments chimiques sur les propriétés de l'aluminium. Elles ont permis d'établir un classement qualitatif de la résistance à la corrosion en fonction de la nature de l'alliage Tableau (1.1).

Série	Élément d'alliage	Particules Intermétalliques ou Secondes phases	Formes de corrosion généralement observées
5000	Mg	Al_3Mg_2 , Al_8Mg_5	Piqûres, généralisée, sous contraintes (pour les forts taux en Magnésium) Piqûres, généralisée.
1000	Aucun		Dépend de la quantité de la seconde phase. Piqûre, généralisée
6000	Si, Mg		
3000	Mn	Al_3FeSi , Al_8Fe_2Si , Al_8Mg_2 , Si_6Fe , Mg_2Si ,	Piqûre, généralisée
4000		Al_6Mn , $Al_6Mn Fe$	
7000	Si	Si	Piqûre, généralisée, sous contraintes.
	Zn, Mg Avec ajout de Cu	Zn_2Mg	Feuittante. Inter- granulaire (avec Cuivre)
	$CuFeMnAl_6$, Al_2Cu , Al_2CuMg		Piqûre, généralisée, sous contraintes (sans traitement thermique). Feuittante. Inter granulaire
Cu			

Tableau (1.1) Classement des alliages d'aluminium en fonction de leur résistance à la corrosion et formes de corrosion généralement observées [DIN05]

Du point de vue des propriétés électrochimiques bénéfiques il peut être retenu d'une manière générale que les éléments Cr, Mg, Mn apportent un effet bénéfique, tandis que les éléments, Cu, Fe, Ni, Sn, Co sont néfastes et que les éléments Si, Ti, Zn, Sb, Cd, Zr sont sans effet [REB87].

Les éléments d'alliages, ou impuretés existent sous deux formes dans l'aluminium :

- a) En solution solide,
- b) Sous forme de particules intermétalliques.

Dans le dernier cas certaines particules intermétalliques ont un comportement plus au moins noble par rapport à l'aluminium, et peuvent conduire à la formation de micropiles par bimétallisme et donc au développement d'attaques localisées Tableau (1.2) [DIN05], [REB87].

Particule intermétallique de la seconde phase	Ecorr (mV/ECS)
Particules cathodiques	
Si	-170
Al ₃ Ni	-430
Al ₂ Cu	-440
Al ₃ Fe	-470
Al ₆ Mn	-760
Al	-840
Particules anodiques	
Al ₂ CuMg	-910
MgZn ₂	-960
Al ₃ Mg ₂	-1150
Mg ₂ Si	-1190
Al ₈ Mg ₅	-1240

Tableau (1.2) Potentiel de corrosion de quelques particules intermétalliques dans un milieu d'ions chlorure [DIN05].

I.1.11.3.3 Paramètres contrôlant le comportement de la cellule de couplage bimétallique dans les alliages d'aluminium.

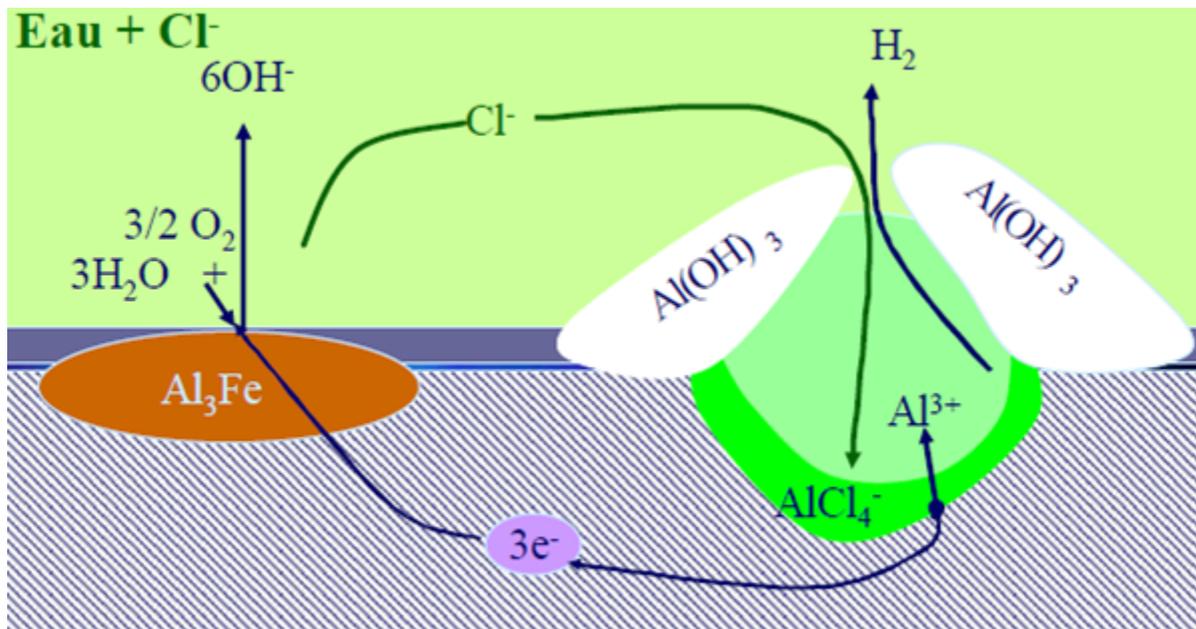
Les paramètres essentiels qui contrôlent donc le comportement de la cellule de couplage bimétallique que l'on soit à l'échelle microstructure ou non sont :

- La géométrie
 - 1- la taille des composants élémentaires du couple. A l'échelle de la microstructure on devra s'intéresser à la sensibilisation de l'interface matrice-particules intermétalliques

2- épaisseur de l'électrolyte, paramètre très important si l'on d'écrit les phénomènes de corrosion en milieu confiné (crevasse, corrosion intergranulaire, corrosion fissurante, corrosion atmosphérique).

- Les propriétés de l'électrolyte
- Les cinétiques électrochimiques associées à chacun des membres du couple,

l'endommagement réel du matériau est contrôlé par la combinaison simultanée des transferts de charge et de matière (diffusion et adsorption) Figure (1.6) [OLT07].



Figures (1.6) Mécanisme de la corrosion localisée dans une solution de chlorure dû à la formation de micropiles entre Al et Al₃Fe dans l'alliage 5083 [REB87]

I.1.11.3.4 Les différents types de corrosion structurale des alliages d'aluminium.

L'aluminium ne se corrode pas d'une manière spécifique, mais sous diverses formes, suivant des facteurs inhérents au métal (éléments d'alliages) et au milieu.

I.1.11.3.4.1 Corrosion uniforme.

Pour les alliages d'aluminium, les problèmes de corrosion généralisée sont intimement liés au pH du milieu. Lorsque le pH s'écarte en effet du voisinage immédiat de la neutralité ($4 < \text{pH} < 9$), la corrosion générale se traduit par une attaque rapide.

L'aluminium peut ainsi se passiver en milieu acide si le pouvoir oxydant du milieu est très élevé (par exemple, acide nitrique fumant). De même, l'aluminium et ses alliages peuvent résister en milieu alcalin grâce à certains effets d'inhibition (par exemple, l'ammoniaque concentrée, les bases organiques faibles, les silicates, le béton).

Dans les milieux neutres, la vitesse de corrosion générale des alliages d'aluminium passifs est certes très réduite, mais elle n'est néanmoins jamais totalement nulle. Elle garde ainsi une valeur de l'ordre de 5 μm par an, ce qui peut entraîner à la longue une évolution progressive de l'état de surface vers un aspect inesthétique du à une évolution de rugosité (peau d'orange) [DIN05], [VAR99].

I.1.11.3.4.2 Corrosion par piqûre.

La corrosion par piqûre se développe dans tous les milieux naturels, sous forme de cavités de profondeurs variables. Les conditions d'initiation et de propagation de la piqûration sont bien connues, même s'il s'agit d'un phénomène très complexe, dont le mécanisme n'est pas totalement déterminé [MAY96],[MAL99],[MAN95] Figure (1.7).

Les étapes de la corrosion par piqûre sont comme suit (voir Figure (1.6)) :

Etape 1 : Adsorption des ions chlorures au niveau des défauts du film d'oxyde puis migration dans le film.

Etape 2 : Réduction du dioxygène dissous et charge de la capacité de double couche.

Etape 3 : Rupture du film aux niveaux de défauts.

Etape 4 : Oxydation de l'aluminium et formation de complexes chlorurés (AlCl_4^-) et hydroxychlorurés ($\text{Al}(\text{OH})_2\text{Cl}$).

Etape 5 : Dissolution des complexes chlorurés et repassivation de la piqûre.

Etape 6 : Enrichissement en chlorure en fond de piqûre et formation d'une couche stable de chlorures, oxychlorures.

Etape 7 : Hydrolyse des chlorures d'aluminium et acidification du fond de la piqûre jusqu'à des valeurs de pH inférieures à 3. La réaction peut être simplifiée ainsi :



Etape 8 : Diffusion des ions Al_3^+ depuis le fond de la piqûre vers l'ouverture et précipitation en $Al(OH)_3$ au contact du milieu plus alcalin (sur les parois latérales sièges de la réaction cathodique et donc d'une certaine alcalinisation).

Etape 9 : Entretien de la piqûre par dissolution de l'aluminium dans la solution acide de chlorure d'aluminium et production d'hydrogène limitant l'accumulation des chlorures et repoussant les produits de corrosion vers l'ouverture de la piqûre.

Etape 10 : Repassivation de la piqûre par obstruction ou perte de stabilité de la couche de chlorure (retour à l'étape 5).

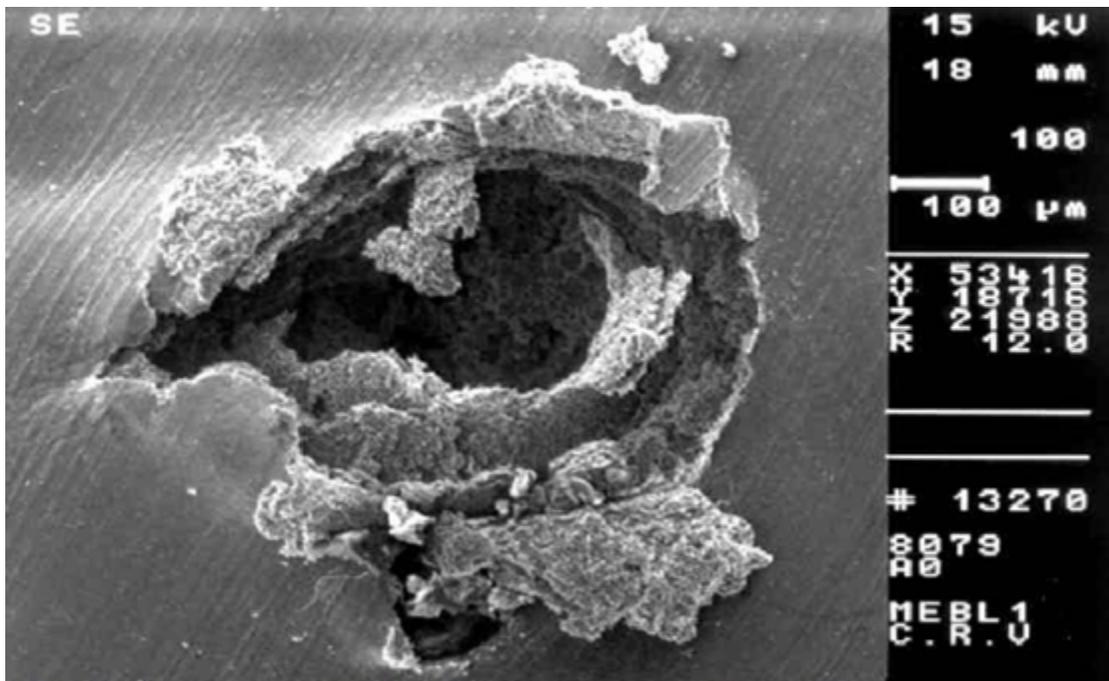


Figure (1.7) Corrosion localisée dans un alliage d'Al -Mg [REB87]

I.1.11.3.4.3 Corrosion caverneuse.

Pour les alliages d'aluminium, la corrosion caverneuse est essentiellement une manifestation particulière de la corrosion par piqûre, est due à la formation d'une pile à aération différentielle entre un milieu confiné (appelé « crevasse » ou « caverne ») et la solution extérieure. L'aluminium et en général les alliages d'aluminium sans cuivre sont peu sensibles à la corrosion caverneuse [VAL99].

I.1.11.3.4.4 Corrosion érosion.

La corrosion par érosion se produit dans un fluide en mouvement. Cette forme de corrosion est liée à la vitesse de passage du fluide, elle se caractérise par un amincissement local du métal sous la forme de rayures, de ravinements, d'ondulations, toujours orientés dans une même direction. [VAL99].

I.1.11.3.4.5 Corrosion galvanique.

Pour chaque solution, il est possible d'établir une « série galvanique » (classement des différents métaux et alliages en fonction de leur potentiel de corrosion mesuré).

Le matériau de potentiel le plus bas d'un assemblage galvanique est l'anode, l'autre la cathode. L'aluminium étant anodique par rapport à la plus part des métaux usuels, il est habituellement la victime dans les assemblages mixtes [VAL99], [GAR08],[MCC72], [VIT63].

I.1.11.3.4.6 Corrosion Intergranulaire.

La corrosion intergranulaire est une forme de corrosion qui se propage en consommant uniquement les joints de grains Figure (1.8).

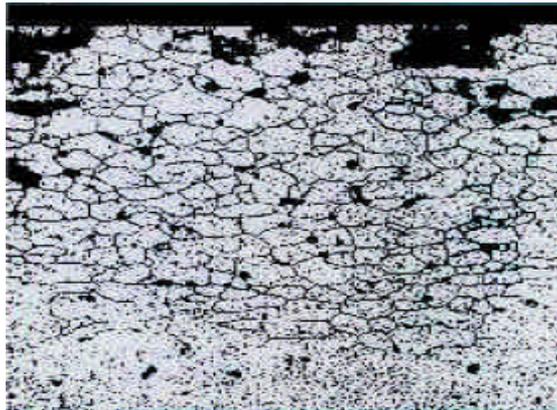


Figure I.8 corrosion intergranulaire de l'alliage 5083 [REB87]

Pour ce type de corrosion il y a deux cas de figures :

- 1) -Cas des alliages sensibles, avec des précipités continus aux joints de grains voir Figure (1.9).

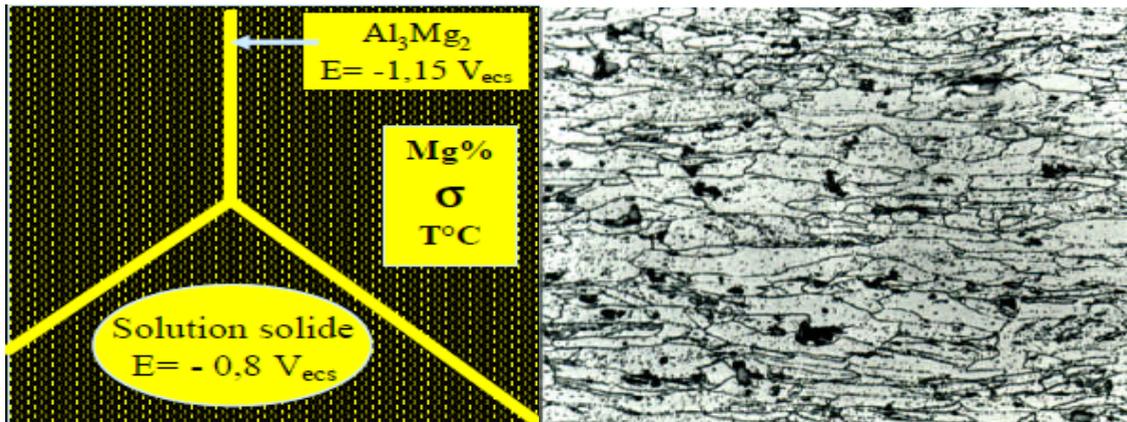


Figure (1.9) corrosion intergranulaire des alliages aluminium-Magnésium sensibles [REB87]

2) - Cas des alliages non sensibles avec des précipités discontinus aux joints de grains voir Figure (1.10).

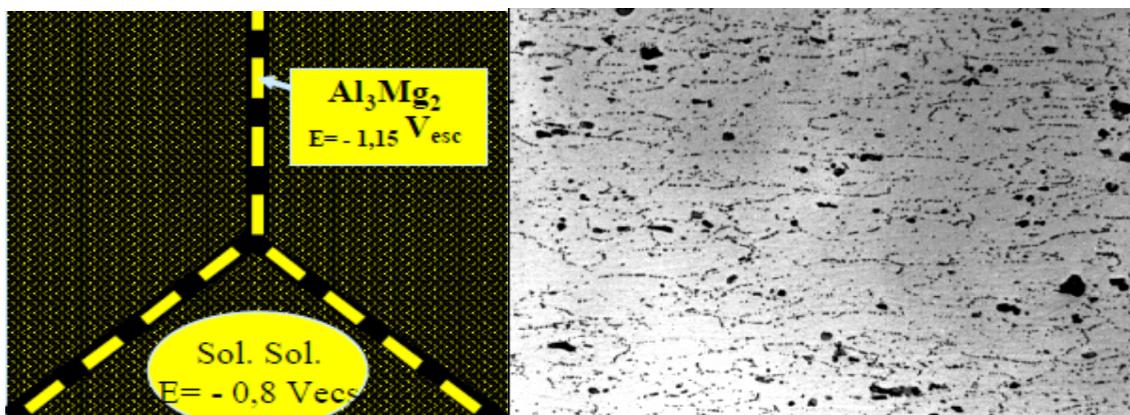


Figure (1.10) corrosion intergranulaire des alliages aluminium-Magnésium non sensibles [REB87]

I.1.11.3.4.7 Corrosion feuilletante.

C'est une forme de corrosion qui se propage dans une multitude de plans parallèles à la surface de la pièce. Ces plans sont séparés par des feuillets de métal non attaqués qui sont repoussés de la surface du métal, par le gonflement des produits de corrosion des zones attaquées [VAL99].

La corrosion feuilletante (ou exfoliante) comme la corrosion intergranulaire est une conséquence du «passé» thermomécanique des pièces. Seuls les alliages à hautes caractéristiques mécaniques sont concernés : ces phénomènes sont liés à la structure

métallurgique particulière des alliages laminés. Cette forme de corrosion qui affecte seulement quelques alliages (ceux de la série 2000, 5000 et 7000) se développe si les conditions de traitements thermiques ou de soudage sont mal adaptées [MAY96], [VAL99].

Le mécanisme de propagation est généralement assimilé à une corrosion intergranulaire, dirigée préférentiellement par des contraintes exercées par les produits de corrosion. Dans certain cas, la propagation est de type transgranulaire [OLT07].

I.1.11.3.4.8 Corrosion sous contrainte.

Comme son nom l'indique, la **corrosion sous contrainte** (CSC) résulte de l'action conjuguée d'une contrainte mécanique en tension (résiduelle ou appliquée) Figures (1.11,1.12) et d'un milieu agressif vis-à-vis du matériau, chacun de ces facteurs pris séparément n'étant pas susceptible à lui seul d'endommager la structure. Ce type de corrosion, particulièrement sournois et dangereux pour les installations, se caractérise par l'apparition de fissures intergranulaires ou transgranulaires dont la direction générale de propagation est perpendiculaire à la plus grande contrainte. Cette dernière peut être d'origine résiduelle (cintrage, écrouissage, laminage à froid...), d'origine thermique (dilatation, variation de pression), ou inhérente à la fonction de l'installation (câbles de ponts suspendus, structures de soutènement...)[VAL99], [FAN86].

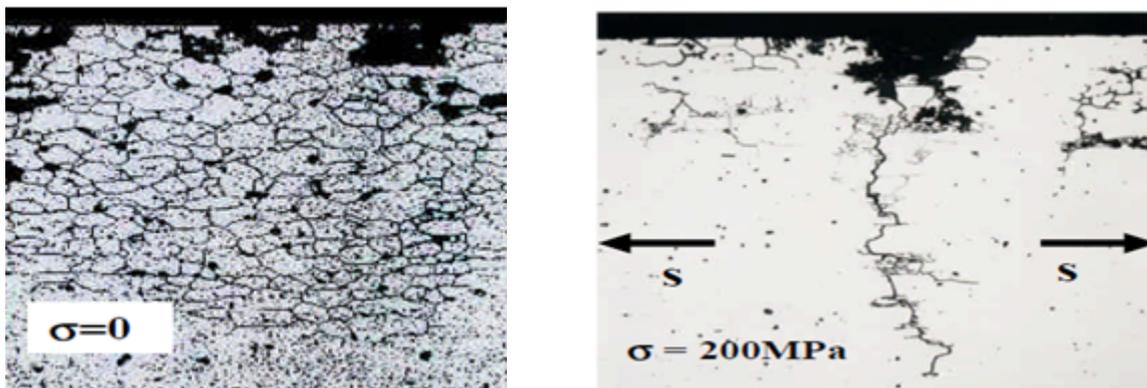


Figure (1.11) Représentation de la corrosion sous contrainte d'un alliage Al-Mg [REB87]

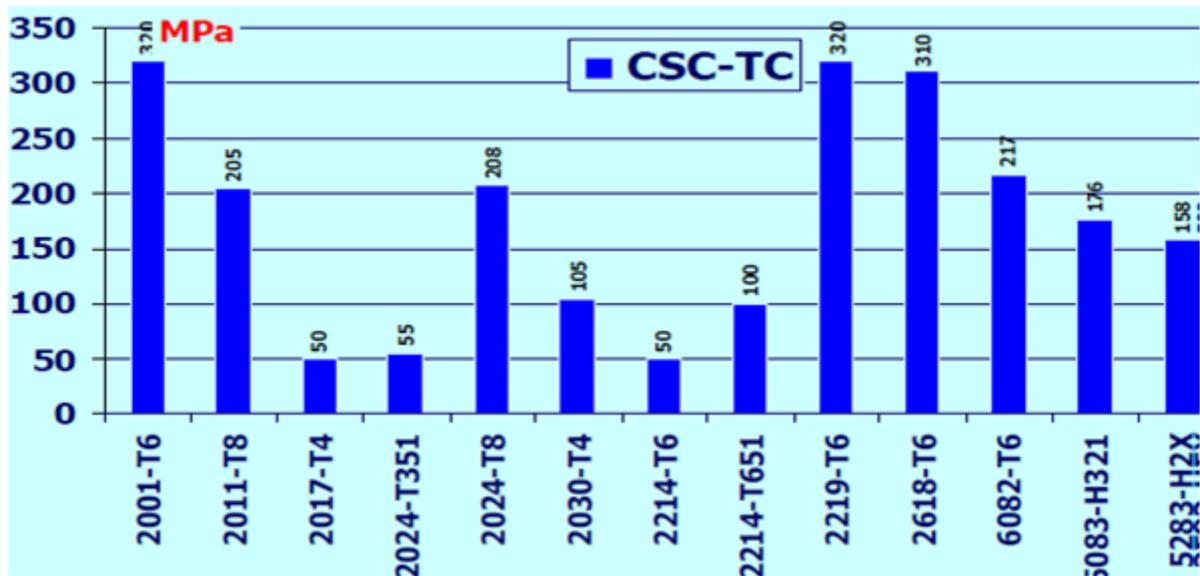


Figure (1.12) Seuil de contraintes pour la corrosion des alliages d'aluminium, [REB87]

I.1.12 Relations entre les propriétés physiques, les propriétés chimiques et les propriétés mécaniques.

Une bonne compréhension des propriétés physiques et chimiques d'un matériau peut permettre de trouver une relation entre les paramètres microstructuraux, physiques et sa réactivité.

En métallurgie, les essais physiques, chimiques et mécaniques visent à étudier, grâce à l'application des lois de la physique, les propriétés physico-chimiques et mécaniques d'un matériau métallique dans des conditions données de milieu et de température. Ces essais présentent un double intérêt théorique et pratique, car ils sont utilisés quotidiennement dans les laboratoires de recherche et dans les entreprises industrielles. La comparaison des résultats que l'on peut tirer de ces essais permet d'améliorer la mise en œuvre et la mise en service des matériaux en question. Cependant, si l'amélioration des techniques existantes entraîne des progrès dans la connaissance des propriétés des matériaux, les progrès les plus importants sont bien souvent dus à l'introduction de nouvelles méthodes d'essais.

Les "propriétés physiques" d'un matériau incluent aussi bien la densité que les propriétés électriques et thermiques. Celles-ci reflètent principalement le comportement à l'échelle atomique ou subatomique, à la différence des "propriétés mécaniques, qui dépendent en général d'une multitude de caractéristiques microstructurales, et les propriétés chimiques

se basent sur la réactivité du matériau avec l'environnement celles-ci reflètent le comportement à l'échelle atomique et microscopique [JAO08], [MAR00], [HON98].

Une bonne connaissance du mécanisme de la transformation des phases, la diffusion des atomes, l'évolution de morphologie et la stabilité des interfaces, l'état physique des grains et des particules intermétalliques, la restauration, la recristallisation, mécanismes de déformation plastique, la densité des dislocations, état de contraintes internes résiduelles, paramètres contrôlant le durcissement et la réactivité du matériau [VAL99]. Peuvent permettre d'avoir une connaissance sur les des caractéristiques physiques, chimiques, et mécaniques d'un matériau et l'évaluation de sa durée de vie [DIN05], [VAL99].

I.1.13 Les alliages de la série 5000 (Alliages Al-Mg).

Les alliages de cette série ne sont pas sujets au durcissement structural. Pour les alliages écrouis, un séjour prolongé à la température ambiante ou plus élevée, provoque une précipitation. Mg_2Al_3 se forme aux joints de grains. Ceci peut entraîner des conséquences néfastes sur la résistance à la corrosion. Il y a, en effet, une possibilité de corrosion intergranulaire ou de corrosion sous tension. Pour pallier cette tendance, on soumet ces alliages après écrouissage, à un recuit de stabilisation. Les utilisations des alliages de la série 5000 découlent de leurs principales caractéristiques (citer ci-dessous): [VAR79], [JAC], [ASM67], [ALC83], [PEC01].

Ces alliages sont des alliages à durcissement par écrouissage, ils ont des caractéristiques mécaniques moyennes qui augmentent avec le taux de magnésium et le taux d'écrouissage. Ils ont une bonne aptitude à la déformation, cette dernière diminuant si le taux de magnésium augmente. Ils ont un excellent comportement à la soudure. Ils ont également un bon comportement aux basses températures d'où les applications en cryogénie, ils ont un bon comportement à la résistance à la corrosion qui justifie leur utilisation dans les applications marines. Cependant une exposition à une température supérieure $65\text{ }^\circ\text{C}$ peut générer des problèmes de corrosion extrêmement importants, ce phénomène de corrosion augmente alors avec le taux de magnésium. Ils sont également utilisés pour certaines applications de décoration grâce à un bon comportement aux traitements de surface (anodisation, brillantage). Les alliages contiennent les éléments suivants le Magnésium le Silicium, le fer, le cuivre, le manganèse, le chrome, le nickel, le zinc, le titane, le zirconium et quelques autres [VAR79], [JAC], [ASM67], [ALC83], [PEC01].

Dans les alliages 5000 de chrome, cet élément est présent dans un précipité microscopique, de composition $Al_{12}Mg_2Cr$, et le manganèse sous la forme $Al_6(Mn, Fe)$ [VAL99], [POR80].

La Figure (1.13) représente les différentes phases existantes dans le système binaire Al-Mg.

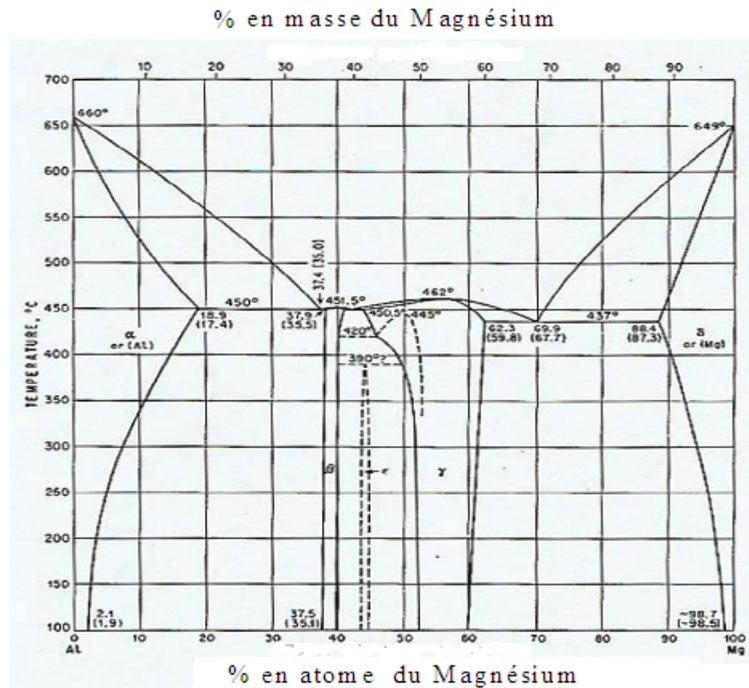


Figure (1.13) : Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium [AME67], [VAR79]

I.1.13.1 Caractéristiques de ces alliages.

Caractéristique	Valeur
Résistance mécanique	Moyenne. On peut l'améliorer par écrouissage, aux dépens toutefois de leur ductilité
Aptitude à la transformation	Grande aptitude aux transformations à chaud (filage, forgeage) et à froid, à l'état O (emboutissage, filage, cintrage, etc.)
Soudabilité	Excellente
Résistance à la corrosion	Très bonne. On peut encore l'améliorer par Anodisation
Etats de surface	Bonne après polissage et anodisation. Dans ce cas, il faut maintenir leurs teneurs en fer et en silicium à des valeurs minimales

Tableau (1.3) : les caractéristiques de la série 5000 [VAR79], [JAC], [ASM67], [ALC83], [PEC01].

I.1.13.2 Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications.

● L'alliage **5005**, le moins chargé en magnésium (0,8 %), remplace l'aluminium non allié lorsqu'une légère augmentation des caractéristiques est nécessaire : domaine de l'emboutissage, du chaudronnage, de l'architecture (bardages), du mobilier métallique...etc [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● L'alliage **5050** (Mg = 1,45 %), sous forme de produits filés et laminés est utilisé dans les domaines les plus variés : bâtiment (chéneaux, tuyaux...), ménager (machines à laver...), transports (remorques automobiles, bateaux...) [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● L'alliage **5251** (Mg : 2,05 % ; Mn : 0,3 %) est plus spécialement utilisé sous forme de produits filés (barres, fils, tubes) ou de tubes soudés pour l'irrigation [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● L'alliage **5052** (Mg : 2,5 % ; Cr : 0,25 %) est situé, du point de vue résistance mécanique, sensiblement au milieu de la gamme des alliages Al-Mg. Il a l'avantage de combiner une bonne aptitude à la mise en forme, une bonne résistance à la fatigue et une très bonne résistance à la corrosion. Ses domaines d'application sont les plus divers, en particulier en chaudronnerie sous forme de réservoirs et tuyauteries pour l'industrie chimique, pétrolière, les transports maritimes et aéronautiques [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● Les alliages **5454** (Mg : 2,7 % ; Mn : 0,75 % ; Cr : 0,12 %), **5754** (Mg : 3,1 % ; Mn + Cr : 0,35 %), **5154** (Mg : 3,5 % ; Cr : 0,25 %) relativement voisins, à caractéristiques légèrement supérieures à celles des précédents, restent des alliages très sûrs, en particulier du point de vue résistance à la corrosion [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● Les alliages **5086** (Mg : 4 % ; Mn : 0,45 % ; Cr : 0,15 %) et **5083** (Mg : 4,45 % ; Mn : 0,7 % ; Cr : 0,15 %), donc plus chargés en magnésium que les précédents, sont utilisés toutes les fois que l'on recherche, en plus des caractéristiques générales des alliages Al-Mg, une résistance mécanique élevée [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

● Les alliages **5056** (Mg : 5,05 % ; Cr : 0,12 % ; Mn : 0,12 %), **5056 A** (Mg : 5,05 % ; Mn : 0,35 %) et **5456** (Mg : 5,1 % ; Cr : 0,12 % ; Mn : 0,75 %), plus chargés en magnésium, sont les plus performants (du point de vue résistance aux sollicitations mécaniques) parmi les différents alliages de la série 5000. Leurs applications sont toutefois limitées en raison des risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension. Et ils sont souvent

remplacés par les alliages **5086** et **5083** plus sécurisants [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

- Ce sont généralement les alliages **5083** et **5086** qui sont les plus utilisés parce qu'ils offrent non seulement une excellente résistance à la corrosion et une très bonne résistance mécanique après soudage mais aussi une facilité accrue pour la mise en forme [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

- L'alliage **5052**, quant à lui, est principalement utilisé pour les superstructures (timonerie, accommodations) en raison de son bas coût. En comparant les propriétés mécaniques dans les zones soudées, il a été observé que l'alliage **5052** possède des propriétés mécaniques inférieures de 33% par rapport à l'alliage **5086** et de 44% par rapport à l'alliage **5083**. Ainsi, en raison de ces propriétés mécaniques plus basses dans les zones soudées, l'alliage **5052** doit être réservé pour les applications où la structure n'est pas fortement sollicitée [AME67], [VAR79], [HAT84], [JAC].

- Al-8%Mg, Al-15%Mg, Al-16%Mg [GAB99].

La Figure (1.14) représente la limite d'élasticité et la résistance à la traction des différents alliages d'aluminium de la famille 5000.

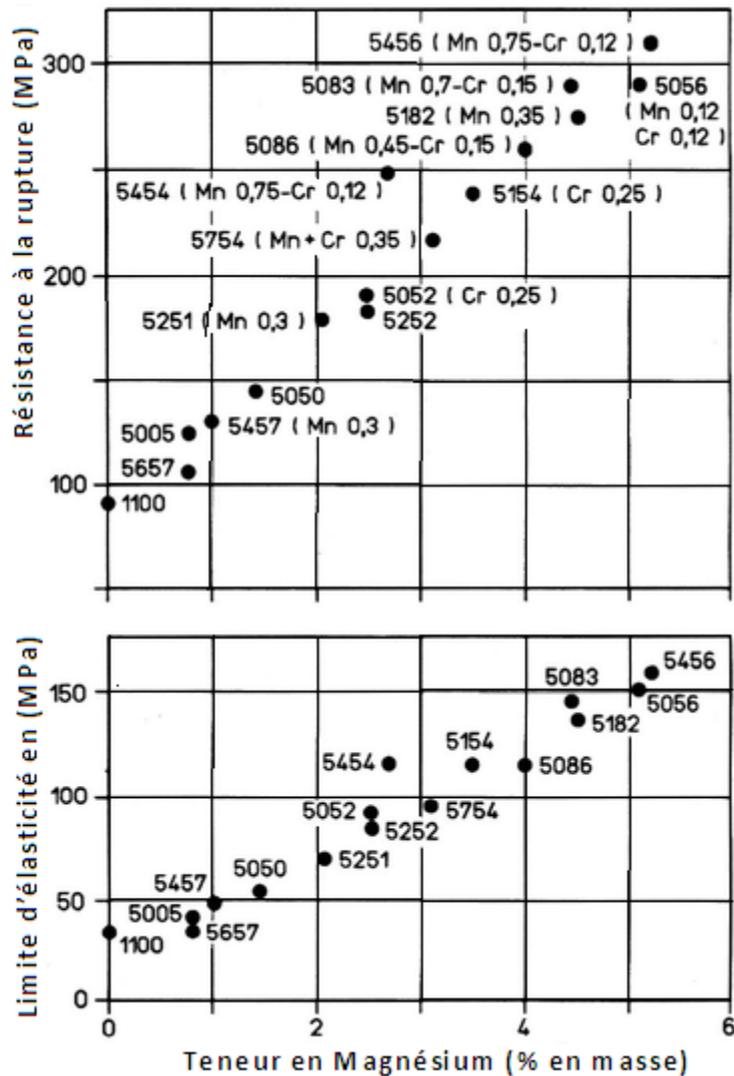


Figure (1.14) Caractéristiques mécaniques de résistances des alliages Al-Mg [JAC]

I.1.13.3 Alliage d'aluminium Magnésium (AA5083).

L'alliage (AA5083-321) est un alliage durci par déformation utilisé dans plusieurs applications telles que les industries navale et automobiles (au même titre que l'alliage AA6111) pour la construction du corps du produit, (cet alliage est un alliage durci par déformation puis stabilisé un quart-dur) car il possède une faible densité qui permet de réduire la consommation en carburant, une bonne résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion. [BET08], [EZU08]

Si la tenue mécanique de ces matériaux est relativement bien connue à température ambiante, leur utilisation à d'autres températures nécessite généralement une étude préalable de leur comportement à ces températures, La Figure (1.15) présente, à titre d'illustration, l'effet de la température sur le comportement en traction d'un alliage d'aluminium 5083. On observe globalement que l'abaissement de la température a pour effet d'élever les caractéristiques mécaniques et de réduire significativement la ductilité [CEA].

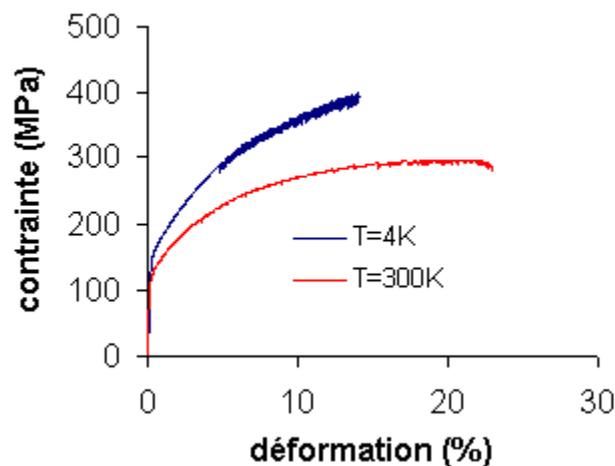


Figure (1.15): Evolution du comportement à la traction de résistance de l'alliage 5083 en fonction de la température de sollicitation [CEA]

La microstructure de cet alliage a une grande influence sur les propriétés mécaniques et la tenue à la corrosion, en raison de la présence des particules intermétalliques issues des traitements thermomécaniques préalables, ces traitements peuvent ainsi donner naissance :

a) à une anisotropie et un écrouissage dû d'un côté à la distribution et à la forme des particules intermétalliques, et d'un autre côté à la taille et la forme des grains,

b) à une corrosion localisée par piqûre, due à la formation de microcellules galvaniques à la surface du matériau en raison de la présence des particules intermétalliques ayant un potentiel de corrosion différent de celui de la phase mère [BET08], [ABA01], [ECK08], [EZU08].

Par exemple de l'alliage AA5083H321 constituer de 0,4% de fer sous forme de particules intermétalliques $FeAl_3$ ou bien $Al_6(Fe, Mn)$ dont le potentiel est supérieur à celui

de la phase mère, ceci favorise la formation d'une corrosion localisée dans la région voisine qui entoure les particules intermétalliques susciter, lorsque l'alliage est plongé dans une solution de chlorures [BET08], [ABA01], [ECK08], [EZU08].

Par contre une partie de magnésium et silicium constituant l'alliage cristallise sous forme de particules intermétalliques Mg_2Si , de potentiel de corrosion inférieur de -1,5 V/ECS à celui de l'aluminium qui est de 0,7V/ECS dans une solution de Chlorure de sodium (Na Cl), A .Kyril et *al* [KIR07] ont observé et suivie le changement dans la composition de la phase Mg_2Si au cours du temps, après immersion dans une solution de NaCl, ils ont conclu que les particules intermétalliques Mg_2Si ont une activité électrochimique anodique au cours du temps, et deviennent pauvres en magnésium [BET08], [ABA01], [ECK08], [EZU08]. [KIR07].

La corrosion des tôles de faible épaisseur de l'alliage (AA5083) en milieu de chlorure de sodium, est constituée de plusieurs étapes, la croissance de la couche d'alumine ou bien l'alumine hydraté formée lors de la préparation des échantillons pour l'essai de corrosion, la fragilisation de cette couche et la formation de piqûres entoure des particules intermétalliques riches en fer, et la dissolution sélective du magnésium [BET08], [ABA01], [ECK08], [EZU08]. [KIR07], A .Kyril et *al* [KIR07] on proposés les équations décrivant ces phénomènes.

I.2 ETAT DE L'ART SUR LA CARACTERISATION DES ALLIAGES D'ALUMINIUM-MAGNESIUM.

Cet état de l'art comporte certaines études concernant la caractérisation physico-chimique des alliages Al-Mg en général et de l'alliage AA5083 en particulier, l'intérêt de partie est de montré que :

1) la majorité des propriétés physiques, mécaniques et chimiques à l'échelle macroscopique des alliages Al-Mg ont été expliqué par le suivi et la compréhension des phénomènes intervenant à l'échelle microscopique.

2) aucun travail ne fait référence à l'histoire thermomécanique du matériau étudié.

I.2.1- Caractérisation de la microstructure et de la texture.

Dans un travail présenté par E.Carreño-Morelli et *al* [CAR96], concernant l'amortissement à haute température d'un alliage Al-Mg-Si d'origine industriel, caractérisé par les techniques de spectroscopie mécanique (essai de frottement intérieur) et de

microscopie optique et électronique à transmission. L'essai de frottement interne montre que pour cet alliage qui est reçu à l'état (T6) possède un pic de frottement interne à la température de 483 K pour une fréquence de vibration de 1Hz, avec une énergie d'activation de 1,6 eV et un temps limite de relaxation de $1,3 \times 10^{-18}$ s, ce pic a été aussi retrouvé sur des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis jusqu'à la coalescence des précipités. Au début le pic de frottement intérieur a été attribué au mécanisme dans lequel le réseau des dislocations est épinglé par les précipités des deux phases β' et β'' ou bien au réseau de dislocation contrôlé par le nuage complexe de Cottrell composé des atomes Mg et Si. Une bonne description des résultats expérimentaux, fournis en considérant que le mouvement des dislocations est contrôlé par la diffusion transversale des paires Mg-Si dans le noyau des dislocations, ce qui fait que le mécanisme de relaxation en relation avec les joints des grains et les précipités a été écarté.

Ce travail nous permet de mieux comprendre les causes du pic de relaxation

L'étude de la précipitation dans les alliages à base d'Al par la mesure du frottement intérieur, réalisée par R.Schaller et al [SCH83] montre que les stades de précipitation peuvent être détectés par l'apparition des pics de frottement de relaxation qui sont dus soit à la solution solide (pic de Zener) soit aux précipités. Pendant longtemps, il a été admis que tous les pics dus aux précipités avaient la même origine, c'est-à-dire étaient dus à des relaxations anélastiques aux interfaces précipités-matrices (théories de Schoeck). En effet le problème est plus complexe, car des résultats ont été obtenus et rendent compte de relaxations à l'intérieur des précipités ou encore de mécanismes d'interactions dislocations-précipités. Pour ces auteurs l'évolution du réseau de dislocations au cours de la recristallisation modifie profondément les valeurs du frottement intérieur. En particulier, on observe que la recristallisation apparaît après un accroissement du frottement intérieur, ce résultat apporte un nouveau critère de recristallisation : la recristallisation est conditionnée par un accroissement de la mobilité des dislocations. De ce point de vue, le frottement intérieur devient une méthode pour étudier les interactions précipitations-recristallisation.

L'évolution du frottement interne durant la formation et à la dissolution des phases métastable aux joints de grain en alliages Al-(2,4 à 6) % Mg a été étudiée par S.P.Wu et al [WU91], ils ont conclu que un chauffage à une température avoisinante celle du recuit d'homogénéisation suivi d'un refroidissement en dehors du four fait disparaître les pics de relaxation du frottement intérieur.

C.Belamri et al [BEL06] ont montré qu'un taux de réduction par déformation à froid de 1% pour l'aluminium pur fait apparaître un pic de relaxation à la température ambiante, le recuit fait déplacé la position de ce pic, de ce fait l'introduction de nouveaux défauts de réseau induisent un pic de frottement intérieur.

A.Rivière et al [RIV09] ont étudié l'influence des dislocations fraîche du réseau sur l'apparition du pic de relaxation pour l'aluminium pur et ses alliages ayant subis une faible déformation.

A.Rivière [RIV04] à étudier la présence du pic de relaxation de l'alliage Al-5% de Mg ayant subi un recuit à 498°C en fonction de la fréquence de vibration lors de l'essai de frottement intérieur en torsion, à différentes températures et il trouver que le pic de relaxation apparaît uniquement à la température de 498°C pour une fréquence de vibration de 0,032 Hz.

L.Zhen et al [ZHE97] ont étudié l'effet du prévieillissement d'alliages Al-Mg-Si sur la microstructure, l'allongement à la rupture, la résistance à la traction et la résistance au cisaillement. Ils ont trouvés que l'application du prévieillissement augmente le nombre de précipités, la résistance à la traction ainsi que la résistance au cisaillement pour les échantillons ayant subis un prévieillissement tandis que l'allongement de ces échantillons diminue.

A.H Cottrell [COT53] a proposé une interprétation microscopique du phénomène PLC, en l'attribuant à l'interaction dynamique entre les nuages d'impuretés ou de solutés d'un alliage et le champ de déformation associé aux dislocations. Cette approche a été affinée par McCormick P.G [MCC72], qui donnait cependant des résultats différents de ceux obtenus expérimentalement. Van den Beukel [VAN75] proposa alors le modèle de vieillissement dynamique où le temps d'attente des dislocations bloquées (temporairement durant la dissolution et la reprecipitation) sur les obstacles est le paramètre déterminant la vitesse de déformation, ce qui est compatible avec l'approche macroscopique de Penning [PEN72].

Dans une étude présentée par J.R.Hirsch [HIR90] l'auteur a montré l'évolution de la texture durant la déformation par laminage des métaux CFC, l'évolution locale de la structure et la corrélation entre la texture et la structure. En plus il a étudié l'influence d'une grande déformation sur la structure et texture et l'arrangement local des grains.

A.Gaber [GAB99] a étudié la cinétique de précipitation dans les alliages Al-16%Mg, Al-18%Mg super saturés en magnésium, par plusieurs techniques (DSC, EDS, SEM), il a suivi l'effet du traitement thermique sur l'évolution de la microstructure et a associé la formation et la dissolution de zones GP et des phases β , β' à la migration des atomes de magnésium à travers la matrice d'aluminium, il indique aussi que les énergies de précipitation et de dissolution des précipités ne sont pas les mêmes.

D.Hamana et al [HAM01] ont utilisé divers techniques expérimentales (dilatométrie différentielle, balayage par calorimétrie différentielle, microscopies optique et électronique à balayage, frottement interne, de la résistance électrique et de la microdureté) et ont montré que toutes ces analyses se complètent pour étudier le vieillissement de l'alliage d'aluminium super saturé en magnésium à 12% de Mg, du fait que ces techniques ont des sensibilités différentes aux différentes étapes de la précipitation et donnent plus d'information sur l'évolution de la structure, la nature et la morphologie des particules de phases précipités et le passage d'une phase à une autre. Ces techniques ont montrées que les phases précipitées ne se développent pas au dépend des zones GP.

Les même auteurs ont également suivi, [HAM04] la cinétique et la morphologie de la phase β' durant le vieillissement de l'alliage Al-12% Mg. Il a été établi dans cette étude que les particules de la phase β' sont incohérent et métastable, au début du vieillissement elles ont une forme globulaire, se transforme en aiguilles, et après un long temps de vieillissement deviennent une phase en équilibre prédite par le diagramme d'équilibre Al-Mg. De plus de ça les auteurs ont trouvé que les phases β , β' se forment et se dissolvent successivement et indépendamment les une des autres dans un vieillissement non isotherme.

Par ailleurs S.Endou et al [END02] ont étudié expérimentalement et analysé en détail, le développement de la texture de recristallisation et du laminage à froid pour les alliages Aluminium-Magnésium, en utilisant une fonction de distribution des orientations, ils ont analysé le comportement de ces alliages en fonction du recuit ont aussi suivi l'évolution de la recristallisation et de la précipitation par microscopie optique et microscopie électronique à balayage, ils ont trouvé que pour l'alliage d'aluminium- magnésium 6%, la texture dépend de la température du recuit et de la vitesse de chauffage lors du recuit et de l'augmentation du pourcentage de magnésium dans l'alliage. La texture de recristallisation et du laminage à

froid ne dépend plus de la température de recuit et la vitesse de chauffage et ces textures sont aléatoires.

R.Oltra et al [OLT07] ont montré le rôle de la microstructure sur le processus de corrosion localisée, par exemple la sensibilité d'un précipité par rapport au reste de la matrice, peut être évaluée et simulée en tenant compte des processus de couplage galvanique et de transport des espèces chimiques, grâce à l'évolution récente d'un ensemble de méthodes d'analyses chimiques électrochimiques et électriques, dont la résolution spatiale est adaptée à l'échelle micronique qui caractérise la microstructure des alliages métalliques. Il est possible de disposer à cette échelle, d'informations comme la différence de potentiel de surface intrinsèque à la coexistence d'une phase et de sa matrice, les cinétiques électrochimiques élémentaires des phases, la distribution du courant en solution qui permet de définir la polarisation de la surface, l'évolution chimique locale contrôlée par le transport de matière en phase liquide en fonction des réactions de réduction ou de dissolution. Ces informations représentent les données d'entrée des modèles de comportement en corrosion localisée des alliages concernés.

I.2.2- Caractérisation des propriétés mécaniques.

A.Zeghloul et Al [ZAG96] ont étudié les instabilités associées au phénomène Portevin–Le Chatelier (PLC) pour l'alliage aluminium–magnésium AG3, dans de larges intervalles de températures, de vitesses de déformation et de vitesse de contraintes. Les résultats expérimentaux obtenus montrent l'existence du domaine de l'effet (PLC), représenté sur les diagrammes vitesse de contraintes en fonction de la température et vitesse de déformation en fonction de la température. La déformation critique à laquelle apparaît le phénomène PLC augmente avec la vitesse de chargement aux basses températures ou aux vitesses de chargement élevées. Le comportement inverse est observé aux températures élevées et aux basses vitesses de chargement. Les auteurs ont attribué ce phénomène dans le cas de faibles températures au vieillissement dynamique, mais aux hautes températures le vieillissement dynamique opère aux fortes vitesses de chargement (de déformations) et à la faible vitesse de chargement. L'effet du cisaillement des précipités de faible taille semble important.

R.Narayanasamy et al [NAR09] ont étudié l'aptitude à la mise en forme de l'alliage aluminium-magnésium (AA5052). Dans ce papier les auteurs ont étudié la relation entre la formabilité et la texture cristallographique des tôles de l'alliage (AA5083) de 2mm

d'épaisseur, après recuit à différentes températures par une analyse des diagrammes de la limite de formabilité, de la texture cristallographique et de la fonction de distribution des orientations. De tous les résultats obtenus les auteurs ont trouvé la température optimale pour une meilleure formabilité et texture avec une valeur élevée d'anisotropie normale.

Dans le travail présenté par R.K.Singh et al [SIN00] il est décrit la corrélation entre la microstructure la texture et les propriétés mécaniques d'un Alliage Al-Mg-Si-Cu laminé à chaud (d'un état T6). Les auteurs ont déterminé la texture (sur la surface du laminage et sur la surface perpendiculaire au laminage de l'échantillon) en utilisant les figures de pôles traditionnelles et les fonctions de distribution d'orientations par rapport à la direction du laminage, les résultats ont permis aux auteurs de corréler le facteur d'anisotropie dans le plan, le facteur de rupture fragile et la durée de vie en fatigue, dans le but de caractériser la rupture.

Dans le travail présenté par R.C.Picu et al [PIC05] ont étudié l'effet de la déformation de l'alliage commercial AA5082-O, entre les températures allant de (-120 à 150°C) et une vitesse de déformation variant de (10^{-6} à 10^{-1}) s^{-1} sur la structure et les propriétés mécaniques de matériau (la formabilité, l'érouissage), le vieillissement dynamique.

Dans le travail présenté par Oguocha et al [OGU08], les propriétés de l'alliage AA5083-H116 de provenance industriel ont été caractérisées par les essais de la microdureté, de traction, de perte de masse dans une solution d'acide nitrique et par microscopie optique microscopie électronique à balayage, et EDS, les auteurs ont fait une corrélation entre les propriétés chimiques (perte de masse, susceptibilité à la corrosion intergranulaire) et mécaniques (la résistance à la traction, microdureté, et résistance au cisaillement) en fonction du temps et de la température d'exposition, ils ont constaté que les propriétés mécaniques et chimiques diminuent, avec l'augmentation du temps et de la température d'exposition dans un milieu corrosif. Ils attribuent la diminution de résistance à la corrosion à la précipitation des particules intermétalliques riches en magnésium aux joints de grains et la diminution des propriétés mécaniques d'une part à une diminution de la concentration du magnésium dans la solution solide en fonction du temps et de la température et d'autre part à la recristallisation qui opère à haute température.

J.Orlikovski et al [ORL09] ont étudié l'évolution de la cinétique de la corrosion des alliages Al-Mg exposés à un milieu corrosif durant l'essai de traction, afin de trouver la dépendance entre la déformation et la corrosion et électrochimiques. Ce papier présente les résultats mesures d'impédances électrochimiques durant l'essai de traction en utilisant la dynamique de spectroscopie d'impédances électrochimiques (DEIS). Ils ont trouvé que le phénomène de rupture de la couche de passivation se déroule dans le domaine élastique, ceci entraîne l'apparition de la corrosion sur la surface des échantillons, au début du domaine de déformation plastique. Cette étude montre que la réponse électrochimique des alliages Al-Mg dépend de l'effet PLC qui se manifeste durant l'essai de traction [80-86].

I.2.3- Caractérisation chimique et électrochimique.

D'après les résultats présentés par R.H Jones et al [JON04], les auteurs ont conclu que les alliages d'aluminium-magnésium ont une bonne résistance à la corrosion sous contraintes, mais dans certaines circonstances cette corrosion peut avoir lieu, ceci est dû à la formation des précipités anodiques (Al_3Mg_2) aux joints de grains, ce qui induit une corrosion galvanique localisée qui se transforme en corrosion sous contrainte intergranulaire produisant des fissures.

G.M.Scamens et al [SCA87] ont étudiés la susceptibilité à la corrosion sous contrainte en fonction de la ségrégation du magnésium aux joints de grains, par des mises en évidence expérimentales directes et indirectes, ils ont déduit que les paramètres importants à prendre en considération pour le cas de la corrosion sous contrainte aux joints de grains causée par la ségrégation du magnésium, sont la température de mise en solution lors du traitement thermique et la précipitation aux joints de grains, les auteurs ont mis en évidence l'existence d'une ségrégation (stable ou bien instable) du magnésium, qui favorise la pénétration de l'hydrogène dans l'alliage d'aluminium, cette la ségrégation et l'interaction entre les précipités critiques aux joints des grains avec l'hydrogène, sont les causes de la fissuration et de la susceptibilité à la corrosion sous contraintes.

M. Elboudjaini et al [ELB88] ont étudié le comportement des alliages d'aluminium 5083-H321 et 6061-T651 de provenance industrielle, en milieux aqueux avec deux concentrations des ions de chlorures en présence et en absence sulfate a été étudié par voie électrochimique. Les études potentiocinétiques ont permis de déterminer le potentiel de piqûres, tandis que les études potentiostatiques ont précisé d'avantage l'agressivité du milieu.

Trois zones de pH ont été étudiées avec les deux techniques mentionnées, (1-4), (4-9), (9-12). Une étude morphologique au moyen de la microscopie électronique à balayage combinée par la méthode d'analyse de surface « EDAX » a été effectuée, suite aux résultats qui ont obtenus ils ont conclu que entre un pH 4-9, l'alliage 6061-T651 possède un meilleur comportement à la corrosion comparé à 5083-H321 par contre pour un $4 > \text{pH}$, $\text{pH} > 10$ les deux alliages se comporte de façon presque identique.

X.Feugas et al [FEA09] ont montré l'importance de l'état métallurgique et en particulier de l'état de contraintes sur la réactivité de la surface d'un matériau en contact avec un milieu corrosif. Cette préoccupation, rarement abordée, est cependant essentielle dans de nombreux domaines tels que la corrosion sous contrainte, la fragilisation par l'hydrogène, la protection d'un environnement, la durabilité des revêtements anti-corrosion, les biomatériaux, ...etc. les auteurs ont montré la nécessité de prendre en compte, les diverses expressions du champ mécanique, au quel le matériau est soumis afin d'approcher son effet sur les processus d'adsorption et de transfert de charges.

Pour A.Aballe et al [ABA03] le comportement de l'alliage 5083 dans une solution de NaCl à 3,5% est contrôlé par, la répartition des particules intermétalliques cathodiques de composition Al (Mn, Fe, Cr) présent dans l'alliage. De plus leur présence conditionne les réponses électrochimiques de cet alliage. C'est pour cette raison que pour garantir une réponse électrochimique reproductible pour cet alliage, il est nécessaire de déterminer la surface minimale à exposer au milieu corrosif pour obtenir le comportement moyen du système. Dans cette étude basé sur analyse de la réponse électrochimique en fonction de la surface exposé, les auteurs ont étudié et suivi l'effet de la surface exposé, sur la reproductibilité des résultats des impédances électrochimiques, de l'alliage 5083 dans une solution de à 3,5 % de NaCl.

A.Aballe et al [ABA01] ont également étudié la corrosion de l'alliage d'aluminium (5083) dans une solution de 3,5% de NaCl aéré, les résultats obtenus indiquent, que le principal processus que le métal a subit sous les conditions d'exposition étudiées est relié à la corrosion localisée, qui prend place dans le matériau autour des précipités cathodiques existant dans cet alliage. Les piqûres obtenues ont une morphologie hémisphérique qui ne représente pas une corrosion cristallographique, ce type de corrosion n'a pas été observé même lorsque les échantillons ont été soumis aux tests de corrosion d'une grande durée.

Enfin, ils ont conclu que pour obtenir ce type de corrosion pour cet alliage, il est nécessaire de polariser l'alliage au potentiel de germination de la corrosion cristallographique, en plus la densité du courant doit être supérieure à une valeur critique. Quand la couche d'oxyde est éliminée la corrosion cristallographique prend place lors d'une simple exposition à une solution aérée de 3,5%NaCl.

K.Jafarzadeh, et al [JAF09] ont étudié par spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) la corrosion de l'alliage AA5083-H321, en fonction de la vitesse de rotation de l'électrode, après 24h de corrosion dans une solution de 3,5% NaCl, dans un domaine de fréquence variant de 20mHz à 100kHz. Ils ont trouvé que la vitesse de rotation a un effet important sur la cinétique de la corrosion.

Vraslović L [VRA05] et al ont étudié l'effet de l'agitation et de la température sur le comportement à la corrosion de l'alliage contenant 2,5% de Mg, dans une solution de 3%de NaCl et dans une solution contenant un inhibiteur de corrosion, par les techniques de spectroscopie d'impédances électrochimiques (EIS) et les courbes intensité-potential. Ils ont conclu que l'augmentation du taux d'agitation et de la température accroît la vitesse de corrosion.

A .Aballe et al [ABA04] ont traité l'effet du degré du polissage sur la corrosion par piqûre dans une solution aérée avec 3,5% de NaCl, en fonction de la granulométrie du papier de polissage, les résultats obtenus indiquent que les échantillons polis avec un papier de granulométrie plus fine sont plus sujets à la corrosion localisée que les échantillons polis avec un papier de granulométrie moins fine, ils indiquent aussi que le degré de polissage influence la densité des particules intermétalliques cathodique.

I.3 Conclusions :

Pour répondre aux demandes sans précédent du transport mondial actuel, de plus en plus d'exploitants et d'opérateurs de tous horizons optent pour l'aluminium et ses alliages en général et pour les alliages Al-Mg en particulier.

Ses caractéristiques uniques alliant force, durabilité, conductivité, légèreté, résistance à la corrosion et recyclabilité, en font un matériau fiable sûr et économique qui seul peut répondre aux nouvelles exigences de performance et de protection de l'environnement. Parmi les avantages, on peut citer le gain de poids, la résistance à la corrosion et la sécurité accrue.

Prenant comme exemple la répartition des matériaux constituant certains appareils d'Airbus industries (% en masse) Tableau (1.4).

Appareils	Alliages Al	Alliages Ti	Composites	Aciers	Autres
A310	67 %	5 %	10 %	13 %	5 %
A320	58 %	6 %	20 %	13 %	3 %
A330/A340	73 %	6,5 %	10 %	7,5 %	3 %
A380	75 %	7 %	8 %	7 %	3 %

Tableau (1.4) : Répartition des matériaux constituant certains appareils d'Airbus industries (% en masse)

Pour toutes ces raisons, l'emploi des alliages d'aluminium dans le transport est désormais commun et est appelé à encore croître d'une manière importante.

L'aluminium et ses alliages sont thermodynamiquement réactifs, mais montrent une excellente résistance à la corrosion du fait de la formation naturelle d'une couche mince d'oxyde ou bien d'hydroxyde d'alumine à la surface, extrêmement stable et imperméable ou peut perméable.

L'addition des éléments d'alliages à l'aluminium améliore les propriétés mécaniques de l'aluminium mais affaiblie la résistance à la corrosion de ce dernier.

L'état d'art présenté des propriétés mécaniques, propriétés structurales et propriétés chimiques des alliages d'aluminium-magnésium permet d'orienter le travail de thèse vers différentes études :

Les techniques d'analyse mécaniques et structurales sont utilisées pour évaluer les propriétés structurales, mécaniques et chimiques des alliages aluminium-magnésium.

De nouvelles techniques de mesure s'avèrent nécessaire pour analyser les évolutions des propriétés mécaniques, structurales et chimiques pour accéder à l'état mécanique et aux mécanismes de durcissement et de dégradation des alliages aluminium-magnésium. Nous utilisons les essais de spectroscopie mécaniques et électrochimiques (frottement interne, spectroscopie d'impédance électrochimique) et la diffraction des rayons X à angles rasants.

L'influence de la microstructure et de l'anisotropie des propriétés mécaniques et chimiques des alliages aluminium-magnésium doit être approfondie, en terme de texture, nature des phases intermétalliques mais aussi d'après la nature des éléments d'alliages.

CHAPITRE II
METHODES ET PROCEDURES
EXPERIMENTALES

CHAPITRE II : METHODES ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

Ce chapitre commence par une présentation de l'alliage d'aluminium-magnésium (AA5083-H321) utilisés au cours de cette l'étude. L'effet des états métallurgiques du matériau étant le paramètre principal (état recuit non laminé, état recuit et laminé à froid, et état recuit et laminé à froid avec un recuit intermédiaire au laminage à froid), notre étude comporte : une caractérisation de l'évolution des propriétés structurales (microstructure et ses constituants, densités des dislocations, texture, et contraintes internes résiduelles), une caractérisation de l'évolution des propriétés mécaniques (microdureté, frottement interne en torsion, module d'élasticité en torsion, effet Portevin Le Chatelier en traction, résistance à la traction, élasticité, allongement, anisotropie et écrouissage), une caractérisation de l'évolution des propriétés chimiques (potentiel de corrosion libre, densité du courant de l'électrode de travail soumis à une différence de potentiel, impédance électrochimique de l'alliage, morphologie de la couche d'oxyde formée à la surface). Tous les échantillons de étudiés sont de provenance industrielle dans un état métallurgiques (H321) représentant un traitement de laminage à froid suivi d'un recuit de stabilisation à une température comprise entre 50 et 200°C, le recuit de stabilisation subi à pour effet, la destruction de l'état de contraintes internes résiduelles accumulées lors du laminage à froid (restauration des propriétés mécaniques préalable au laminage à froid), pour suivre l'évolution des propriétés physico-chimiques de l'alliage à partir d'un état le plus homogène possible avec des grains recristallisés équiaxes, tous les échantillons ont subi un recuit à 420°C avec un temps de maintien de 1h30mn dans un four à chambre verticale à bain de sels non réactifs avec le matériau et refroidit à l'air libre, dans le but d'homogénéiser la température sur toute la surface des échantillons pour approcher à un état le plus homogène possible, tous les autres traitements thermiques ont été faits dans le même four et le refroidissement des échantillons été à l'air libre.

II.1 Matériau étudié (Alliage d'aluminium AA5083-H 321)

II.1.1 Choix de l'alliage AA5083-H321

Nous avons choisi l'alliage AA 5083 – H 321 dans la famille des alliages Aluminium-Magnésium en raison de ces nombreuses applications dans plusieurs secteurs tels que (l'industrie Navale, l'industrie automobiles, l'industrie aéronautique et industrie alimentaire alimentaire...etc.), de son pourcentage en Magnésium et de ces bonnes propriétés mécaniques, physiques et chimiques.

Il s'agit d'un alliage de provenance industriel, laminé à froid et suivi d'une stabilisation.

Sa composition chimique est donnée dans le Tableau (2.1)

Elements	Cu	Mg	Fe	Mn	Cr	Si	Zn	Ti	other
Concentration	0.1	4-4,9	0.4	0.3-1	0.25-0,5	0.4	0.25	0.15	0.15

Tableau (2.1) composition chimique de 5083H- 321

Les échantillons sont de dimensions 12,7x 77x140mm préparés pour le traitement thermomécanique ils proviennent d'une tôle de 12,7x77x1600 mm.

Tous les échantillons ont subi un recuit d'une durée de 90 minutes a la température de 420°C et refroidis à l'air libre, 8 échantillons ont subi uniquement un laminage à froid à différents taux de réduction (voir tableau (2.2)), et trois échantillons ont subi un traitement de laminage à froid avec un taux de réduction de 61%, suivi d'un recuit intermédiaire à 250°C avec différents temps de maintien, enfin un nouveau laminage à froid a conduit à un taux de réduction totale de 92% (voir Tableaux (2.2)).

II.1.2 Le laminage à froid.

Le laminage à été effectué sur un laminoir de marque Stanat, de puissance de 10HP, de diamètre des cylindres de 13,5 cm, la vitesse de rotation des cylindres est de 95 tours /mn (1,342m/s), et la réduction s'effectue par passe de 0,138mm.

II.1.3 Le traitement thermique.

Les traitements thermiques ont été effectués dans un four à chambre verticale à bain d'un mélange de sels (nitrate et nitrite) de diamètre de 40 cm.

II.1.4 Opérations thermomécaniques effectués

Echantillon	Taux de laminage 1*	Temps de recuit 250°C	Taux de laminage 2**
0	0	Pas de recuit	0
1	15	Pas de recuit	15
2	30	Pas de recuit	30
3	46	Pas de recuit	46
4	61	Pas de recuit	61
5	61	30mn	92
6	61	60mn	92
7	61	120mn	92
8	77	Pas de recuit	77
9	84	Pas de recuit	84
10	92	Pas de recuit	92
11	96	Pas de recuit	96

*Taux de Laminage 1 : c'est le taux de laminage primaire avant le recuit intermédiaire

**Taux de Laminage 2 : c'est le taux de laminage finale

Tableau (2.2) : Traitements thermomécaniques subis par les échantillons

II.2 Techniques de caractérisation structurale et mécanique du matériau.

II.2 .1 Diffraction des rayons X.

II.2.1.1 Principe de la méthode.

La diffraction des rayons X (DRX) est un outil privilégié d'étude des matériaux polycristallins (poudres, métaux, céramiques). Il en est ainsi de celles des métaux ou (alliages). La DRX permet alors :

- L'identification des phases présentes dans un matériau et la détermination de leurs pourcentages.
- L'étude de l'orientation des plans cristallographiques (texture)
- La quantification des contraintes résiduelles.
- La détermination du diamètre des grains et de la densité des dislocations à partir de la largeur à la mi-hauteur du dernier pic sur le diffractogramme.

Il s'agit de l'irradiation d'un échantillon polycristallin par un rayonnement X monochromatique. Les réseaux d'atomes produisent des interférences avec ces rayons en diffractant une partie dans des directions particulières, dépendant des distances interatomiques. Le relevé des angles de diffraction est fait sur goniomètre avec un détecteur à scintillation des rayons X.

Le faisceau de rayons X est dirigé sur un échantillon, les rayons X diffractés par les atomes qui forment les divers plans cristallins (Figure (2.1)), sont recueillis à l'aide d'un détecteur électronique, dans un diffractomètre. La diffraction se produit suivant des angles d'incidence et à des intensités qui sont propre à chaque matériau et varie suivant l'arrangement et la taille des atomes du cristal. Le diagramme de diffraction ainsi obtenu est donc caractéristique de chaque matériau cristallin.

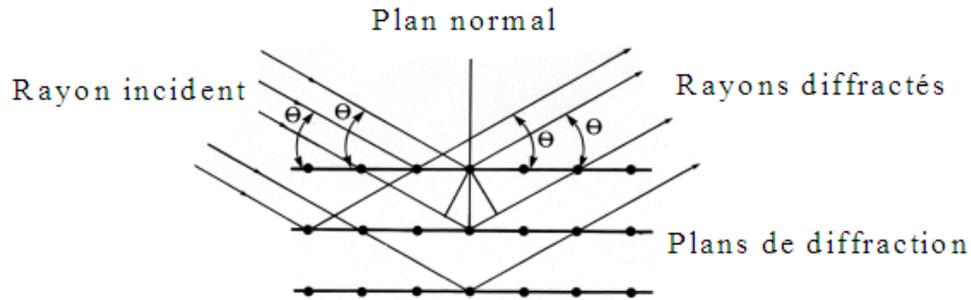


Figure (2.1) : Représentation de la diffraction des rayons X

L'appareil utilisé est le Diffractomètre Bruker AXS D8 Advance équipé d'une cathode de cuivre ($\lambda_{K\alpha} = 1,54056 \text{ \AA}$) avec un filtre de Nickel pour éliminer les raies $K\beta$. La puissance de fonctionnement est de l'ordre de 100 watts (20kV pour 5(mA)). Le logiciel Diffrac-AT est utilisé pour piloter le goniomètre via micro-ordinateur, pour enregistrer et traiter les diffractogrammes.

Les enregistrements ont été effectués soit sur des échantillons de dimensions aléatoires prélevés sur matériau polie et non poli, et sur une poudre du matériau. Les diffractogrammes ont été enregistrés dans la configuration θ - 2θ pour 2θ variant de 35 à 145°, avec une vitesse de balayage de $0.04 \text{ }^\circ \cdot \text{min}^{-1}$.

Les essais ont été faits en utilisant la technique de diffraction classique (et standard) et la technique de diffraction des angles au voisinage de la surface (la diffraction des rayons X sous incidence rasante).

II.2.1.2 Caractérisation de la de texture.

Une des hypothèses de la diffraction avec géométrie de Bragg-Brentano est que toutes les orientations cristallines doivent être respectées. En effet, comme le vecteur de diffraction est toujours perpendiculaire à la surface de l'échantillon, un plan (hkl) ne peut donner un pic que s'il existe des cristallites dont le plan (hkl) est parallèle à la surface.

Si l'échantillon n'est pas isotrope, alors certains plans donneront des pics moins élevés, d'autres plus élevés qu'un matériau isotrope. Par ailleurs, si l'on incline l'échantillon, le nombre de cristallites dont le plan (hkl) diffracte va varier ; ainsi, en mesurant la hauteur de deux pics pour plusieurs orientations de l'échantillon, on peut déterminer l'orientation globale des cristallites, c'est-à-dire la texture.

Caractériser la texture cristallographique d'un matériau polycristallin consiste à déterminer les orientations préférentielles des grains par rapport à un référentiel extérieur lié au mode de mise en forme de l'échantillon (par exemple dans notre cas une tôle laminée, est défini par les directions de laminage, transverse au laminage et normale au laminage). Le principe de la mesure consiste à enregistrer l'intensité diffractée par une famille de plans cristallographiques (hkl) donnée, dans toutes les directions de l'échantillon.

Ces variations enregistrées sur un diffractomètre de type 4 cercles constituent des figures de pôles (FDP). L'acquisition de plusieurs figures de pôles permet le calcul de la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC), qui fournit une description quantitative de la texture. Plusieurs méthodes mathématiques de calcul de la FDOC sont utilisées.

En peut aussi déterminer la texture à partir des figures de pôles obtenues par diffraction des rayons (X) et c'est notre cas.

II.2.1.3 Problèmes rencontrés.

Dans le cas d'un produit réellement inconnu et dont on cherche à identifier toutes les phases, on est confronté principalement aux problèmes suivants :

- L'écart de la signature d'un produit par rapport à sa signature théorique ou idéale
- Problème de variation des paramètres de la maille cristalline, en raison des contraintes internes.

- Les hauteurs relatives des pics ne sont que rarement respectées en raison :

De l'orientation préférentielle, du nombre de cristallites insuffisants pour avoir une bonne statistique et superposition de pics ;

- Le mélange des pics est parfois complexe, avec des superpositions ;

Il faut comparer le diffractogramme avec plusieurs centaines de milliers de fiches de référence.

II.2.2 Analyse de structure

II.2.2.1 Microscopie optique

La micrographie est une méthode optique d'examen direct de la surface des métaux. Elle présente un grand intérêt car elle fournit à une échelle différente de nombreux renseignements sur la texture et la structure.

La microscopie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures telles que la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes. Afin de rendre ces éléments visibles à partir d'une surface polie, il est nécessaire de leur donner un contraste, soit par un relief, soit par une couche d'interférence.

Le relief est généralement obtenu par dissolution sélective des phases à l'aide d'acides. Cependant, pour certains alliages formant des couches d'oxydes protectrices en surface tels que l'aluminium et ses alliages,...etc., il devient nécessaire de recourir à une attaque électrochimique.

Les microstructures ont été révélées après polissage aux papiers abrasifs (120, 320, 600, 800, 1200, 4000) suivi d'une finition avec une pâte diamantée dont la granulométrie a une dimension de $0,25\mu\text{m}$ et enfin attaque électrochimique dans une solution aqueuse de HBF_4 à 5%.

Cette attaque a mis en évidence la phase mère (aluminium), et deux types de phases secondaires.

II.2.2.1.1 Analyse d'images.

Les images de la microscopie optique peuvent être traitées et analysées par des logiciels conçus pour ça ou bien par des techniques de calculs et de mesures normalisées, dans notre cas nous avons utilisé le logiciel (Laeca) et Techniques de détermination de la taille des grains (selon la norme AFNOR 04-102 /-503, et ISO 2624), qui permettent de mettre en évidence joints des grains les différentes phases, les inclusions, le calcul de la taille des grains, le volume des phases et des inclusions.

II.2.2.1.2 Techniques de détermination de la taille des grains (selon la norme AFNOR 04-102 /-503, et ISO 2624).

Le volume moyen des cristaux, c.-à-d. la grosseur de grain d'un matériau métallique, peut être caractérisé par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparée pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs sont purement géométriques. Il en résulte quelles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré.

Ces grandeurs conventionnelles sont :

- Le nombre de grain par unité d'aire de la surface de l'éprouvette (m) : l'unité d'aire par mm² ;

- L'air moyen du grain (a) : $a = 1 / m$ (en mm²) **(2.1)**

- La taille moyenne des grains (d_m) ou le diamètre moyen du grain

$$d_m = \sqrt{a} = 1 / \sqrt{m} \quad \text{(2.2)}$$

- La longueur moyenne d'intersections (\bar{L}) : quotient de la longueur totale d'un ou plusieurs segments tracés sur l'image de l'éprouvette par le nombre de grains dénombrés sur ces lignes;

- L'indice conventionnel de grosseur de grain : nombre sans dimension relié à m par une relation mathématique et des règles d'applications pouvant différer d'un métal à un autre. Ces indices sont désignés par la lettre G suivie d'une lettre propre à chaque système.

- La grosseur moyenne est caractérisée soit par G, soit par L, dans les cas les plus fréquents.

Pour traiter une microstructure, trois méthodes peuvent être alors utilisées :

a) Méthode par comptage du nombre de grains:

Dans notre travail nous avons utilisé la méthode par comptage du nombre de grains pour déterminer la taille des grains sur une microstructure.

Le grossissement est choisi de telle sorte que le nombre minimal de grains soit 50, pour un grossissement linéaire g, la superficie de l'éprouvette correspondant à l'aire du cercle est : $S = 5000/g$ en millimètres carrés (Pour $g = 100$, $S = 0,5 \text{ mm}^2$).

n_g = nombre de grains dans la circonférence tracée, n_1 = nombre de grains complètement à l'intérieur, n_2 = nombre de grains coupés par la circonférence (arrondi au nombre supérieur si n_2 est impair) :

$$n_g = n_1 + (n_2)/2 \quad (2.3)$$

b) Méthode par intersections :

On compte, sur la microphotographie d'un champ représentatif, le nombre de grains traversés par la ligne de mesure. Il revient au même de compter le nombre d'intersections.

La ligne de mesure peut être linéaire ou circulaire.

• **Méthode du segment linéaire intercepté :**

La ligne de mesure est constituée de quatre portions de droite de longueur totale 500mm. Le grossissement choisi devra donner au moins 50 intersections par mesure.

Dans le cas où l'on compte des segments interceptés, lorsque la ligne de mesure se termine à l'intérieur d'un grain, le segment correspondant est compté comme 1/2.

Dans le cas où l'on dénombre les intersections, on compte 1/2 lorsque l'extrémité de la ligne touche exactement un joint de grain, 3/2 lorsqu'une ligne coupe un point triple (jonction entre 3 grains), 1 pour une tangence.

• **Méthode du segment intercepté circulaire :**

La ligne de mesure est constituée soit par l'ensemble des trois cercles (longueur totale 500mm), soit par le cercle de plus grand diamètre (longueur 250mm).

Cette méthode tend à donner un nombre d'intersections légèrement en défaut. Afin de compenser cette tendance, l'intersection correspondant à un point triple équivaut à 2 intersections, au lieu de 1,5 par la méthode du segment linéaire intercepté.

Evaluation des résultats : en répétant plusieurs fois les mesures du nombre d'intersections sur des champs différents et en utilisant la grille de mesure, il est possible de déduire la valeur moyenne des intersections \bar{N} .

$$\bar{N}_L = \bar{N}/L \quad (2.4)$$

La longueur moyenne interceptée est donc :

$$\bar{L} = 1/\bar{N} \quad (2.5)$$

Dans le cas de structures non équiaxes, il est possible de déterminer le nombre d'intersections sur trois coupes : une longitudinale, une transversale et une perpendiculaire ; le mode de désignation de la direction étant conforme à la norme Française A02-016.

En utilisant l'expression de m donnée précédemment, on peut montrer que l'indice conventionnel AFNOR de grosseur de grain est donné par :

$$G = 10,2876 - 6,6438 \lg \bar{L} \quad (2.6)$$

\bar{L} , exprimée en millimètres, est mesurée au grossissement 100.

• **Méthode par comparaison avec des images types**

L'indice conventionnel G est un nombre positif, nul ou négatif, déduit en m , nombre de grains dénombrables sur 1mm^2 d'aire de l'échantillon. Par définition, $G=1$ pour $m=16$; les autres indices sont donnés par la formule : $m = 8 \cdot 2^G$ (2.7)

La méthode de comptage décrite au dessus permet de déterminer m , mais la plupart du temps G est obtenu par comparaison avec des images types. Pour un grossissement de 100, ces numéros sont égaux à l'indice G .

Dans le cas où l'image examinée au grossissement

$$G = M + 6,64 \lg / 100 \quad (2.8)$$

Où M est le numéro de l'image type la plus proche

Dans notre travail nous avons utilisé la méthode par comptage du nombre de grains pour déterminer la taille des grains sur une microstructure et nous avons aussi utilisé le logiciel Laeca.

II.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).

L'acquisition des images a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type Joël 5500, Equipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS) de type IMIX-PC de PGT avec un détecteur en germanium. Le système d'analyse IMIX permet l'acquisition d'analyses ponctuelles et de cartographies élémentaires X.

Un canon à électrons et une tension accélératrice de 5 à 50 kV sont l'équivalent d'une source lumineuse qui est focalisée sur l'échantillon au moyen de 3 lentilles. L'ensemble de ces lentilles forme sur l'échantillon un faisceau aussi fin que possible. Des bobines défectrices produisent un balayage carré de la surface à observer. Le même balayage est produit sur un tube cathodique en parfait synchronisme. Le faisceau électronique produit dans l'échantillon une émission d'électrons secondaires qui est collectée, amplifiée et qui sert à moduler le faisceau du tube cathodique ; il ya donc correspondance point par point entre la surface observée et l'image. Les observations des échantillons ont été faites très souvent en mode rétrodiffusé, ce qui permet de mieux visualiser les différentes phases, et de mettre en évidence les sites de corrosion par piqûres. Une distance de travail de 19 mm et un angle d'incidence de 35° sont imposés par la géométrie de l'appareil afin d'optimiser les conditions de détection des rayons X.

Le spectre d'analyse EDS obtenu indique la composition des secondes phases intermétalliques, les dimensions et les répartitions des particules intermétalliques, les microstructures qui ont été obtenues par microscope électronique à balayage indiquent la présence de deux particules intermétallique.

II.2.3 Essais Mécaniques.

Nous avons eu recours à des essais de traction et de dureté pour mettre en évidence la déformation plastique hétérogène, ainsi que les hétérogénéités, l'effet de Portevin Le Chatelier et l'anisotropie des propriétés mécaniques induites par les traitements thermomécaniques.

Les essais mécaniques permettent de caractériser le comportement mécanique du matériau, afin de prévoir son comportement vis-à-vis les sollicitations mécaniques au cours de son utilisation, et peut aussi donner quelques renseignements sur le comportement vis-à-vis la corrosion.

II.2.3.1 Mesure de micro dureté

II.2.3.1.1 Principe de la méthode

Pour mieux comprendre l'effet des traitements thermomécaniques (l'anisotropie et la variation des propriétés mécaniques et chimiques) de l'alliage étudié, nous avons mesuré la micro-dureté avant et après le recuit d'homogénéisation et après laminage à froid avec et sans recuit intermédiaire.

L'essai de la microdureté est un moyen de contrôle semi-destructif. Il consiste à imprimer un pénétrateur dans la surface du métal à tester. Dans le cas de la microdureté Vickers, le pénétrateur est un diamant en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet 136°. La charge P appliquée est constante. Quand l'essai est terminé, on mesure la dimension de l'empreinte. Elle est d'autant plus grande que le métal est mou. La dureté s'exprime par le rapport de la force P(N) sur la surface S (mm²) de l'empreinte : $HV = P/S$

La micro dureté a été mesurée à l'aide d'un microduromètre de marque Lico.

La charge appliquée est de 10gf pendant une durée de 15 s, les mesures des diagonales de l'empreinte ont été faites sous un grossissement de 40 fois.

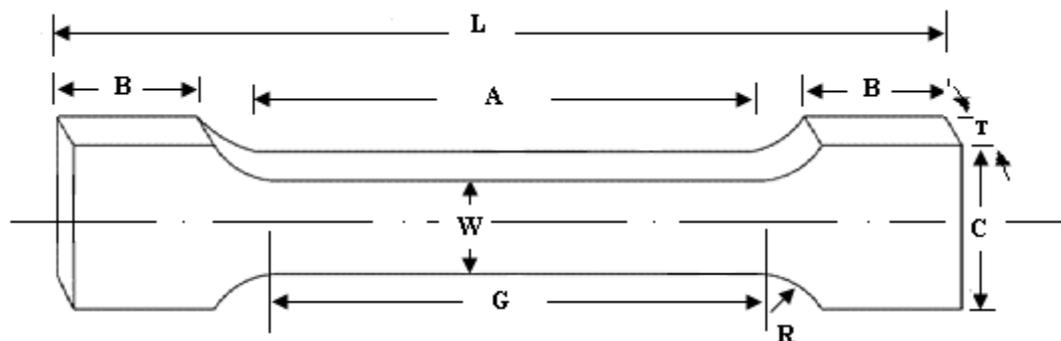
Pour chaque échantillon, la dureté retenue est une moyenne d'au moins 5 essais effectués à des points éloignés les uns des autres.

II.2.3.2 Essai de traction.

Prélèvement et usinage des éprouvettes pour traction :

On a prélevé les éprouvettes de traction selon la norme (ASTM E8) (Figure (2.2)), pour les échantillons 5, 6, 7, 8, 9,10 dans les directions de laminage, transversale au laminage, et 45° par rapport au laminage. Le découpage a été effectué respectivement par une scie mécanique et usinage a été fait par paquet de six éprouvettes sur une fraiseuse universelle.

Les essais de tractions normalisés ont été réalisés sur une machine Instron G-51-11 à déplacement contrôlé (selon la norme e ASTM E8 -82), munie d'une cellule de charge et d'un extensomètre.



B= 20 mm, A= 32 mm, G= 25 mm, L= 76 mm, C= 21 mm, T= 1 mm, W= 14,14 mm

Figure (2.2) Eprouvette de traction selon la norme ASTM E8

II.2.3.2.1 Mesure de la charge.

La charge qui s'exerce sur l'éprouvette en cours d'essai de traction est mesurée par l'intermédiaire d'une cellule Instron Gr d'une capacité de mesure maximale de 900 kgf insérée dans une partie fixe du bâti. Des jauges de contraintes électriques dans la cellule produisent des signaux correspondant aux variations de la charge appliquée. Les signaux ainsi sont amplifiés et transmis à un enregistreur.

II.2.3.2.2 Mesure de l'allongement.

Le mouvement de la traverse mobile de la machine est commandé avec précision par un système d'entraînement synchrone qui donne à l'échantillon une vitesse constante de déformation indépendante de la charge.

L'allongement peut être entraîné soit par un moteur synchrone, soit par un système X-Y donc il est possible de mesurer l'allongement de l'éprouvette avec deux techniques différentes.

- a) A l'aide du système X-Y, il y a enregistrement direct du signal provenant de l'extensomètre (modèle Instron G- 51-11) fixé sur la partie utile de l'éprouvette.
- b) A l'aide du déplacement de la traverse mobile liée au moteur synchrone le système X-Y qui consiste en un Servo-amplificateur linéaire qui mesure directement le changement de distance entre les repères, donc l'allongement unitaire.

Dans nos essais nous avons utilisé la seconde technique, et nous avons mesuré la distance entre les repères avant et après la traction à l'aide d'un pied à coulisse électronique d'une précision de 10 μ m.

Pour la contraction en largeur et en épaisseur, nous avons pris les mesures avec le pied à coulisse suscité avant et après la traction.

II.2.4 Techniques Analyse des contraintes résiduelles.

Les méthodes de caractérisation de contraintes peuvent être classées en deux groupes, destructives ou non. Pour notre travail nous avons utilisé la diffraction des rayons X qui est une méthode non destructive.

Le principe porte sur la mesure des variations de certaines propriétés internes ou structurales du matériau pour déterminer l'état de contraintes. Les techniques les plus utilisées sont : les ultrasons, les méthodes magnétiques et la diffraction.

Les techniques de diffractions utilisent des neutrons ou bien des rayons X, dont les longueurs d'onde sont généralement du même ordre de grandeur que les distances interatomiques des métaux. La mesure de la déformation est effectuée à l'aide de loi de Bragg à partir de la mesure du déplacement d'une raie de diffraction correspondant à une famille de plans (hkl). Les déformations ainsi mesurées sont converties en contraintes du premier ordre à l'aide des équations de l'élasticité.

La technique de la diffraction des rayons X reste limitée à des couches superficielles et nécessite l'enlèvement successif de celles-ci si l'on désire connaître la répartition volumique des contraintes.

De nos jours, la technique de la diffraction des neutrons est bien maîtrisée pour la détermination des contraintes résiduelles de 1^{er} ordre, alors que les rayons X permettent l'accès aux micro-contraintes (contraintes de 2^{ème} et 3^{ème}).

Dans notre travail nous nous sommes limité à la détermination des contraintes du premier ordre à la surface de notre échantillon.

II.2.4.1 Principes de détermination des contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles macroscopiques sont calculées à partir des déformations en utilisant un modèle mécanique qui relie les déformations aux contraintes.

Si le cristal est comprimé ou étiré, les distances interréticulaires varient. Ceci entraîne une variation de la position des pics.

Donc en mesurant les déplacements des pics, on peut en déduire la déformation de la maille, et à partir des coefficients élastiques, la contrainte résiduelle dans le matériau.

En faisant varier l'orientation de l'échantillon par rapport au vecteur de diffraction (bissectrice entre faisceau incident et faisceau détecté), on peut mesurer la variation de cette contrainte selon l'orientation de l'échantillon, et donc déterminer le tenseur des contraintes.

Le principe de la mesure des déformations par diffraction des rayons X est présenté ci-après.

La méthode radiocristallographique de déterminations des contraintes macroscopiques est basée sur l'utilisation de la distance interréticulaire d_{hkl} d'une famille hkl de plans cristallographiques qui agit comme jauge de déformation :

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_{hkl}} \quad (2.9)$$

Où ε_{hkl} est la déformation dans la direction normale aux plans hkl et d_0 la distance interréticulaire des plans hkl pour un échantillon non contraint.

La loi de Bragg permet de relier la distance interréticulaire des plans aux positions (2θ) des pics de diffraction :

$$2 d_{hkl} \sin \Theta_{hkl} = n\lambda \quad (2.10)$$

Où n est l'ordre de réflexion et λ la longueur d'onde des rayons X.

Ainsi la déformation ε_{hkl} s'exprime en fonction des angles de diffraction (pour λ const)

$$\varepsilon_{hkl} = 1 - \frac{\sin \Theta_{hkl}}{\sin \Theta_0} \approx \cotg \Theta_0 \quad (2.11)$$

Avec

$$d\Theta = \Theta_{hkl} - \Theta_0 \quad (2.12)$$

On choisit généralement des plans hkl avec un angle de diffraction proche de 90° , pour le quel on obtient un compromis entre la résolution spatiale et la précision de la mesure.

Pour caractériser l'état des contraintes, il est nécessaire de mesurer les déformations dans plusieurs orientations différentes. Pour un matériau isotrope homogène élastique, si l'orientation du vecteur de diffusion Q est donnée par les cosinus directeurs (a_1, a_2, a_3), la déformation sera déterminée par l'équation [HIR99] :

$$\varepsilon(a_1, a_2, a_3) = a_1^2 \varepsilon_{xx} + a_2^2 \varepsilon_{yy} + a_3^2 \varepsilon_{zz} + 2 a_1 a_2 \varepsilon_{xy} + 2 a_2 a_3 \varepsilon_{yz} + 2 a_1 a_3 \varepsilon_{xz} \quad (2.13)$$

Où $\varepsilon_{xx} \dots \varepsilon_{zz}$ sont des composantes du tenseur de déformation.

Par rapport au référentiel (xyz) de l'échantillon, la direction de mesure de la déformation est généralement donnée par les angles (Φ, ψ), dans ceci cas de déformation est représenté par : Figure (2.3)

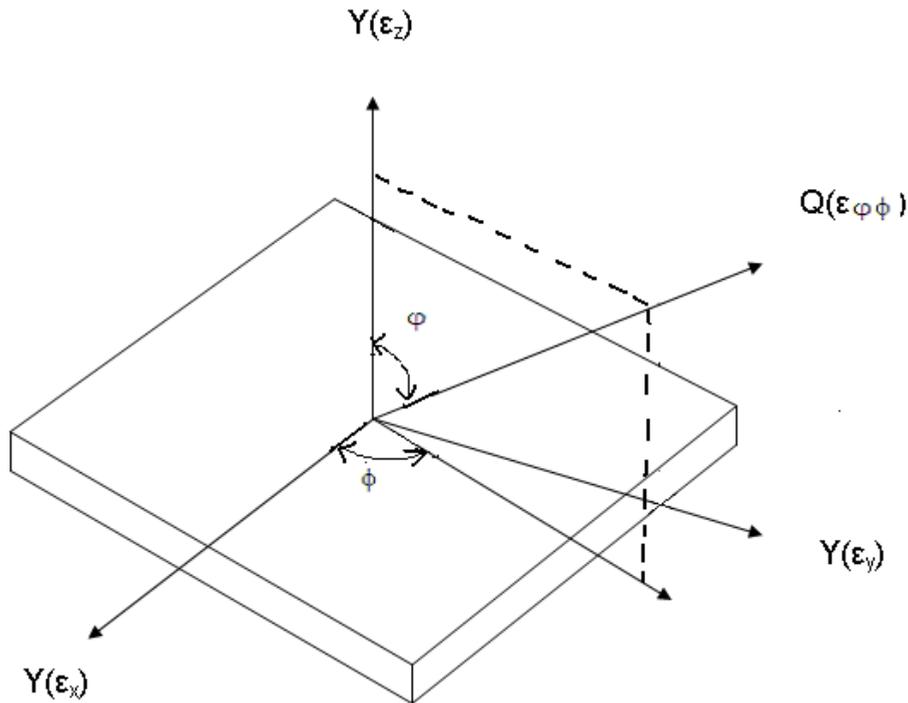


Figure (2.3) Définition des angles (ϕ, φ) dans le repère (xyz)

ϕ, φ

$$\varepsilon_{\phi\phi} = \varepsilon_{xx} \cos^2 \phi \sin^2 \varphi + \varepsilon_{yy} \sin^2 \phi \sin^2 \varphi + \varepsilon_{zz} \cos^2 \varphi + \varepsilon_{xy} \sin 2\phi \sin^2 \varphi + \varepsilon_{xz} \cos \phi \sin 2\varphi + \varepsilon_{yz} \sin \phi \sin 2\varphi \quad (2.14)$$

L'état de contraintes triaxiales pour un matériau homogène et isotrope est défini par la loi de Hooke généralisée :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \text{trac} (\sigma_{ij}) \quad (2.15)$$

Où les coefficients E et ν sont respectivement le module de Young et le coefficient de poisson. Si l'on mesure la déformation $\varepsilon_{\phi\phi}$ dans une direction donnée définie par les angles

ϕ et φ par rapport aux axes principaux, cette déformation est directement liée aux contraintes par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\phi\phi} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{xx} \cos^2 \phi \sin^2 \varphi + \sigma_{yy} \sin^2 \phi \sin^2 \varphi + \sigma_{zz} \cos^2 \varphi + \sigma_{xy} \sin 2\phi \sin^2 \varphi + \sigma_{xz} \cos \phi \sin 2\varphi + \sigma_{yz} \sin \phi \sin 2\varphi) + S_1 (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) \quad (2.16)$$

ou S_1 , et $(1/2) S_2$ sont des constantes élastiques radiocristallographiques pour le plan hkl donnée par [HIR99]:

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad (2.17)$$

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad (2.18)$$

Ces constantes permettent de tenir compte de l'anisotropie des propriétés mécaniques du cristal et le choix de la famille de plan diffractant pour le calcul des contraintes. Il existe de nombreux modèles théoriques permettant de calculer les constantes élastiques radio cristallographiques d'un polycristal à partir des caractéristiques mécaniques du monocristal. Un de ces modèles, le modèle de Kröner, et il existe des logiciels qui permettent de faire le fit (dans notre cas nous avons utilisées le Winploter), nous avons considéré les matériaux isotrope et homogène nous avons injecté les valeurs du Module de Young et du coefficient de Poisson de l'aluminium par les essais mécaniques. Dans cette étude nous allons nous restreindre à la mesure des contraintes résiduelles dans les deux directions principales X, Y représentant uniquement la surface des échantillons car la profondeur de pénétration des rayons X est de quelques microns, que l'on suppose comme contraintes principales (σ_{xx} , σ_{yy}), s'expriment alors par les relations suivantes :

$$\sigma_{xx} = \frac{1+\nu}{E} \varepsilon_{xx} + \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) \quad (1.19)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{1+\nu}{E} \varepsilon_{yy} + \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) \quad (2.20)$$

Dans notre cas nous avons étudié les contraintes superficielles donc nous avons mesuré et caractérisé les contraintes σ_{11} , σ_{22} à la surface sur l'axe X et l'axe Y parce que ce qui nous intéresse et d'obtenir une relation entre les contraintes internes qui représentent un état d'énergie et la corrosion qui se produit à la surface.

II.2.5 détermination de la texture.

Une des hypothèses de la diffraction avec géométrie de Bragg-Brentano est que toutes les orientations cristallines doivent être respectées. En effet, comme le vecteur de diffraction est toujours perpendiculaire à la surface de l'échantillon, un plan (*hkl*) ne peut donner un pic que s'il existe des cristallites dont le plan (*hkl*) est parallèle à la surface.

Si l'échantillon n'est pas isotrope, alors certains plans donneront des pics d'intensités plus faibles, que pour un matériau isotrope. Par ailleurs, si l'on incline l'échantillon, le nombre de cristallites dont le plan (*hkl*) diffracte va varier ; ainsi, en mesurant la hauteur de pics pour plusieurs orientations de l'échantillon, on peut déterminer l'orientation globale des cristallites, c'est-à-dire la texture.

On peut aussi déterminer la texture à partir des figures de pôles obtenues par diffraction des rayons (X) et c'est notre cas.

II.2.6 Mesure du nombre de dislocations.

Sur la base de la mesure de la largeur à la mi-hauteur pour le pic du plan (420) sur le diffractogramme, nous avons calculé la densité relative des dislocations par rapport à l'échantillon 10, et nous avons fait le fit par le logiciel Winploter.

II.2.7 Technique de la mesure du frottement intérieur.

L'une des méthodes usuelles de détermination des constantes élastiques des solides est la méthode résonance qui consiste à mesurer les fréquences propres de vibrations

longitudinales, de flexion, de torsion d'échantillons de géométrie adaptée : tiges barreaux ou lames. La méthode de résonance présente l'avantage d'éviter tout contact entre l'échantillon et les éléments d'excitation et de détection des vibrations. Elle permet l'utilisation d'échantillons de formes relativement variées, le recouvrement d'un domaine étendu de fréquences et la détermination simultanée des constantes élastiques et de la capacité d'amortissement ou le frottement intérieur du matériau [VIT63].

L'optimisation très fine des propriétés mécaniques des matériaux, l'emploi des matériaux dans les conditions de sévérité extrêmes, la réalisation de nouveaux matériaux, les capacités croissantes des méthodes de calcul des structures suscitent un nouvel intérêt vis à vis de la détermination des constantes élastiques et du frottement interne du matériau.

Les mesures du frottement interne ont été effectuées sur un appareil qui fonctionne sur le principe du pendule direct de torsion forcée conçu au Laboratoire de Mécanique et physique des matériaux de (ENSMA de Poitier), il a été conçu spécialement pour cette application, l'appareil fonctionne en régime automatique. Ce qui permet d'élargir les limites de mesures et d'élever la précision des résultats.

Le frottement intérieur est défini par :

$$Q^{-1} = \Delta W / W \quad (2.21)$$

Où : ΔW – représente l'énergie dissipée au cours d'un cycle d'amortissement

W – représente l'énergie mécanique fournie au solide lors de sa déformation

Pour les faibles amplitudes, la valeur de frottement interne (FI) est définie par le décrément logarithmique δ des oscillations libres amorties, qui est défini comme :

$$\delta = \pi \cdot Q^{-1} = L n (\gamma_{\max} / \gamma_f) / n \quad (2.22)$$

γ_{\max} – Amplitude relative initiale des oscillations libres amorties.

γ_f – Amplitude relative finale des oscillations libres amorties.

n - Nombre des oscillations effectuées par l'éprouvette pendant l'amortissement [WOI74], [RIV91], [RIV03].

L'appareil utilisé est un pendule de torsion à fréquence variable entre 10^{-4} - 10^3 Hz suivant la géométrie et la rigidité de l'éprouvette. L'équipage mobile est sollicité en torsion, son mouvement est repéré par la méthode de Poggendorf. Lorsqu'on impose des vibrations de torsion à l'aide d'un courant sinusoïdale parcourant les bobines d'excitations, la déformation est déduite de la déflexion d'un miroir

L'éprouvette est un parallélépipède de dimension (64 x 6 x 1) mm Figure II.4 coupé par électroérosion. Les mesures de frottement intérieur ont été réalisées après stabilisation de 6 heures. Pour chaque expérience le frottement intérieur été mesuré en oscillations forcées à des fréquences comprises entre 10^{-4} - 10^3 Hz, la déformation maximale de torsion subie par l'échantillon était de $2 \cdot 10^{-6}$. Les valeurs mesurées du frottement interne ont été corrigées (par fit) pour tenir compte de l'importance du module pouvant intervenir entre la partie hautes fréquences du spectre de relaxation et la partie bases fréquences, la raideur de la suspension n'étant pas négligeable devant celle de l'éprouvette.



Figure II.4 éprouvette pour les essais de frottement interne

II.3 Méthodes de caractérisations chimiques et électrochimiques.

L'étude du comportement à la corrosion ont été réalisées par des méthodes électrochimiques stationnaires (potentiel libre de corrosion, courbes intensité-potentiel.) et non stationnaire (spectroscopie d'impédance électrochimique EIS).

II.3.1 Méthodes stationnaires.

II.3.1.1 Potentiel de corrosion.

Un métal plongé dans un milieu électrolytique quelconque tend à se dissoudre et à se charger électriquement avec création d'une double couche électrochimique assimilable à un condensateur électrique. Au bout d'un temps suffisamment long pour qu'un régime stationnaire soit établi, l'électrode métallique prend par rapport à la solution un potentiel,

appelée potentiel de corrosion (E_{corr}). Ce potentiel ne peut être connu en valeur absolue. Il est repéré par rapport à une électrode de référence [DIN05], [VAR99].

Dans notre étude électrochimique nous avons plongé l'alliage étudié dans une solution de 3%.NaCl et nous avons utilisé une électrode de référence au calomel saturé.

II.3.1.2 Courbes de polarisation.

A l'aide d'un générateur extérieur (un potentiostat Voltalab PGP 201 piloté par Voltmaster 4) et d'une contre électrode en platine, nous avons imposé une tension par rapport à une électrode de référence et nous avons mesuré le courant qui en résulte travers l'électrode métallique, son état stationnaire a été modifié, sa surface prend une nouvelle valeur de potentiel c'est le tracé potentiostatique. Des courbes $E=f(I)$ ou $I=f(E)$ qui constituent des courbes de polarisation ont été tracées [DIN05], [VAR99], [PAY01], [REB87], [AME67], [VAR79].

Ces courbes traduisent quantitativement le comportement électrochimique du matériau. Leur connaissance permet de prévoir un certain nombre de réactions électrochimiques, en particulier l'attaque des métaux (corrosion), et leur passivation.

Le tracé des courbes de polarisation renseigne aussi sur la cinétique de l'étape la plus lente du processus global de corrosion qui se compose de différentes réactions élémentaires (transfert de charge, transfert de matière, adsorption ...). Étant donné que la vitesse globale de réaction est déterminée par celle de l'étape la plus lente, le tracé des courbes de polarisation peut être exploité pour mesurer la vitesse de corrosion.

Trois types de courbes de polarisation sont obtenus en fonction de la cinétique de la réaction :

- 1) Cinétique d'activation (ou transfert de charge), dans ce cas on obtient une relation linéaire entre le potentiel et le logarithme du courant mesuré.

$$E = b \log I + a \quad (\text{Loi de Tafel}) \quad (2.23)$$

L'extrapolation de la droite de Tafel au potentiel de corrosion fournit le courant de corrosion Figure (2.5a).

- 2) Cinétique de diffusion (ou transfert de matière), dans ce cas les courbes de polarisation font apparaître un palier de diffusion auquel correspond un courant limite I_L . La vitesse de corrosion est égale à la densité du courant limite de diffusion Figure (2.5b).

- c) Cinétique mixte : Grâce à une correction de diffusion à l'aide de la formule :

$$1/I = 1/I^* + 1/I_L \quad (2.24)$$

Ou I est le courant mesuré, correspondant au processus mixte, I^* le courant corrigé de la diffusion et I_L le courant du palier de diffusion, on obtient une relation linéaire de type Tafel et I_{corr} est obtenu par extrapolation au potentiel de corrosion, comme dans le cas d'une cinétique d'activation pure Figure (2.5 c).

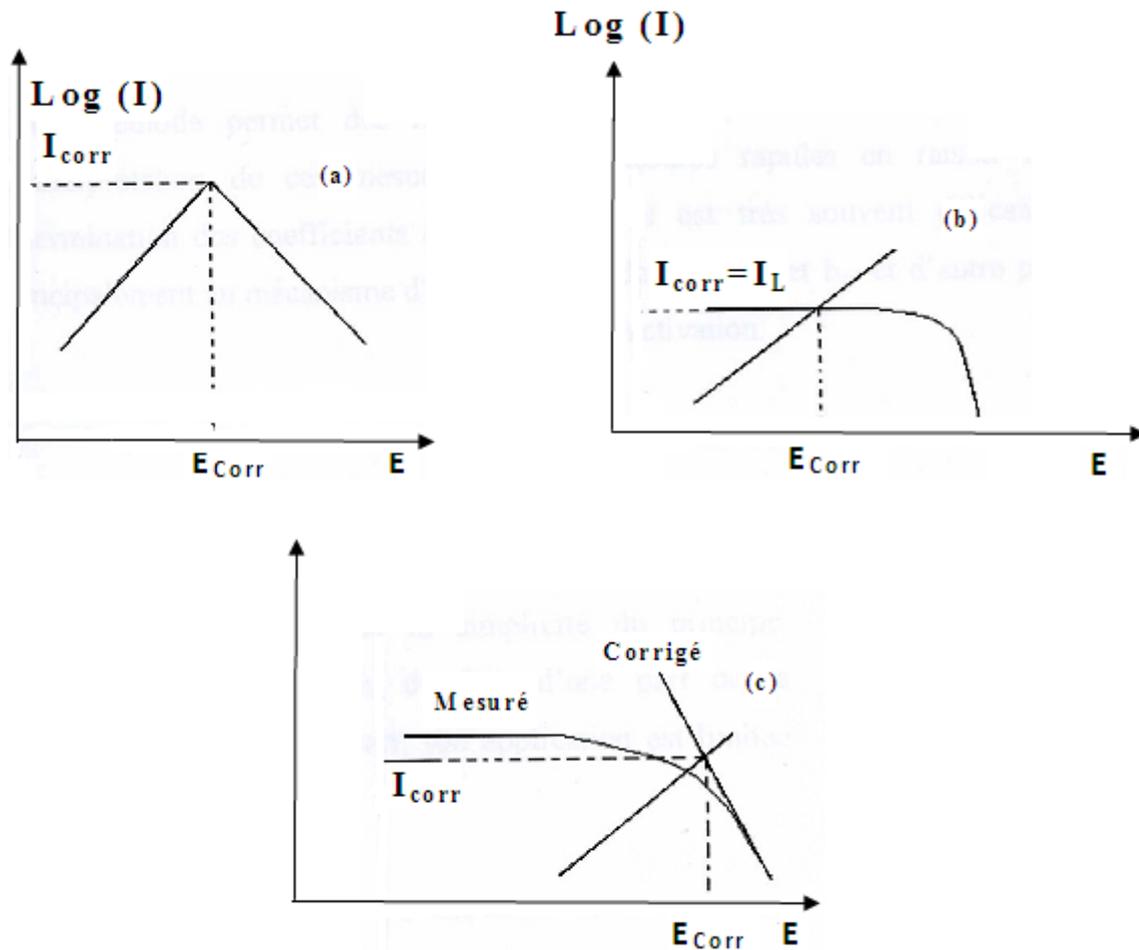


Figure (2.5) Représentation schématique des courbes intensités- potentiel caractérisation d'une cinétique : d'activation (a), sous contrôle diffusionnel (b) et sous contrôle mixte(c).

L'utilisation de ces tracés (voltampérométriques) permet la détermination de la densité de courant de corrosion, celle -ci est déterminée à partir de la courbe de polarisation $I=f(E)$ soit par extrapolation des droites de Tafel jusqu'à un potentiel de dissolution dans le cas des milieux désoxygénés, soit par la mesure du palier de diffusion dans le cas des milieux aérés. Cette valeur permet de calculer la vitesse de corrosion donnée par la relation [DIN05], VAR99].

$$A.J \ v_c = n F \rho$$

D'où

$$v_c = \frac{A \cdot J}{n \cdot F \cdot \rho} \quad (2.25)$$

A- Masse atomique du Métal exprimé en gramme / Mole

J- densité du courant de corrosion en A /cm²

n- valence du métal

F- faraday exprimé en coulomb (F=96500 Cb)

ρ - Masse volumique exprimé en g/ cm³

Mais cette détermination n'est théoriquement applicable que dans le cas de corrosion uniforme ou de corrosion galvanique.

(Dans notre cas le système est compliqué et n'a pas donné les droites de Tafel).

II.3.1.3 Mesure de la résistance de polarisation.

La mesure de la résistance de polarisation R_p est une technique peu, voir même non « perturbatrice » de l'interface métal/milieu. Elle permet donc un suivi de l'évolution de la vitesse de corrosion en fonction du temps d'immersion de l'échantillon dans le milieu corrosif.

$$R_p = \left[\frac{dV}{dI} \right]_{n=0} \quad (2.26)$$

Une polarisation de quelques millivolts autour du potentiel de corrosion suffit à déterminer la résistance de polarisation d'une électrode. Pour une variation de potentiel donné, plus l'intensité varie et plus la résistance de polarisation correspond à une forte vitesse de corrosion et inversement [DIN], [VAL99].

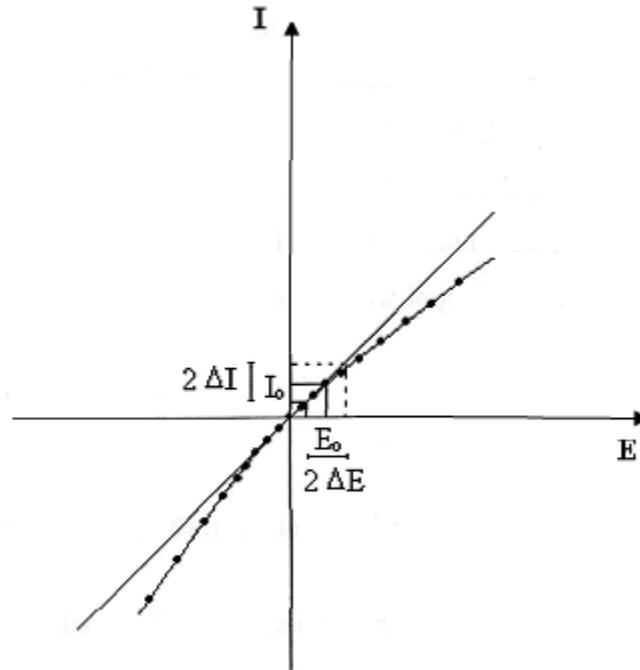


Figure (2.6) : perturbation d'un système électrochimique non linéaire en un point de fonctionnement stationnaire (I_0 , E_0).

II.3.1.4 Essais stationnaire.

Les mesures électrochimiques stationnaires ont été réalisées à la température ambiante dans une solution à 3% de NaCl en milieu aéré pour la surface du laminage de tous les échantillons y compris l'échantillon 0 et désoxygéné (par un barbotage à l'azote) sur la surface du laminage et la surface perpendiculaire à la surface du laminage pour l'échantillon 0, dans une cellule électrochimique de trois électrodes. L'électrode de travail est une tôle de l'alliage d'aluminium AA5083-321. L'électrode auxiliaire est en platine et l'électrode de référence est une électrode au calomel saturée (ECS), la surface de l'échantillon en contact avec l'électrolyte est de 1cm^2 .

Les mesures et le suivi du potentiel de corrosion libre (La chrono potentiométrie) et des courbes $I(E)$ (voltampérométrie) ont été obtenus grâce à un Potentiostat Voltalab PGP 201 piloté par Voltmaster 4, les courbes intensité-potentiel ont été enregistrés avec une vitesse de balayage de 1mV/s .

La chronopotentiométrie, ou plus couramment appelée mesure d'OCP (Open Circuit Potential), ou de potentiels libres, consiste à mesurer le potentiel du matériau dans un électrolyte au cours du temps. Cette technique permet de caractériser les évolutions du matériau avec le temps. Des phénomènes de passivation ou d'activité peuvent ainsi être observés. Cette technique permet aussi de déterminer l'état stationnaire (moment où le potentiel du matériau n'évolue plus avec le temps) ; cet état est nécessaire à l'application de certaines méthodes électrochimiques comme la spectroscopie d'impédance.

La voltampérométrie est l'application d'une rampe de potentiel au matériau et de mesurer le courant pour chaque potentiel. Cette technique est plus couramment appelée courbe de polarisation. Il est communément admis de tracer le logarithme du courant en fonction du potentiel.

Nous avons effectué aussi des essais électrochimiques stationnaires sur une surface qui a subi un balayage cathodique à partir du potentiel de corrosion jusqu'à -2,2 V par rapport à l'électrode du calomel avec une vitesse de balayage de 10mV/s, ceci permet le nettoyage de la surface et la réduction d'oxydes formée en raison du contacte de l'alliage avec l'air.

II.3.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique(EIS).

La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), ou bien la dynamique de la spectroscopie d'impédance électrochimique (DEIS) soient des méthodes qui permet de séparer les contributions des différents phénomènes chimiques et électrochimiques se déroulant à l'interface métal solution. Les tracés des diagrammes d'impédances mettent en évidence les phénomènes élémentaires susceptibles de se produire sur la surface étudiée.

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une méthode non stationnaire qui permet d'avoir des informations sur les étapes élémentaires qui constituent le processus électrochimique global. Son principe consiste à superposer au potentiel de l'électrode une modulation de potentiel sinusoïdale de faible amplitude et à suivre la réponse en courant pour différentes fréquences du signal perturbateur Figure (2.7).

A l'instant t la valeur du potentiel de l'électrode est exprimée en fonction de sa composante stationnaire :

$$E = E_0 + |\Delta E| \sin \omega t \quad (2.27)$$

Où ω représente la pulsation du signal (reliée à la fréquence par $\omega = 2\pi f$) et ΔE son amplitude.

La perturbation sinusoïdale du potentiel induit un courant sinusoïdal, superposé au courant stationnaire et déphasé d'un angle Φ . Sa valeur est donc donnée par :

$$I_t = I_0 + |\Delta I| \sin(\omega t - \phi) \quad (2.28)$$

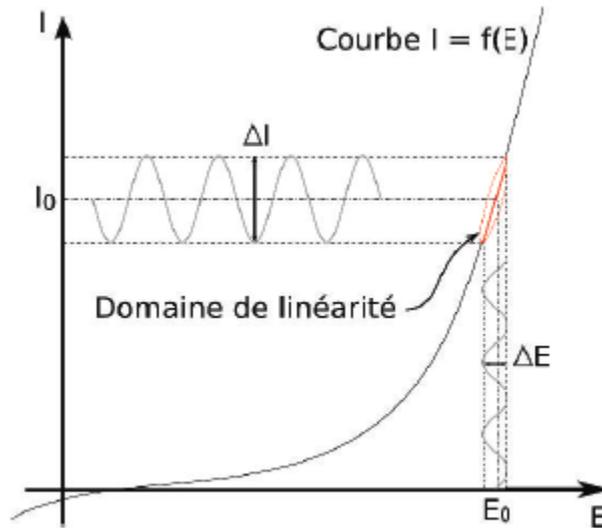


Figure (2.7) : Schéma de principe de l'impédance électrochimique

Pour une fréquence donnée, l'impédance électrochimique est définie par le rapport : $Z(\omega) = E_t / I_t$ qui après réarrangement mathématique devient :

$$Z(\omega) = |\Delta E| / |\Delta I| (\cos \phi + j \sin \phi) = |\Delta E| \exp(j\phi) \quad (2.29)$$

Dans le plan complexe l'impédance représente un vecteur, caractérisé par le module $|Z|$ et l'angle de déphasage Φ . On peut aussi l'écrire comme une somme vectorielle d'une partie réelle et d'une partie imaginaire :

$$Z = Z_{re} + j Z_{im}, |Z| = (Z_{re}^2 + Z_{im}^2)^{1/2} \quad (2.30)$$

$$\tan \phi = Z_{im} / Z_{re} \quad (2.31)$$

La représentation graphique d'une impédance $Z = Z_{re} + j Z_{im}$ dans le plan complexe pour différentes fréquences est appelée diagramme de Nyquist. Dans ce cas la fréquence n'apparaît qu'indirectement.

Le diagramme de Bode par contre, consiste à porter le logarithme du module et l'angle de déphasage de l'impédance en fonction du logarithme de la fréquence.

L'analyse en fréquence de l'impédance électrochimique permettra de différencier les divers phénomènes élémentaires en fonction de leur fréquence caractéristique (ou constante de temps). Les phénomènes électrochimiques rapides (transfert de charge) sont sollicités dans le domaine des hautes fréquences, tandis que les phénomènes lents (diffusion, adsorption) se manifestent à bases fréquences [DIN05], [VAR99], [PAY01], [REB87], [AME67], [VAR79].

La spectroscopie d'impédance électrochimique représente un bon moyen pour déterminer (la résistance de la solution, la résistance de transfert de charge, la résistance de polarisation, la capacité de la double couche et dans certains cas le coefficient de diffusion), pour étudier la cinétique du phénomène de corrosion.

Dans certains cas, et c'est notre cas, notamment lorsque les constantes de temps des étapes élémentaires sont mal découplées, il est utile de modéliser l'impédance d'un système électrochimique par celle d'un circuit électrique équivalent composé d'éléments passifs, en utilisant les logiciels de modélisation quand le système n'est pas très complexe (dans notre cas le ZSimWin3.21) ou bien en utilisant les équations mathématiques déduite de cinétique chimique et électrochimique décrivant une partie ou bien la totalité l'impédance du système. [DIN05], [VAR99].

Les mesures de la spectroscopie d'impédance électrochimiques ont été effectuée à l'aide d'un analyseur de réponse en fréquence (Solartron 1260) et d'une interface électrochimique (Solartron 1470) piloté par les logiciels Solartron Z-Plot et Corrware. Les spectres d'impédances sont tracés aux potentiels de corrosion dans les milieux d'étude préalablement définis. Le domaine de fréquence est compris entre 20 KHz et 1mHz. La perturbation sinusoïdale appliquée à une amplitude de 20mV.

Les spectres d'impédances obtenus sont traités avec le logiciel Z-VIEW, et modélisés par le logiciel ZSimWin3.21 et par la résolution des équations chimique et électrochimiques suspectés et déjà signalés dans la littérature dans une perspective de l'approche du circuit électrique équivalent du système qui semble très complexe [DIN05], [VAR99], [PAY01], [REB87], [AME67], [VAR79].

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

On tient à signaler que les séries d'expériences sur l'alliage d'aluminium-magnésium (AA5083-H 321), ont été effectuées suivant la technique expérimentale décrite antérieurement dans le chapitre méthodes et procédures expérimentales.

Les résultats de caractérisation de l'influence des opérations thermomécaniques, sur les propriétés physiques, microstructurales et chimiques, de l'alliage d'aluminium-magnésium (5083-H321), sont présentés comme suit.

III. 1-Caractérisation structurale de l'alliage.

III.1.1 Caractérisation microstructurale de l'alliage avant immersion.

III.1.1.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage.

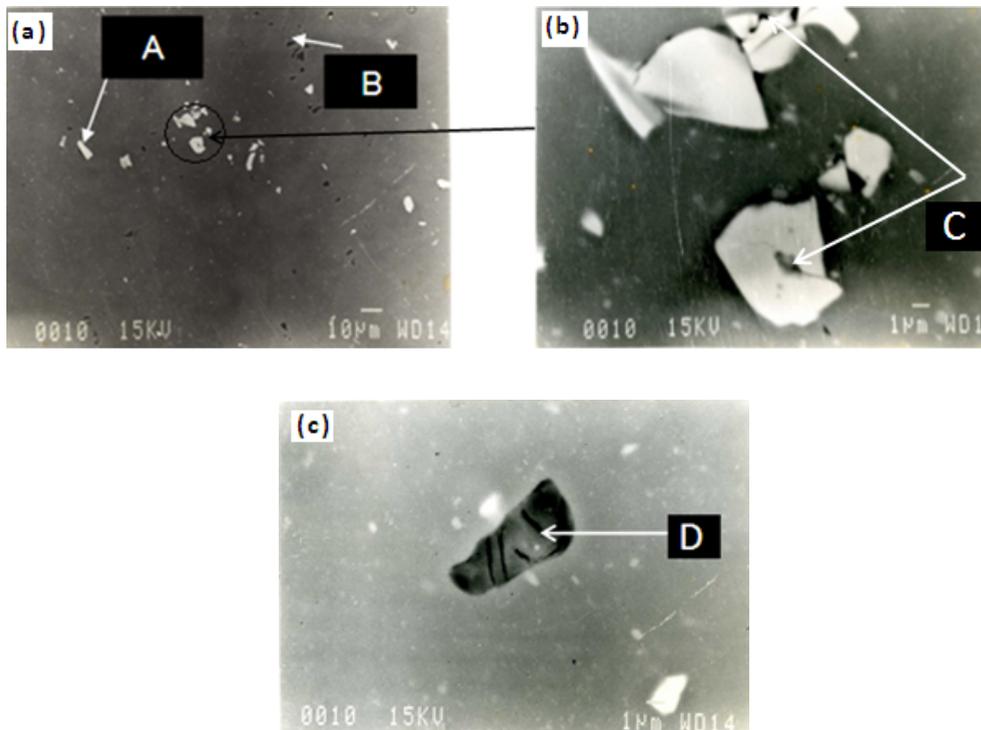


Figure (3.1) : Identification des particules intermétalliques dans l'alliage AA5083H-321 par microscope électronique à balayage : a) Microstructure représentant les particules intermétalliques blanches et sombres b) Microstructure représentant les particules intermétalliques blanches obtenue par microscopie électronique à balayage c) Microstructure représentant une particule intermétallique sombre cisailée.

Les figures (3.1a, 3.1b), représentent les particules intermétalliques riches en (Al-Mg-Si) et en (Al-Fe-Mn), concassées et fragmentées après un laminage à froid de 92% de réduction par le passage des dislocations. Ces mêmes figures nous renseignent sur la forme irrégulière de ces particules et sur l'existence de porosités jouant le rôle de microcrevasses.

La figure (3.1.c), montre une particule intermétallique riche (Al-Mg-Si) cisailé au cours du laminage à froid lorsque les dislocations la traversent. Les interfaces entre les différentes parties de la particule représentent un vide ou bien une microcrevasse. La présence de la porosité à la surface du matériau peut amorcée une corrosion localisé, par aération différentielle, et peut expliquée la corrosion de l'alliage dans certaines zones et pas dans d'autres zones,

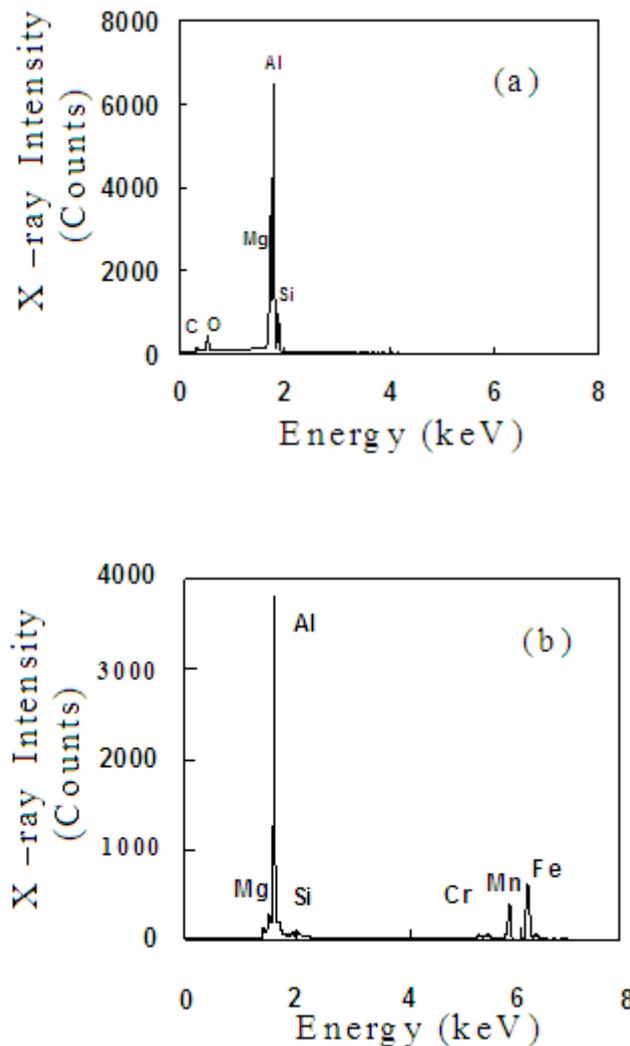


Figure (3.2): a) la particule intermétallique sombre riche en (Al-Mg-Si), b) la particule intermétallique blanche riche en (Al-Fe-Mn).

Les figures (3.2a, 3.2b), nous renseignent sur la composition qualitative des particules blanche et sombre riches en (Al-Mg-Si), (Al-Fe-Mn) respectivement. Les particules riches en (Al-Mg-Si) sont anodiques par rapport à la matrice, tandis que les particules riches (Al-Fe-Mn) sont cathodiques par rapport à la matrice, c'est ce qui a été confirmé par A.Kiryl et al, I.NA Oguocha et al [KIR07], [OGU08]. La composition chimique quantitative de ces particules varie en fonction de l'histoire thermique (vitesse, température du chauffage et temps de maintien et la vitesse de refroidissement), et du temps d'exposition dans un milieu corrosive A.Kiryl et al [KIR07].

III.1.1.2 Caractérisation par microscopie optique avant et après traitements thermomécanique.

La figure (3.3) représente la microstructure de l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H 321, ayant subi uniquement un recuit à 420°C pendant 1,5 h. Nous observons sur cette dernière des grains équiaxes de la phase mère, la taille moyenne de ces grains est de 40µm. Les deux types de particules intermétalliques sont distribuer de façon hétérogène aux joints des grains de la phase mère et concentrer dans certaines régions. L'augmentation de la taille des grains après recuit d'homogénéisation, induit la diminution de la quantité de défauts de surface, qui interviennent comme obstacles à la libre propagation des dislocations du réseau. Le recuit d'homogénéisation diminue aussi la quantité des défauts ponctuels, élimine une partie des dislocations par annihilation ou bien par montée à la surface et fait changer la configuration du reste des dislocations, ce qui à été confirmé par Shuangping Lin et al [SHU10] qui ont étudiés le comportement de l'alliage 5083 au recuit à différentes températures. De tous ces faits nous concluons que le nombre d'obstacles à la déformation diminue après recuit d'homogénéisation donc le métal devient plus plastique.

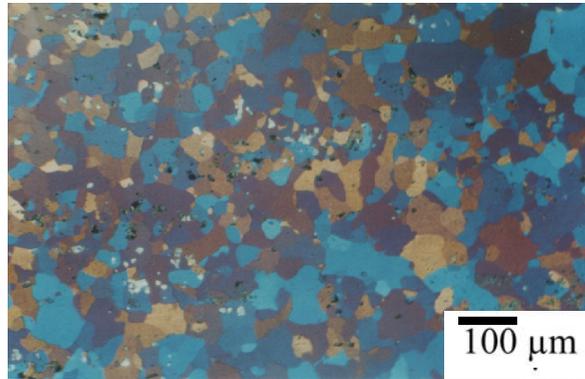


Figure (3. 3) Microstructure de l'échantillon 0

Les figures (3.4-3.8), montrent que les grains de la phase mère, s'allongent dans la direction du laminage sous l'effet de la déformation, de ce fait nous pouvons dire que les grains de la phase mère du matériau, ont stocké une énergie interne sous forme de défauts de structure. L'énergie emmagasinée fait augmenter la valeur de contraintes résiduelles ceci a été signalé par G.F Dirras et al [DIR95].

Nous observons sur les figures (3.9-3.11) l'apparition d'une recristallisation dans certaines régions. Plus le taux de réduction par le laminage à froid est grand plus cette recristallisation est visible.

Sur les figures (3.4-3.11), nous observons que plus le taux de réduction est grand plus l'allongement des grains dans la direction du laminage est grand, et plus les particules intermétalliques sont fines.

Un taux de réduction de 92% - 96% par laminage à froid figures (3.11-3.12) induit un concassage et une dispersion des particules intermétalliques dans la direction du laminage, qui peut être considéré comme un vieillissement dynamique et un affinement des grains de la phase mère dans certaines régions, ceci nous fait penser que un début d'une recristallisation dynamique s'est produit.

L'affinement dispersion et l'alignement des particules intermétalliques dans la direction du laminage les figures (3.1a-3.1c, 3.4-3.11) donnent naissance à une anisotropie structurale.

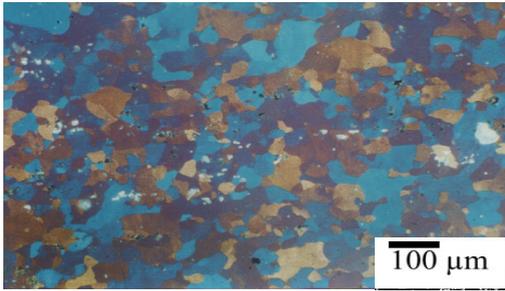


Figure (3.4) microstructure de l'échantillon 1

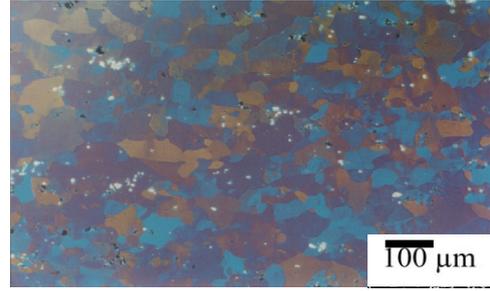


Figure (3.5) microstructure de l'échantillon 2

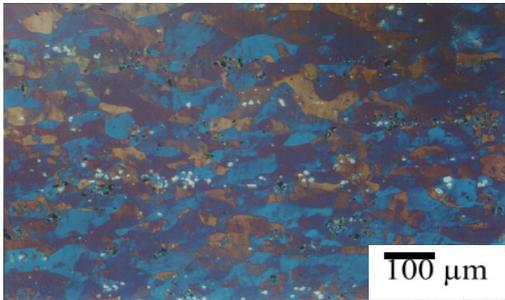


Figure (3.6) microstructure de l'échantillon 3

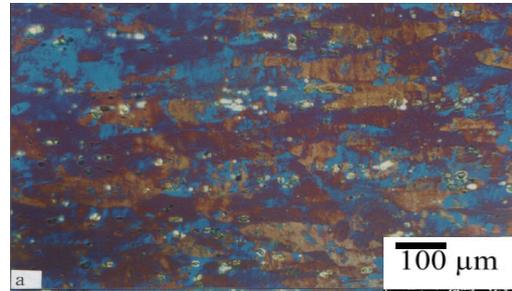


Figure (3.7) microstructure de l'échantillon 4

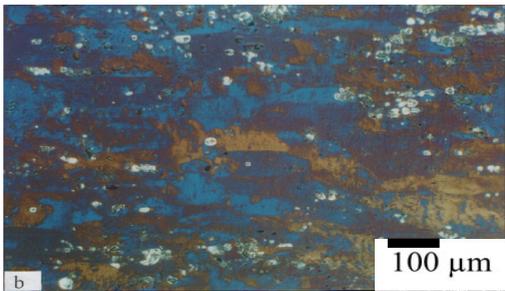


Figure (3.8) microstructure de l'échantillon 8

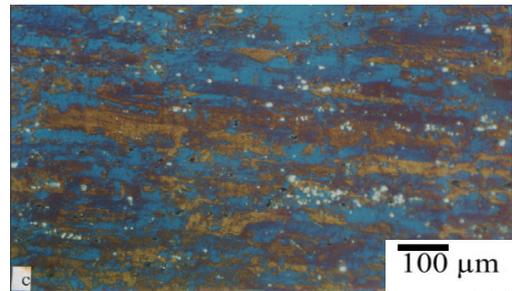


Figure (3.9) microstructure de l'échantillon 9

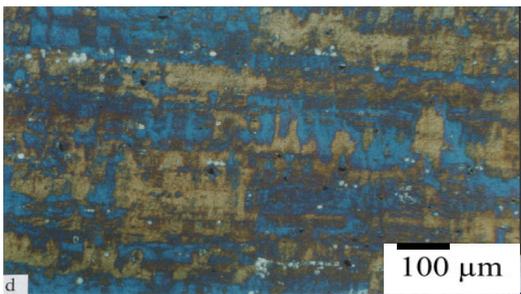


Figure (3.10) microstructure de l'échantillon 10

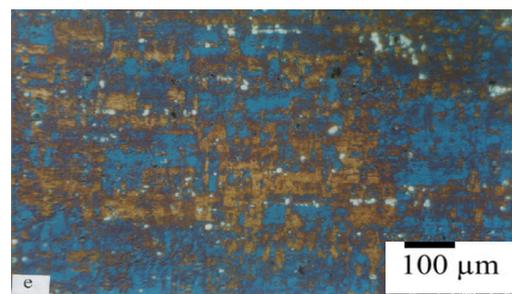


Figure 3.11 microstructure de l'échantillon 11

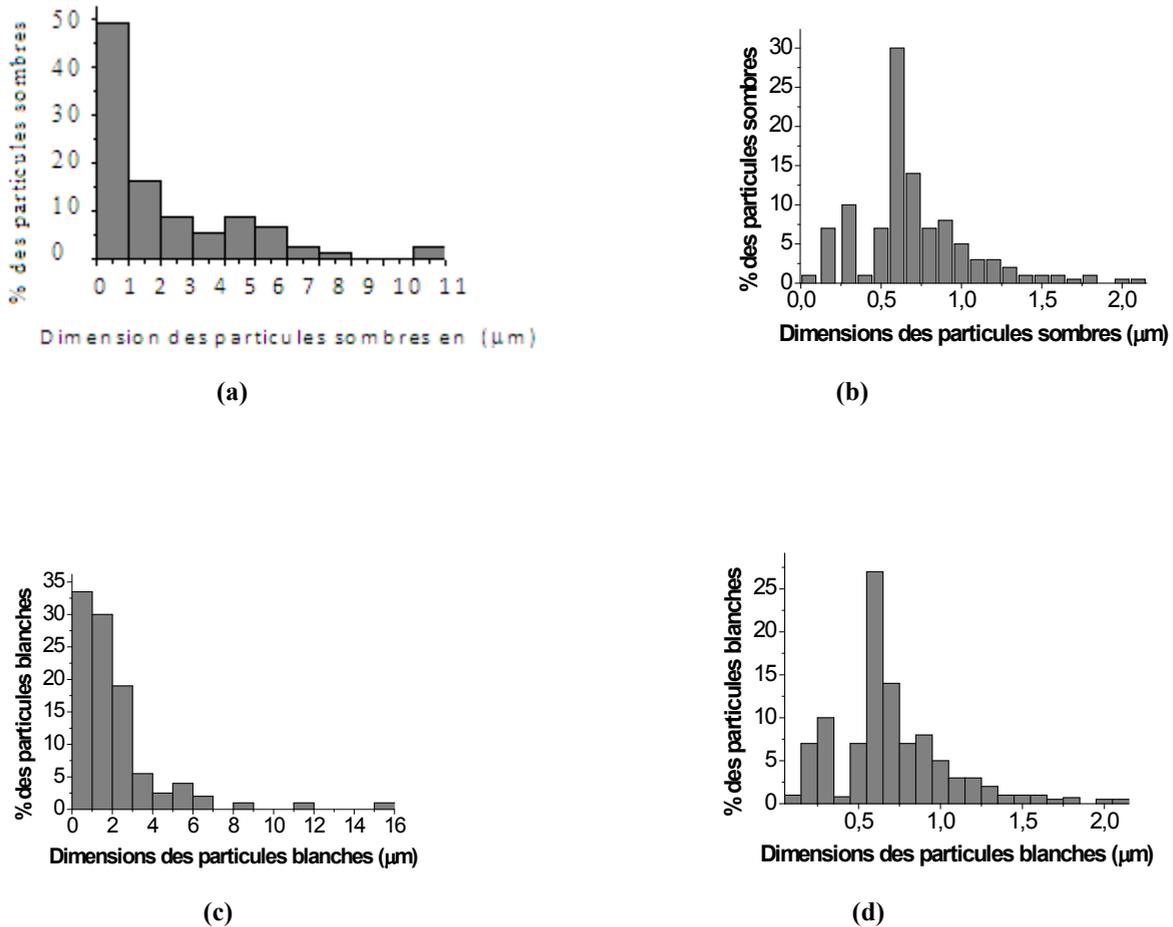


Figure (3.12) Dimension des particules intermétalliques après recuit d’homogénéisation (a, c), après une réduction de 92% par laminage à froid (b, d)

Les particules intermétalliques observées sur les microstructures possèdent des formes irrégulières et des tailles variables voir figures (3.3, 3.12a, 3.12c), ceci prouve que celles-ci existaient déjà avant le recuit d’homogénéisation, car le recuit d’homogénéisation provoque uniquement le changement de composition chimique.

Les figures (3.5-3.12 b, 3.12d) montrent l’effet du laminage à froid sur la taille particules intermétalliques. L’augmentation de la densité des particules intermétalliques, augmente le nombre d’obstacles au déplacement des dislocations fraîches et préexistantes dans le matériau, qui devient plus dure et moins plastique, G.F.Dirras et al [DIR95] ont affirmé que le blocage des dislocations commence à partir de 15% de réduction par laminage à froid des alliages Al-Mg.

Sur la figure (3.13) représentant l’alliage AA5083-H321 ayant subi un recuit à 420°C pendant 1,5 heure, suivie d’un laminage à froid de 61% de réduction et un recuit de

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

0,5 heure à la température de 250°C, nous observons un début de recristallisation dans certaines régions.

La figure (3.14) montre que un recuit intermédiaire au laminage à froid à 61% de réduction, provoque un affinement des grains mais n'empêche pas l'allongement dans la direction du laminage de réduction. Le recuit intermédiaire n'influe pas sur la morphologie des particules intermétalliques.

Le recuit intermédiaire de 30mn à 250°C induit un début de recristallisation, la formation d'un nouvel ensemble de grains équiaxes (libres de toute déformation). Dans certaines régions, ces grains ont une faible densité de dislocations. Il s'agit d'un phénomène observable, qui dépend du temps, de la température, et de la quantité précédente de travail à froid ceci a été étudié par J.Fridel, B.Jaoul et Hong.S.I, [FRI64], [JAO08], [BEN00]. Avant la recristallisation une restauration a eu lieu, cette dernière présente deux caractères qui peuvent parfois se révéler gênants :

1- la restauration ne permet qu'un adoucissement d'environ 40 % ou, dans les cas les plus favorables, à 50 %

2- la restauration ne change pas la texture d'orientation du matériau (l'orientation préférentielle de l'état écroui étant conservée), ce qui, en fait, n'est pas toujours désavantageux, mais ne permet pas de régler l'isotropie. J.Fridel, B.Jaoul et Bennabic et al, [FRI64], [JAO08], [BEN00].

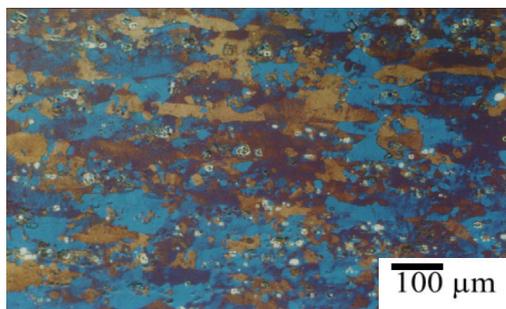


Figure (3.13) microstructures de l'échantillon 5 Après le recuit intermédiaire de 30mn à 250°C

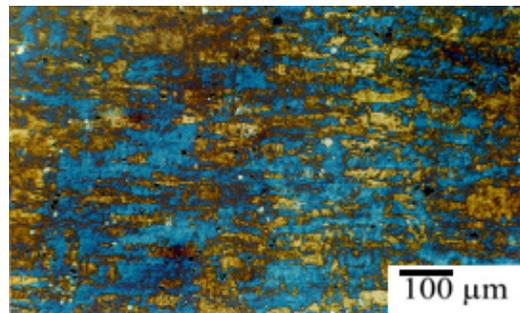


Figure (3.14) microstructure de l'échantillon 5 intercoupé par un recuit de 30mn à 250°C

La figure (3.15), représente l'alliage AA5083-H321 ayant subi un recuit à 420°C pendant 1,5 heure, suivie d'un laminage à froid de 61% de réduction et un recuit de 1 heure à la température de 250°C, montre que une recristallisation complète a eu lieu. Cette recristallisation dans naissance à une fine granulométrie équiaxes. La morphologie des particules intermétalliques na pas changé.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

La figure (3.16) représente l'alliage AA5083-H321 ayant subi un recuit à 420°C pendant 1,5 heure suivie d'un laminage de 92% interrompé par un recuit intermédiaire de 1 heure à la température de 250°C, nous observons sur cette figure une structure à grains fins et allongé dans la direction du laminage.

Le recuit intermédiaire de 1h à 250°C induit une recristallisation par la formation d'un nouvel ensemble de fins grains équiaxes (libres de toute déformation) dans tout le volume du métal. Le recuit intermédiaire d'une heure de maintien, supprime une partie des contraintes internes induites par le laminage à froid préalable au recuit intermédiaire.

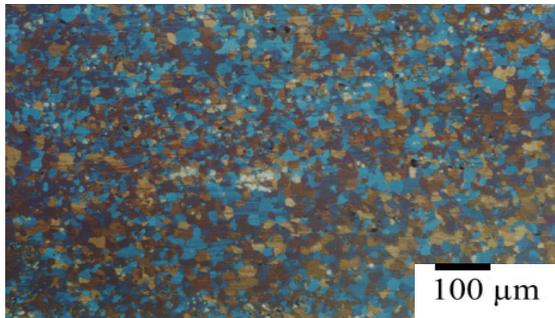


Figure (3.15) microstructure de l'échantillon 6 Après le recuit intermédiaire de 60mn à 250°C

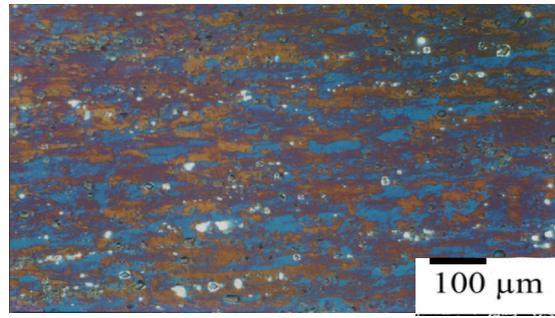


Figure (3.16) microstructure de l'échantillon 6p interrompé par un recuit de 60mn à 250°C

Un temps de maintien lors du recuit intermédiaire prolongé jusqu'à 2 heures provoque un grossissement des grains qui attend une taille moyenne de 15μm figure (3.17). Les grains l'alliage 5083-H 321 après recuit intermédiaire sont allongés figure (3.18).

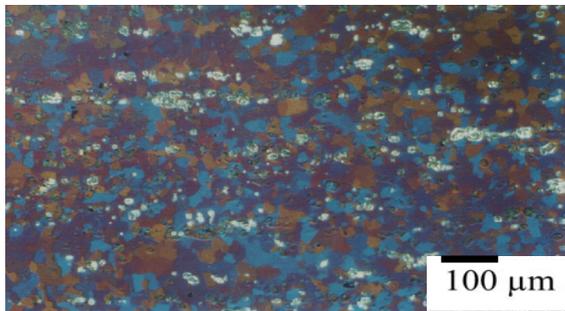


Figure (3.17) microstructure de l'échantillon 7 Après le recuit intermédiaire de 120mn à 250°C

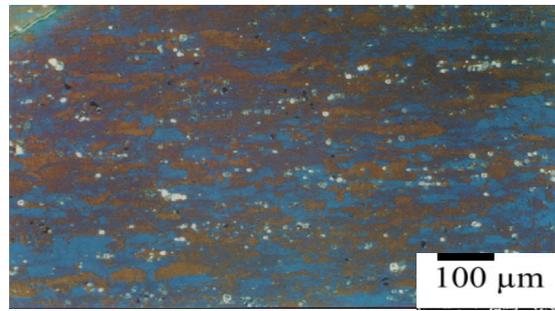


Figure (3.18) microstructure de l'échantillon 7 interrompé par un recuit de 120mn à 250°C

La figure. 3.19 représentant l'échantillon 4 attaqué chimiquement par une solution de Nital, montre bien que les particules interatomiques blanches et noires sont présentes essentiellement aux niveaux des joints de grains.

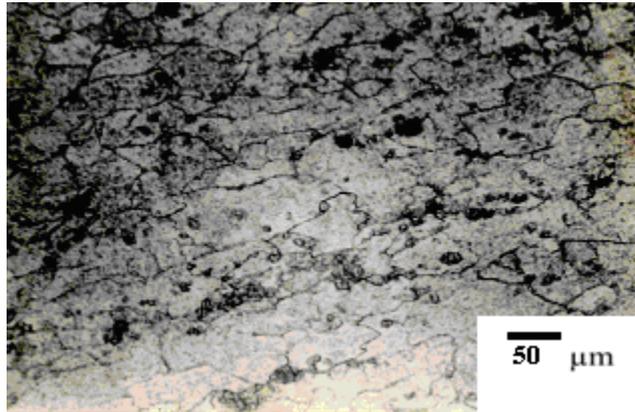


Figure (3.19) Microstructure de l'échantillon 4 après attaque chimique

III.1.2 Caractérisation structurale après immersion dans une solution de chlorure de sodium à 3%.

III.1.2.1 Caractérisation par microscopie optique.

Sur la figure (3.20) représente la microstructure de l'échantillon 0 de l'alliage étudié, après un mois de corrosion dans une solution de 3% NaCl, nous observons la présence d'un film d'oxyde de couleur grise représentant une corrosion généralisée, dans la littérature l'ensemble des chercheurs ont observé une corrosion localisée de l'alliage 5083 [ABA01],[ELB88], [ABA03],[ABA01], [JAF09], [VRA05],[ABA04]. Tous ces auteurs ont étudié des tôles d'une épaisseur inférieure ou égale à 4 mm, nous pensons que la corrosion généralisée observé pour cet échantillon est directement liée aux traitements thermomécaniques subi par l'alliage (laminage à chaud et à froid ainsi que le recuit de stabilisation subie dans l'industrie et le recuit d'homogénéisation à 420°C subi dans le laboratoire). Le recuit effectuer, homogénéise la répartition des éléments d'alliages, nous pensons que c'est c'est la raison que nous avons eu une corrosion uniforme pour cet échantillon.

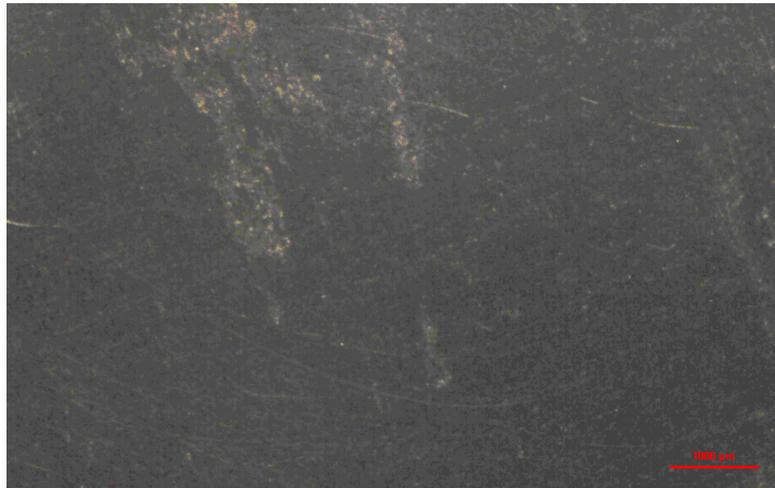


Figure (3.20) Corrosion généralisé sur l'échantillon 0 après 1 mois dans une solution de 3% NaCl

Les figures (3.21, 3.22,3.23) représentant les échantillons 3, 10,11 (ayant subi une déformation par laminage à froid avec des taux de réduction croissant respectivement voir tableau (2.2)), après un mois de corrosion dans une solution de Chlorure de Sodium de 3% NaCl, montrent une présence de multipiqûres sur l'ensemble de la surface de l'électrode, ce résultat est en bon accord avec [ABA01],[ELB88], [ABA03],[ABA01], [JAF09], [VRA05],[ABA04], de ce fait nous pensons que quelque soit le taux de réduction le laminage à froid, ce dernier induit une corrosion par piqûre de l'alliage 5083, ceci est probablement dû à l'anisotropie de structure, de propriétés mécaniques et chimiques et les contraintes résiduelles induites par le laminage à froid.

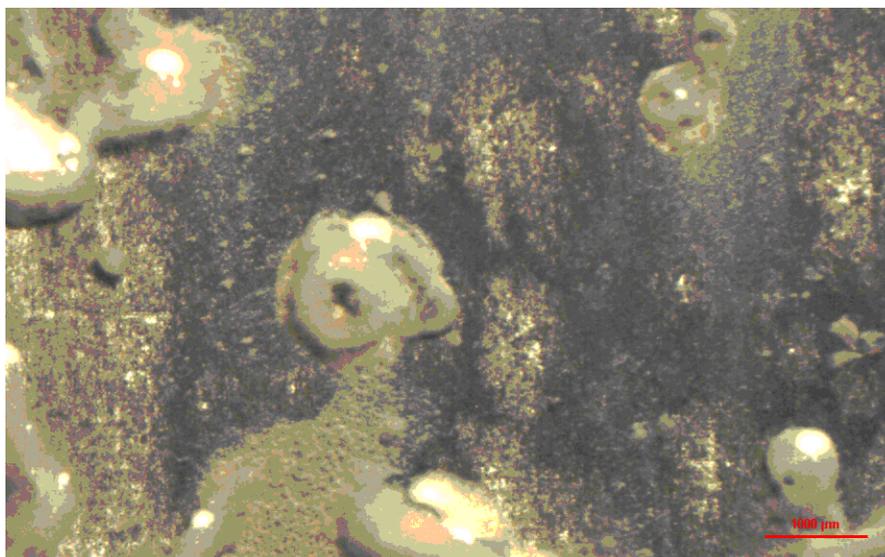


Figure (3.21) Corrosion par piqûre sur l'échantillon 3 après 1 mois dans une solution de 3%Chlorure de Sodium de

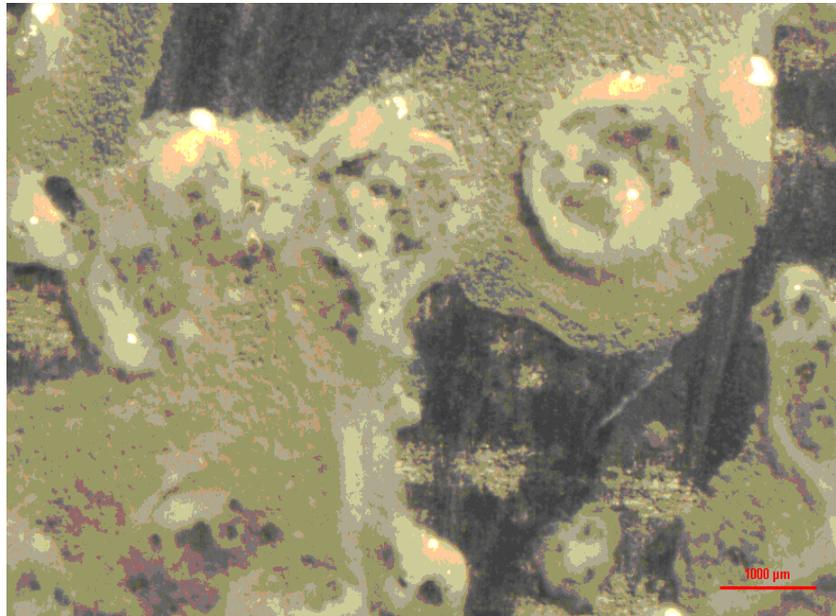


Figure (3.22) Corrosion par piqûre sur l'échantillon 10 après 1 mois dans une solution de Chlorure de Sodium de 3%

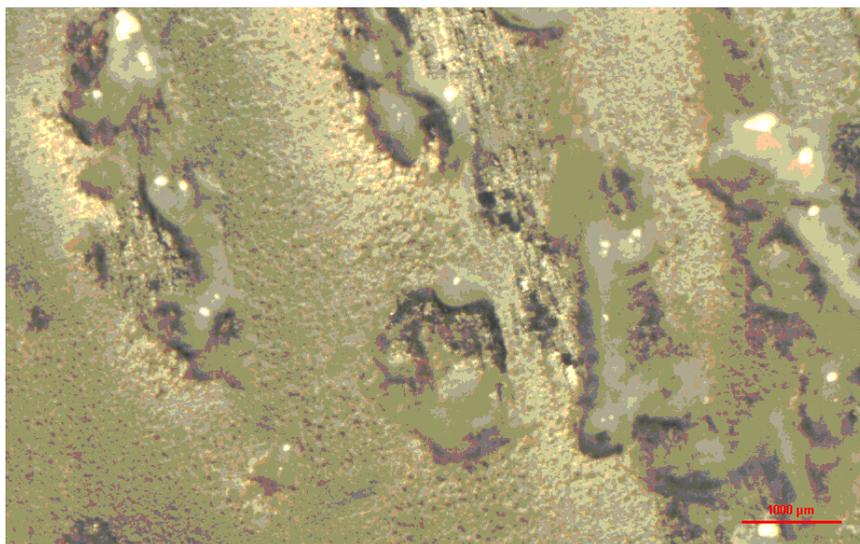


Figure (3.23) Corrosion par piqûre sur l'échantillon 11 après 1 mois dans une solution de Chlorure de Sodium de 3%

Les figures (23-25) représentent les échantillons 5,6 ,7 (ayant subis une déformation par laminage à froid interrompé par un recuit intermédiaire à 250°C à des temps de maintien croissant respectivement), après un mois de corrosion dans une solution de 3% de NaCl, ces

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

figures montrent une corrosion par piqûre, de ce fait, nous concluons que le recuit intermédiaire n'élimine pas l'effet du laminage à froid sur la morphologie de la corrosion.

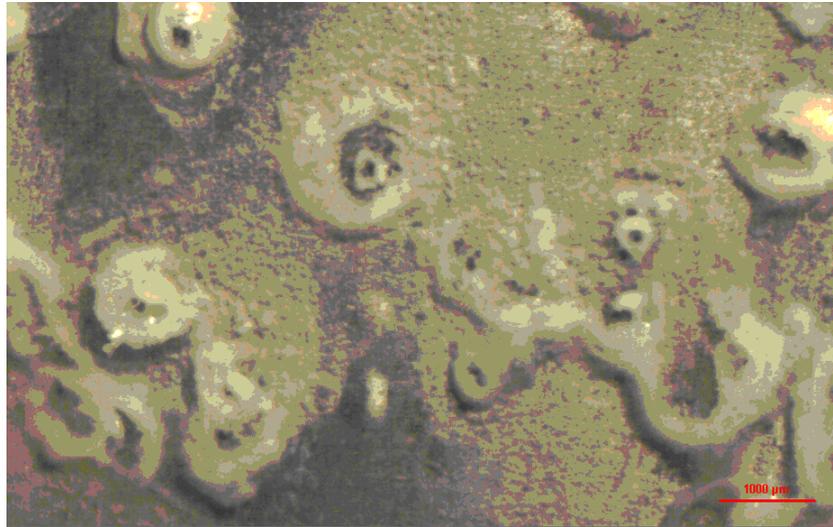


Figure (3.24) Corrosion par piqûre de l'échantillon 5 après 1 mois dans une solution de Chlorure de Sodium de 3%

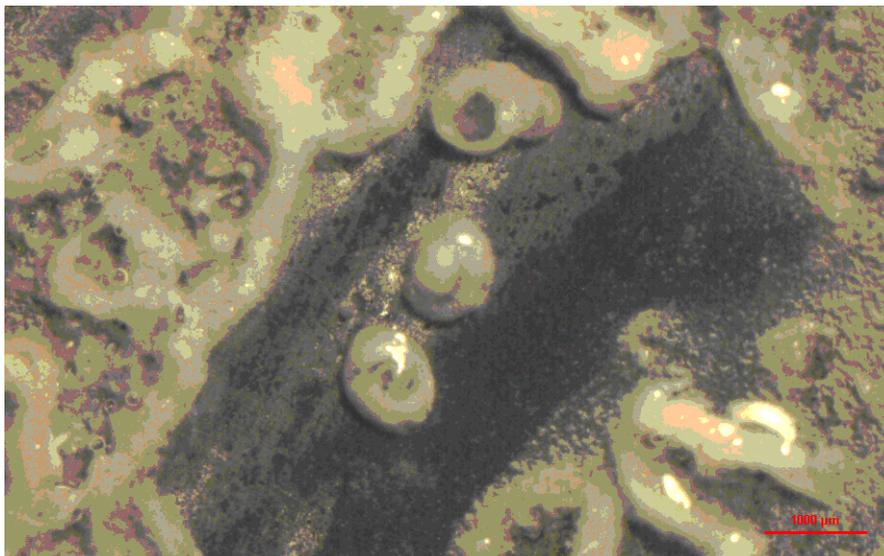


Figure (3.25) Corrosion par piqûre de l'échantillon 6 après 1 mois dans une solution de Chlorure de Sodium de 3%

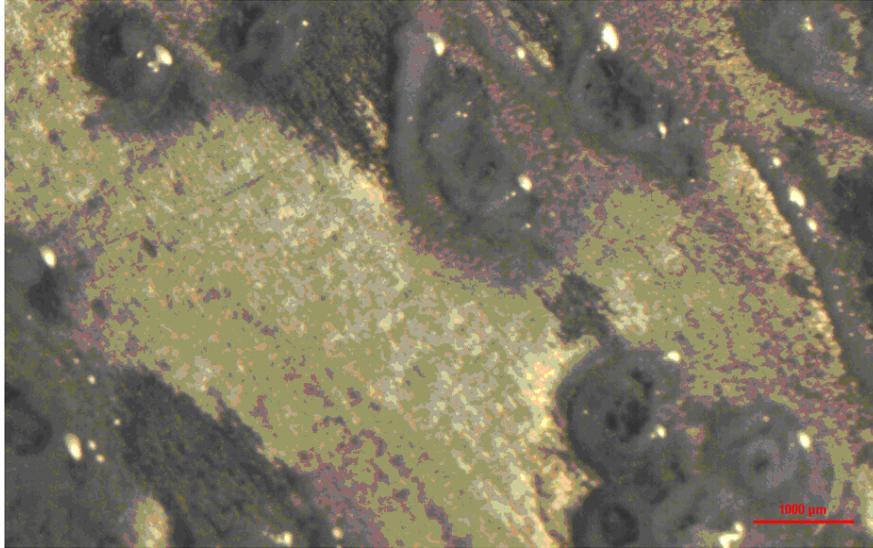


Figure (3.26) Corrosion par piqure de l'échantillon 7 après 1 mois dans une solution de Chlorure de Sodium de 3%

III.1.2.2 Caractérisation de la corrosion par microscopie électronique à balayage.

Les figures (3.27-3.28) représentant la microstructure de l'échantillon 0 (ayant subi uniquement un recuit d'homogénéisation à 430°C), prise par microscopie électronique à balayage, confirme que la corrosion subi par l'échantillon 0 (dans une solution de 3% NaCl) est une corrosion généralisé (uniforme) et non pas une corrosion localisé contrairement à ce qui a été cités par plusieurs auteurs, de ce fait nous pouvons dire que le traitement recuit d'homogénéisation et l'histoire thermomécanique influe sur la morphologie de corrosion de cet alliage.

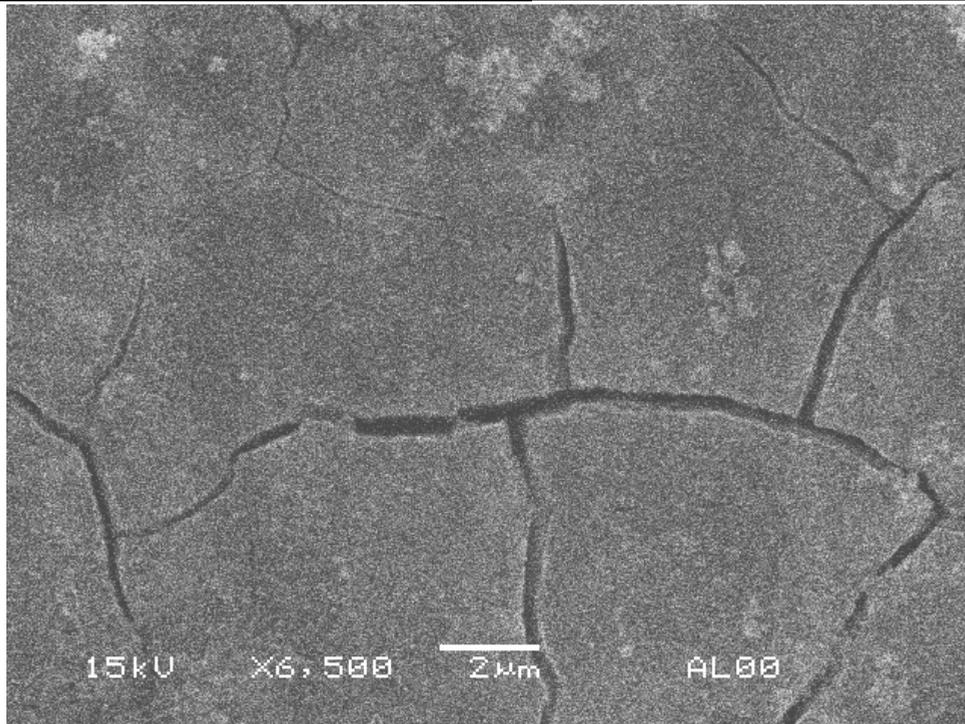


Figure (3.27) Photo MEB représentant la corrosion de l'échantillon 0

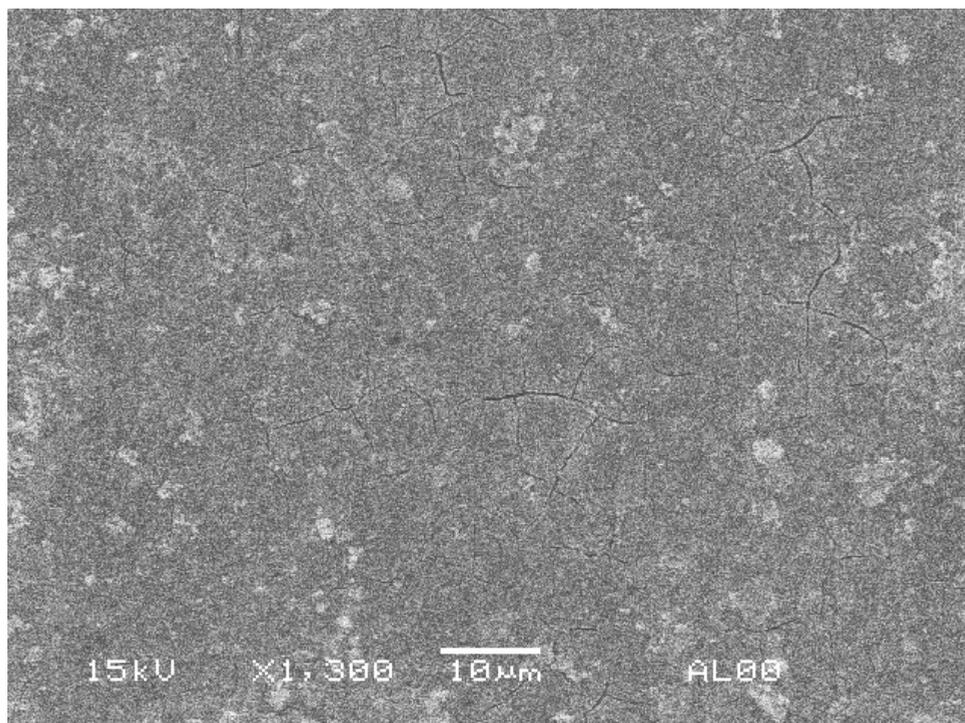


Figure (3.28) Photo MEB représentant la corrosion de l'échantillon 0

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

La figure (3.29) représentant la microstructure de l'échantillon 10 (ayant subi en plus une déformation par laminage à froid avec des taux de réduction donné par (le tableau 2.2)) prisent par microscopie électronique à balayage, montre bien que cet échantillon après un mois de corrosion dans une solution de 3% NaCl a subi une corrosion par piqûre.

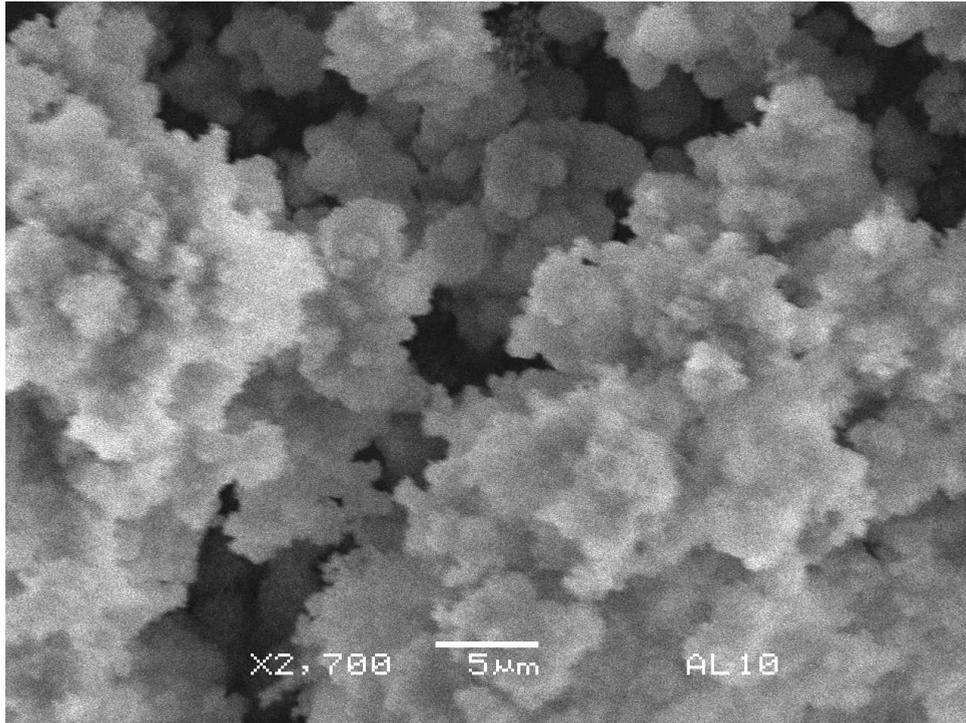


Figure (3.29) Photo MEB représentant une piqûre de l'échantillon 10

Les figures (3.30-3.31) représentant les microstructures des les échantillons 5, 6 prisent par microscopie électronique à balayage, après un mois de corrosion dans une solution de chlorure de sodium à 3% de NaCl, montrent que le recuit intermédiaire n'élimine pas l'effet du laminage à froid sur la morphologie de la corrosion.

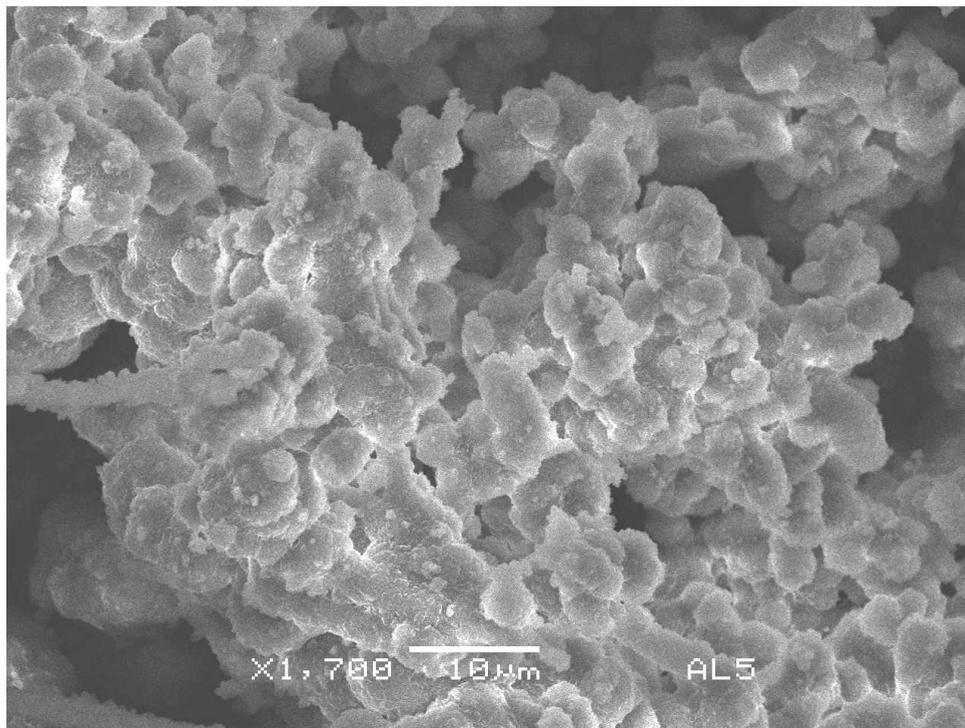


Figure (3.30) Photo MEB représentant une piqûre de l'échantillon 5

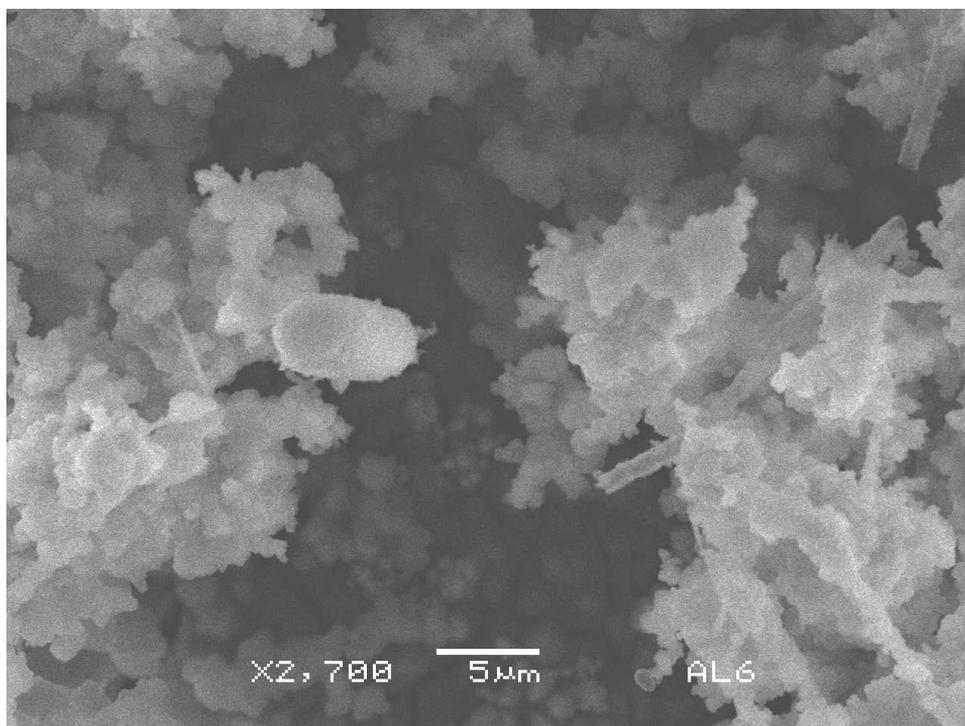


Figure (3.31) Photo MEB représentant une piqûre de l'échantillon 6
III.2- Caractérisation de l'alliage AA5083-H321 par diffraction RX.

III.2.1 Caractérisation par diffraction RX à l'état de tôle (alliage AA5083-H321).

L'analyse de l'échantillon 0 par diffraction des rayons X sous les angles rasants (figure 3.32), révèle la présence de la phase aluminium constituant la matrice, et la présence d'une

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

ou plusieurs autres phases secondaires (la partie du diffractogramme entourée par des cercles). Il est important de signaler la présence de phases secondaires représentées par des pics peu visibles car elles sont minoritaires dans le matériau. Malgré la faible proportion de ces particules intermétalliques, elles influent considérablement sur les réponses du matériau aux sollicitations physiques et chimiques. Ce résultat en partie est en bon accord avec les résultats annoncés par A.Gaber et al [GAB09].

Les pics des phases secondaires sont peu en raison de leurs minoritaires dans les matériaux.

Les diffractogrammes réalisés par la technique de diffraction classique, pour des échantillons polie mécaniquement révèle la présence d'un double pic dans toutes les positions, ce qui n'est pas le cas pour les diffractogrammes réalisés pour les même échantillons par la technique des angles rasants, nous pensons que ceci est dû à la présence d'une couche dure à la surface des échantillons, possédant des paramètres de maille différents de ceux dans le volume, ceci est peut être dû à l'érouissage par le laminage à froid ou bien au polissage mécanique.

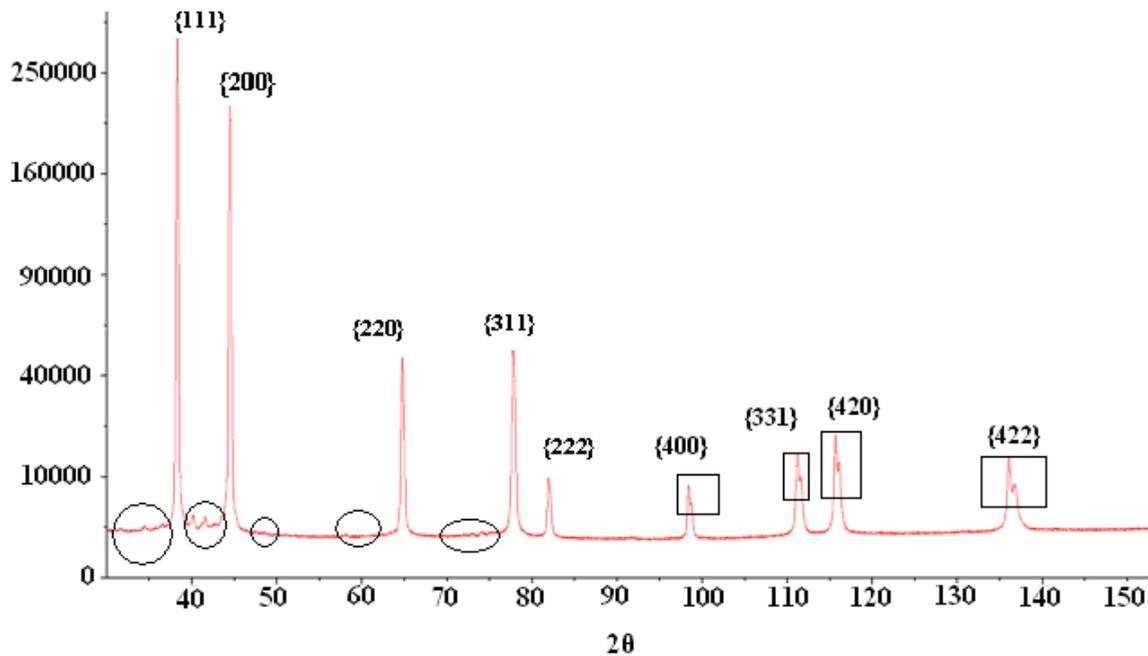


Figure (3.32) Diffractogramme de l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H321 à l'état de tôle

III.2.2 Caractérisation par diffraction RX de l'échantillon 0 de la poudre de l'alliage AA5083-H321.

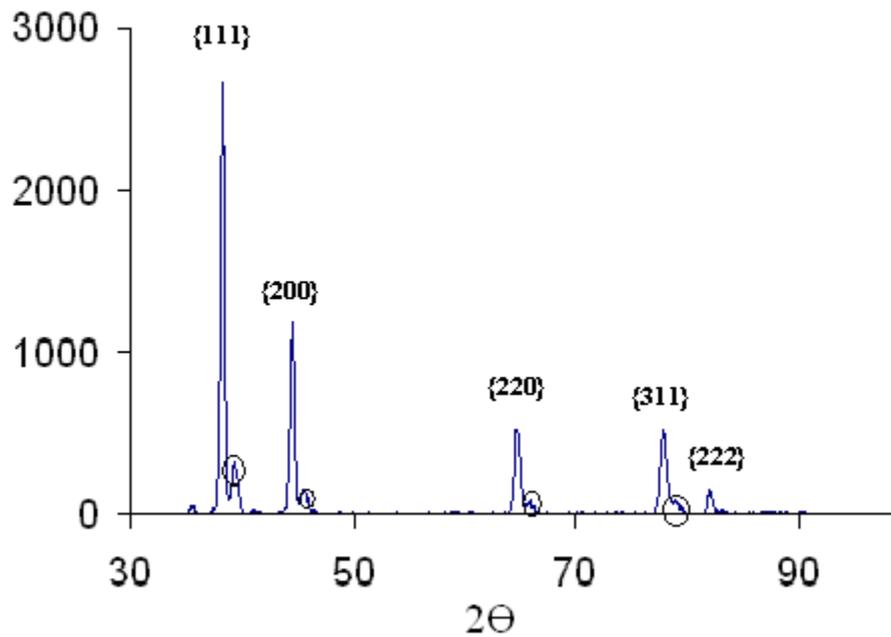


Figure (3.33) Diffractogramme de la poudre de l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H321

III.2.3 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la réponse en diffraction des rayons X de l'alliage AA5083-H321

Le laminage à froid provoque un changement dans l'orientation des cristallites constituant le matériau, ce qui induit un changement dans la répartition quantitative des orientations des plans cristallographiques tandis que le recuit intermédiaire diminue cet effet figure (3.34).

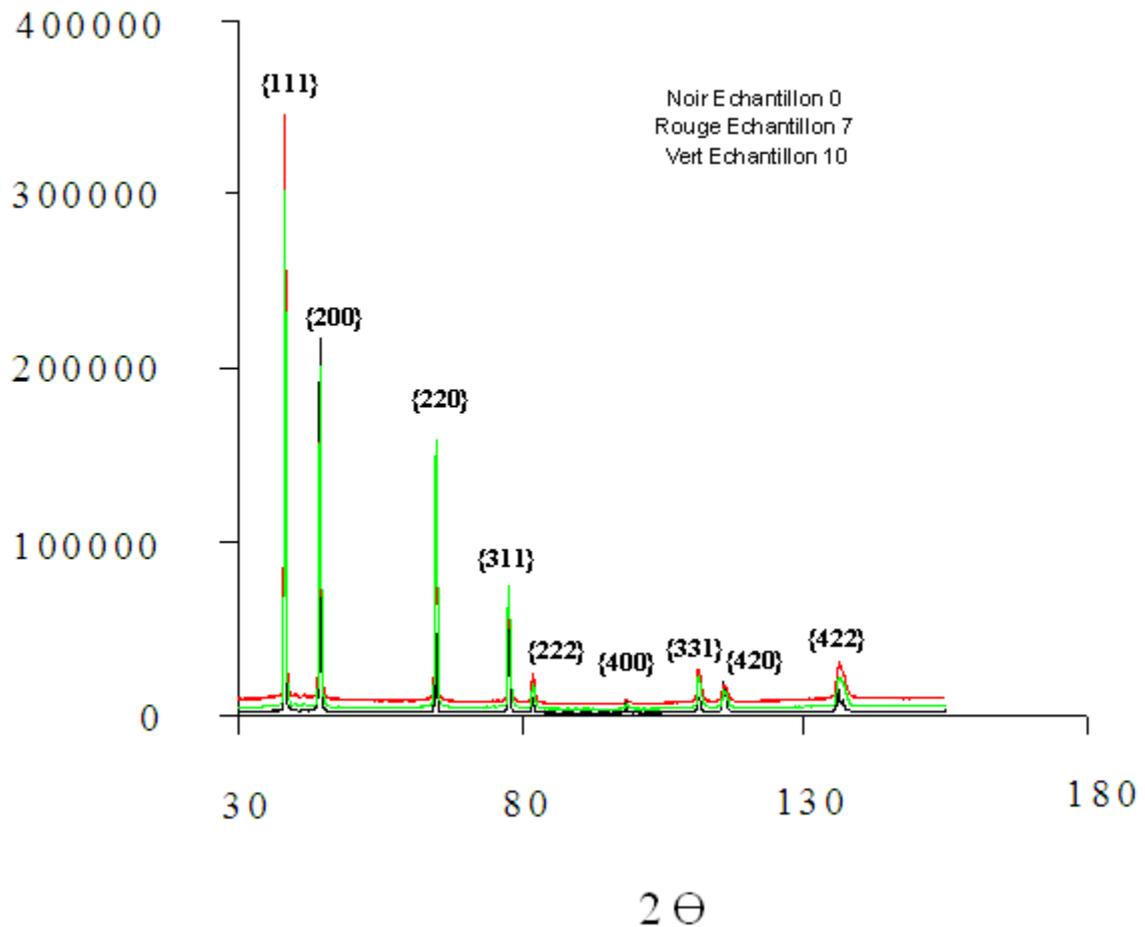


Figure (3.34) Diffactogramme des échantillons 0, 7,10 de l'alliage AA5083-H321

III.2.4 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la densité des dislocations de l'alliage AA5083-H321).

La largeur à la mi-hauteur du dernier pic sur le diffractogramme correspondant au plan (422), coïncide avec le maximum possible de 2θ , ce dernier nous renseigne sur la précision de la densité relative des dislocations, celle-ci est proportionnelle à la largeur du pic (422) à la mi-hauteur d'après la relation de Scherrer [FEA09], [ABA03]. Le tableau 3.1 donne les valeurs de la densité relative des dislocations par rapport à l'échantillon 10 après un ajustement en utilisant le logiciel Winploter.

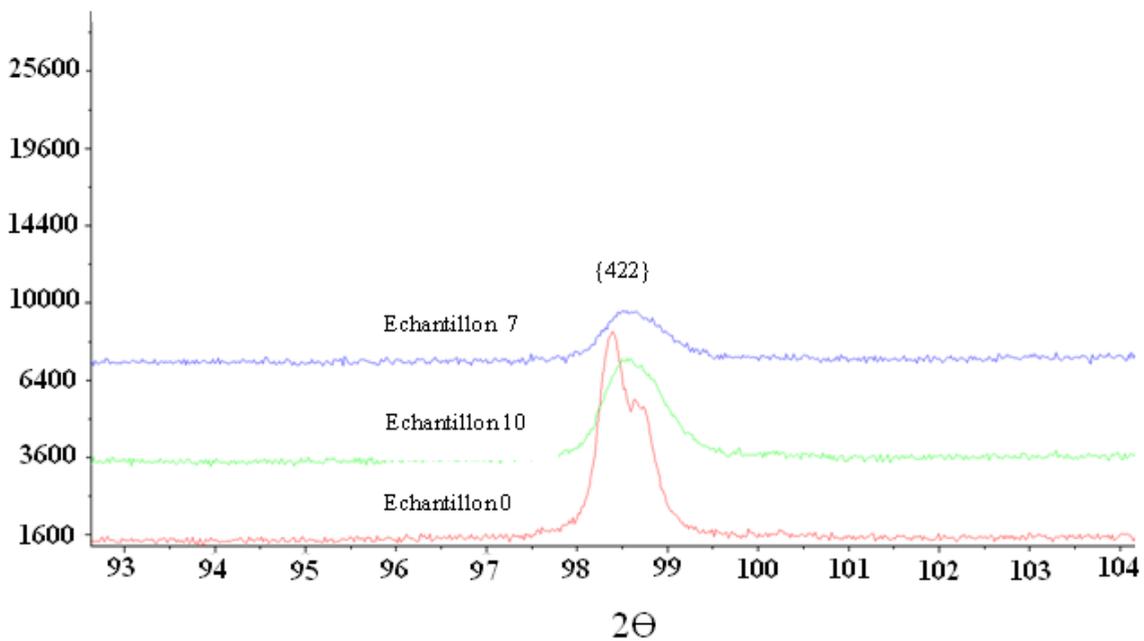


Figure (3.35) Pic (422) sur le diffractogramme des échantillons 0, 7,10 de l’alliage AA5083-H321

Echantillon	Densité relative des dislocations	Erreur de mesure
Echantillon 0	0.474281	±0.001956
Echantillon 10	1.003056	±0.003971
Echantillon 7	0.961977	±0.004050

Tableau 3.1 effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur densité des dislocations de l’alliage AA5083-H3 déterminée à partir du pic représentant le plan (422)

Les figures (3.35) et le tableau (3.1) montrent que la densité des dislocations augmente avec l’introduction du laminage à froid, donc le nombre d’obstacles au déplacement des dislocations augmente. Le matériau devient plus dure et moins plastique, cette question à été développé par Dirras [DIR95].

Tandis que l’introduction d’un recuit intermédiaire au laminage à froid, diminue la densité des dislocations, le nombre des obstacles au déplacement des dislocations diminue et le matériau devient moins dur et plus plastique.

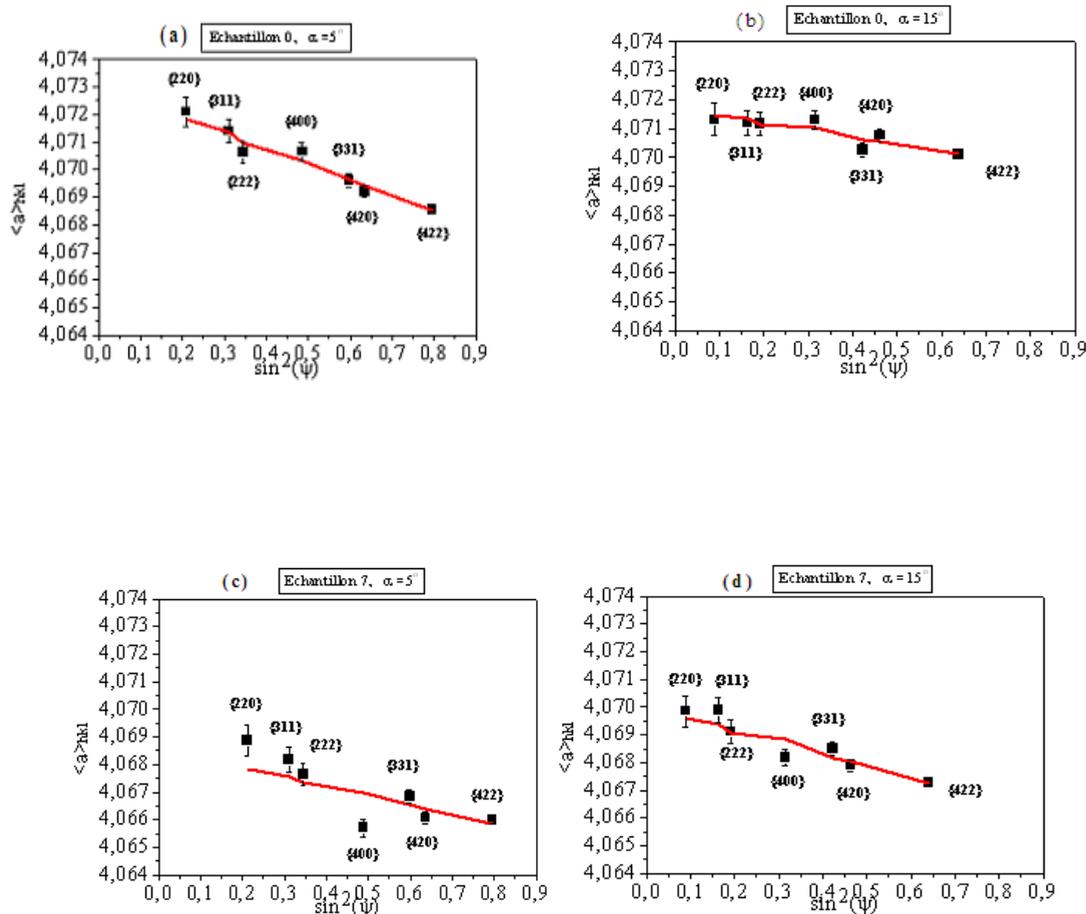
III.2.5 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur le paramètre de maille des plans (hkl) de l’alliage AA5083-H321 par la caractérisation de la diffraction des rayons X sous des angles rasants.

Que ça soit une diffraction avec un angle de 5° ou bien de 15°, les résultats de la figure (3.36) montrent que le paramètre de maille (a) de l’échantillon (0), est plus grand que

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

celui de l'échantillon (10) ayant subi uniquement le laminage à froid, de ce fait nous concluons que le laminage à froid provoque une compression du réseau cristallin tandis que l'application d'un recuit intermédiaire réduit sensiblement le taux de compression du réseau cristallin par le laminage à froid, car le paramètre de maille de l'échantillon (7) ayant subi un laminage à froid inter-coupé par un recuit intermédiaire, est plus grand que celui de l'échantillon (10), mais plus petit que celui de l'échantillon (0).

Nous pensons que la compression du réseau cristallin à un effet mémoire sur la réponse à la corrosion, cette idée à été développée dans le travail que nous avons publié.



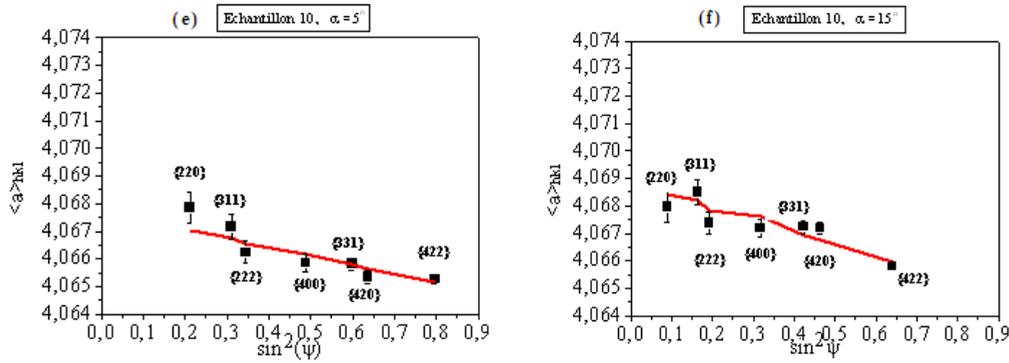


Figure (3.36) Paramètre de maille des plans hkl en fonction de $\sin^2\psi$ (l'orientation du vecteur de diffusion ou bien la direction de mesure de la déformation $\varepsilon_{\psi\phi}$), par la caractérisation de la diffraction des rayons X (sous angles d'incidences rasants) sous les angles d'incidence (5° , 15°) pour les échantillons 0, 7, 10.

III.2.6 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur les contraintes résiduelles du premier ordre à la surface des échantillons de l'alliage AA5083-H321) par la caractérisation de la diffraction des rayons X sous des angles rasants.

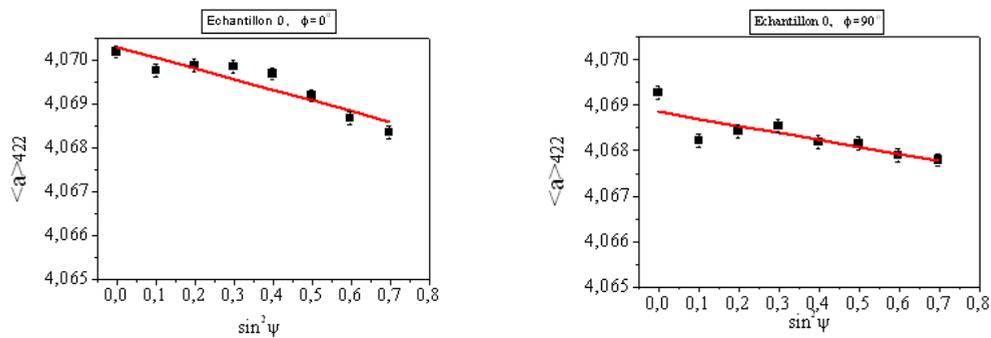
Les résultats du tableau (3.2) montrent que les contraintes résiduelles du premier ordre, à la surface de l'échantillon 0 dans les directions de laminage et transversales au laminage, sont très proches ceci implique que l'échantillon 0 se rapproche de l'état isotrope. Cet état peut expliquer la réponse à la corrosion (corrosion uniforme) de cet échantillon, tandis que les contraintes résiduelles du premier ordre de l'échantillon 10 (ayant subi uniquement le laminage à froid) dans ses mêmes directions sont complètement différentes, d'où cet échantillon est anisotrope, l'échantillon 7 ayant subi le même traitement mécanique que l'échantillon 10 avec l'introduction d'un recuit intermédiaire semble moins anisotrope que l'échantillon 10.

Echantillon	α [°]	Profondeur de pénétration (μm)	σ_{11} (DL) [MPa]	σ_{22} (DT) [MPa]	Paramètre de maille a_0 [Å]	χ^2 coefficient de Certitudes
0	5	5,8	$-74,8 \pm 5,6$	$-66,3 \pm 5,6$	$4,0701 \pm 0,0001$	0,58
	15	14	$-32,7 \pm 6,6$	$-32,3 \pm 6,6$	$4,0704 \pm 0,0001$	0,83
7	5	5,8	$-44,6 \pm 17$	$-48,7 \pm 17$	$4,0668 \pm 0,0002$	5,49
	15	14	$-56,2 \pm 9,4$	$-44,0 \pm 9,4$	$4,0678 \pm 0,0002$	1,65
10	5	5,8	$-42,0 \pm 8,8$	$-11,6 \pm 8,8$	$4,0660 \pm 0,0002$	1,45
	15	14	$-59,0 \pm 10,8$	$-13,1 \pm 10,8$	$4,0665 \pm 0,0002$	2,17

Tableau 3.2 Contraintes résiduelles du premier ordre sur la surface (σ_{11} représente les contraintes résiduelle dans la direction du laminage, σ_{22} représente les contraintes résiduelle dans la direction transversale au laminage) des échantillons 0, 7,10 déterminées à partir des résultats de diffraction RX par la méthode incidence à angles rasants sous les angles ($5^\circ, 15^\circ$).

III.2.7 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur le paramètre de maille du plan (422) de l'alliage AA5083-H321 par la caractérisation avec la diffraction des rayons X (méthode standard)

La technique standard de diffraction des RX montre aussi que le laminage induit une compression du réseau cristallin, tandis que le recuit intermédiaire réduit sensiblement le taux de compression du réseau cristallin figure (3.37).



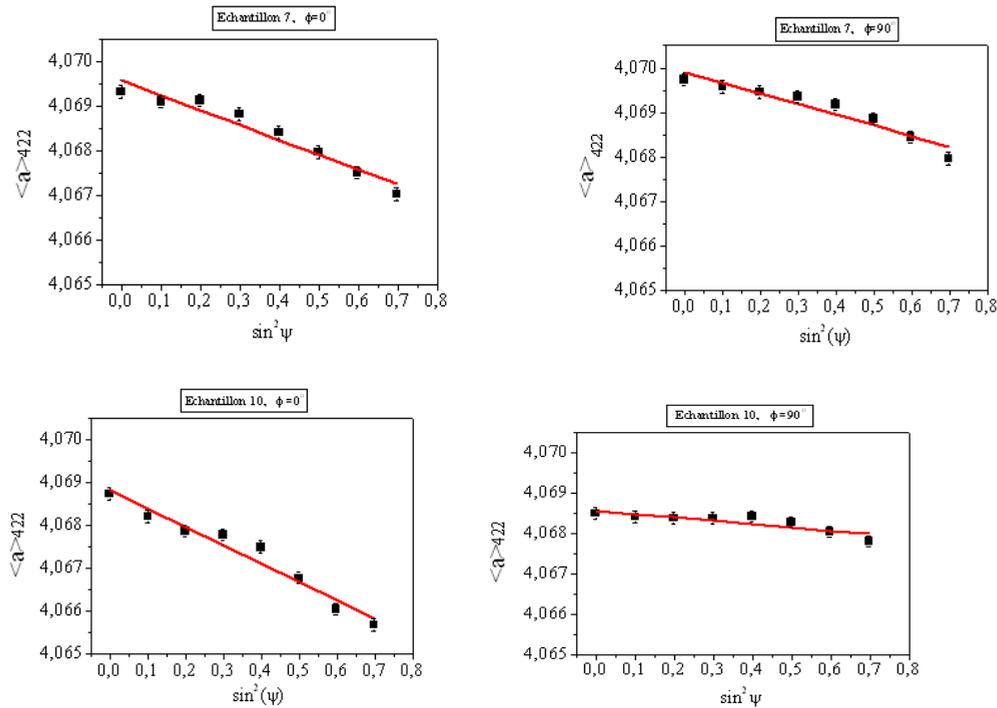


Figure (3.37) Variation du paramètre de maille du plan (422) en fonction du $\sin^2 \psi$ pour Φ (0° (DT), 90° (DL)) par la caractérisation de la diffraction des RX (méthode Standard) pour les échantillons 0, 7,10.

III.2.8 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur les contraintes résiduelles du premier ordre à la surface des échantillons de l'alliage AA5083-H321 par la caractérisation de la diffraction des rayons X (la méthode standard).

Les résultats du tableau (3. 3) montrent aussi que les contraintes résiduelles du premier ordre, à la surface de l'échantillon (0), dans les directions du laminage et transversale au laminage à froid, sont proches, ceci dit l'échantillon (0) se rapproche de l'état isotrope. Les contraintes résiduelles du premier ordre de l'échantillon (10), ayant subi uniquement le laminage à froid, dans les directions du laminage et transversale au laminage, sont complètement différentes, d'où échantillon (10) est anisotrope. L'échantillon (7) ayant subi le même traitement mécanique que l'échantillon (10) avec l'introduction d'un recuit intermédiaire semble moins anisotrope, et se rapproche plus de l'échantillon 0.

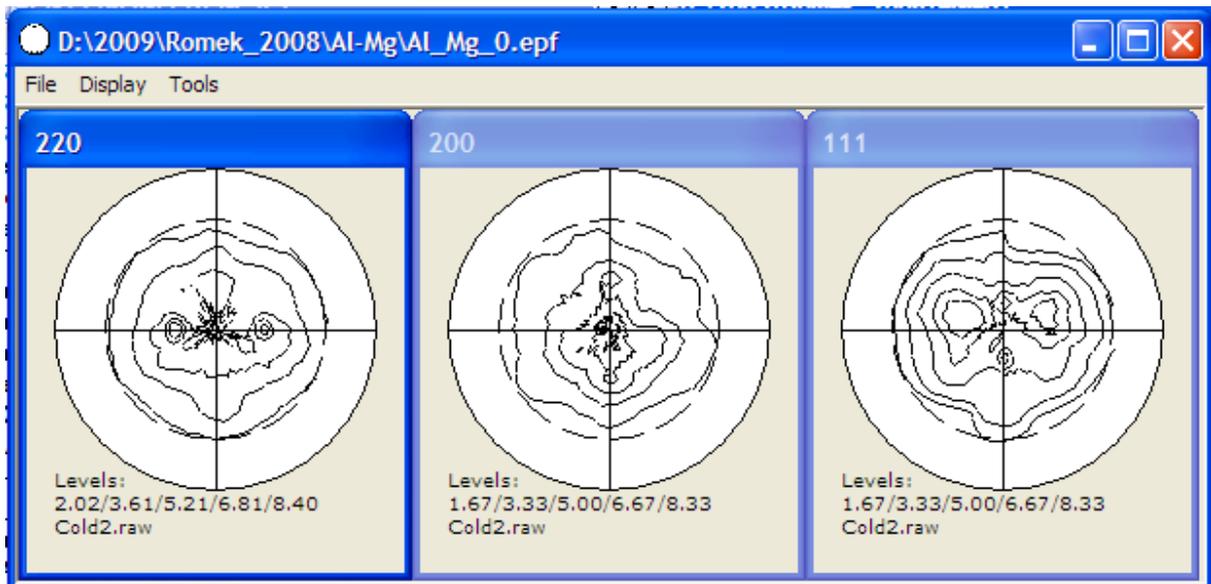
Plan de diffraction	échantillon	σ_{11} [MPa]	σ_{22} [MPa]	Paramètre de maille a_0 [Å]	χ^2 coefficient de certitudes
{422}	0	$-32,2 \pm 5,5$	$-20,6 \pm 5,7$	$4,0685 \pm 0,0001$	3,7
	7	$-43,9 \pm 4,4$	$-31,6 \pm 3,9$	$4,0682 \pm 0,0001$	4,1
	10	$-56,3 \pm 4,9$	$-10,8 \pm 2,7$	$4,0685 \pm 0,0001$	1,8

Tableau (3.3) Contraintes résiduelles sur la surface (σ_{11} dans la direction du laminage, σ_{22} dans la direction transversale au laminage) des échantillons 0, 7,10 déterminées à partir des résultats de la méthode standard de diffraction RX (la profondeur de pénétration du RX est de 18 à 34 μ m).

Seiichi Endou et al [END02] ont étudié l'évolution des contraintes internes résiduelle du premier ordre, après laminage et après recuit d'homogénéisation en fonction de la concentration du magnésium, par la caractérisation de la dureté Vickers, leurs travaux confirment les résultats que nous avons présentés si dessus.

III.2.9 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la texture de l'alliage AA5083-H321.

Les figures (3.38-3.40) montrent que la texture de l'échantillon 0 est peut marquée. Le laminage à froid le recuit intermédiaire ont un effet important sur, la texture et l'orientation des cristallites du matériau, l'analyse de ces Figures nous a permet de conclure que l'échantillon ayant subi uniquement le laminage à froid, possède une texture plus marquée, l'échantillon ayant subi en plus du laminage à froid un recuit intermédiaire de 2h à 250°C, possède une texture moins marquée, donc le laminage à froid induit une texture et une orientation préférentiel des cristallites, tandis que, le recuit intermédiaire supprime une partie de l'effet du laminage à froid, ces résultats sont en bon accord avec les résultats présentés eiiichi Endou et al et R.K.Singh et al [END02],[SIN00].



Echantillon 0

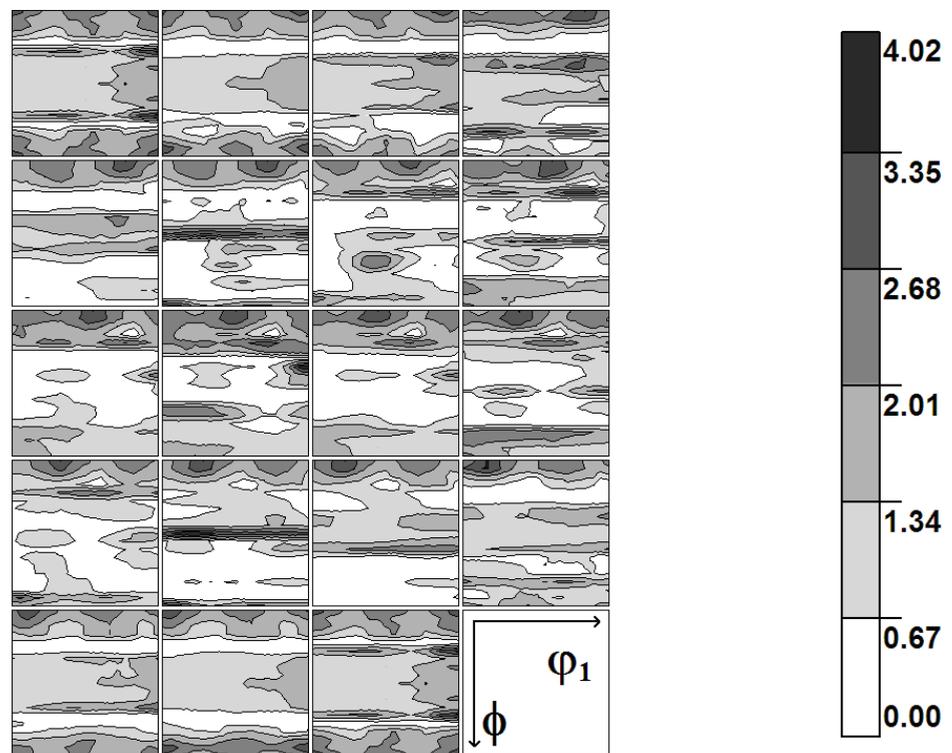


Figure (3.38) : Figure de pôle et texture de l'échantillon 0



Echantillon 7

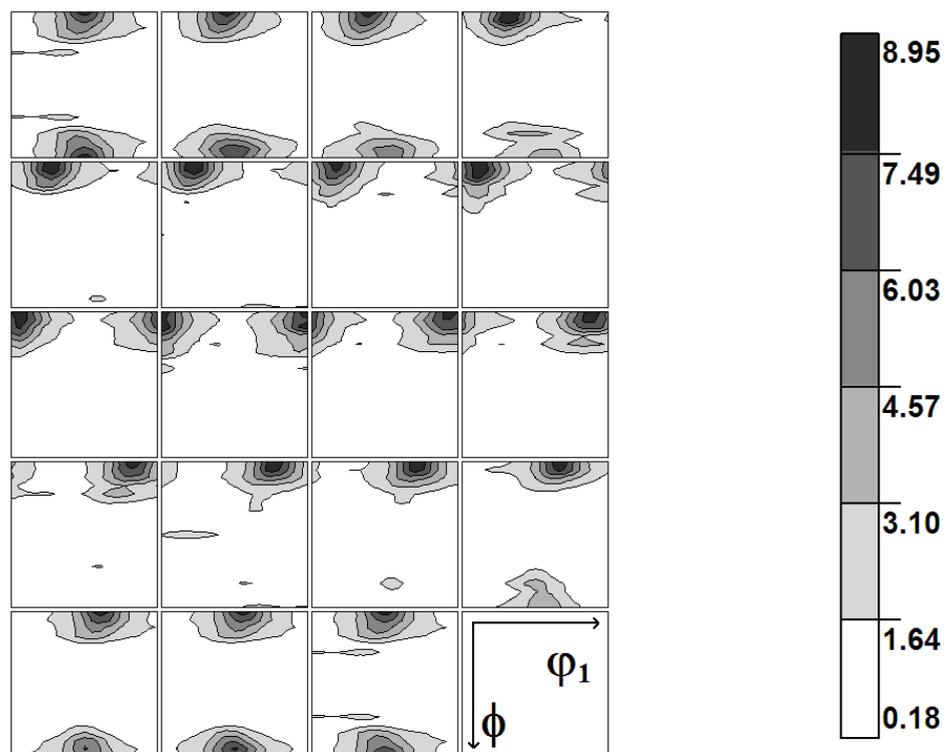
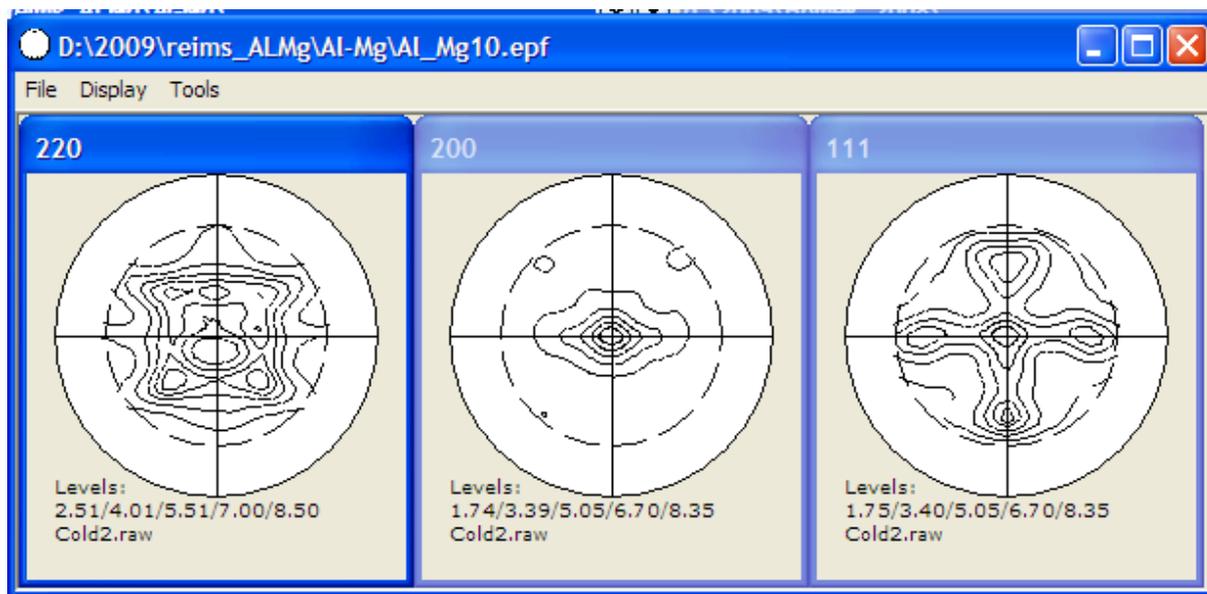


Figure (3.39) : figure de pôle et texture de l'échantillon 7



Echantillon 10

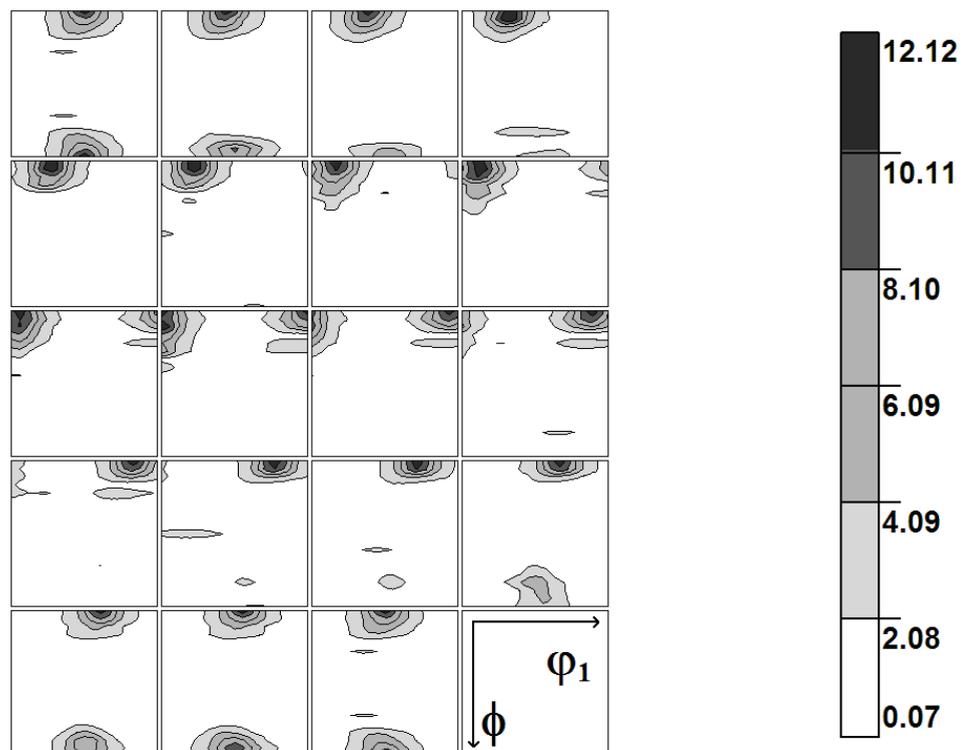


Figure (3.40) : figure de pôle et texture de l'échantillon 10

III.3-Caractérisation mécanique de l'alliage AA5083-H321.

Pour la caractérisation de l'effet de la déformation par laminage a froid et le recuit intermédiaire de l'alliage AA5083- H321, sur les propriétés mécaniques, les essais de traction ont été effectués dans les directions du laminage, transversale au laminage et a 45° par

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

rapport au laminage, à la température ambiante, avec une vitesse de traction de 1,27mm/mn et une vitesse de déformation de $5,04 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

Dans cette partie nous examinons l'effet de la l'écroutissage et du recuit intermédiaire, pour différentes directions de sollicitation par rapport a celle du laminage, sur les instabilités de l'effet PLC et sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage AA5083-H321.

En se basant sur les résultats des contraintes résiduelles et de microdureté, qui ont montrés que l'échantillon 0 est très proche de l'état isotrope, nous nous sommes contenté des essais de traction pour les échantillons ayant subis un laminage à froid, et un laminage à froid intercoupés d'un recuit.

L'analyse est faite en considérant l'influence de l'écroutissage et du recuit intermédiaire, sur le mode de déformation plastique et de la sensibilité des contraintes à l'orientation par rapport à la direction du laminage.

Les aspects les plus importants de notre analyse des courbes de traction, dans différentes directions (du laminage, transversale et 45° par rapport au laminage) et avec les différents traitements thermomécaniques, c'est l'évaluation de l'effet de l'état structural sur le palier de l'effet Portevin le Chatelier (PLC), la résistance à la traction, l'élasticité, l'écroutissage et l'anisotropie du matériau.

Les essais de microdureté ont met en évidence, l'évolution de l'état de contraintes macroscopiques, sur la surface des échantillons de l'alliage AA5083-H321.

Les essais du frottement interne en torsion, représentent la spectroscopie mécanique, ont permet la détermination de l'évolution des constantes élastiques et le frottement interne de l'alliage AA5083-H321 dans les directions (du laminage, transversale et 45° par rapport au laminage).

III.3.1 Essai de traction.

III.3.1.1 Présence de l'effet PLC dans l'alliage utilisé (AA5083-H321).

Sur les figures (3.41-3.42) sont données des exemples de courbes de tractions, contraintes en fonction de l'allongement, ces courbes sont en fonction du taux de déformation par le laminage à froid et le temps de maintien lors du recuit intermédiaire (le reste des courbes de traction sont présentés en annexe).

En observant la surface de l'éprouvette en déformation, on remarque, l'apparition du phénomène de Portevin le Chatelier de manière plus au moins corrélée.

Les processus de l'apparition et de la propagation de ce phénomène, se traduisent par des oscillations distinctives sur les courbes de déformations figures (3.41-3.42).

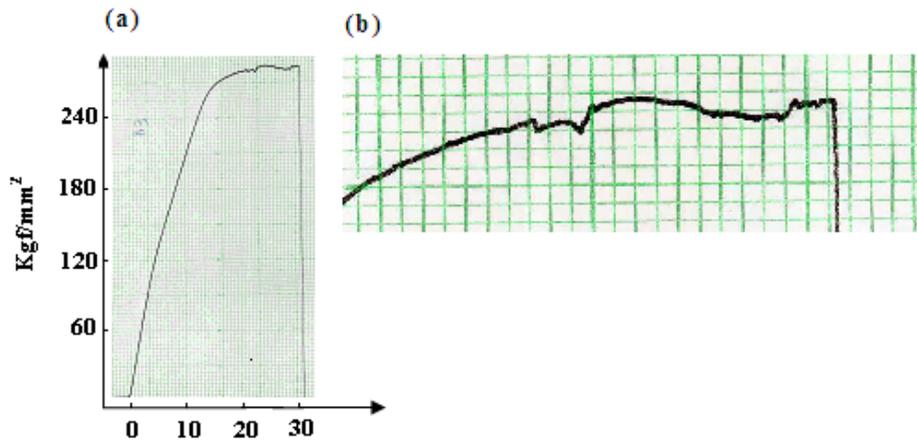


Fig. (3.41) (a) Courbe de traction (Echantillon laminé à froid avec un taux de déformation de 77% dans la direction 45° par apport à la direction du laminage). (b) effet de loupe sur la partie comportant l'effet PLC.

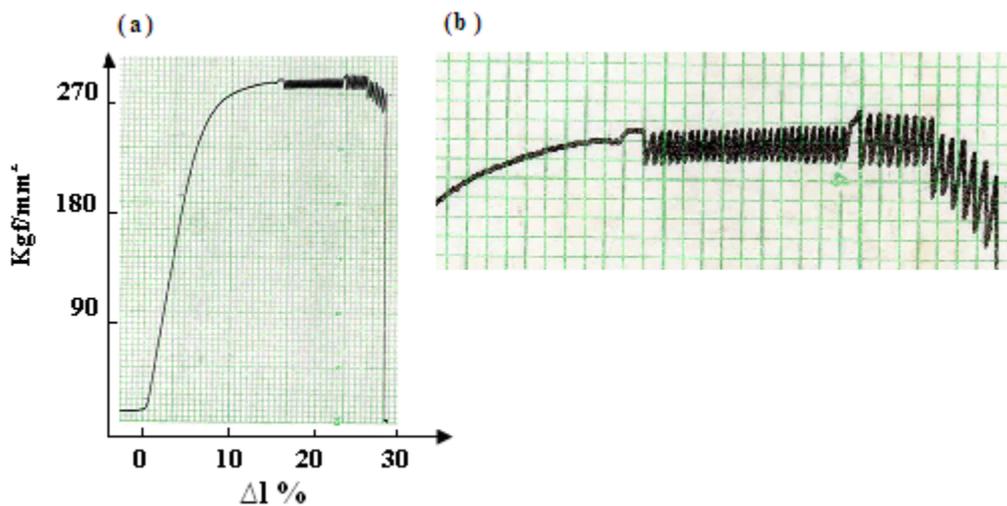


Figure (3.42) (a) Courbe de traction (Echantillon laminé à froid avec un taux de déformation de 92%, intercoupé par un recuit intermédiaire de 1heure à 250°C, dans la direction 45° par apport à la direction du laminage). (b) effet de loupe sur la partie comportant l'effet PLC.

N.B : les autres courbes sont présentes en l'annexe

Nous commençons par la présentation des types d'instabilités des courbes de traction (bandes A,B,C), à partir des données relevées dans les différentes courbes des traction, en fonction des traitements thermomécaniques de l'alliage AA5083-H321, en se basant sur la classification donnée dans la littérature [ZAG96],[CHA23], [GAR08], [MAC89],[KUB85],[CHI86],[BRE95], [BAL01],[BHA03],[MCC72].

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

Nous analysons l'impact des différents facteurs des traitements thermomécaniques préalables (temps maintien lors du recuit intermédiaire, le taux du laminage) sur ces instabilités (intensités et longueur).

L'instabilité de déformation plastique se caractérise par l'amplitude des sauts de contraintes ΔR , visible sur la courbe de déformation. Une grande amplitude implique une l'instabilité importante et une déformation plastique fortement hétérogène.

III. 3.1.2 Effet du taux de déformation par le laminage à froid sur le type et l'intensité des instabilités d'oscillation PLC.

L'examen des éprouvettes et des courbes de traction de l'alliage AA5083-H321, montre qu'un taux de laminage à froid de 77%, induit un type d'instabilités des oscillations de la forme A durant l'effet PLC, dans les directions DT, DL et D45. Pour un taux de laminage à froid de 84% le type des instabilités des oscillations est de la forme C, dans les directions DT et DL. Et est de la forme A, dans la direction D45. Pour un taux de laminage à froid de 92% les d'instabilité d'oscillation sont de la forme A, dans les directions DL et DT, et de la forme B dans la direction D45.

Les courbes représentées par la figure (3.43) montrent, l'effet du taux de réduction par le laminage à froid, sur l'intensité des instabilités d'oscillations de l'effet PLC de l'alliage AA5083-H321. Plus le taux de déformation par laminage à froid est important, les instabilités des oscillations sont plus grandes, figure (3.43). Les atomes du magnésium au cours de la déformation plastique par laminage à froid diffusent dans le matériau et rattrapent les dislocations qui glissent en les encrant et les arrêtant. La densité des dislocations est proportionnelle au taux de la déformation [ZAG96], [CHA23] [MAC89], [KUB85], [CHI86], [BRE95], [BAL01], [BHA03], [MCC72], [COT53].

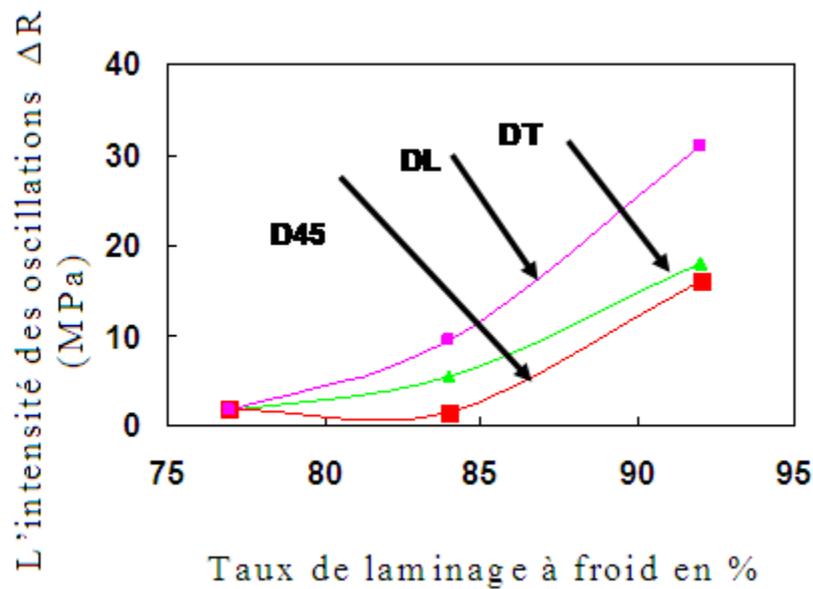


Figure (3.43) Effet du taux de déformation par laminage à froid et de la direction de la traction sur l'intensité des oscillations sur la courbe de traction (dues à l'effet PLC) de l'alliage AA5083-H321.

III.3.1.3 Effet du taux de déformation par laminage à froid sur le degré d'hétérogénéité.

Pour l'ensemble de courbes étudiées, les résultats montrent le comportement anisotrope de l'alliage AA5083-H321, et une évolution de l'amplitude des oscillations d'instabilités en fonction du taux de déformation à froid, ceci prouve l'existence d'hétérogénéités et l'augmentation du degré de celles-ci avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid (figures en annexe).

III.3.1.4 Variation de la longueur du palier de l'effet Portevin le Chatelier en fonction de la direction et du taux de réduction lors du laminage à froid.

La longueur du palier de l'effet PLC est proportionnelle au taux de déformation par le laminage à froid. L'écartement celle-ci entre les trois directions augmente avec le taux de la déformation à froid figure (3.44), l'accroissement de celui-ci fait augmenter la densité de défauts, ponctuels, linéaire et surfacique, qui ont pour conséquence le blocage du mouvement des dislocations, et l'augmentation du temps nécessaire pour passage de celle-ci

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

a travers ces obstacles pour continuer leurs déplacements dans le matériau, ce temps est proportionnel à longueur de l'effet PLC sur la courbe de traction A.H.Cottrell [COT53].

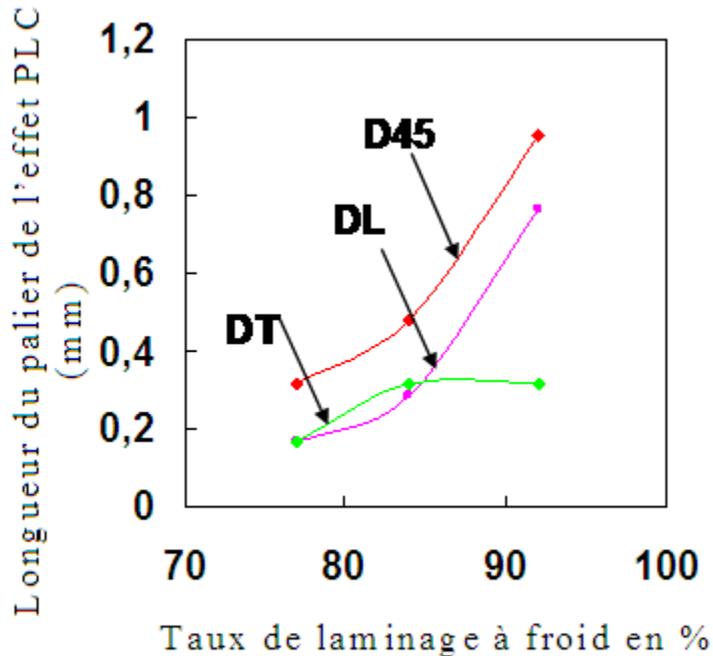


Figure (3.44) Variation de la longueur du palier de Portevin Le Chatelier en fonction de la direction du laminage et du taux de réduction lors du laminage à froid

III.3.1.5 Effet du recuit intermédiaire au laminage à froid sur le type et l'intensité des instabilités d'oscillation PLC

Par contre l'examen des courbes et des éprouvettes de traction, en fonction du recuit intermédiaire au laminage à froid, avec un taux de réduction total de 92%, à différents temps de maintien lors de ce recuit intermédiaire, montre que le type d'instabilités d'oscillation est de la forme B durant l'effet PLC, dans les directions DT, DL et D45 pour les différents temps de maintien du recuit.

Les courbes représentées par la figure (3.45) montrent, l'effet du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid, sur l'intensité des instabilités d'oscillations de l'effet PLC de l'alliage AA5083-H321. Le temps de maintien lors du recuit intermédiaire n'a pas important effet sur les instabilités des oscillations sur la courbe de traction. Les atomes du magnésium au cours de la déformation plastique par laminage à froid diffusent

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

dans le matériau et rattrapent les dislocations qui glissent en les encrant et les arrêtant. Par contre le recuit provoque une restauration des propriétés mécaniques par élimination d'une partie des défauts ponctuels et linéaire, d'où la légère influence sur l'intensité des oscillations sur la courbe de traction [ZAG96],[CHA23], [MAC89], [KUB85], [CHI86], [BRE95], [BAL01], [MCC72],[COT53], [YOS71].

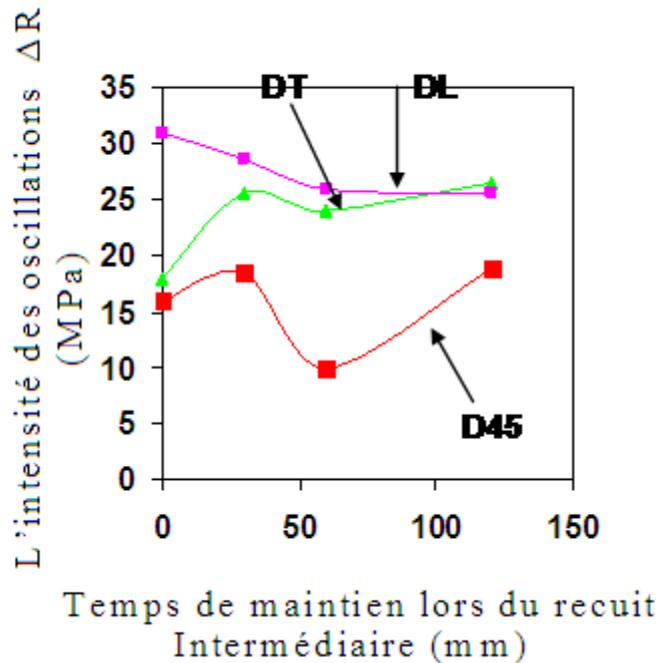


Figure (3.45) Effet du temps de recuit intermédiaire lors du laminage à froid sur l'intensité des oscillations de l'effet PLC (dans les directions DL, DT, D45) de l'alliage AA5083-H321.

III.3.1.6 Effet du temps de recuit intermédiaire lors du laminage à froid sur le degré d'hétérogénéité.

Pour l'ensemble de courbes étudiées, les résultats obtenus montrent le comportement anisotrope de l'alliage AA5083-H321, et une évolution de l'amplitude des oscillations d'instabilités en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire, ceci prouve l'existence d'hétérogénéités et une légère diminution du degré de celles-ci avec l'application du recuit intermédiaire (figures en annexe).

III.3.1.7 Effet du recuit intermédiaire lors du laminage à sur la longueur du palier de Portevin le Chatelier

Le recuit à la température de 250°C produit une recristallisation, la densité des défauts de surface, de joints des grains, croît. La restauration des propriétés mécaniques se produisant avant la recristallisation suscitée, diminue le nombre de défauts ponctuels et linéaire qui agissent comme obstacles au déplacement des dislocations. Dans le cas d'un recuit intermédiaire de 30mn, les défauts créés par la recristallisation l'emporte, le nombre d'obstacles au déplacement des dislocations augmente, la longueur du palier de l'effet PLC croît, et le temps nécessaire pour le passage des dislocations à travers les obstacles, tout en continuant de se mouvoir, est plus grand. Tandis pour un recuit intermédiaire de 1h, 2h, les défauts dus à la restauration et à la recristallisation semblent être presque égaux, le nombre d'obstacles au déplacement des dislocations n'évolue presque pas, et le temps nécessaire pour le passage des dislocations à travers les obstacles, tout en continuant de se mouvoir, est constant. Le temps nécessaire pour la traversée des dislocations, correspond à la longueur du palier représentant l'effet PLC sur la courbe de traction.

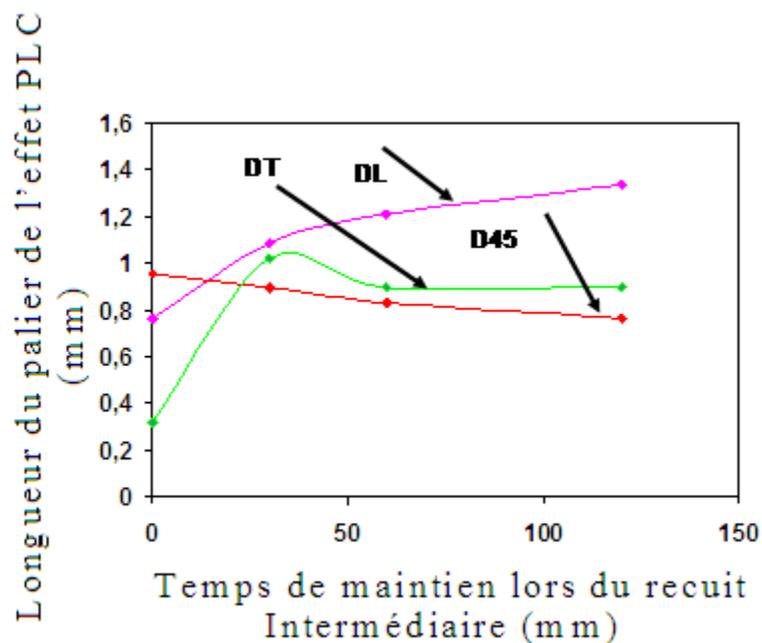


Figure (3.46) Variation de la longueur du palier de Portevin le Chatelier en fonction de la direction du laminage et temps du recuit intermédiaire.

III.3.1.8 Effet du taux de déformation par laminage à froid sur les propriétés mécaniques.

III.3.1.8.1 L'effet sur la limite élastique et la résistance à la traction.

Les figures (3.47-3.48), montrent l'évolution de la limite d'élasticité et la résistance à la traction, avec le taux déformation par le laminage à froid, et de la direction de sollicitation de traction. La limite d'élasticité et la résistance à la traction croît avec l'augmentation du taux déformation par le laminage à froid, cette croissance devient plus grande, lorsque le taux de réduction est très élevé. Plus le taux de déformation par le laminage à froid est élevé, plus les valeurs de la limite élastique et de la résistance à la traction, dans les différentes directions, s'écartent. De ces faits nous pouvons dire que le laminage à froid provoque un écrouissage important du matériau, et induit une anisotropie de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction, ces résultats sont en bon accord avec le travail développé par R.C.Picu et al [PIC77].

L'augmentation du taux de réduction provoque une multiplication des défauts de structures, ponctuels, linéaire et surfacique, par la création, de dislocations et lacunes fraîches, et la fragmentation des particules intermétalliques, les dislocations en mouvement dues à la déformation plastique par le laminage à froid, attirent les atomes ne faisant pas partie du réseau cristallin. Ces atomes sont mobiles en raison de l'échauffement du matériau au cours du laminage à froid, migrent vers les dislocations et construit un nuage de Cottrell, qui gêne le mouvement des dislocations, tous ces paramètres font que le nombre d'obstacles au déplacement des dislocations augmentent, pour un fort taux de déformation par laminage à froid, l'énergie stockée par le matériau est suffisante pour déclenché une recristallisation dynamique localisé, qui fait augmenté la quantité des joints des grains, le nombre des obstacles au mouvement des dislocation, ce qui induit une augmentation des propriétés de mécaniques, telles que, l'élasticité et la résistance à la traction [JAO08], [COT53].

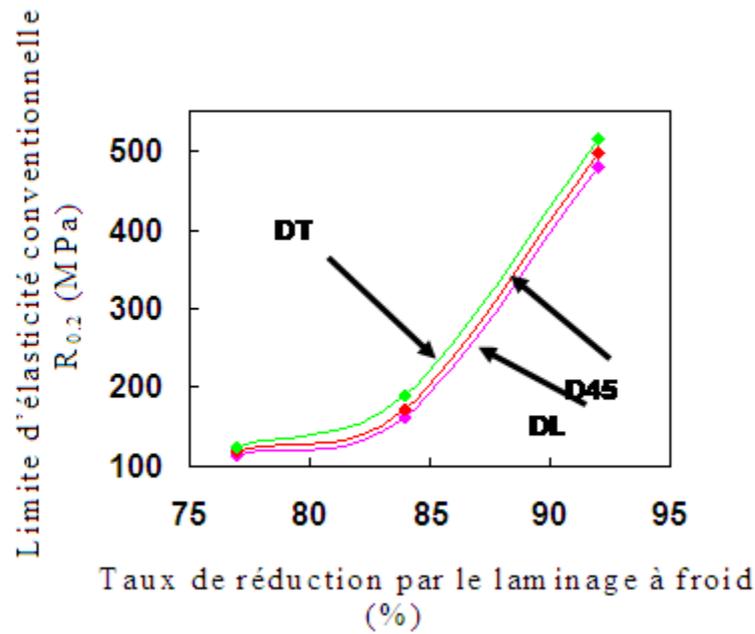


Figure (3.47) : Variation de la limite d'élasticité conventionnelle $R_{e(0,2)}$ en fonction du taux de réduction par laminage à froid

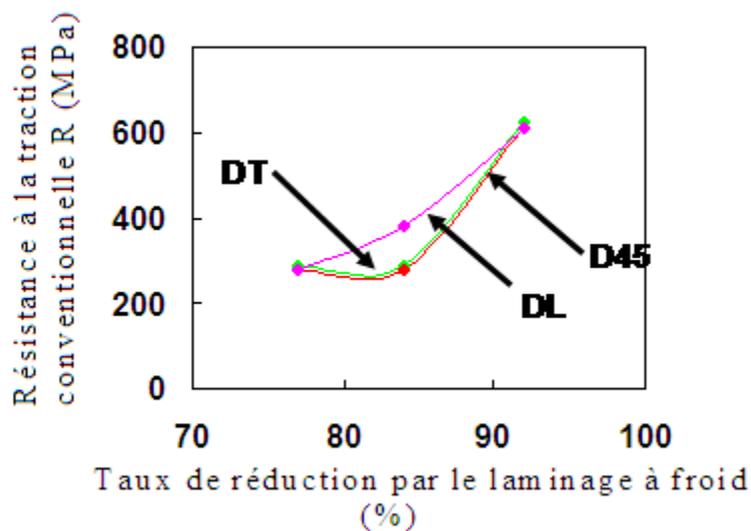


Figure (3.48) : Variation de résistance à la traction conventionnelle R en fonction du taux de réduction par laminage à froid

III.3.1.8.2 L'effet sur le coefficient d'érouissage.

La figure (3.49) montre l'évolution du coefficient d'érouissage en fonction du taux de réduction par le laminage à froid. Le coefficient d'érouissage, l'aptitude à l'érouissage

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

du matériau, diminue, avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid, car la croissance du taux de déformation, multiplie le nombre d'obstacles au mouvement des dislocations, lorsque le déplacement de celle-ci est réduit, le nombre de défauts frais diminue, l'aptitude à l'écroutissage devient petite, et le coefficient d'écroutissage décroît.

Les valeurs du coefficient d'écroutissage entre les différentes directions, s'écartent avec l'augmentation du taux de déformation par le laminage à froid, et le matériau devient de plus en plus anisotrope.

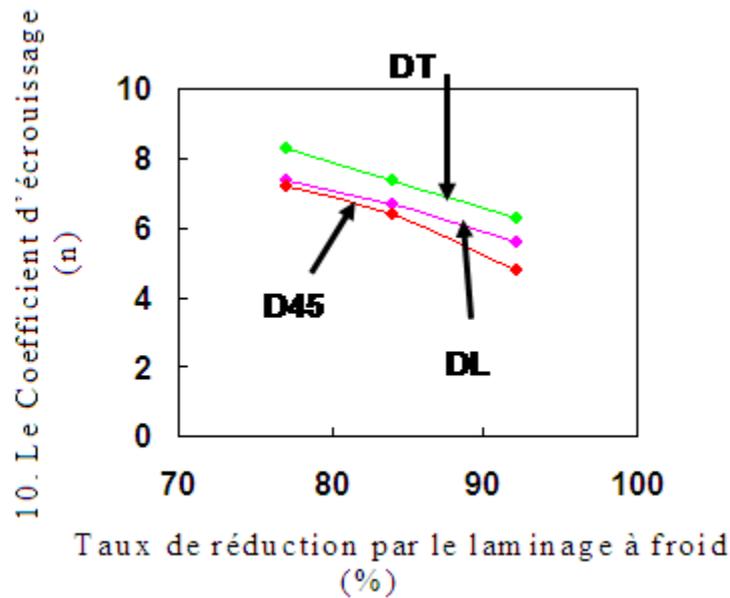


Figure (3.49) : Variation coefficient d'écroutissage en fonction du taux de réduction par laminage à froid

III.3.1.8.3 L'effet sur le coefficient l'anisotropie

Avant d'abordé le coefficient d'anisotropie, nous devons signaler que l'augmentation de taux de réduction, provoque, une augmentation de l'anisotropie des propriétés mécaniques, structurales et chimiques, cette anisotropie est représentée par la variation, des propriétés mécaniques, de la forme des grains cristallins, la distribution des particules intermétalliques, la texture du matériau, les valeurs des contraintes résiduelles du premier ordre, les valeurs du paramètre de maille, les figures de pôles, les diffractogrammes, en fonction de la direction. La corrosion localisée observée été dans la direction du laminage.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

Cette anisotropie est due à l'allongement des grains dans la direction du laminage, induisant une variation de la surface des joints des grains en fonction de la direction, et à la distribution et dispersion des particules fines intermétalliques, après concassage dans la direction du laminage, ceci a été confirmé par Seiichi Endou et R.K.Singh [END02], [SIN00].

La figure (3.50), donne l'évolution du coefficient d'anisotropie en fonction du taux de déformation par le laminage à froid l'augmentation de ce dernier, fait décroître le coefficient d'anisotropie. Les valeurs du coefficient d'anisotropie des différentes directions, changent avec l'augmentation du taux déformation par laminage à froid.

Du point de vu mécanique pour l'aluminium et ses alliages, plus le coefficient d'anisotropie et le coefficient d'anisotropie normale sont petits plus l'amincissement de la tôle lors d'un emboutissage est plus rapide, ce qui fait on à un emboutissage profond lorsque le coefficient d'anisotropie se rapproche de $r=1$, lorsque on a une diminution du coefficient d'anisotropie avec une divergence de la valeur de $r=1$, le matériau devient plus anisotrope, et la profondeur d'emboutissage est limitée par la probabilité de fissuration.

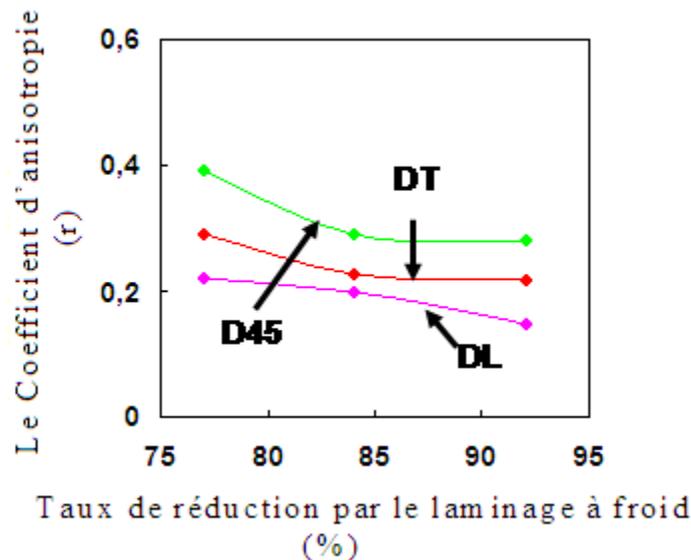


Figure (3.50): Variation coefficient d'anisotropie en fonction du taux de réduction par laminage à froid

III.3.1.8.4 L'effet sur le coefficient d'anisotropie normale.

La figure (3.51) montre la diminution du coefficient d'anisotropie normale avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid.

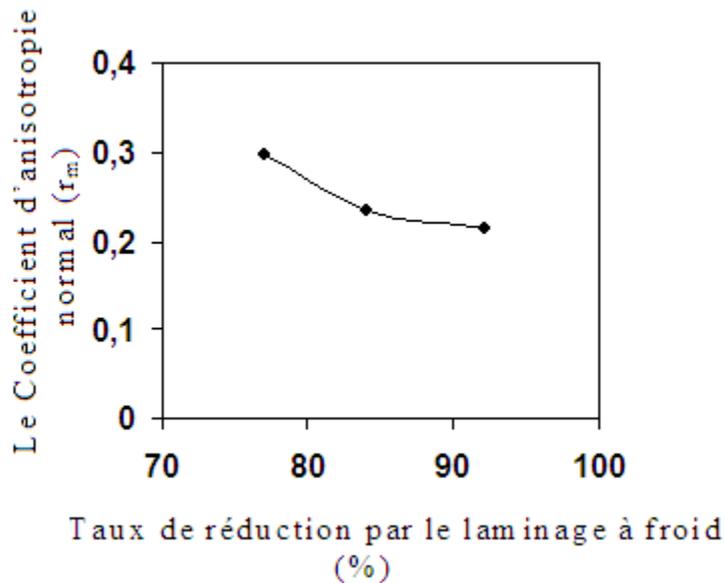


Figure (3.51) : Variation coefficient d'anisotropie normale en fonction du taux de réduction par laminage à froid

III.3.1.8.5 L'effet sur le coefficient d'anisotropie planaire.

Sur la figure (3.52) nous observons une légère augmentation suivie d'une diminution du coefficient d'anisotropie planaire avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid.

Lorsque le coefficient d'anisotropie planaire est négative, ceci signifie que lors de l'emboutissage il y a apparition des cornes d'emboutissage, dans la partie correspondante à la direction 45° par rapport à la direction du laminage, et lorsque ce coefficient est positive, l'apparition des cornes d'emboutissage se fait dans les parties correspondants aux directions du laminage et transversale au laminage, une grande valeur absolue du coefficient d'anisotropie, annonce une grande hauteur des cornes d'emboutissage.

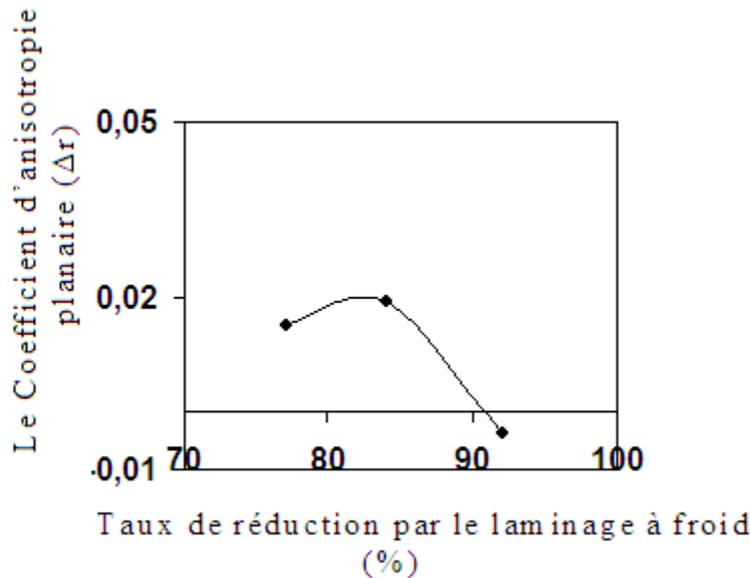


Figure (3.52): Variation coefficient d'anisotropie planaire en fonction du taux de réduction par laminage à froid.

L'étude comparative des courbes de traction, voir annexe, montre une diminution de la ductilité l'alliage AA5083-H321 avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid.

III.3.1.9 Effet du recuit intermédiaire lors du laminage à sur les propriétés mécaniques.

III.3.1.9.1 Effet sur la limite d'élasticité et la résistance à la traction.

Les figures (3.53-3.54) montrent l'évolution de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction, en fonction du temps de maintien du recuit intermédiaire au du laminage à froid, et de la direction de sollicitation lors l'essai de traction.

Les figures nous montrent que la limite d'élasticité et la résistance à la traction, diminuent avec l'augmentation du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid. Les valeurs de la limite élastique et de la résistance à la traction dans les directions du laminage, transversale, 45° par rapport au laminage sont différentes. De ces faits nous pouvons dire que, le recuit intermédiaire diminue l'érouissage induit par le laminage à froid, en raison de la restauration de propriétés mécaniques et la recristallisation, se produisant lors du recuit intermédiaire, ce dernier n'élimine pas l'anisotropie de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction.

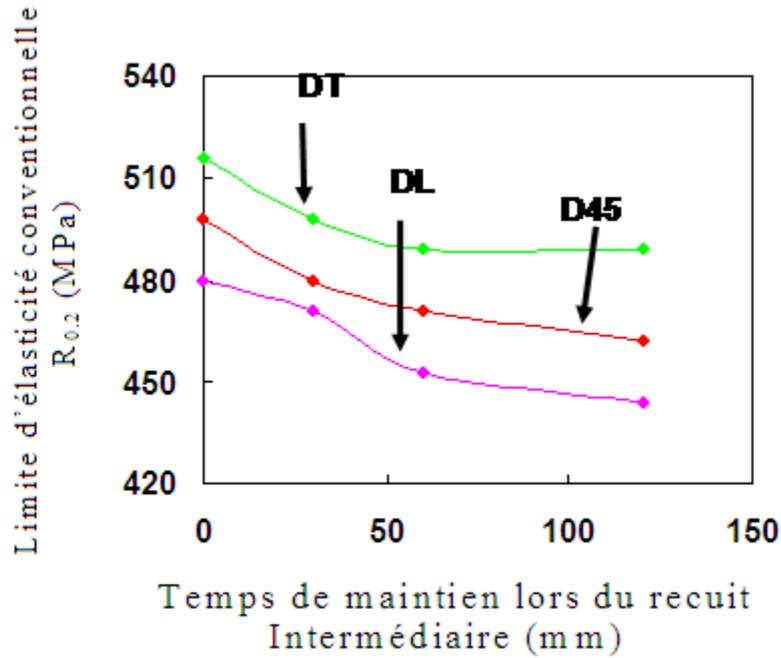


Figure (3.53) : Variation de la limite d'élasticité conventionnelle $R_{e(0,2)}$ en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

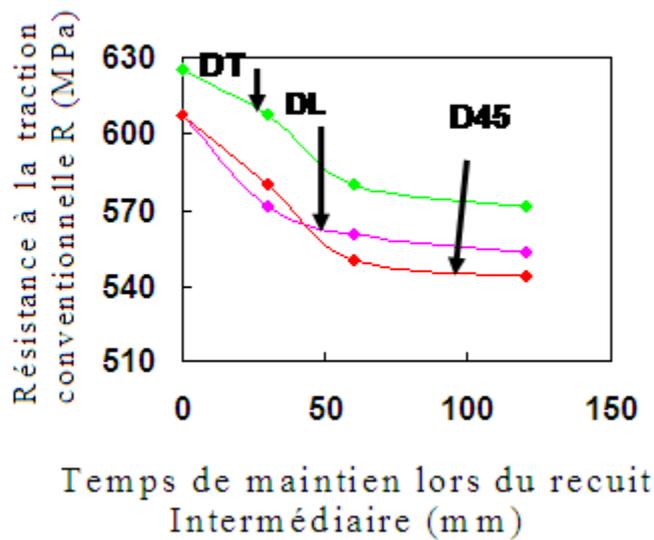


Figure (3.54) : Variation de la résistance à la traction en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.1.9.4 Effet sur le coefficient d'écroutissage.

La figure (3.55), montre l'évolution du coefficient d'écroutissage, en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid. Sur cette figure nous observons une légère augmentation du coefficient d'écroutissage, avec l'augmentation du

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

temps de maintien du recuit intermédiaire. Les valeurs du coefficient d'écroissage, des différentes directions convergent avec l'augmentation du temps de maintien, cette convergence est due à la restauration des propriétés mécaniques, et à la recristallisation se produisant lors du recuit intermédiaire.

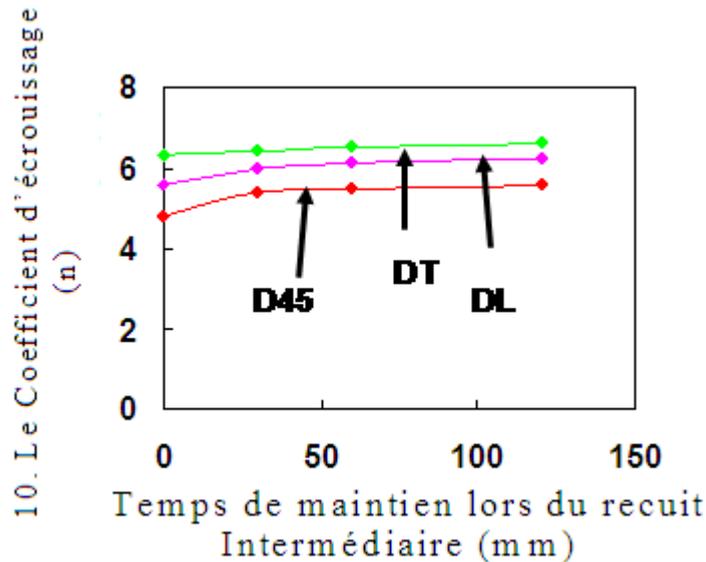


Figure (3.55) : Variation du coefficient d'écroissage en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.1.9.4 Effet sur le coefficient d'anisotropie.

La figure (3.56), montre, l'évolution du coefficient d'anisotropie en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid. Sur cette figure nous observons une augmentation du coefficient d'anisotropie avec l'augmentation du temps de recuit intermédiaire. Les valeurs de du coefficient d'anisotropie des différentes directions convergent.

L'application d'un recuit intermédiaire provoque une diminution de l'anisotropie des propriétés mécaniques, structurales et chimiques, cette anisotropie est représentée par la variation des propriétés mécaniques, la forme des grains cristallins, la distribution des particules intermétalliques, les texture, les valeurs des contraintes résiduelles du premier ordre et les valeurs du paramètre de maille observés, les microstructures, les figures de pôles et les diffractogrammes en fonction de la direction respectivement.

La diminution de cette anisotropie est due à la restauration des propriétés mécanique, à la recristallisation qui opère lors du recuit intermédiaire, induisant une diminution des défauts linéaire et ponctuels et produisant une granulométrie équiaxes.

Les valeurs des coefficients d'anisotropie et d'anisotropie normale convergent de la valeur 1, lors de l'introduction d'un recuit intermédiaire, le matériau devient moins anisotrope, la profondeur d'emboutissage est plus grande et la probabilité de fissuration lors de l'emboutissage est petite.

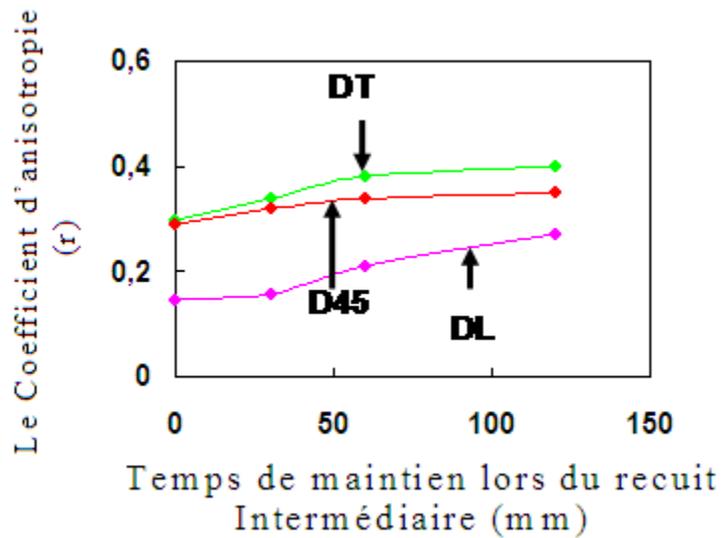


Figure (3.56) : Variation du coefficient d'anisotropie en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.1.9.5 Effet sur le coefficient d'anisotropie normale.

Sur la figure (53.57) nous observons une augmentation du coefficient d'anisotropie normale avec l'augmentation du temps de maintien, lors du recuit intermédiaire au laminage à froid.

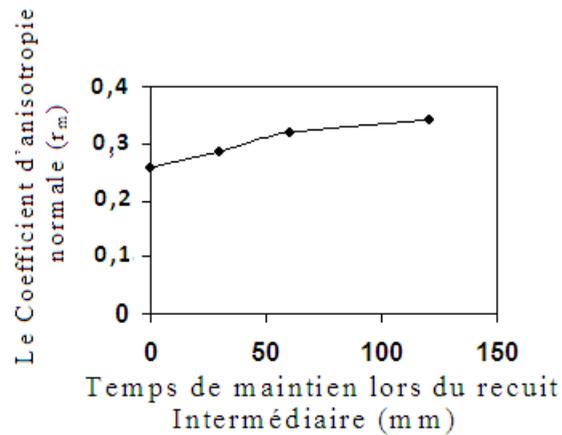


Figure (3.57) : Variation du coefficient d'anisotropie normale en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.1.9.6 Effet sur le coefficient d'anisotropie planaire.

Sur la figure (3.52) nous observons une augmentation du coefficient d'anisotropie planaire avec l'augmentation du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid. La valeur du coefficient d'anisotropie planaire, augmente avec l'introduction et le prolongement du temps du recuit intermédiaire. Cette augmentation tend vers zéro, l'introduction d'un recuit intermédiaire fait converger le matériau vers l'état isotrope.

Le rapprochement de l'état isotrope est du à la recristallisation qui a eu lieu lors du recuit intermédiaire, celle-ci produit des grains équiaxes.

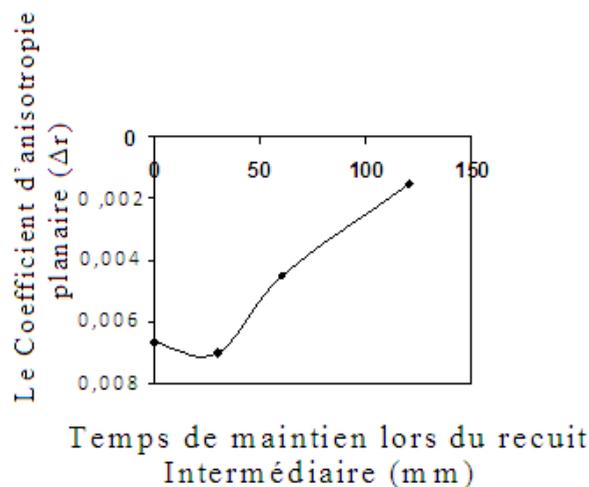


Figure (3.58) : Variation du coefficient d'anisotropie planaire en fonction du temps de maintien lors du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.1.10 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire sur la ductilité du matériau.

L'application du laminage à froid donne naissance aux défauts ponctuels, linéaire et surfacique, ces dernier freine le mouvement des dislocations, et provoque la diminution de la ductilité de l'alliage AA5083-H321, l'introduction d'un recuit intermédiaire induit la restauration des propriétés mécaniques, et la recristallisation qui améliore la ductilité du matériau.

III.3.2 Résultats de l'essai de microdureté.

III.3.2.1 L'effet du taux de laminage sur la microdureté Vickers.

L'essai de microdureté Vickers pour l'échantillon 0, sur la face du laminage et la face perpendiculaire au laminage, dans différentes positions et directions été de 77Hv.

La figure (3.59) montre que l'application d'un laminage à froid pour l'alliage AA5083-H321 fait augmenter sa dureté, ce dernier croît avec l'augmentation du taux de réduction par le laminage à froid. Une déformation avec un taux de réduction 92%, double la valeur de la dureté. Pour des taux de réduction faible et moyen l'augmentation de la dureté est due à la multiplication des défauts, ponctuels, linéaires, et surfacique, à la création de défauts frais dans l'alliage, et à la fragmentation des particules intermétalliques. Pour des fort taux de déformation, augmentation de la dureté n'est pas uniquement due à la multiplication des défauts ponctuels et linéaire et surfaciques, mais aussi à un début de recristallisation dynamique, tous ces défauts représentent les obstacles au mouvement des dislocations, ceci est en bon accord avec le travail présenté par Seiichi Endou [END02].

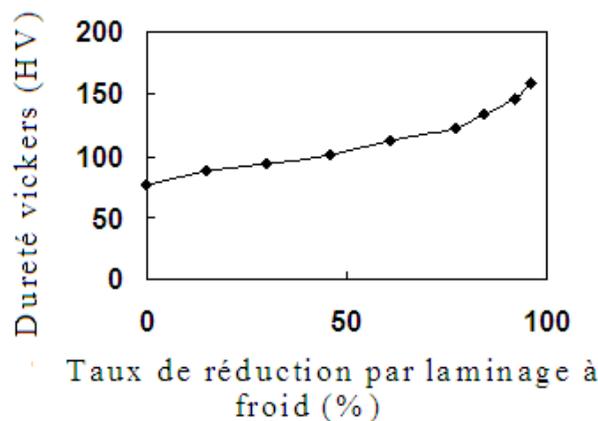


Figure (3.59): Variation de la microdureté Vickers en fonction du taux de réduction par laminage à froid

III.3.2.2 Effet du temps de maintien lors du recuit intermédiaire au laminage à froid sur la microdureté Vickers.

III.3.2.2.1 Après le taux de réduction primaire.

La figure (3.60), représentant l'échantillon ayant subi un laminage à froid avec un taux de réduction de 61% suivie d'un recuit avec des temps de maintien variables, montre une grande diminution de la dureté Vickers pour un temps de maintien inférieur à 60mn, suivi d'une légère diminution pour un temps de maintien supérieur à 60mn.

La diminution de la dureté Vickers lors du recuit est due à l'annihilation des défauts ponctuels, des dislocations de signes opposées, montée des dislocations et à la restauration, la recristallisation, le grossissement des grains et diminution d'une partie des contraintes résiduelles. Ceci est en bon accord avec le travail de Seichi Endou [END02].

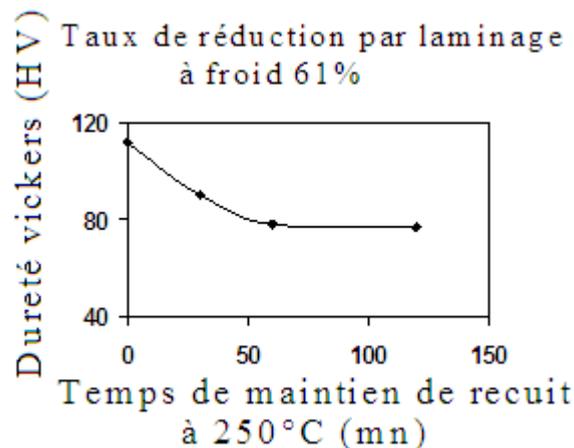


Figure (3.60): Variation de la microdureté Vickers en fonction du temps de maintien lors du recuit (à 250°C) au laminage à froid

III.3.2.2.2 Après le taux de réduction final.

La figure (3.61), représentant l'échantillon ayant subi un laminage à froid avec un taux de réduction de 92% interrompu à 61% de réduction, d'un un recuit intermédiaire avec des temps de maintien variables, montre une diminution de la dureté Vickers.

La diminution de la dureté Vickers est due au recuit intermédiaire, induisant l'annihilation des défauts ponctuels, des dislocations de signes opposées, montée des dislocations et à la restauration, la recristallisation, le grossissement des grains et diminution d'une partie des contraintes résiduelles

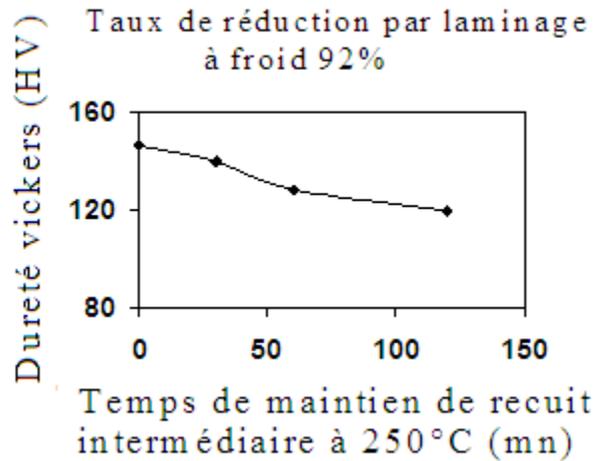


Figure (3.61): Variation de la microdureté Vickers en fonction du temps de maintien du recuit intermédiaire (à 250°C) au laminage à froid

III.3.3 Résultats de l'essai de spectroscopie mécanique isotherme (à 25°C)

Bordonì qui a constaté la présence en basse température d'un pic de frottement interne dans les métaux du système cubique à faces centrées, préalablement écrouis, la température à laquelle apparaît le pic est relativement indépendante du taux d'écrouissage et du taux d'impuretés dans le cristal. Ce pic disparaît avec l'application de recuit, et il a une grande importance dans l'interprétation des résultats, celui-ci apparaît lorsque il ya suffisamment de défauts.

S.P.Wu et al [WU91] ont montré un refroidissement en dehors du four après un chauffage à la température de recuit, fait disparaître le pic de frottement intérieur dû aux particules intermétalliques présentes dans les alliages Al-(2,4-6,0) Mg.

C'est pour ces raisons que nous n'avons pas effectuées des essais de frottement internes sur l'échantillon 0, ayant subi un recuit d'homogénéisation avec un refroidissement à l'air libre.

Un recuit comme celui que nous avons effectué à l'échantillon 0, 1h 30mn 0 T=420°C, détruit l'écrouissage préalable, diminué considérablement le frottement interne, et fait disparaître les pics de frottement intérieur.

La méthode de balayage de fréquence mécanique de sollicitations, à température fixée permet par contre de mieux préciser les caractéristiques des pics observés.

La mesure du frottement interne est très importante dans l'étude de l'état solide des métaux et alliages, elle est à même d'apporter des informations capitales concernant la mobilité et l'interaction des imperfections dans un matériau.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

Cette méthode est sensible au mouvement des défauts existant dans le cristal. Cette technique, permet en effet de balayer un large spectre de fréquences (de 10^{-5} - 10^3) Hz.

III.3.3.1 Effet du laminage à froid sur le frottement interne

La figure (3.62) représentant l'évolution du frottement intérieur, en fonction de la fréquence de vibration en torsion, d'un échantillon ayant subi un laminage à froid d'un taux de réduction de 92%, dans les différentes directions (DL, DT, D45), montre que les courbes du frottement intérieur a basses fréquence dans les trois directions se superposent, mais à haute fréquence courbes s'écartent, l'apparition du pic de relaxation du frottement interne est à la fréquence de 1Hz pour la direction 45°, à la fréquence de 1,6 Hz pour la direction transversale au laminage, et à la fréquence proche de 100 Hz pour la direction du laminage. A haute fréquence, les valeurs frottement intérieur dans la direction du laminage, sont plus grandes que les valeurs du frottement intérieur dans les autres directions, et les valeurs du frottement intérieur, dans la direction 45 par rapport au laminage, sont les plus petites, ceci prouve que le laminage à froid a induit une anisotropie.

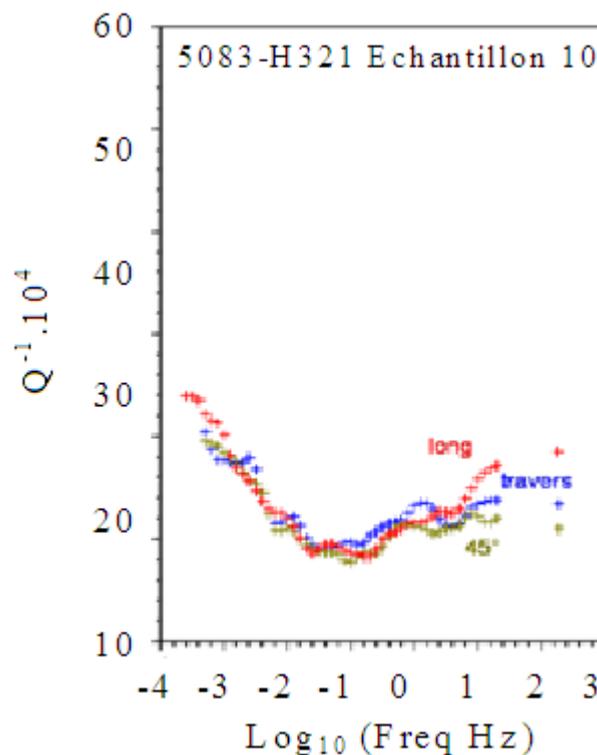


Figure (3.62): Frottement intérieur de l'échantillon 10 dans les directions DL, DT, D45

III.3.3.2 Effet du recuit intermédiaire sur le frottement interne

La figure (3.63.a), représentant l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence de vibration en torsion, d'un échantillon ayant subi un laminage à froid d'un taux de réduction de 92% interrompu d'un recuit intermédiaire d'une heure de maintien, dans les directions (DL, DT, D45), montre que les valeurs du frottement intérieur à base et haute fréquences des trois directions sont différents, le pic de relaxation du frottement interne apparaît à une fréquence de 10Hz dans la direction 45° et transversale au laminage, et à la fréquence proche de 100 Hz dans la direction du laminage. A haute fréquence les valeurs frottement intérieur sont, plus grandes dans la direction du laminage et plus petites dans la transversale au laminage.

La figure (3.63.b) représentant l'évolution du frottement intérieur en fonction de la fréquence de vibration en torsion, d'un échantillon ayant subi un laminage à froid d'un taux de réduction de 92%, interrompu un recuit intermédiaire d'un temps de maintien de 2 heures, dans les directions (DL, DT, D45), montre que les courbes de frottement intérieur à base fréquence des trois directions se superposent, et s'écartent à haute fréquence. Le pic de relaxation du frottement interne apparaît à une fréquence de 1Hz dans la direction 45° et transversale au laminage, et à la fréquence proche de 100 Hz pour la direction du laminage. A haute fréquence les valeurs frottement intérieur sont plus grandes dans la direction du laminage, et plus petites dans la direction 45°.

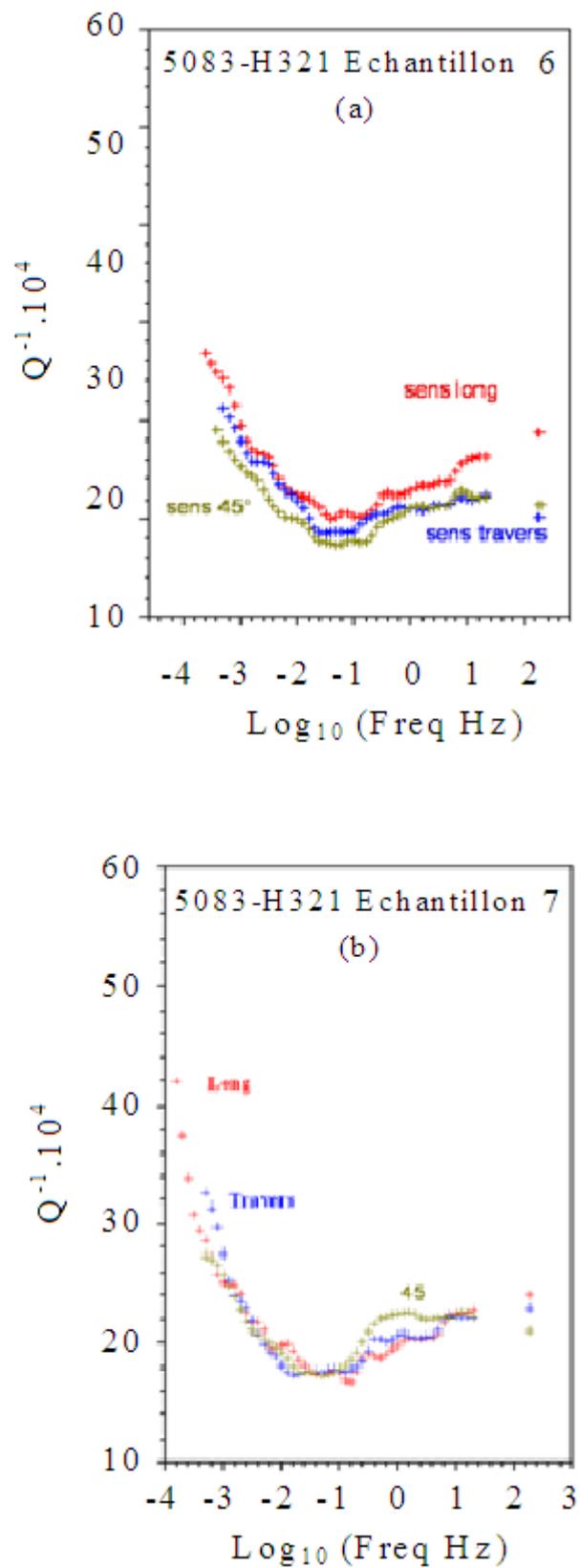


Figure (3.63) Effet du recuit intermédiaire à 250°C sur le frottement interne les directions DL, DT, D45 a) après 1h de maintien, b) après 2h de maintien dans

Nous déduisons des figures (3.62-3.63), que le laminage à froid fait apparaître un pic de frottement interne, dans les trois directions (DL, DT, D45) et le recuit intermédiaire ne le supprime, pas par contre celui-ci déplace position de ce pic dans les directions DT, D45.

De la figure (3.63) nous constatons que la restauration et la recristallisation observées, après une heure de maintien lors du recuit intermédiaire, déplace légèrement les pics de frottement intérieur des directions DT et D45 vers les hautes fréquences ceci a été étudié par A.Rivière [ASM73], tandis que le pic de frottement intérieur dans la direction du laminage ne bouge pas, mais une prolongation du temps de maintien lors du recuit intermédiaire fait grossir les grains, et déplace les pics de frottement intérieur des directions DT et D45 de nouveau vers les basses fréquences.

Comme nous l'avons déjà vu, le frottement intérieur est une mesure relative de l'énergie mécanique dissipée au sein d'un solide soumis à des sollicitations périodiques de faible amplitude, en raison du mouvement des dislocations dans le matériau ou bien en raison de l'ancrage de ces dernières par un obstacle, et quand en fait varier la fréquence de la déformation cyclique le nombre de dislocations mobiles varient, lorsque ces dernières sont épinglées par les obstacles des pics de relaxation, correspondant à l'énergie dissipée pour traverser ces obstacles, apparaissent sur la courbe de frottement interne, cette énergie est due soit à un effet thermo élastique, à une relaxation des joints des grains, et à une relaxation due à une présence de défauts ponctuels. Dans le cas l'introduction du recuit intermédiaire et la variation du temps de maintien lors de ce recuit, provoque une variation de la surface des joints des grains et des autres défauts, obstacles au déplacement des dislocations, induisant la variation des valeurs du frottement intérieur et déplace la position des pics de relaxations [CAR96], [RIV09],[RIV04],[DEY65],[MAS92].

Ainsi ; le pic observé peut être, aisément, identifié comme un pic de relaxation, dont l'origine est due à l'interaction des défauts présents, les dislocations préexistantes et fraîches, et les atomes de soluté, Magnésium, Silicium, Fer, Manganèse ...etc., [CAR96], [RIV09], [RIV04], [DEY65], [MAS92].

III.3.3.3 Effet du laminage à froid sur le module en torsion.

La figure (3.64) représentant l'échantillon ayant subi un laminage à froid de 92%, montre l'effet du laminage sur le module d'élasticité en torsion, en fonction de la fréquence de vibration dans les directions (DL, DT, D45).

Les valeurs de ce module sont plus grandes dans la direction 45°, et est plus petites dans la direction du laminage.

Pour les faibles fréquences de vibration, les valeurs de ce module sont petites, croît avec l'augmentation de la fréquence, et deviennent constantes aux moyennes et hautes fréquences dans toutes les directions de l'essai.

La déformation cyclique par la vibration forcée en torsion, à faibles fréquences induit un écrouissage, car les défauts frais et préexistants ont le temps pour se réarranger et se déplacer, c'est pour cette raison que le module d'élasticité en torsion croît avec l'augmentation de la fréquence. Mais à des fréquences plus importantes, moyennes et hautes les défauts n'ont pas le temps de se réarrangés et de se déplacés, c'est pour cette raison que nous assistant à une constance des valeurs du module d'élasticité figure (3.64-3.66).

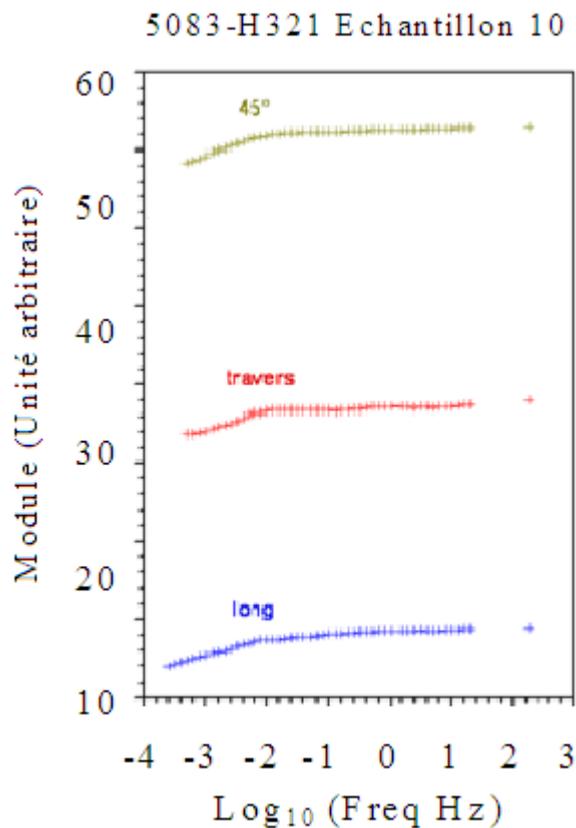


Figure (3.64) Module d'élasticité en torsion de l'échantillon 10 dans les directions (DL, DT, D45)

III.3.3.3 Effet du recuit intermédiaire sur le module en torsion.

La figure (3.65a), représentant l'échantillon ayant subi un laminage à froid de 92% intercoupé par un recuit intermédiaire avec un temps de maintien de 1h, montre l'effet du recuit intermédiaire sur le module d'élasticité en torsion, en fonction de la fréquence de vibration dans les directions (DL, DT, D45). Les valeurs de ce dernier sont plus importantes dans la direction 45° par rapport au laminage et plus petites dans la direction du laminage. Les valeurs de ce module dans la direction du laminage et transversale se rapprochent.

Nous remarquons aussi que les valeurs du module de torsion sont plus petites pour les faibles fréquences, croît avec l'augmentation de la fréquence et deviennent constantes aux moyennes et hautes fréquences, dans toutes les directions.

La figure (3.65b) représentant l'échantillon ayant subi un laminage à froid de 92% intercoupé d'un recuit intermédiaire avec un temps de maintien de 2h, montre l'effet du prolongement du temps de maintien lors du recuit intermédiaire, sur le module d'élasticité en torsion en fonction de la fréquence de vibration dans les directions (DL, DT, D45). Les valeurs du module d'élasticité sont plus grandes dans la direction 45°, et plus petites dans la direction du laminage. Les valeurs de ce module dans la direction du laminage s'écartent de nouveau des valeurs du module de torsion dans la direction transversale.

Les valeurs ce module sont plus petites pour les faibles fréquences, croît avec l'augmentation de la fréquence et deviennent constantes aux moyennes et hautes fréquences, dans toutes les directions.

Le prolongement du temps de maintien lors du recuit intermédiaire augmente les valeurs du module en torsion.

La convergence de la valeur du module d'élasticité en torsion de la direction de laminage et de la direction transversale, représentant l'échantillon 6, est probablement due à la recristallisation qui a produit de fins grains lors du recuit intermédiaire. Par contre la prolongation du temps de maintien, lors du recuit intermédiaire fait augmenter la taille des grains, donc la quantité des joints des grains diminue et la forme des grains résultant est allongé, ce qui fait que les valeurs du module en torsion dans les deux directions s'écartent de nouveau.

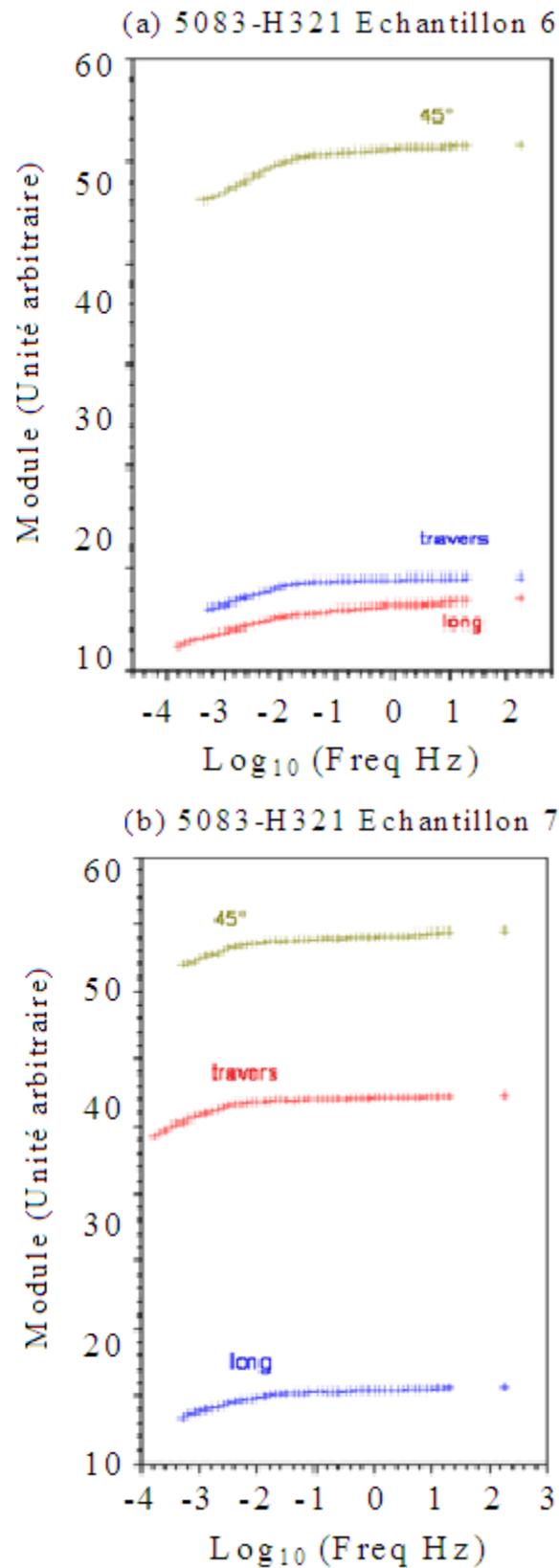


Figure (3.65) Effet du recuit intermédiaire à 250°C sur le module de torsion dans les directions DL, DT, D45 a) après 1h de maintien, b) après 2h de maintien

III.4. Résultats des essais électrochimiques.

La corrosion des alliages d'aluminium-magnésium est un mode d'endommagement structural difficile à modéliser. En effet, il implique l'interaction entre les paramètres chimiques et électrochimiques, liés à la nature du métal son état de surface et au milieu, des paramètres caractéristiques de la structure macroscopique et microscopique du métal, et des paramètres mécaniques liés aux contraintes résiduelles ou externes appliquées au métal. Dans ce qui va suivre nous allons présenter les résultats liés à ces phénomènes pour l'alliage AA5083-H321.

III.4.1 Potentiel de corrosion libre en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

III.4.1.1 Echantillon 0 :

Les premières heures de d'immersion le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 0 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d'une valeur de -0,785 V figure (3.66).

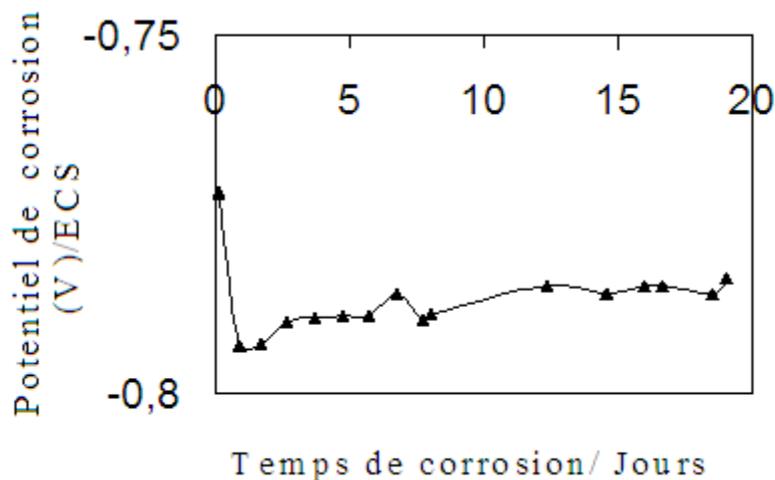


Figure (3.66): Potentiel de corrosion échantillon 0

III.4.1.2 Effet du laminage à froid.

III.4.1.2.1 Echantillon 3.

Les premières heures de d’immersion le potentiel de corrosion libre de l’échantillon 3 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d’une valeur de $-0,774$ V figure (3.67).

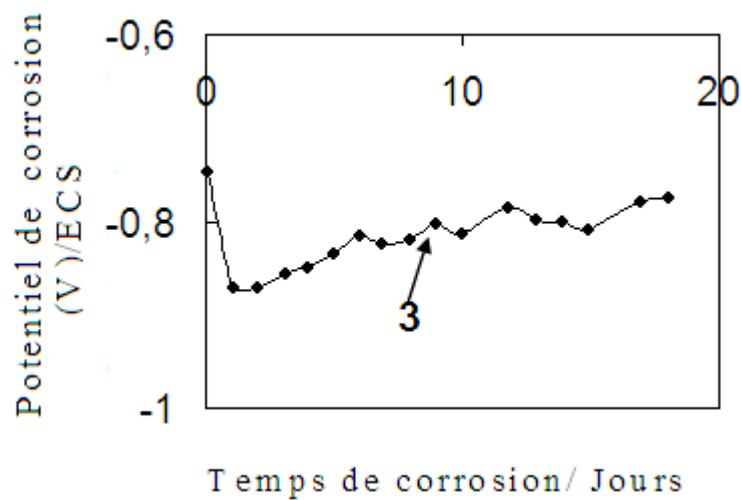


Figure (3.67): Potentiel de corrosion échantillon 3

III.4.1.2.2 Echantillon 10

Les premières heures de d’immersion le potentiel de corrosion libre de l’échantillon 10 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d’une valeur de $-0,792$ V figure (3.68).

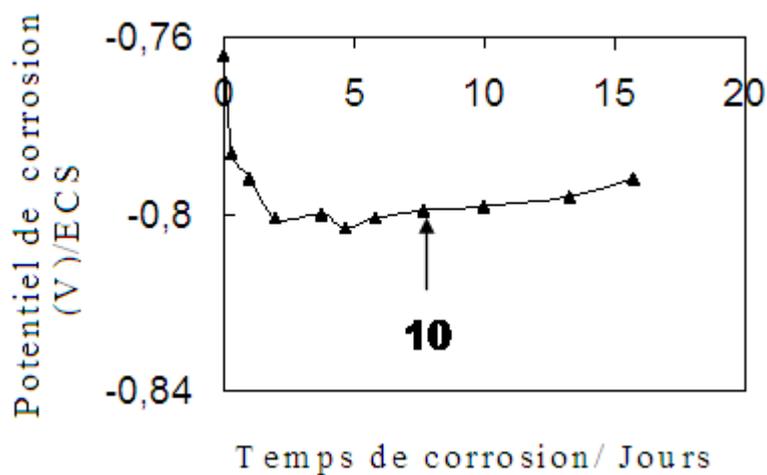


Figure (3.68): Potentiel de corrosion échantillon 10

III.4.1.2.3 Echantillon 11.

Les premières heures de d'immersion le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 11 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d'une valeur de $-0,814$ V figure (3.69).

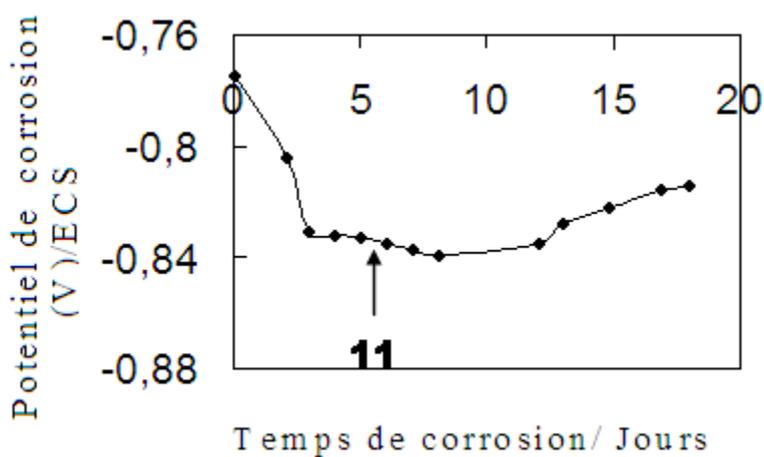


Figure (3.69) Potentiel de corrosion échantillon 11

III.4.1.3 Effet du recuit intermédiaire au laminage à froid.

III.4.1.3.1 Echantillon 5.

Les premières heures de d'immersion le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 5 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d'une valeur de $-0,794$ V figure (3.70).

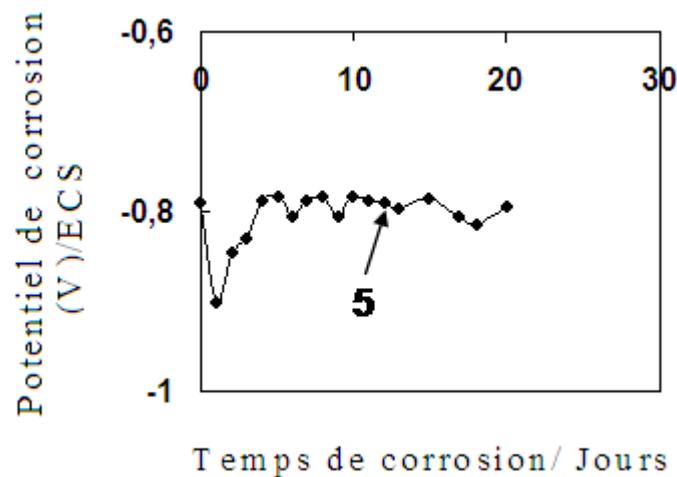


Figure (3.70) : Potentiel de corrosion échantillon 5

III.4.1. 3.2 Echantillon 6.

Les premières heures de d'immersion le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 6 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d'une valeur de $-0,810$ V figure (3.71).

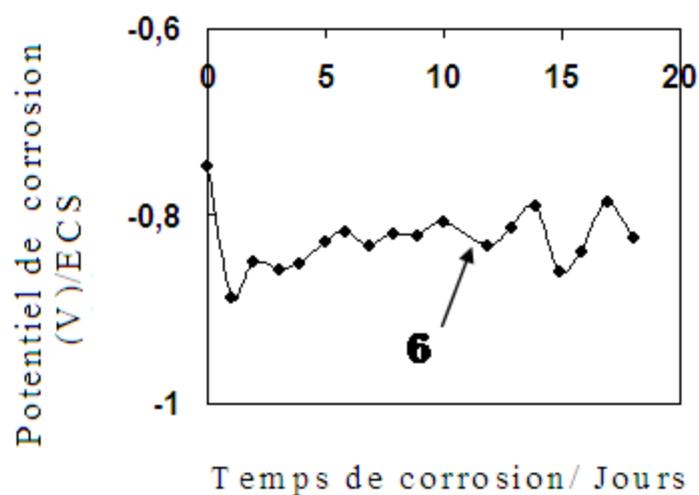


Figure (3.71) : Potentiel de corrosion échantillon 6

III.4.1.3.3 Echantillon 7.

Les premières heures de d'immersion le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 7 diminue et par la suite augmente, et après quelques jours ce dernier se stabilise au voisinage d'une valeur de $-0,782$ V figure (3.72).

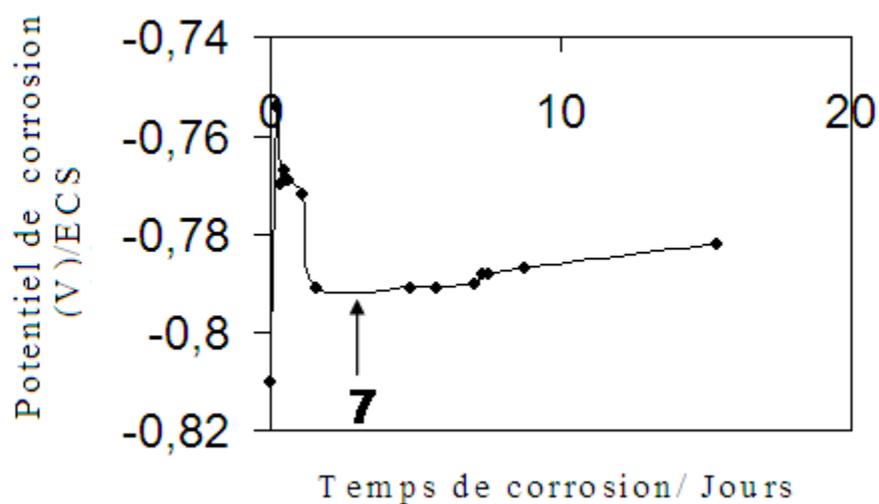


Figure (3.72) : Potentiel de corrosion échantillon 7

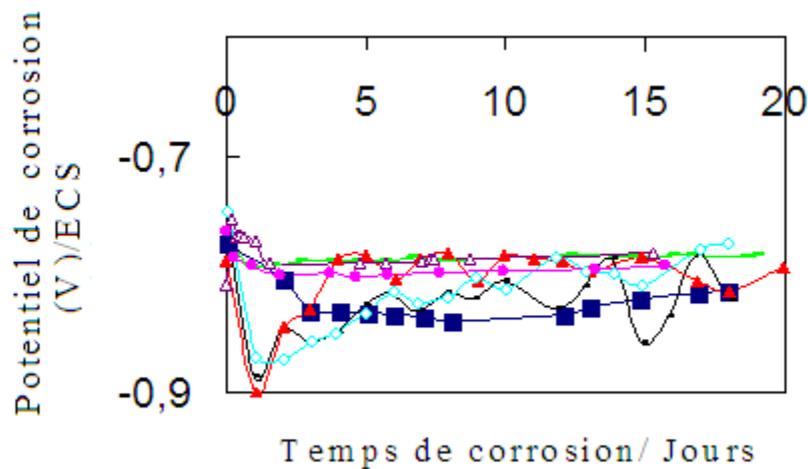
III.4.1.4 Potentiels de corrosion de tous les échantillons.

Figure (3.73) : potentiels de corrosion des échantillons ▲ E5, ● E10, ■ E11, - E0, ◇ E3, △ E7

La figure (3.73) montre que tous les échantillons démarrent du même potentiel et se dirige vers le même potentiel.

Le suivi du potentiel de la corrosion libre sur plusieurs jours figure (3.76) montre que les traitements thermomécaniques, n'influent que dans les toutes premières minutes d'immersion. Passé ce temps, le potentiel de la corrosion libre est indépendant du traitement thermomécanique, subis par les tôles et correspond uniquement au processus de passivation locale qui prend place, ce comportement semble le même que celui observé par H.Ezuber et al et par A.Afseth et al pour les alliages aluminium-magnésium [Ezu08], [AFS02], Le suivi de cette grandeur ne permet donc pas de savoir, si les traitements thermomécaniques provoquent une amélioration ou une détérioration des propriétés vis-à-vis de la corrosion pour l'alliage 5083-H321.

L'évolution du potentiel de corrosion de cet alliage en fonction des traitements thermomécaniques, est plus complexe à analyser, car cet alliage contient deux phases sous forme de particules intermétalliques, une cathodique par rapport à la phase mère, riche en fer, et l'autre anodique par rapport à la phase mère et riche en magnésium.

Plusieurs chercheurs ont étudiés la corrosion localisée de cette alliage, ces derniers ont attribué cette corrosion à la présence particules intermétalliques cathodiques [ABA01], [ECK08], [Ezu08], [GAB99], [ABA03], [ABA01], [JAF09], par contre A.Kiryl et al

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

[KIR07], après le suivi l'évolution des particules intermétalliques anodique en fonction du temps ont constaté que celles-ci se dessouvent et laissent des microcrevasses sur la surface du métal, nous pensons que ces dernières peuvent être par la suite le siège de la corrosion localisée. L'introduction des traitements thermomécaniques apporte un grand changement sur la forme et la composition des particules intermétalliques et ceci rend le problème encore plus complexe.

On peut penser que, pendant la durée de l'expérience, le comportement de l'une des phases domine, entraînant des périodes de croissance ou de décroissance du potentiel libre de la corrosion, cas de l'échantillon 6 voir la figure (3.73).

III.4.1.5 Effet de la présence d'une fissuration.

La figure (3.74) montre que la présence des fissures, fait diminuer énormément le potentiel de la corrosion libre.

Une décroissance du potentiel de la corrosion libre provoque, une diminution de la noblesse du matériau, c'est-à-dire le déplacement de la réaction anodique vers la droite, la fissure représente un vide dans le matériau pouvant par la suite jouer le rôle d'un siège d'une corrosion localisée, par aération différentielle.

Les traitements mécaniques induisent des contraintes internes dans le matériau, la concentration de celles-ci dans certaines régions peut amorcer la fissuration, ceci dit, un traitement thermique intermédiaire, est exigé pour minimiser la valeur de ces contraintes, et éviter l'apparition des fissures et de la corrosion localisée par aération différentielle.

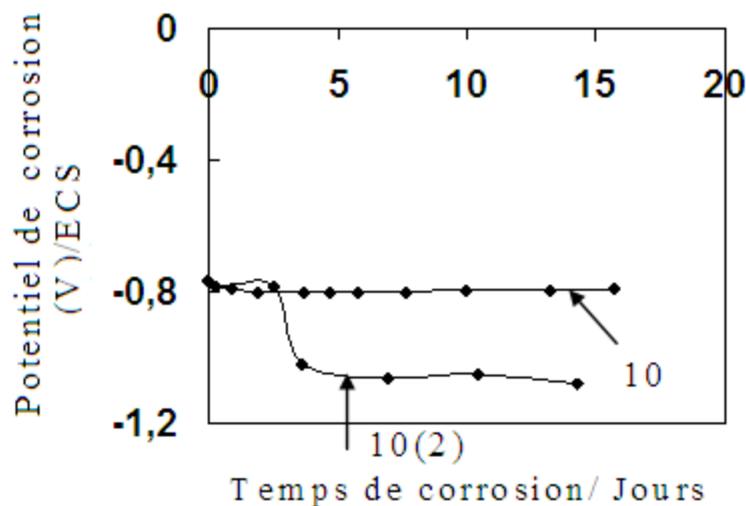


Figure (3.74) potentiels de corrosion des échantillons E10 Echantillon 10 sans fissures, E10(2) Echantillon 10 avec fissures.

III.4.1.5 Effets mémoires des traitements thermomécaniques et des prétraitements de l'échantillon 0.

Sur la figure (3.75), la courbe désigné par le chiffre 1 représente la réponse en potentiel de corrosion libre de l'échantillon 0, en présence d'oxygène sur la surface du laminage, la courbe désigné par le chiffre 2 représente la réponse en potentiel de corrosion libre de l'échantillon 0, en absence d'oxygène sur la surface du laminage, par contre la courbe désigné par le chiffre 3 représente la réponse en potentiel de corrosion libre de l'échantillon 0, en présence d'oxygène sur la surface perpendiculaire au laminage, les trois réponses sont différentes durant les premiers jours avant la passivation, mais le potentiel de corrosion libre dans les trois cas, converge vers les même potentiels après dix jours de corrosion.

De ce fait, nous pouvons dire que malgré le recuit de stabilisation effectuer dans l'industrie, et le recuit d'homogénéisation effectuer dans le laboratoire, la réponse de cet échantillon mis en évidence, l'effet mémoire des traitements thermomécaniques, c.-à-d. l'effet du vieillissement, vieillissement, la recristallisation et l'écrouissage, et du laminage à froid vis-à-vis la corrosion.

Les courbes 1,2 montre aussi que l'oxygène à un effet important sur le potentiel libre de corrosion, au début de la corrosion, et durant les dix premier jours avant la passivation, car la corrosion de l'alliage en absence d'oxygène est contrôlée par la réduction de l'eau, tandis que la corrosion de l'alliage en présence d'oxygène est contrôlée par la réduction de l'eau et la réduction de l'oxygène.

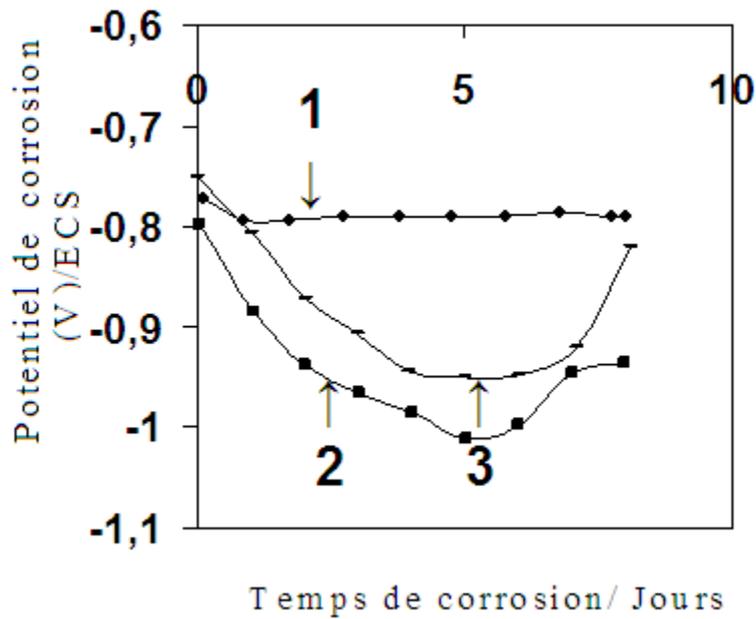


Figure (3.75) : Potentiel de corrosion Echantillon 0 (1) Aéré surface du laminage (2) Désoxygéné surface du laminage (3) Aéré surface perpendiculaire à la surface du laminage

III.4.2 Essais potentiodynamique (Courbes intensité-potentiel).

III.4.2.1 Echantillon 0.

La figure (3.76) montre que le potentiel de trois cas, le polissage mécanique en présence et en absence d'oxygène et le décapage électrochimique en présence d'oxygène, se déplace après 15 jours de corrosion vers une même position, en plus de ce nous observons que le courant cathodique change beaucoup dans le cas du décapage électrochimique et polissage mécanique en présence d'oxygène et ne change pas dans le cas du polissage mécanique en absence d'oxygène, par contre le courant anodique change beaucoup dans les trois cas et surtout dans le cas du polissage mécanique en présence d'oxygène.

Le tableau (3.4) montre que le polissage mécanique diminue la résistance à la polarisation, ceci peut être dû à l'écrouissage induit par le polissage mécanique, ce même tableau montre que l'oxygène décroît la résistance à la polarisation.

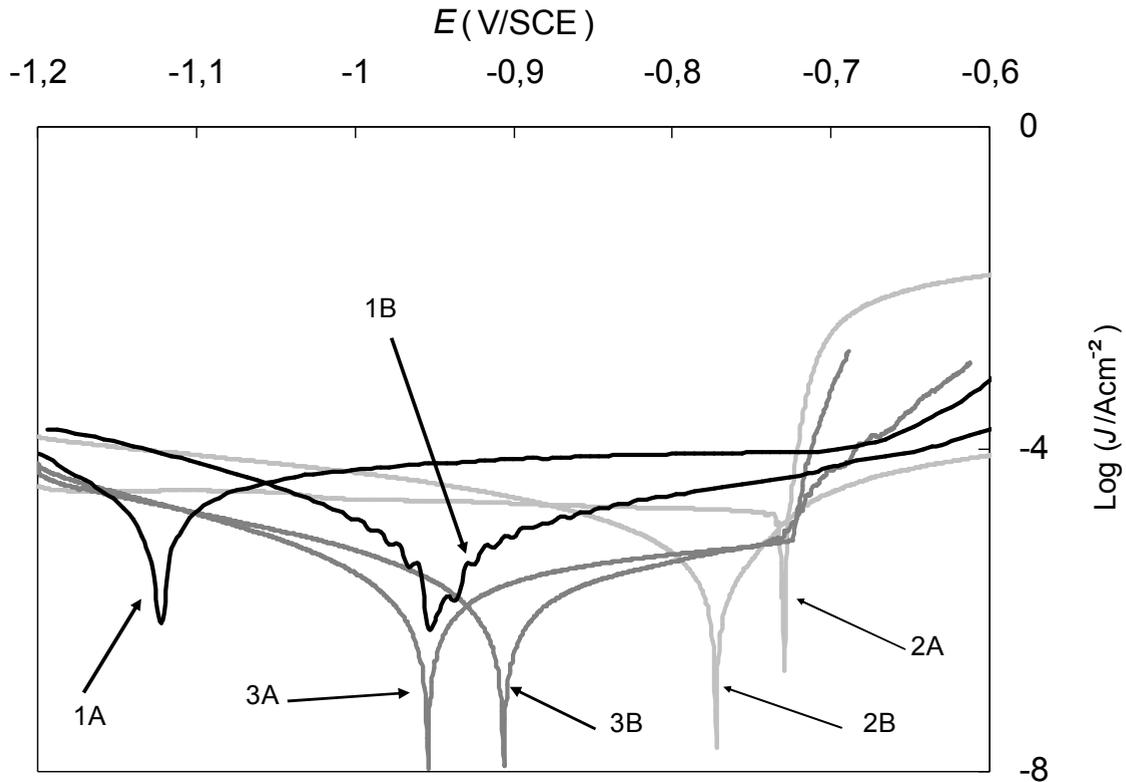


Figure (3.76) : Courbes intensités-potential dans une solution de 3% de NaCl pour l'échantillon 0 A : 1h après immersion B : 2 semaines de corrosion. 1 : décapage électrochimique dans une solution aérée, 2 : polissage mécanique dans une solution aérée, 3 : polissage mécanique dans une solution désaérée

Type de prétraitement	Décapage électrochimique aéré	Polissage mécanique aéré	Polissage mécanique désaéré
R_p (k Ω) (après immersion)	1,25	0,156	21,9
R_p (k Ω) (15 jour de corrosion)	5	0,25	17,4

Tableau (3.4) résistances à la polarisation déduites des essais potentiodynamiques pour l'échantillon 0 pour différents types de prétraitements

La figure (3.77) montre que le potentiel de la corrosion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène, après 15 jours de corrosion est inférieur à celui juste à l'immersion, et les courants de corrosion cathodique et anodique changent. L'évolution du potentiel et du courant de corrosion, s'explique par la formation d'un film d'oxyde, après immersion dans la solution de 3% chlorure de sodium, cet oxyde est essentiellement constitué d'alumine peu

conductrice. La formation de ce dernier s'accompagne donc d'une diminution de la cinétique de réduction de l'oxygène.

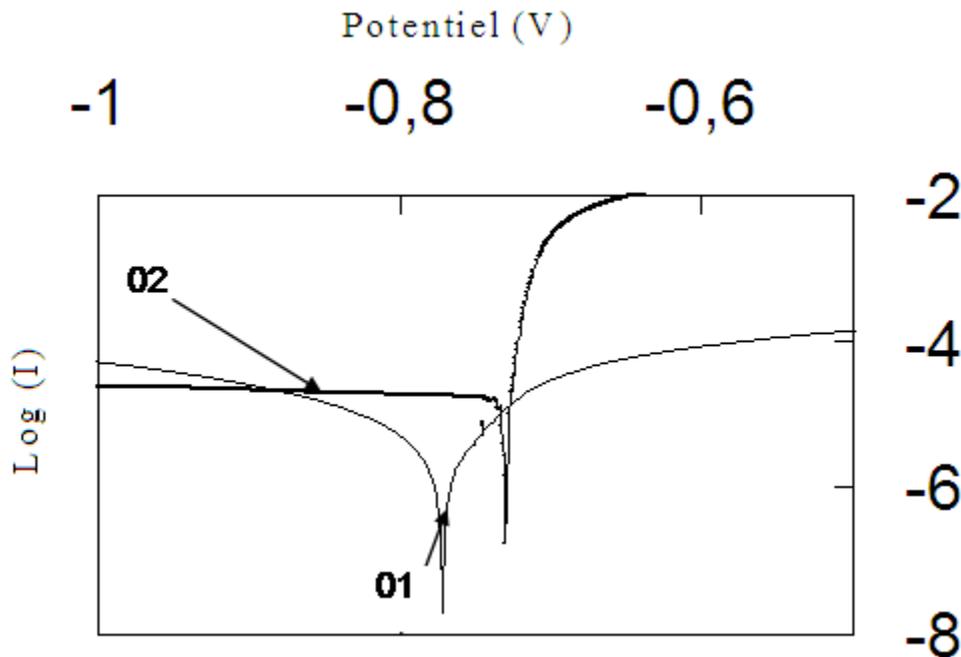


Figure (3.77) : Courbe intensité - potentiel de l'échantillon 0 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours après immersion, 2 : 1 heure après immersion préparé par polissage mécanique

III.4.2.2 Effet du laminage à froid.

La figure (3.78) représente l'effet de la déformation par laminage froid sur le potentiel et le courant de corrosion, un fort taux de déformation par laminage à froid diminue énormément le potentiel de corrosion, le courant anodique change quelque soit le taux de réduction, et le courant cathodique change peu.

Nous observons qu'après un faible taux de réduction par laminage à froid, échantillon 3, le potentiel de corrosion après 15 jours de corrosion libre, n'a pas été modifié d'une façon notable (figure (3.78)), contrairement à l'échantillon 0 et les échantillons ayant subi un fort taux de réduction, mais en observons la courbe du potentiel de corrosion libre du même échantillon (figure (3.73)), nous constatons que le potentiel de la corrosion libre de celui-ci, à évoluer vite au cours du temps, pas de la même manière avec les autres échantillons, il a atteint le potentiel de passivation rapidement par contre les autres non.

Tous les auteurs qui ont étudié la corrosion des alliages d'aluminium-magnésium par les courbes intensité-potentiel, ont fait varier le temps de corrosion, la convection dans la

solution, et la dimension et l'état de la surface [ABA01], [EZU08], [ABA03], [ABA04], nous sommes les premiers à étudié l'effet des traitements thermomécaniques.

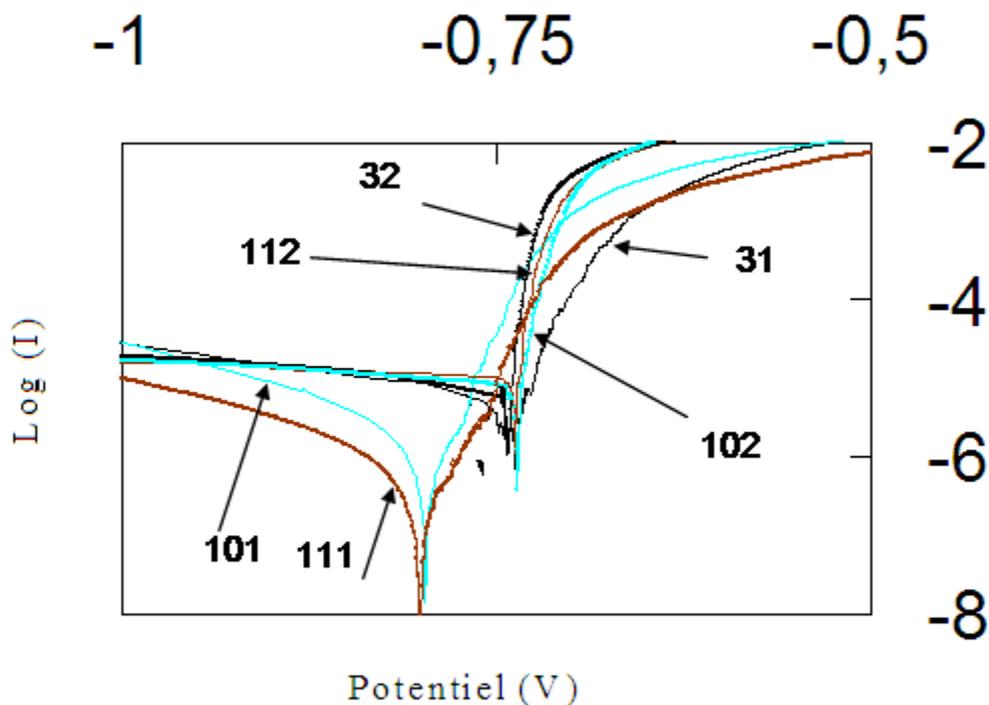


Figure (3.78): Courbe intensité- potentiel effect du laminage à froid des échantillons 3, 10,11 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.2.1 Echantillon 3.

La figure (3.79) représentant les courbes intensité-potentiel de l'échantillon ayant subi un taux de déformation par le laminage à froid de 46%, montre que le potentiel de corrosion de cet échantillon reste constant ne varie pas au cours du temps lors de la corrosion tandis que le courant de corrosion anodique et cathodique changent.

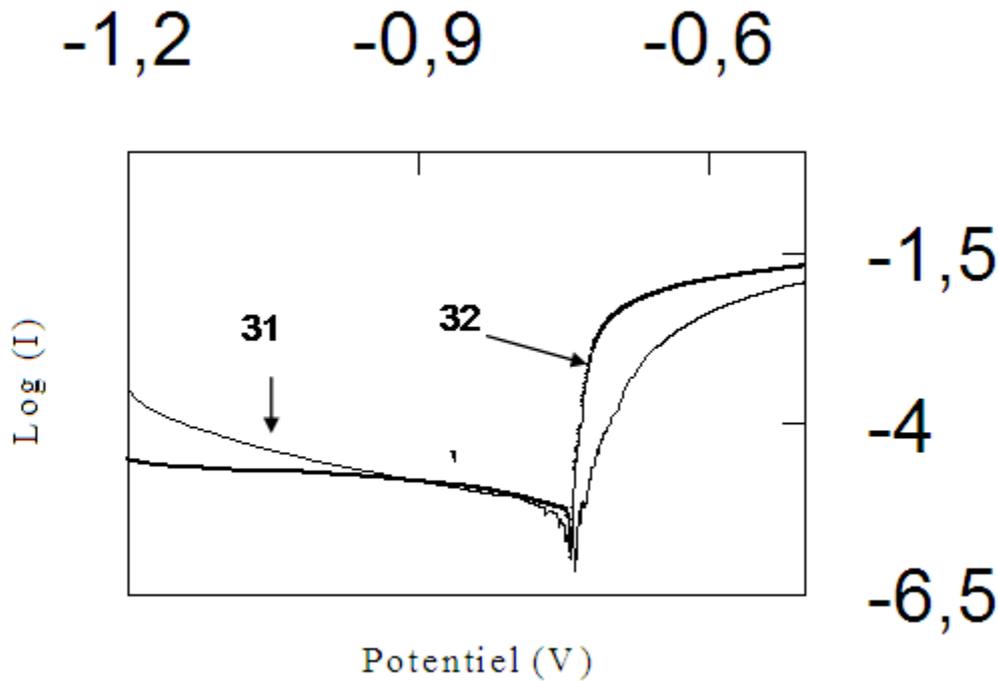


Figure (3.79) : Courbe intensité - potentiel échantillon 3 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours après immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.2.2 Echantillon 10 :

La figure (3.80) représentant les courbes intensité-potentiel de l'échantillon ayant subi un fort taux de déformation par le laminage à froid de 92%, montre que le potentiel de corrosion et le courant de corrosion anodique de cet échantillon diminue, et le courant de corrosion cathodique augmente au cours du temps de la corrosion.

Pour les échantillons ayant subi un fort taux de déformation figure (3.80-81), la décroissance du potentiel de corrosion au cours du temps, peut s'expliquer par le fait que le film d'oxyde qui se développe sur l'échantillon lors de l'immersion en milieu de chlorure de sodium (3%), est essentiellement constitué d'alumine peu conductrice, car la formation du film d'oxyde s'accompagne d'une diminution de la cinétique de réduction de l'oxygène.

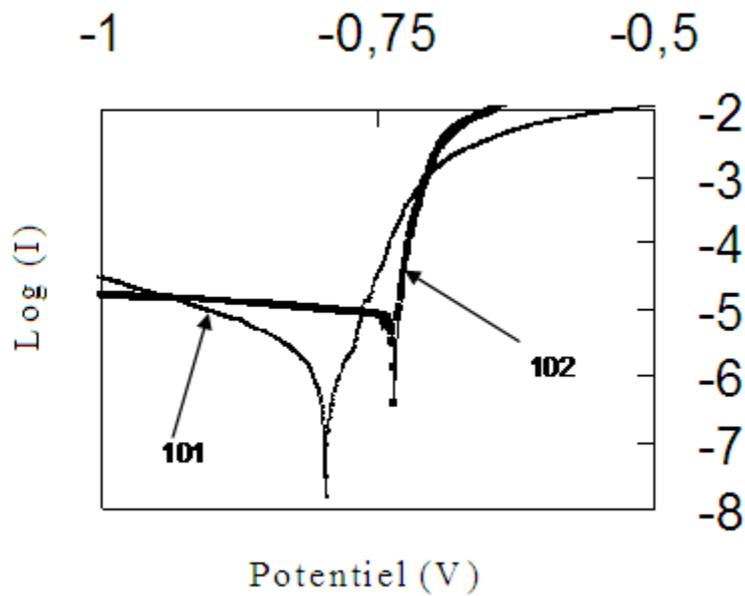


Figure (3.81) : Courbe intensité - potentiel échantillon 10 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 : 15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.2.3 Echantillon 11.

La figure (3.82) représentant les courbes intensité-potentiel de l'échantillon ayant subi un laminage à froid de 96% de réduction, montre que le potentiel de corrosion et les courants de corrosion anodique et cathodique diminuent au cours du temps de la corrosion.

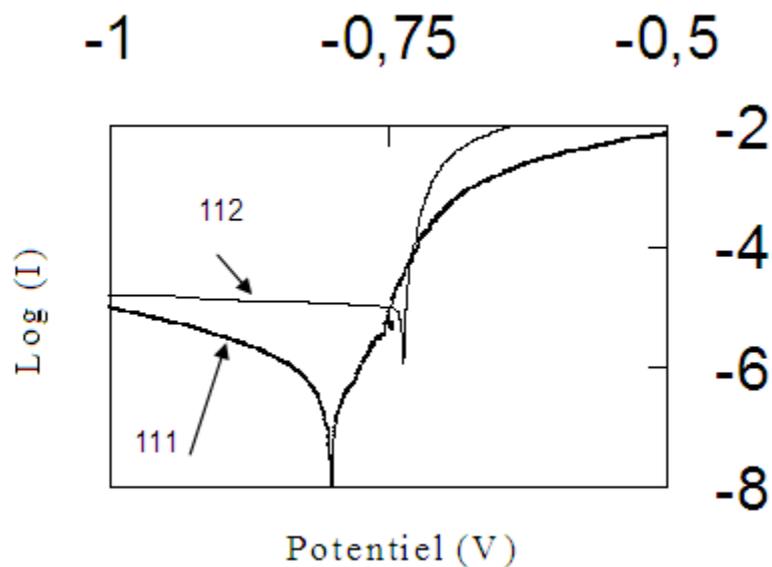


Figure 3.82 : Courbe intensité - potentiel échantillon 11 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.3 Effets du recuit intermédiaire au laminage à froid.

La figure (3.83) représentant les courbes intensité-potential des échantillons ayant subis un laminage à froid de 92% de réduction, inter-coupé d'un recuit intermédiaire à différents temps de maintien, cette figure montre que le potentiel de corrosion et le courant de corrosion anodique de tous ces échantillons diminue cours du temps, et le courant de corrosion cathodique augmente pour les échantillons 5,6 et diminue pour l'échantillon 7. Ceci est peut être dû au prolongement du temps de maintien lors du recuit intermédiaire, qui fait grossir les grains issue de la recristallisation, induisant une décroissance de la surface des joints des grains.

La diminution du potentiel de corrosion au cours du temps figure (3.83-86), peut s'expliquer par le fait qu'un film d'oxyde se développe sur l'échantillon lors de l'immersion en milieu de chlorure de sodium (3%), est essentiellement constitué d'alumine et donc peu conductrice. La formation du film d'oxyde s'accompagne donc d'une diminution de la cinétique de réduction de l'oxygène.

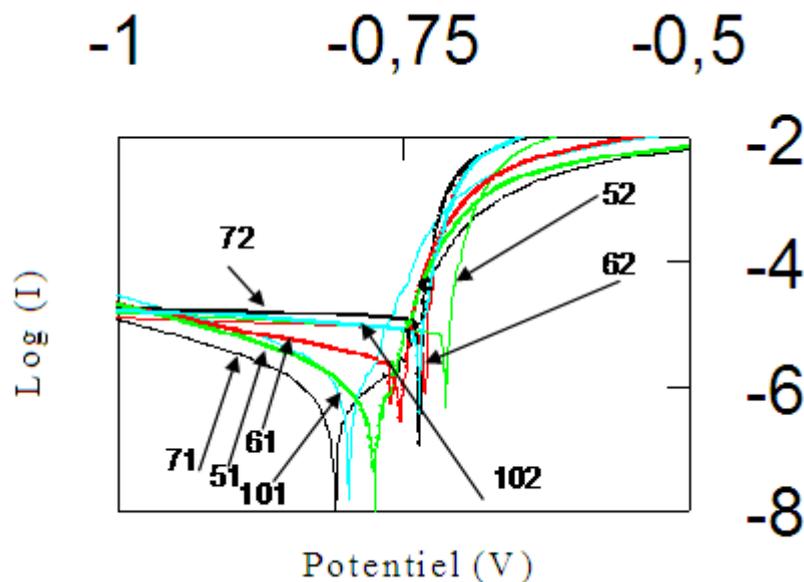


Figure (3.83) : Courbe intensité-potential effet du recuit intermédiaire au laminage à froid dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion pour les échantillons 10, 5, 6, 7.

III.4.2.3.1 Echantillon 5.

La figure (3.84) représentant la courbe intensité-potentiel, de échantillons ayant subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire de 30mn de maintien à 250°C, cette figure montre que le potentiel de corrosion et le courant de corrosion anodique de cet échantillon diminue, tandis que le courant de corrosion cathodique augmente cours du temps.

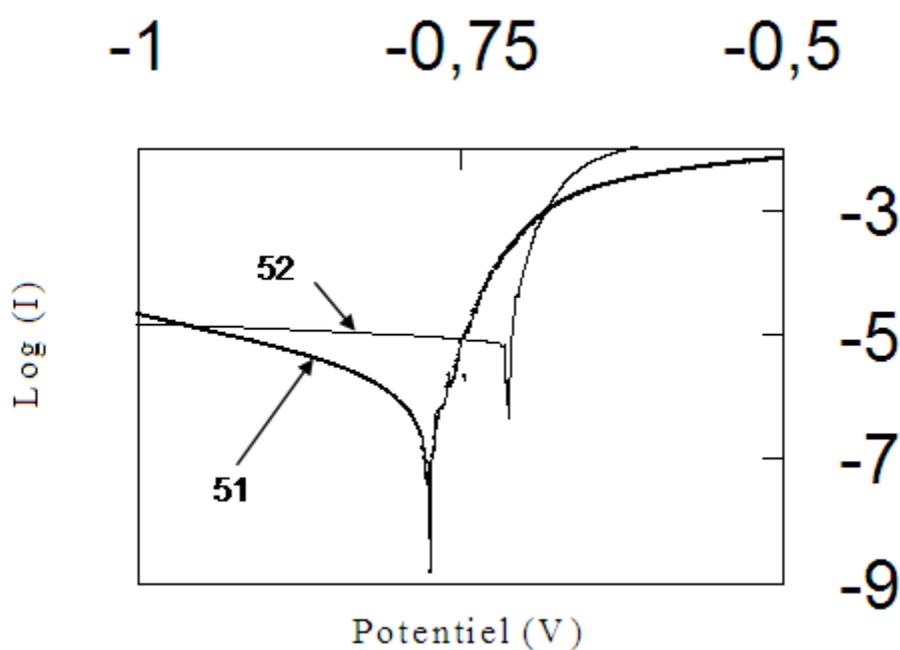


Figure (3.84) : Courbe intensité- potentiel échantillon 5 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.3.2 Echantillon 6.

La figure (3.85) représentant la courbe intensité-potentiel, de échantillons ayant subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire de 60 mn de maintien à 250°C, cette figure montre que le potentiel de corrosion et le courant de corrosion anodique de cet échantillon diminue, tandis que le courant de corrosion cathodique augmente cours du temps.

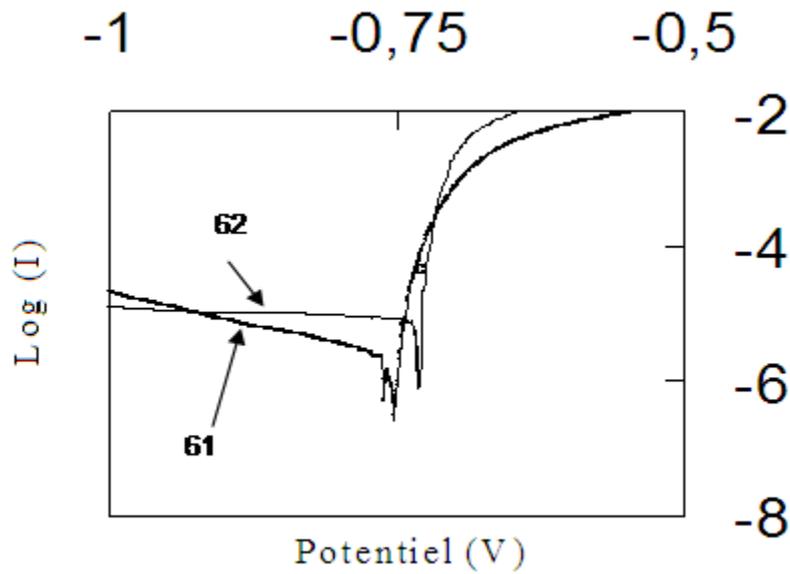


Figure 3.85 : Courbe intensité - potentiel échantillon 6 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.3.3 Echantillon 7.

La figure (3.86) représentant la courbe intensité-potential, des échantillons ayant subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire à un temps de maintien de 2 heures, cette figure montre que le potentiel de corrosion et les courants de corrosion anodiques et cathodiques de cet échantillon, diminuent au cours du temps lors de la corrosion.

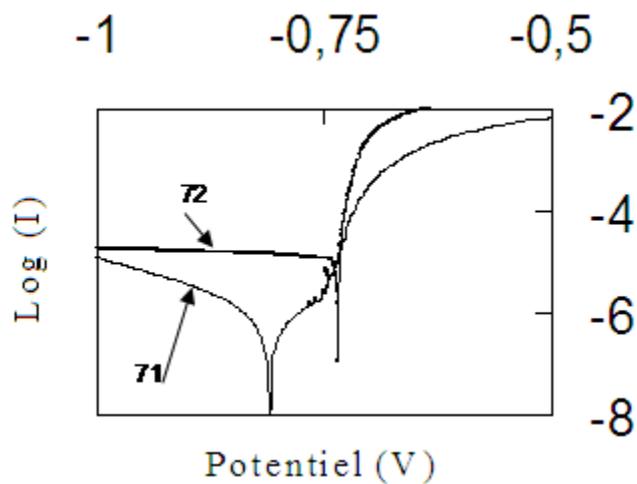


Figure (3. 86) : Courbe intensité-potential échantillon 7 dans une solution de 3% de NaCl aéré 1 :15 jours a près immersion, 2 : 1 heure après immersion

III.4.2.3.4 Effets du laminage à froid et du recuit intermédiaire au laminage à froid sur la résistance à la polarisation (résultats obtenus à partir des essais potentio-dynamique)

Le tableau (3.5) représente les résistances à la polarisation des échantillons, calculé à partir des courbes intensité –potentiel, des échantillons ayant subi un laminage à froid ou bien un laminage à froid inter-coupé d’un recuit, après immersion et après 15 jours de corrosion, ce tableau montre que la résistance à la polarisation de tous les échantillons augmente après 15 jours de corrosion.

Un très fort taux de réduction par laminage à froid (92%, 96%) et le prolongement du temps de maintien lors du recuit intermédiaire, font augmenter considérablement la résistance à la polarisation après 15 jours de corrosion.

Nous pensons que l’augmentation de la résistance à la polarisation après 15 jours de corrosion est directement liée aux phénomènes de recristallisation, se produisant avec l’application d’un recuit intermédiaire et de recristallisation dynamique pouvant se produire après un fort taux de réduction par laminage à froid.

	Echantillon	Après immersion	15 jours de corrosion
Rp(Ω)	0	156	500
Rp(Ω)	3	400	740
Rp(Ω)	5	283	5000
Rp(Ω)	6	472	10544
Rp(Ω)	7	159	28571
Rp(Ω)	10	357	10000
Rp(Ω)	11	314	37243

Tableau 3.5 Effet du laminage à froid et du recuit intermédiaire au laminage à froid sur la résistance de polarisation (Résultats déduit des essais potentio-dynamique)

III.4.3 Essais de spectroscopie d’impédance électrochimiques.

III.4.3.1 Essais de spectroscopie d’impédances électrochimiques effectuées sur l’échantillon 0.

III.4.3.1.1 En absence d’oxygène préparé par polissage mécanique (face du laminage) .

Les figures (3.87-95) représentant la réponse en impédance de échantillon 0 poli mécaniquement en absence d’oxygène, montrent que celle-ci, est purement capacitive jusqu’à une fréquence de 1mHz, avec une dimension de boucle variable, et avec une grande résistance

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

à la polarisation. Ces figures montrent que la boucle de transfert de charge des les huit premiers jours est petite mais grossit le neuvième jour.

Le spectre d'impédance représenté par les figure (3.87), après 3 heures d'immersion contient deux boucles capacitive, l'une à hautes fréquences correspondant au phénomène de transfert de charges, et une autre a moyen et basses fréquence, qui peut être la sommes de deux boucles d'ont une est masquée, cette dernière correspond à l'adsorption de l'oxygène résiduel, $(OH)_n^{-\delta}$, et Cl^- , et/ou au transport de matière, oxygène résiduel, Cl^- et ou $(OH)_n^{-\delta}$ dans la couche de diffusion.

L'adsorption et la diffusion de l'oxygène résiduel et $(OH)_n^{-\delta}$ font croitre la couche d'oxyde ou d'hydroxyde, tandis que l'adsorption de Cl^- fragilise la couche d'oxyde et diminue la résistance à la polarisation, ceci se traduit par la diminution la taille de la boucle d'adsorption et de diffusion.

La valeur de la fréquence au sommet de la première boucle nous donne la constante de temps de transfert de charge tandis que le sommet de la deuxième boucle ne peut nous renseigner ni sur la constante de temps d'adsorption ni sur la constante de temps de la diffusion des espèces citer ci-dessus.

Les spectres de l'impédance représenté par les figure (3.88-94), après 1 à 8 journées de corrosion, contient trois boucles capacitives l'une haute fréquence, correspondant au transfert de charges, une autre a moyens fréquences correspondant au phénomène d'adsorption de l'oxygène résiduel, $(OH)_n^{-\delta}$, et Cl^- et la troisième correspond au transport de matière (oxygène résiduel et $(OH)_n^{-\delta}$) dans la couche de diffusion.

La valeur de la fréquence au sommet de la première boucle nous donne la constante de temps de transfert de charge, la valeur de la fréquence sommet de la deuxième boucle nous renseigne sur la constante de temps du phénomène d'adsorption des espèces citer ci-dessus, tandis que la valeur de la fréquence sommet de la troisième boucle, nous renseigne sur la constante de temps d'adsorption du phénomène de la diffusion des espèces citer ci-dessus.

Le spectre d'impédance représenté par la figure (3.95) du neuvième jour de corrosion, contient deux boucles capacitive l'une représentant le transfert de charge à haute fréquence, la deuxième qui est probablement composé de deux boucle avec une boucle masqué représentant l'adsorption et la diffusion des espèces susciter

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

En observant les caractéristiques des spectres durant les 9 jours de corrosion nous constatons que les résistances au transfert de charges, à la polarisation ont augmentées au cours du temps et la capacité de la double couche a diminué et le matériau se passive.

K.Jafarzadeh et al [JAF09] ont étudiés la corrosion sur des échantillons de cet alliage essuies d'un barreau cylindrique, dans un domaine de fréquence allant jusqu'à une fréquence de 20mHz, sous convection forcée en absence d'oxygène le nombre de boucles trouvées est seulement deux boucles, ceci peut être dû à la valeur de la fréquence basse atteinte lors des essais, nous avons atteint 1mHz alors que K.Jafarzadeh et al ont atteint 20mHz, ou bien au choix du nombre de points par décades, qui été de 5 pour K.Jafarzadeh et al et de 10 pour nous.

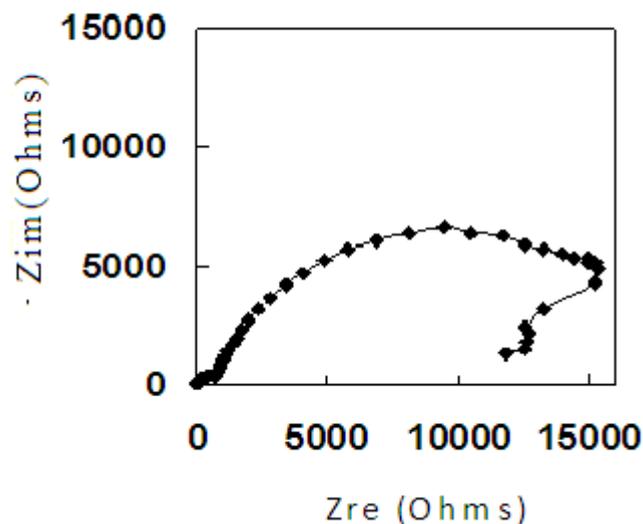


Figure (3.87) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

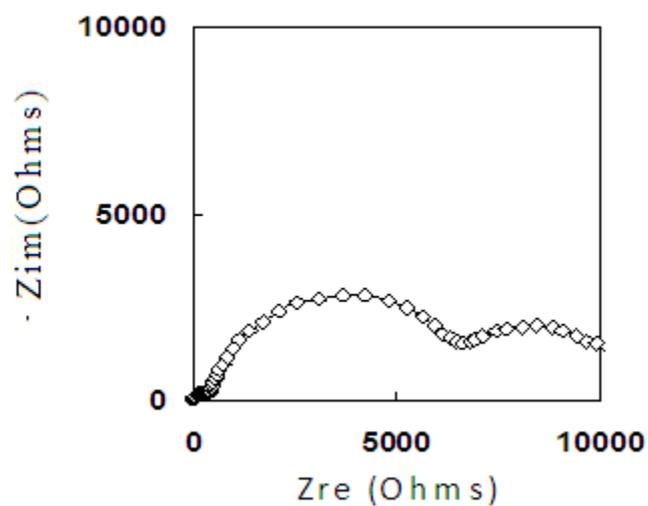


Figure (3.88) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (27 h après immersion) préparé par polissage mécanique

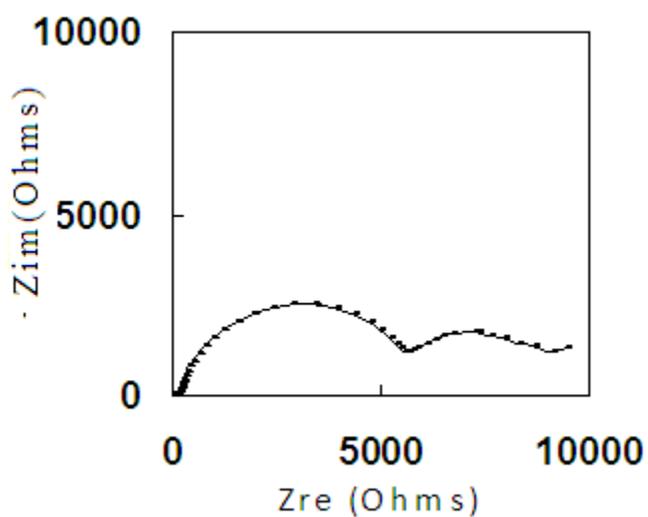


Figure (3.89) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (51 h après immersion) préparé par polissage mécanique

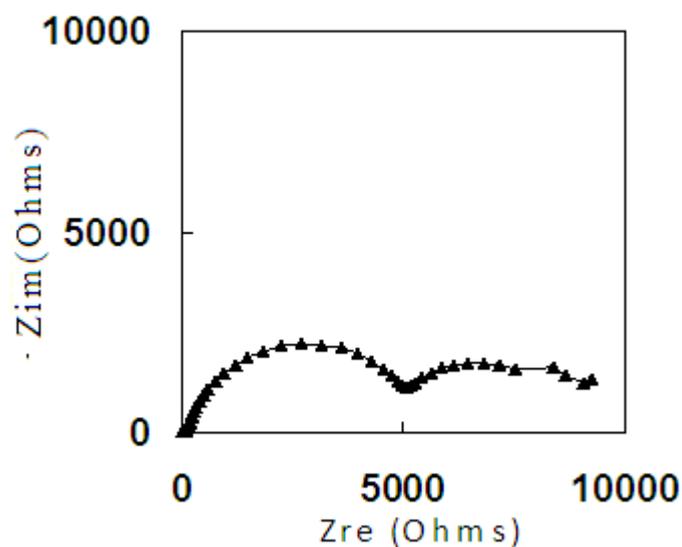


Figure (3.90): Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (75 h après immersion) préparé par polissage mécanique

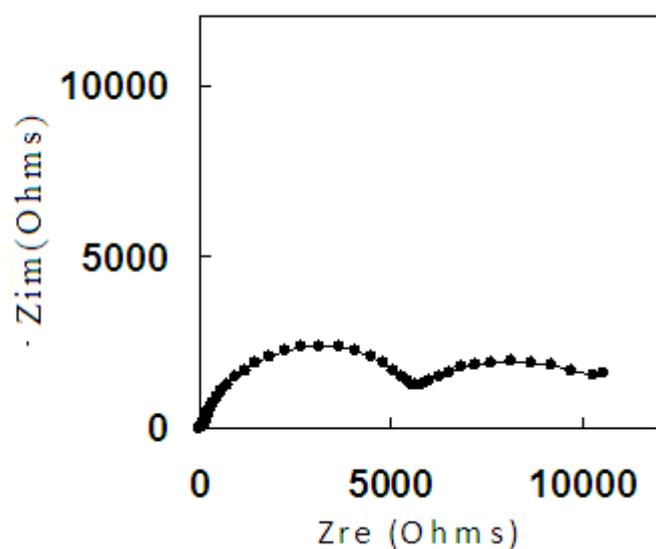


Figure (3.91) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (99 h après immersion) préparé par polissage mécanique

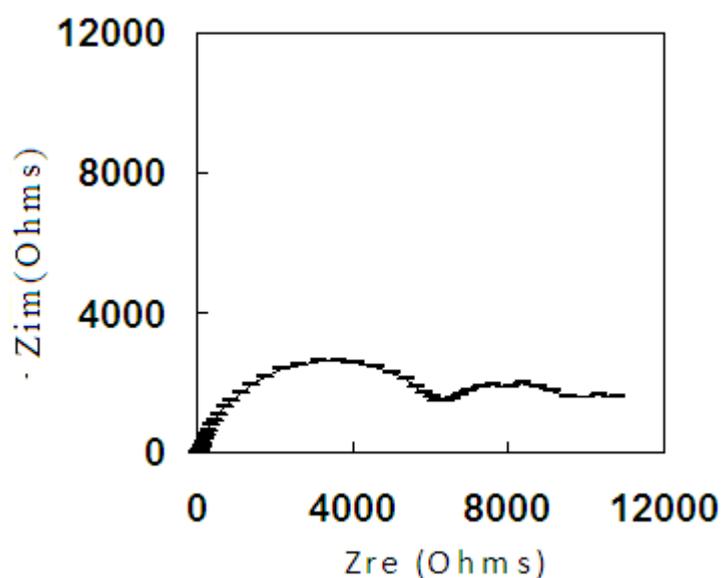


Figure (3.92) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (123 h après immersion) préparé par polissage mécanique

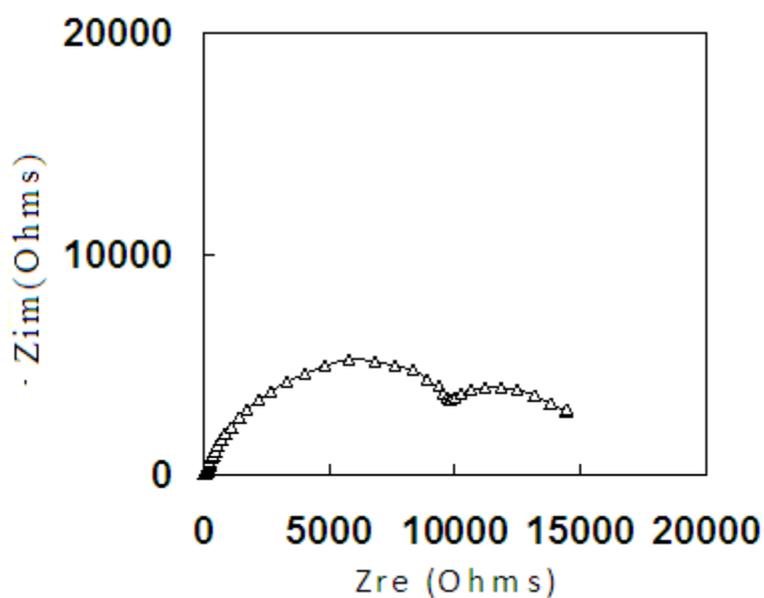


Figure (3.93) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (147 h après immersion) préparé par polissage mécanique

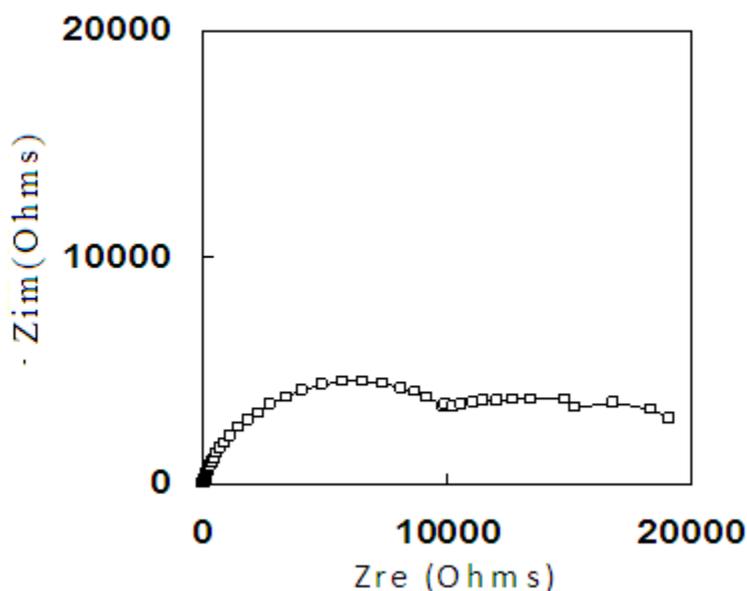


Figure (3.94) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

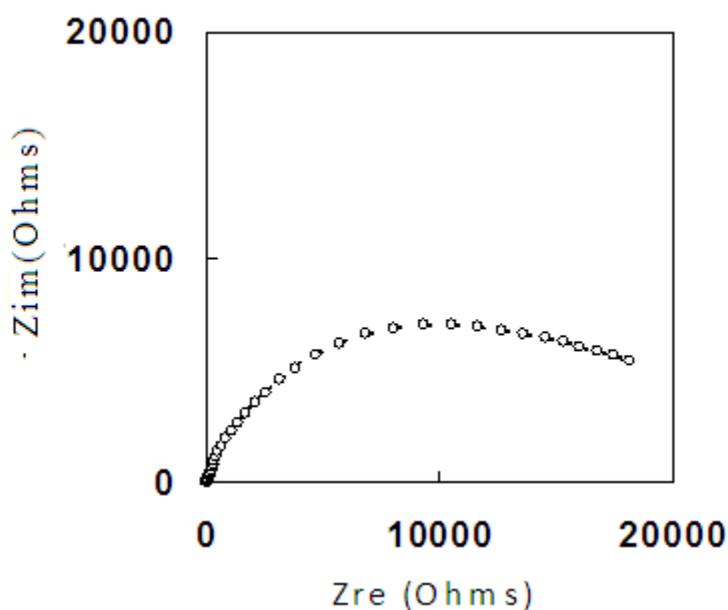


Figure (3.95) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (196 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.2 En absence d'oxygène préparé par décapage électrochimique (face du laminage).

Les figures (3.96-3.104) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 0 préparé par décapage électrochimique en absence d'oxygène, montrent que celle-ci, est purement capacitive jusqu'à une fréquence de 1Hz, sauf après 3 heures de corrosion, la dimension des

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

boucles est variable et la résistance à la polarisation est grande, la première boucle n'est pas petite.

Le spectre d'impédance représenté par la figure (3.96) après 3 heures de corrosion, contient deux boucles capacitive et une boucle inductive, la première boucle représente le phénomène de transfert de charge celle-ci est située à hautes fréquences, la deuxième qui est une boucle inductive représente probablement l'adsorption du Cl^- , induisant la dépassivation de la couche d'oxyde, suivie d'une troisième boucle capacitive représentant un phénomène de diffusion de l'oxygène résiduel et ou $(\text{OH})_n^{-\delta}$.

Les spectres d'impédances représentés par les figures (3.97-104) contiennent uniquement deux boucles capacitive, la première représente le phénomène de transfert de charges, la seconde qui peut être constituée de deux boucles, avec une boucle masquée, représente les phénomènes d'adsorption et de transport de matière des espèces sus citées.

Les résistances aux transferts de charges sont plus importantes, dans le cas des échantillons préparés par décapage électrochimique.

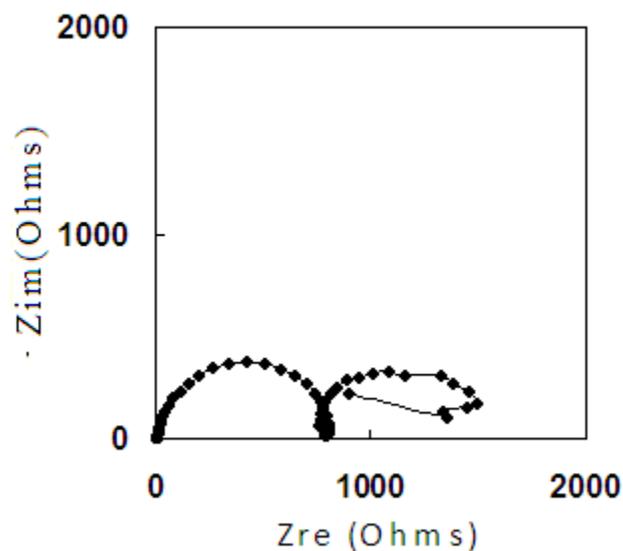


Figure (3.96) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

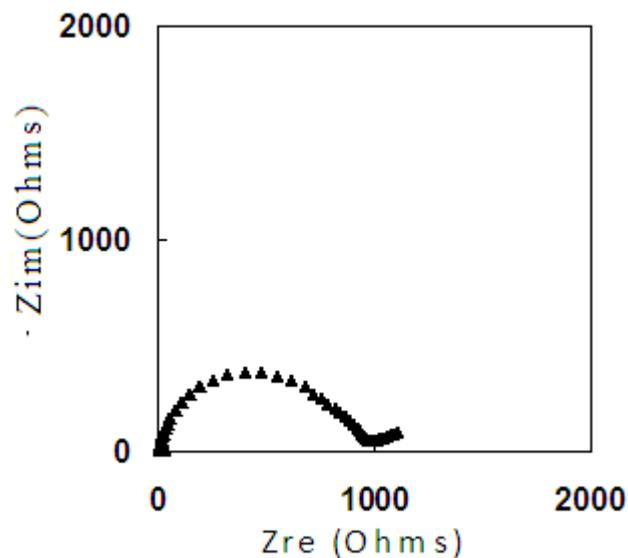


Figure (3.97) diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (27h après immersion) préparé par décapage électrochimique

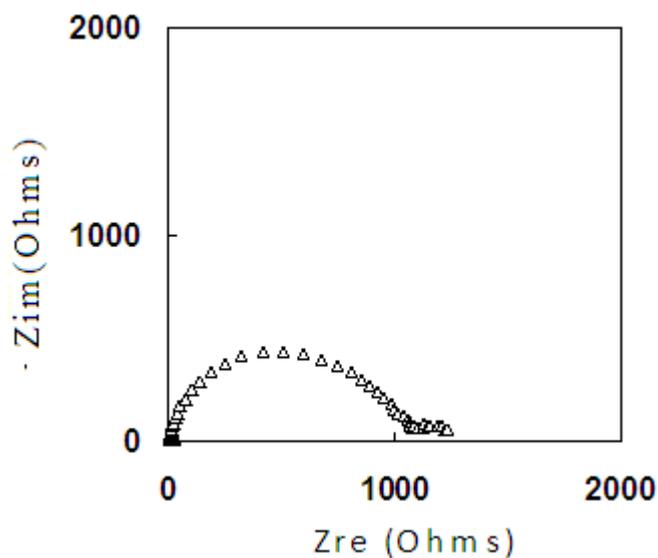


Figure (3.98) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (51 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

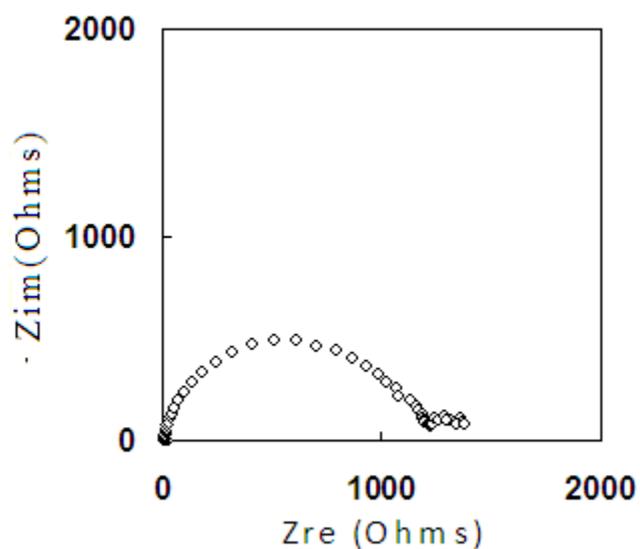


Figure (3.99) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (75 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

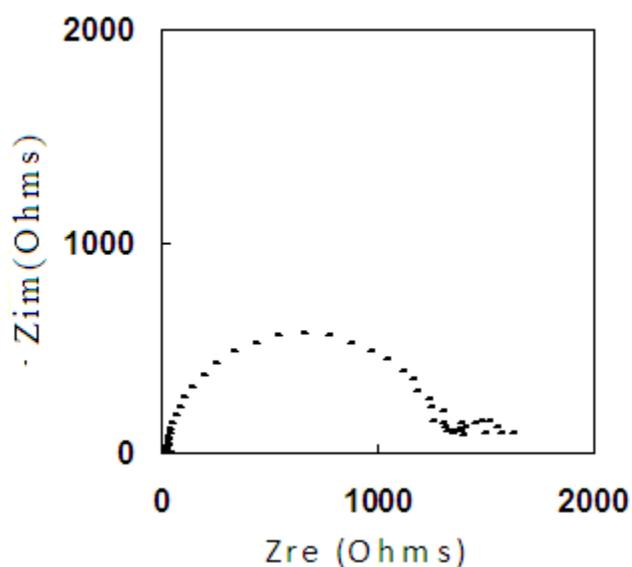


Figure (3.100) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (99 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

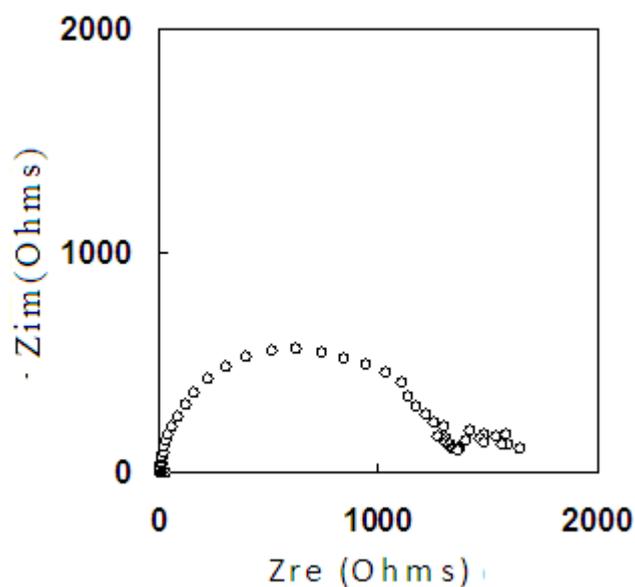


Figure (3.101) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (123 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

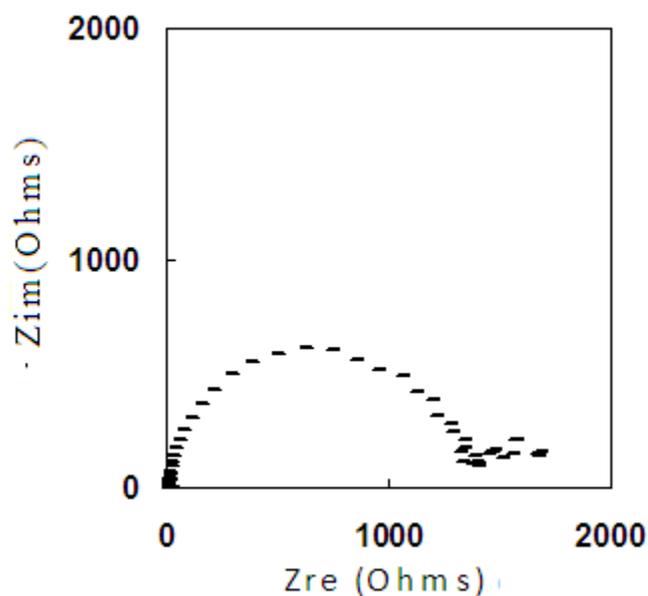


Figure (3.102) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (147 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

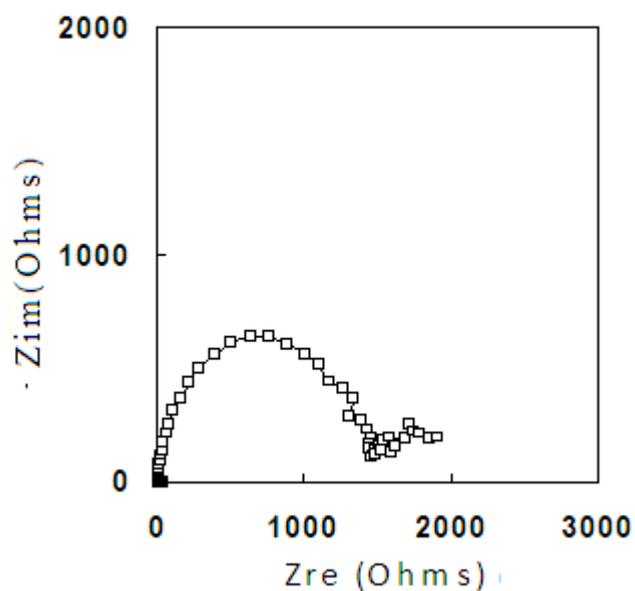


Figure (3.103) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

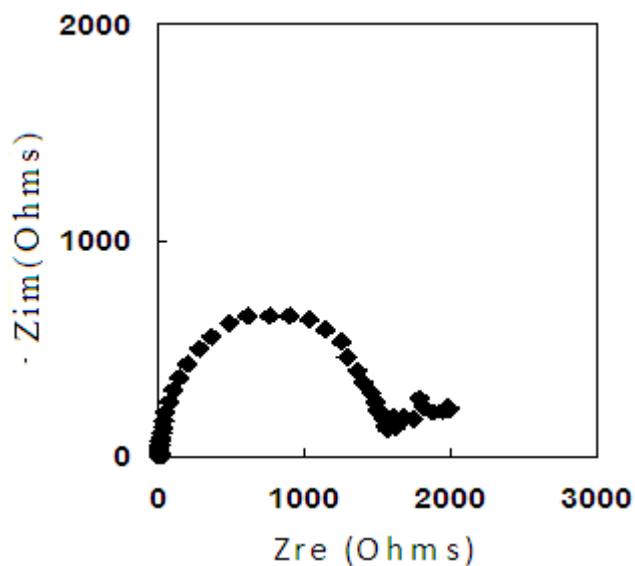


Figure (3.104) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en absence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (195 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

III.4.3.1.3 En présence d'oxygène préparé par polissage mécanique (face du laminage).

Les figure (3.105-3.109) représentant l'échantillon 0 préparé par polissage mécanique en présence d'oxygène, montrent que la réponse en impédance de celui-ci durant les huit premiers jours de corrosion se termine par une ou plus boucles inductive à des bases fréquences, la résistance à la polarisation est petite, et la boucle de transfert de charge est grande après 3 heures d'immersion et devient très petite les sept jours qui suivent. A partir du neuvième jour la réponse en impédance devient purement capacitive, la résistance à polarisation devienne grande, et la boucle de transfert de charge grossie de nouveau, en comparant les résultats avec ceux des essais en absence d'oxygène, nous penserons que la présence de l'oxygène est peut être une des raisons, de l'existence de la boucle inductive et de la faible résistance à la polarisation les huit premiers jours de corrosion.

Les spectres d'impédance représentés par les figures (3.105- 3.106), après 3 heures d'immersion et 171 heure de corrosion, contiennent deux boucles capacitives et deux boucles inductives la première boucle capacitive à haute fréquences, correspondant au transfert de charges et l'autre a moyen et fréquence correspond à l'adsorption et au transport de matière dans la couche de la diffusion (de l'oxygène, $(OH)_n^{-\delta}$), les deux boucles représentant le caractère inductif sont liés à la dépassivation progressive de la couche au cours du temps par les chlorures [BOI02]. Ces spectres montrent que la résistance de transfert de charge diminue et la capacité de la double couche augmente après 171 heures de corrosion.

Les spectres d'impédances représentés par les figures (3.107-3.109), après 195, 15 jours et 1 mois de corrosion, contiennent uniquement deux boucles capacitives, l'une représente le transfert de charge, et l'autre représente le transport de matière, oxygène ou bien $(OH)_n^{-\delta}$.

Les auteurs des travaux [EZU08], [KIR07], [GAB99],[ABA03], [ABA01], [JAF09] ont étudiés la corrosion de l'alliage AA5083-H321 pour des fréquences atteignant 20mHz, ils n'ont pas exploré le domaine des fréquences entre 20mHz et 1mHz, le nombre de boucles observées par ces derniers sur le spectre est de deux au maximum, par contre nous avons observés sur certains spectres 4 boucles figure (3.105), ils ont étudiés cet alliage sous forme

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

de produit fini de provenance industrielle, sans prendre en considération l'histoire thermomécanique de celui-ci.

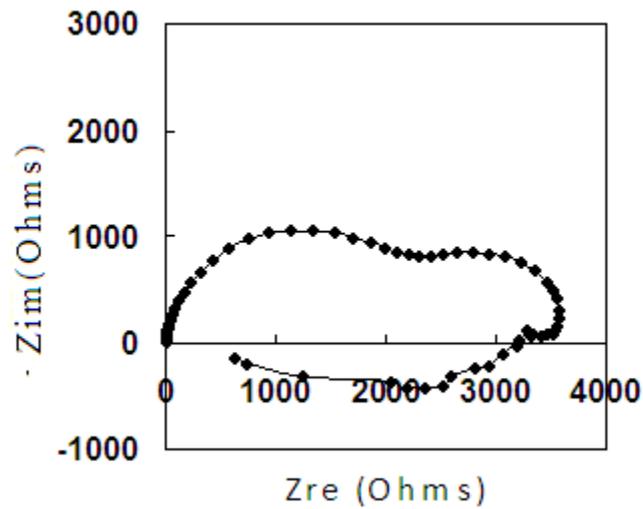


Figure (3.105) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

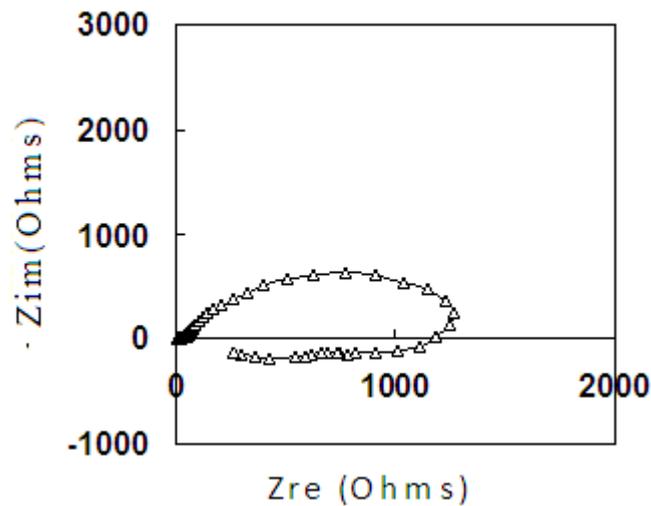


Figure (3.106) : diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

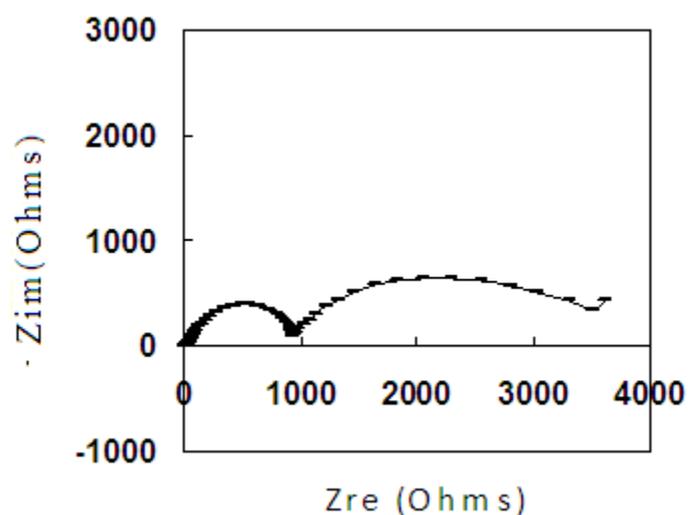


Figure (3.107) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (195 h après immersion) préparé par polissage mécanique

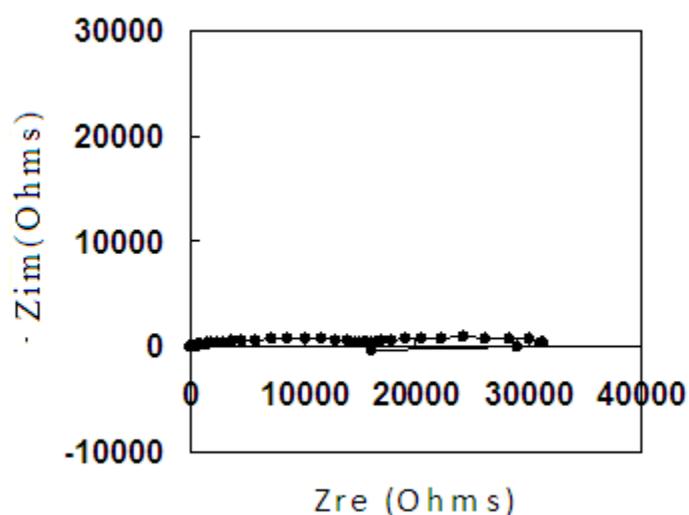


Figure (3.108) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

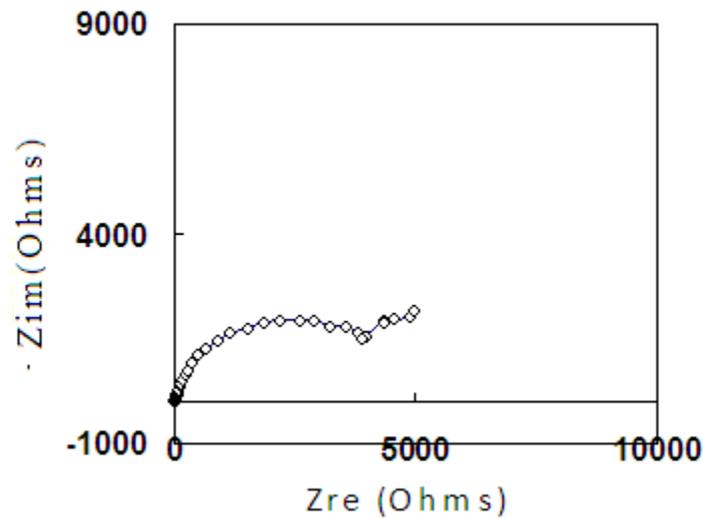


Figure (3.109) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.4 En présence d'oxygène préparé par décapage électrochimique (face du laminage).

Les figure (3.110-3.118) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 0 préparé par décapage électrochimique en présence d'oxygène, montrent que l'impédance de l'échantillon 0 durant les neuf jours de corrosion purement capacitive jusqu'à une fréquence de 1mHz, avec une grande résistance de transfert de charge et une grande résistance à la polarisation, donc nous pouvons dire que l'absence des boucles inductive n'est pas uniquement due à l'absence d'oxygène, la technique de préparation des échantillons pour les essais de corrosion, influe considérablement sur la réponse en impédance, et sur le type de boucles obtenues, car un polissage mécanique induit un écrouissage de la surface et arrache les particules intermétalliques, se résultat est en accord avec A. Aballe et Al [JON04].

Durant les sept premiers jours, la réponse en impédance est constituée de deux boucles capacitives, la première représente le phénomène de transfert de charge, et la deuxième pouvant être la somme de deux boucle dont une boucle masquée, représente probablement le phénomène d'adsorption et de diffusion du chlore, l'oxygène, et le $(OH)_n^{-\delta}$, et le 8^{ème} et le 9^{ème} jour la réponse est constituée de trois boucles capacitives, dont première représente le phénomène de transfert de charge, la seconde et la troisième représentent les phénomènes d'adsorption et diffusion des espèces sus citer ci-dessus.

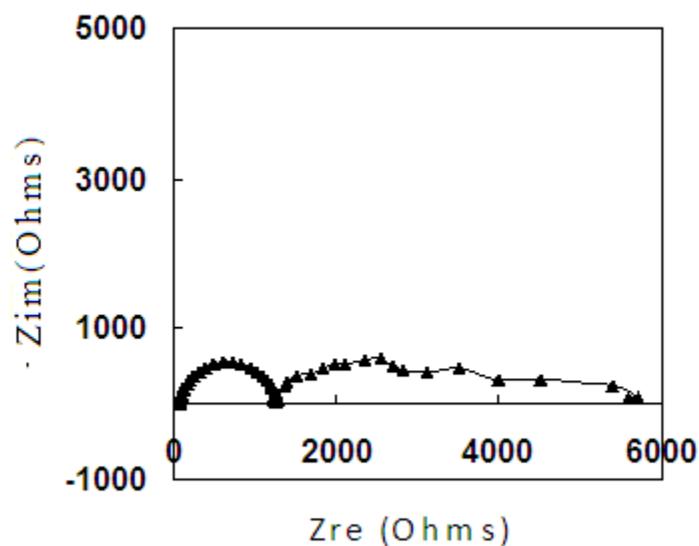


Figure (3.110) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par décapage électrochimique.

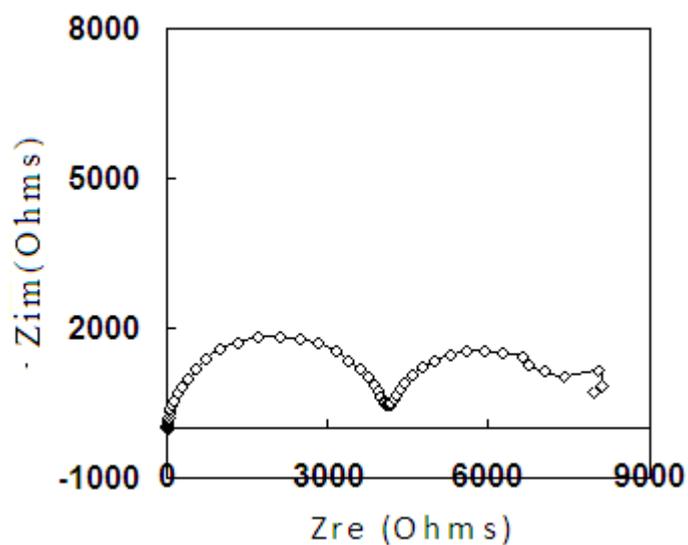


Figure (3.111) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (27 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

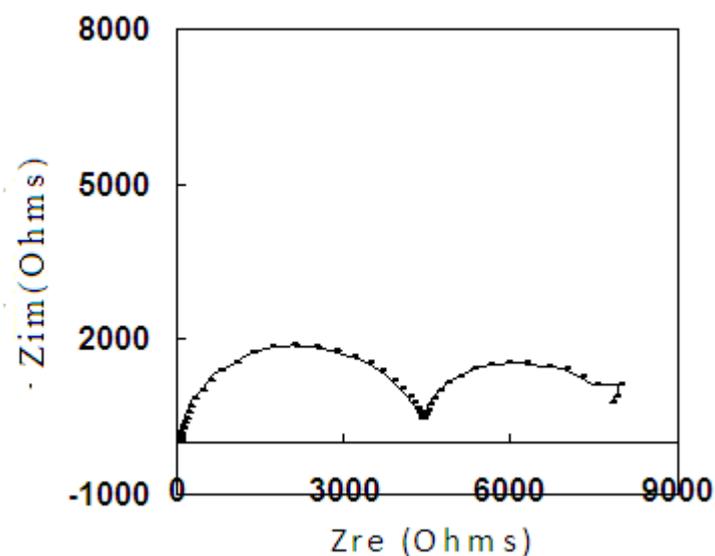


Figure (3.112) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (51 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

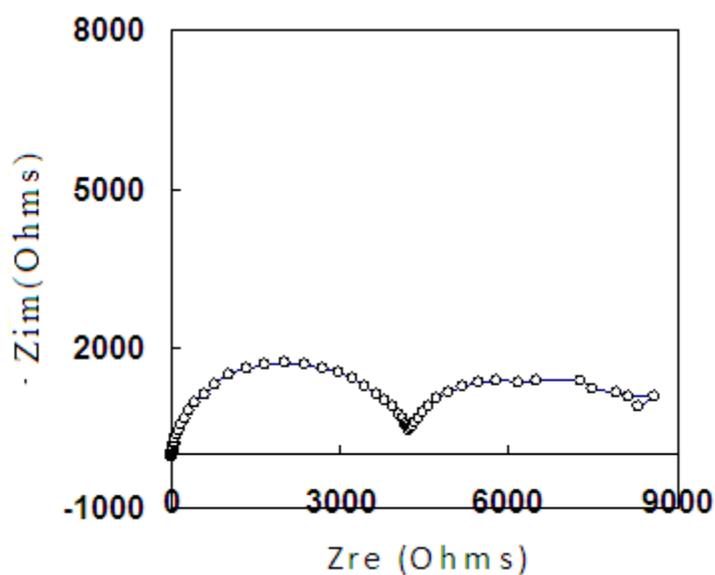


Figure (3.113) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (75 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

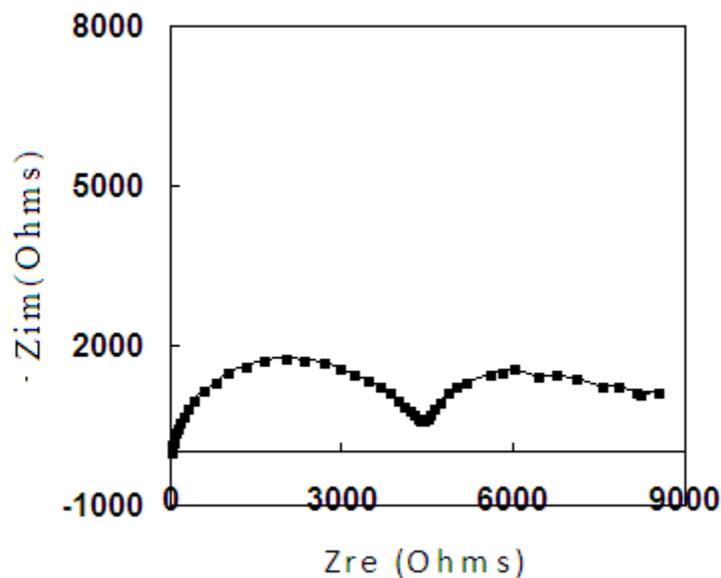


Figure (3.114) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (99 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

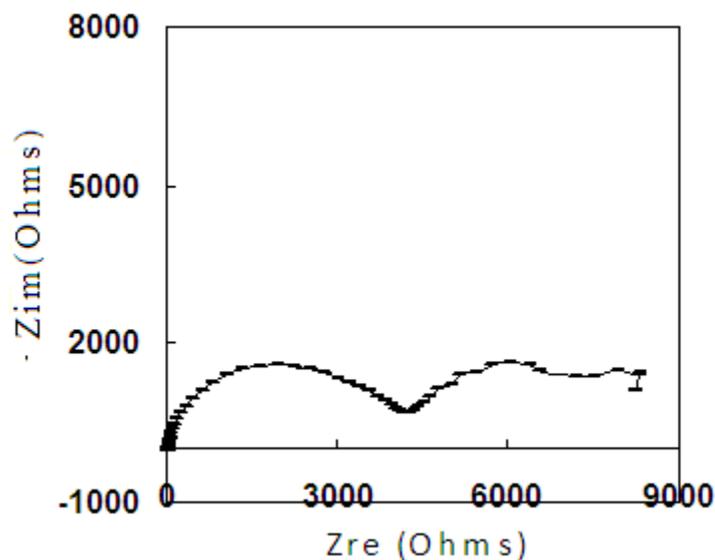


Figure (3.115) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (123 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

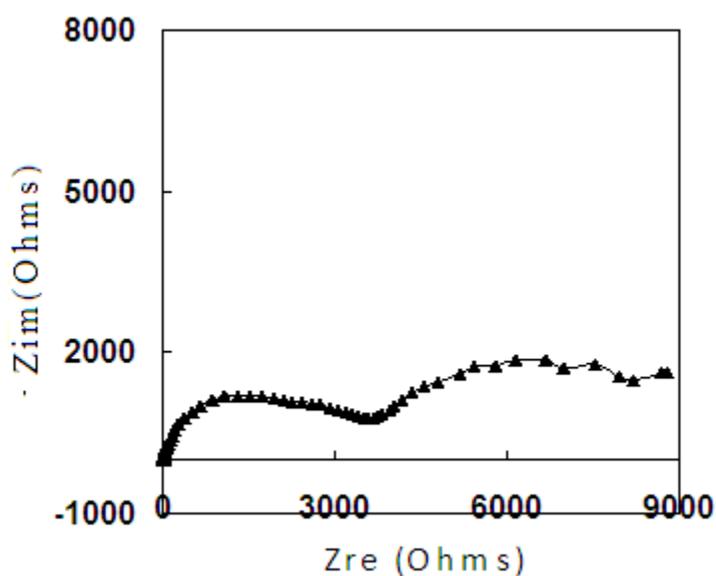


Figure (3.116) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (147 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

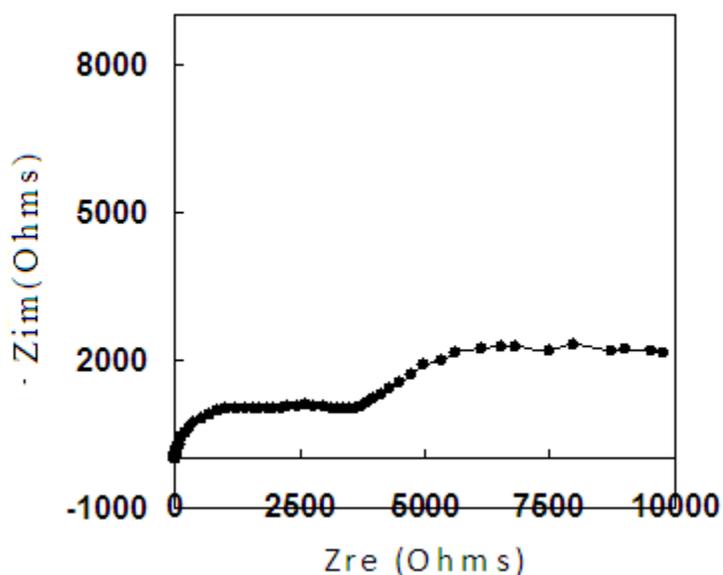


Figure (3.117) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

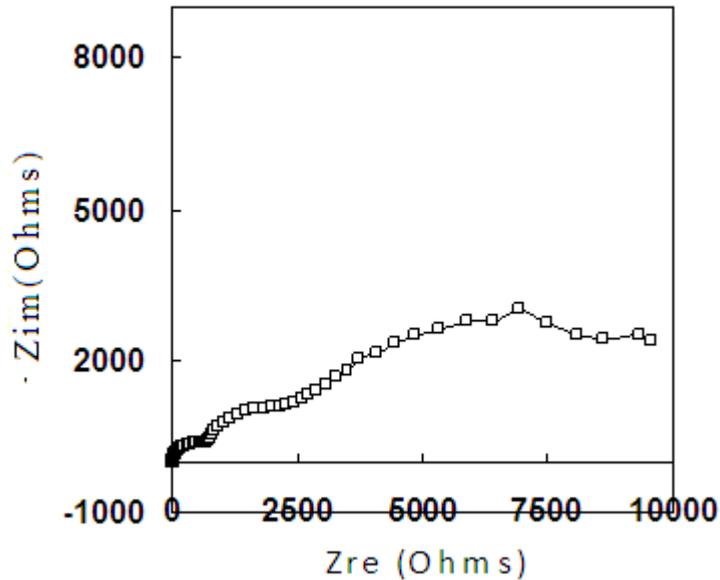


Figure (3.118) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (195 h après immersion) préparé par décapage électrochimique

III.4.3.1.5 Face perpendiculaire à la face du laminage en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figures (3.119-3.128) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 0 préparé par polissage mécanique en présence d'oxygène sur la face perpendiculaire au laminage à froid, montrent que celle-ci, jusqu'à une fréquence de 1mHz, durant les dix jours de corrosion est différente celle de l'échantillon 0 sur la face du laminage, la dimension des boucles et la résistance à la polarisation de cet échantillon sont grandes, de ce fait nous concluons que le recuit d'homogénéisation ne supprime pas complètement les effets de l'écrouissage et du vieillissement dynamique opérant lors des traitements thermomécaniques préalables, donc il y a un effet mémoire des traitements thermomécaniques sur les propriétés chimiques.

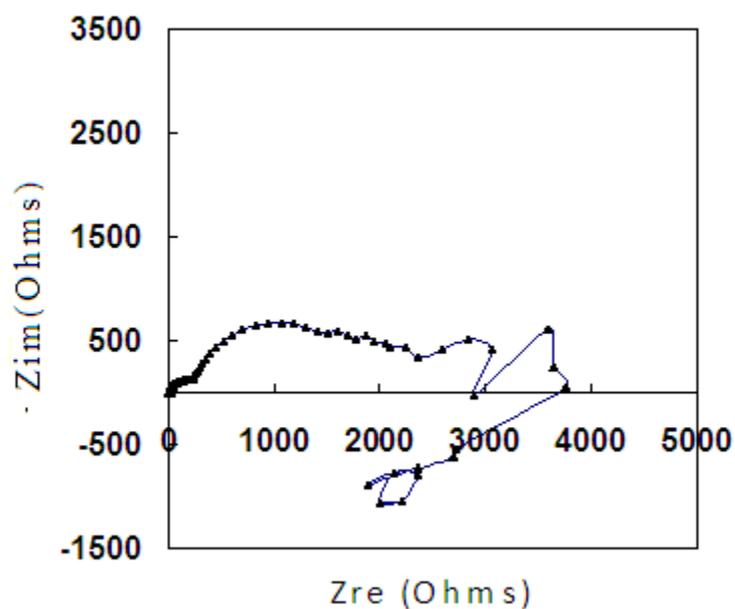


Figure (3.119) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3h après immersion) préparé par polissage mécanique

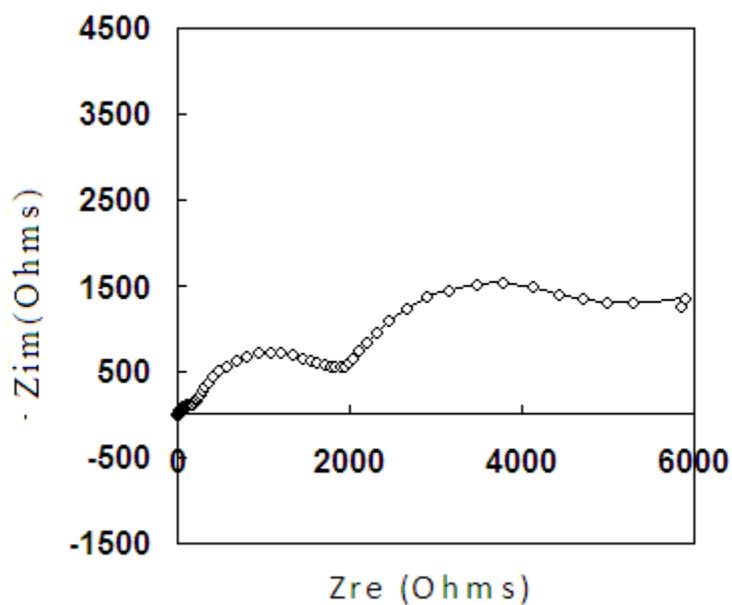


Figure (3.120) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (27 h après immersion) préparé par polissage mécanique

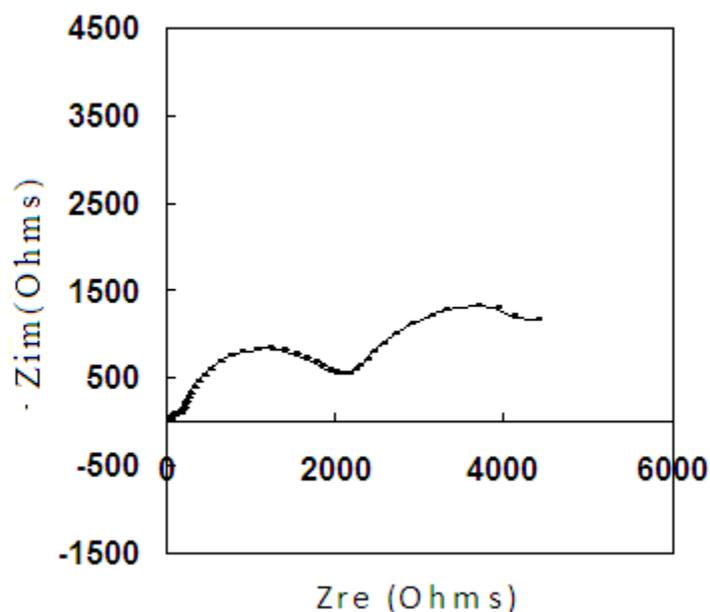


Figure (3.121) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (51 h après immersion) préparé par polissage mécanique

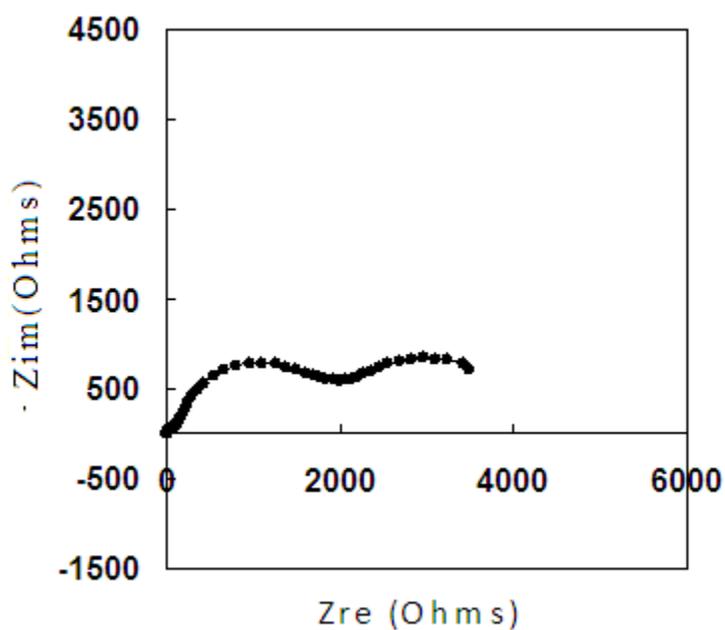


Figure (3.122) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (75 h après immersion) préparé par polissage mécanique

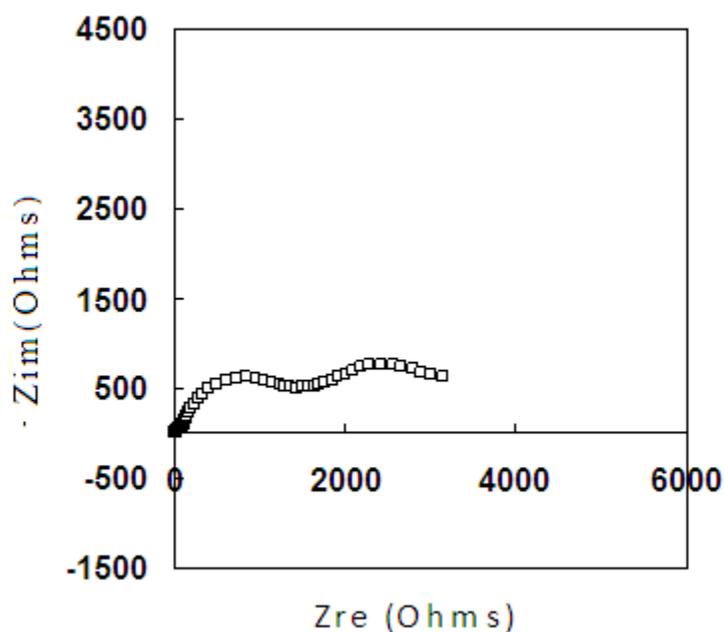


Figure (3.123) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (99 h après immersion) préparé par polissage mécanique

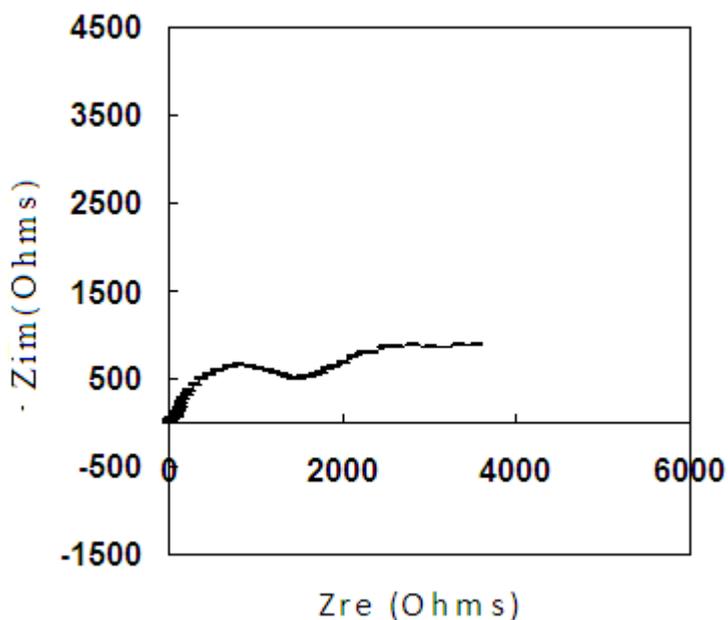


Figure (3.124) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (123 h après immersion) préparé par polissage mécanique

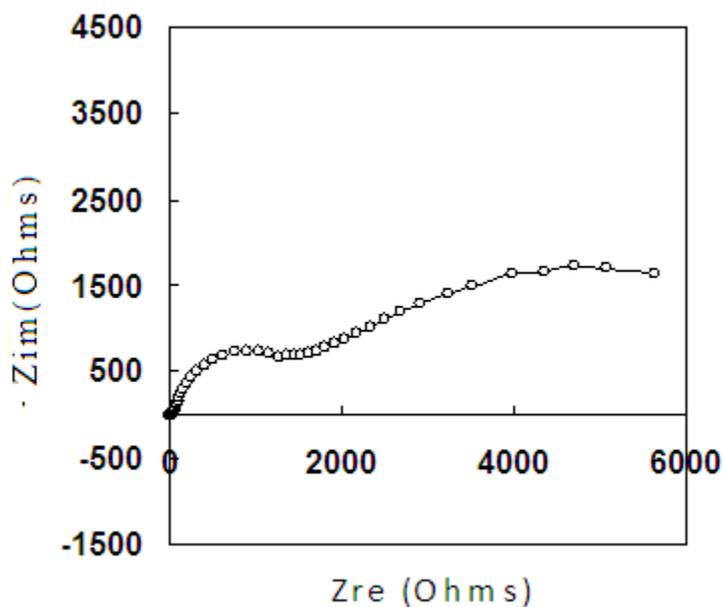


Figure (3.125) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (147 h après immersion) préparé par polissage mécanique

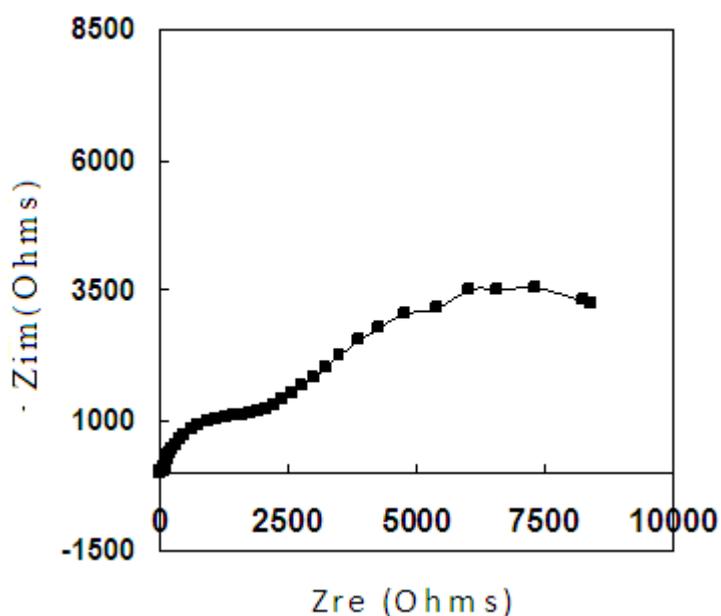


Figure (3.126) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

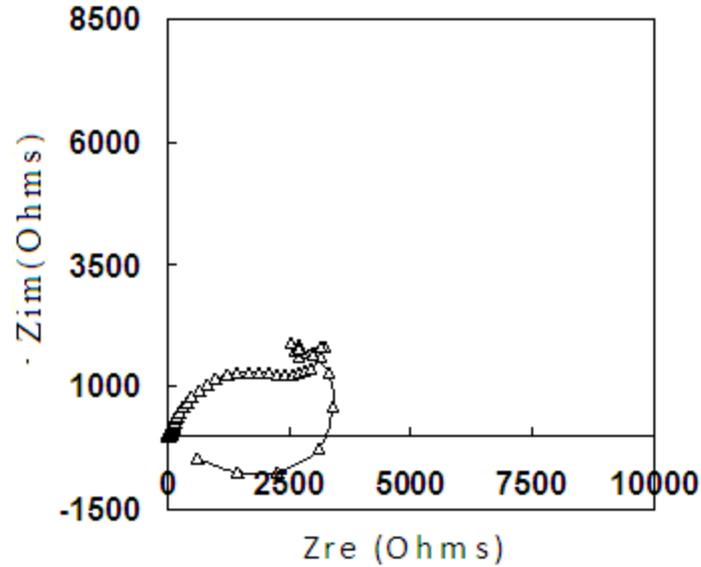


Figure (3.127) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (195 h après immersion) préparé par polissage mécanique

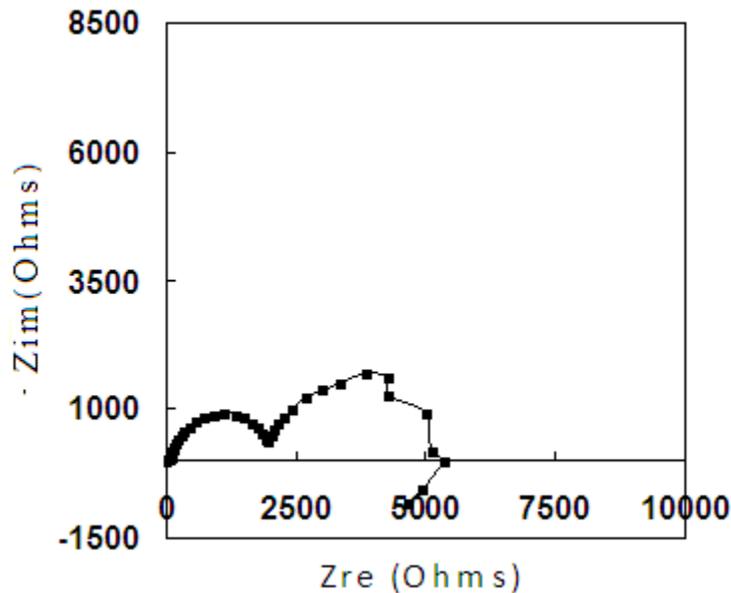


Figure (3.128) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 0 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (219 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.6 Résumé des caractéristiques électrochimique de l'échantillon 0.

Le tableau (3.6) montre l'effet mémoire des traitements thermomécaniques, écrouissage, vieillissement dynamique et restauration, recristallisation et recristallisation dynamique sur les caractéristiques électrochimiques de l'alliage AA5083-H321, ayant subi un traitement thermomécanique et un traitement de stabilisation dans l'industrie, et un

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

traitement thermique d'homogénéisation à 420°C pendant 1h 30 mn de maintien dans le laboratoire. Nous observons une différence significative entre les caractéristiques électrochimiques de l'échantillon 0 entre la face du laminage et la face perpendiculaire au laminage. La présence d'oxygène a aussi un l'effet important sur les caractéristiques électrochimiques du matériau.

Les tableaux (3.6-7) montre l'effet de la technique de préparation des échantillons pour les essais électrochimiques, soit par décapage électrochimique ou bien par polissage mécanique, sur les caractéristiques électrochimiques. Le polissage mécanique induit un écrouissage de la surface et écarte les caractéristiques électrochimiques du matériau de ces réelles caractéristiques, de ce fait il faut faire attention lors de la caractérisation chimique car la mise en service du matériau n'est jamais à l'état poli.

Polissage mécanique Face du laminage avec oxygène	Temps (jour)	$R_t(\Omega/cm^2)$	$C_d(\mu F/cm^2)$
	1	2600	3,9
8	36	11,08	
9	40	7,9	
15	240	0,833	
30	5000	200,29	
Polissage mécanique Face perpendiculaire au laminage avec oxygène	3h	410	7,97
	1+ 3h	240	16,08
	2+ 3h	210	18,31
	3+ 3h	180	21,374
	4+ 3h	114	21,32
	5+ 3h	104	23,37
	6+ 3h	74	20,69
	7+ 3h	100	19,30
	8+ 3h	114	16,9
	9+ 3 h	96	15,9
Polissage mécanique Face du laminage sans oxygène	3h	820	6,12
	1+ 3h	480	5,24
	2+ 3h	160	7,89
	3+ 3h	94	6,722
	4+ 3h	128	7,82
	5+ 3h	124	10,19
	6+ 3h	120	10,53
	7+ 3h	114	11,08
	8+ 3h	106	7,37

Tableau (3.6) caractéristiques électrochimiques de l'échantillon 0 préparé par polissage mécaniques

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

Décapage électrochimique Avec oxygène face du laminage	Temps (jour)	$R_t(k\Omega/cm^2)$	$C_d(\mu F/cm^2)$
	3h	1,2	50,50
	1+ 3h	4,3	22,44
	2+ 3h	4,5	21,44
	3+ 3h	4,4	21,93
	4+ 3h	4,8	20,10
	5+ 3h	5	19,3
	6+ 3h	4,7	16,37
	7+ 3h	2,7	22,59
	8+ 3h	1,3	18,7
Décapage électrochimique Sans oxygène face du laminage	3h	0,8	30,23
	1+ 3h	1	15,16
	2+ 3h	1,1	17,54
	3+ 3h	1,22	19,92
	4+ 3h	1,3	18,70
	5+ 3h	1,45	16,76
	6+ 3h	1,5	16,20
	7+ 3h	1,55	15,68
	8+ 3h	1,65	18,48

Tableau (3.7) caractéristiques électrochimiques de l'échantillon 0 préparé par décapage électrochimique

III.4.3.1.7 Echantillon 3 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figures (3.129-3.132) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 3 ayant subi un laminage à froid de 46% suite au recuit d'homogénéisation, préparé par polissage mécanique en présence d'oxygène, montrent durant les premiers jours de corrosion, la réponse en impédance se termine par une boucle inductive à des bases fréquences, les boucles ont une grande dimension, la résistance à la polarisation est petite. A partir du huitième jour la réponse devient purement capacitive et la résistance à la polarisation est grande.

Le phénomène constaté sur la courbe potentiel de la corrosion libre en fonction du temps et les courbes intensité- potentiel, concernant l'échantillon 3 s'est reproduit sur les courbes d'impédances, car pour cet échantillon il semble que le passage de l'état avec une dernière boucle inductive vers un état avec une dernière boucle capacitive (état de passivation) survient plutôt que les échantillons 0, 10,11.

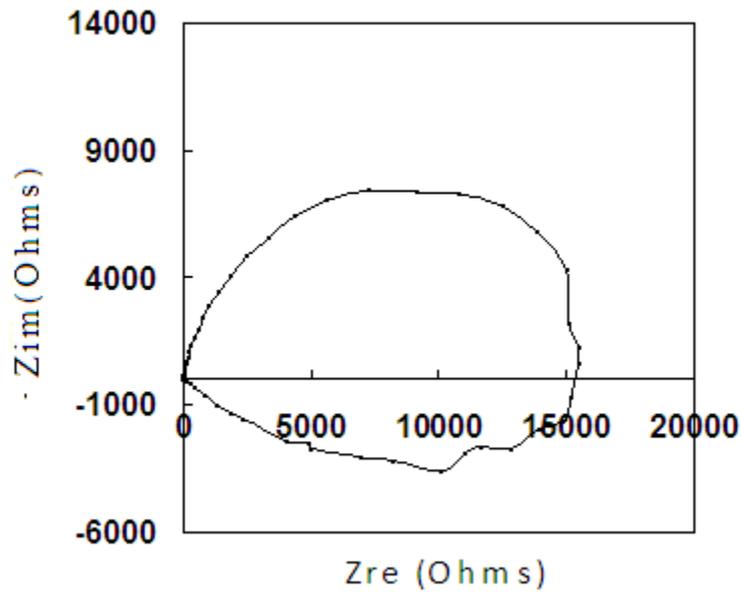


Figure (129) : Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 3 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

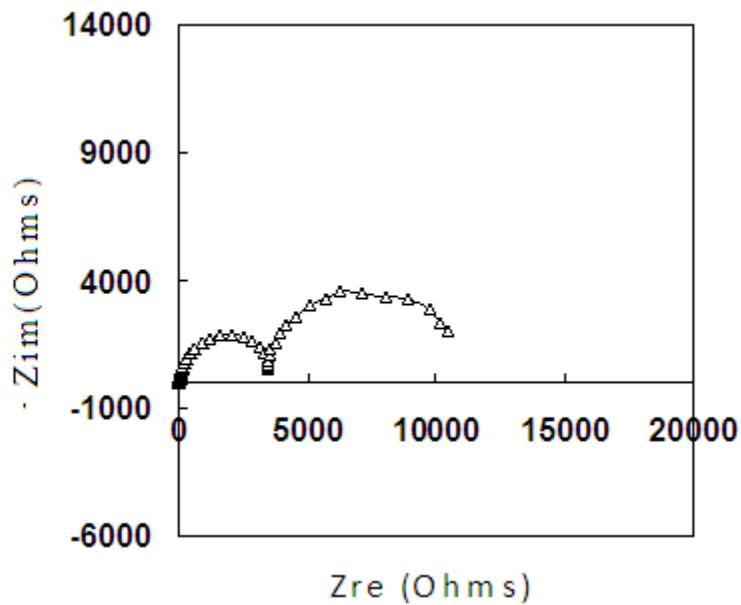


Figure (3.130) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 3 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

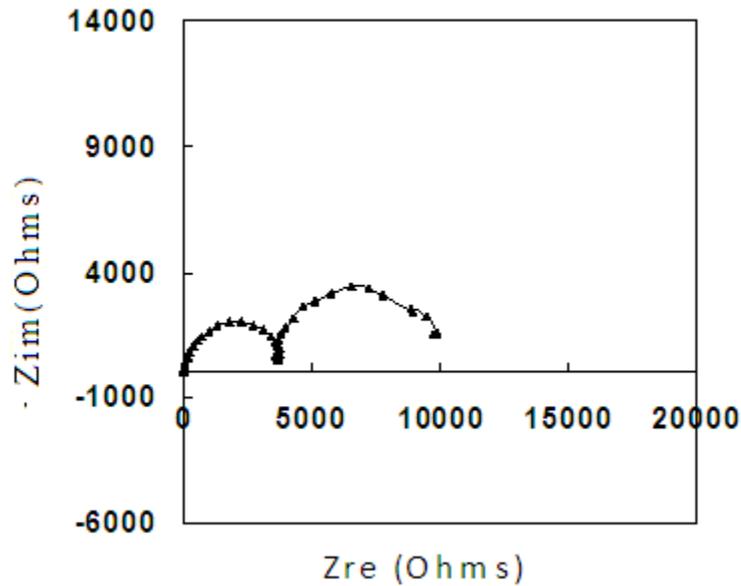


Figure (3.131) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 3 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

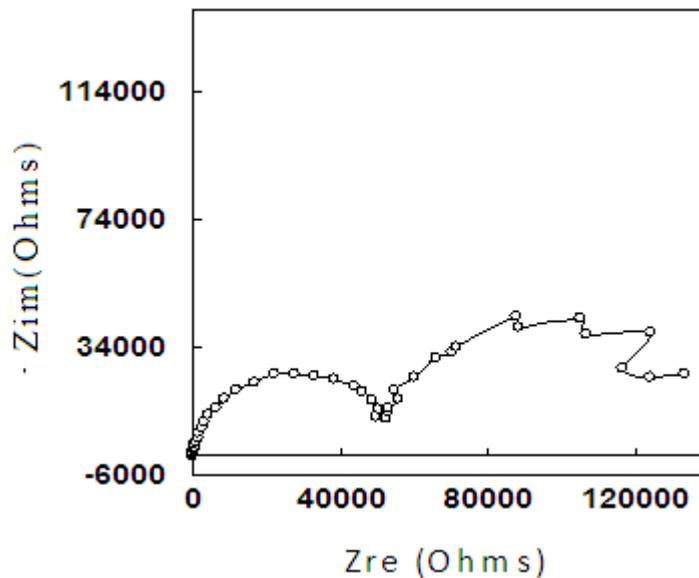


Figure (3.132) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 3 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.8 Echantillon 10 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figures (3.133-3.136), représentant la réponse en impédance de l'échantillon 10 ayant subi un laminage à froid de 92% suite au recuit d'homogénéisation, préparé par polissage mécanique en présence d'oxygène, montrent que durant les huit premiers jours de corrosion les courbes d'impédances se terminent par une boucle inductive à des bases

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

fréquences, les boucles et la résistance à la polarisation sont petites. A partir du neuvième jour la réponse devient purement capacitive avec une grande résistance à polarisation.

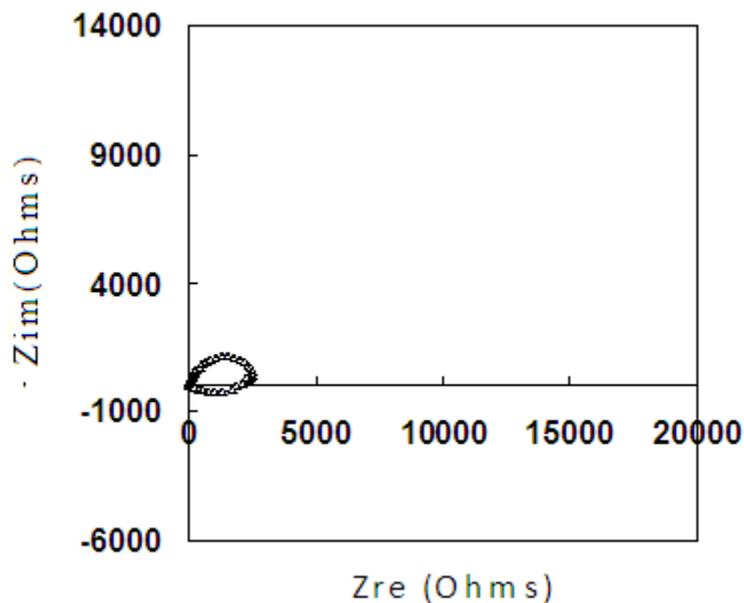


Figure (3.133) diagrammes de Nyquist pour l'échantillon 10 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

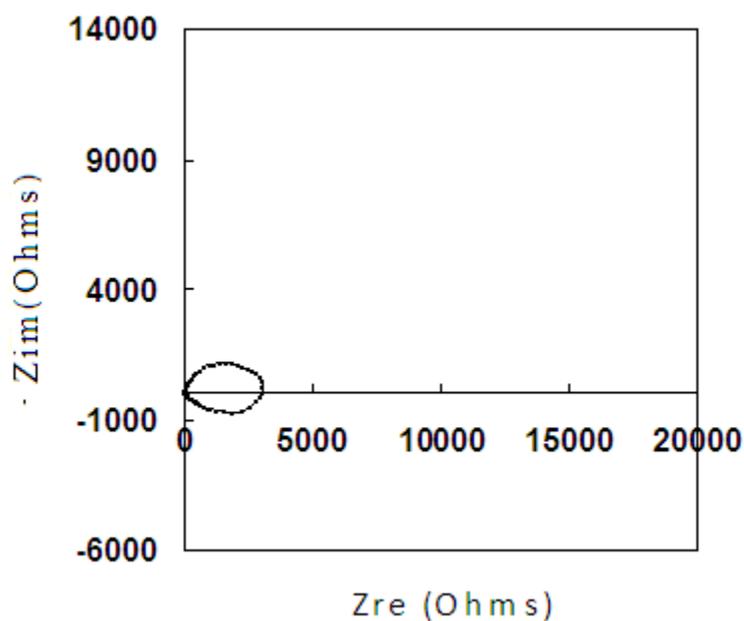


Figure (3.134) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 10 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

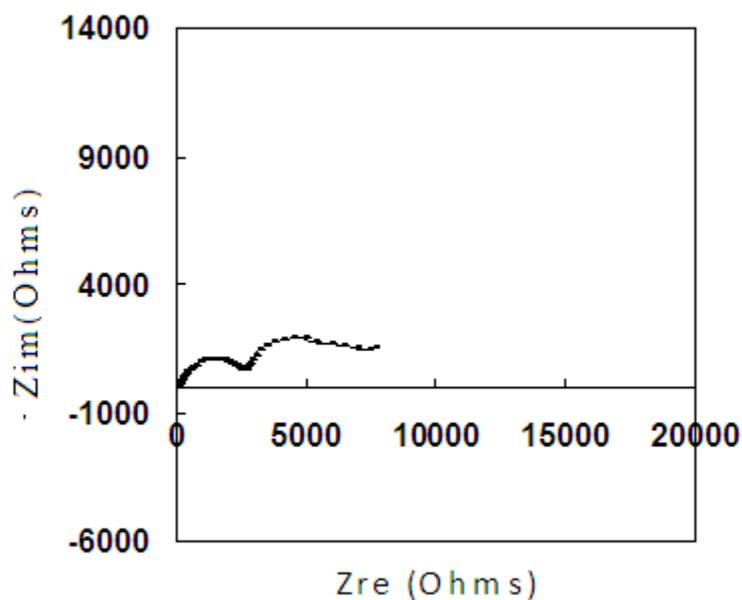


Figure (3.135) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 10 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

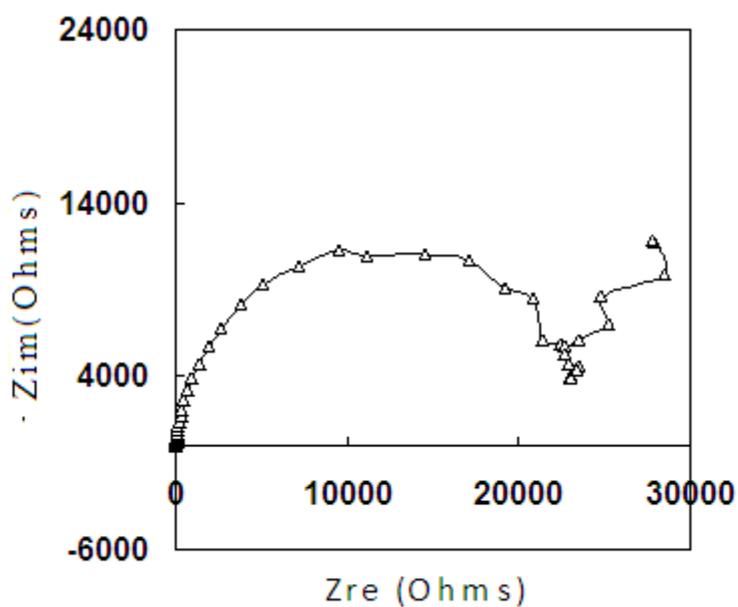


Figure (3.136) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 10 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.9 Echantillon 11 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figure (3.137-140) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 11 ayant subi un laminage à froid de 96%, suite au recuit d'homogénéisation, préparé par polissage mécanique en présence d'oxygène, montrent que les premiers jours de corrosion les courbes d'impédance se termine par une boucle inductive, ces boucles sont de grande dimension et la résistance à la polarisation de cette échantillon est petite. A partir du neuvième jour la réponse devient purement capacitive avec une grande résistance à polarisation.

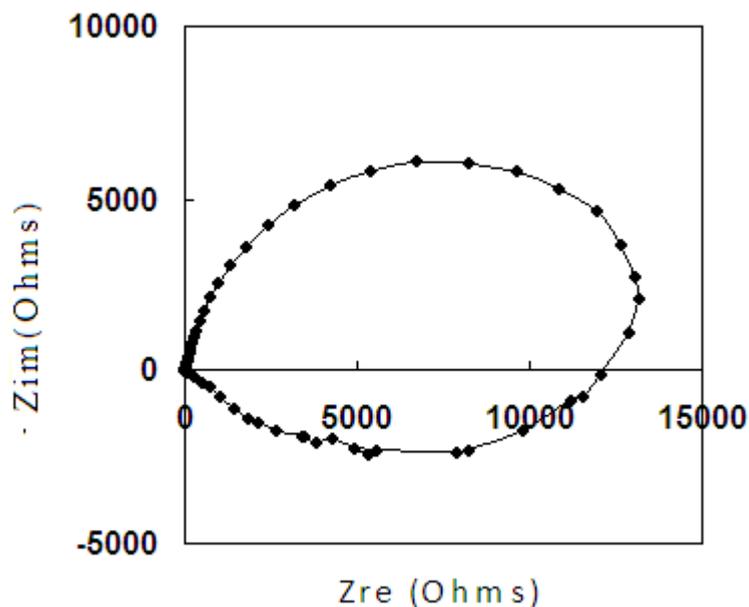


Figure (3.137) : Diagrammes de Nyquist pour l'échantillon 11 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3h après immersion) préparé par polissage mécanique

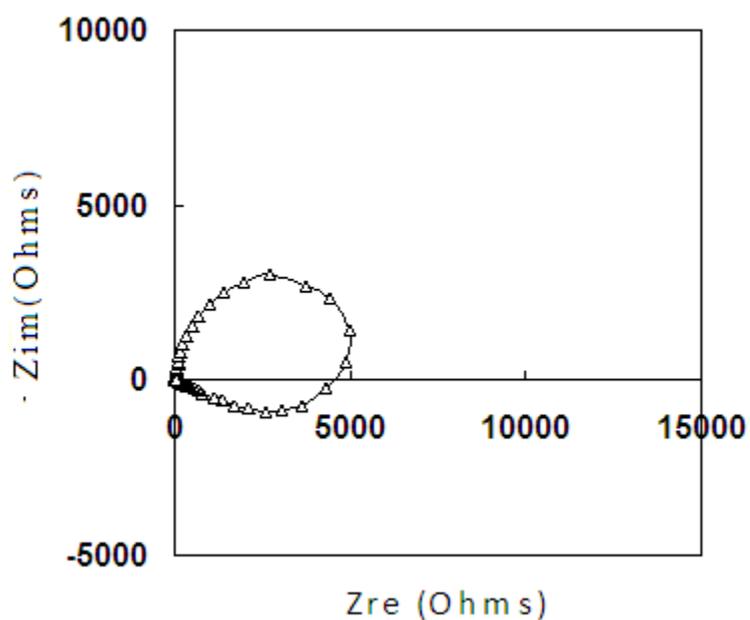


Figure (3.138) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 11 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

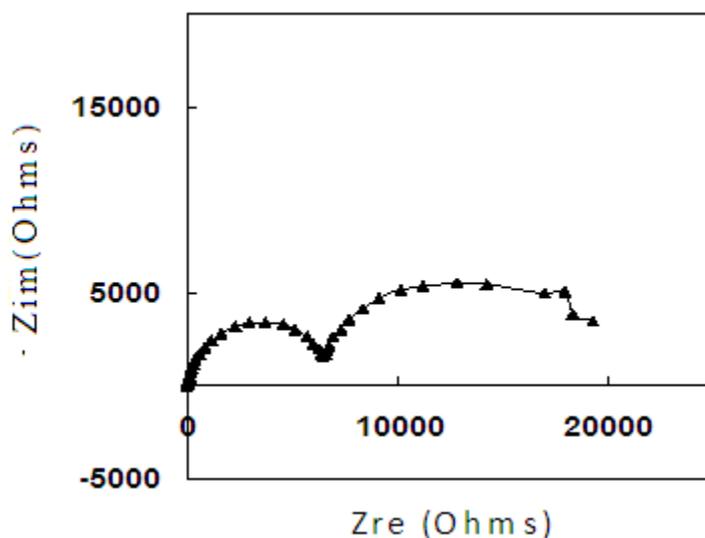


Figure (3.139) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 11 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

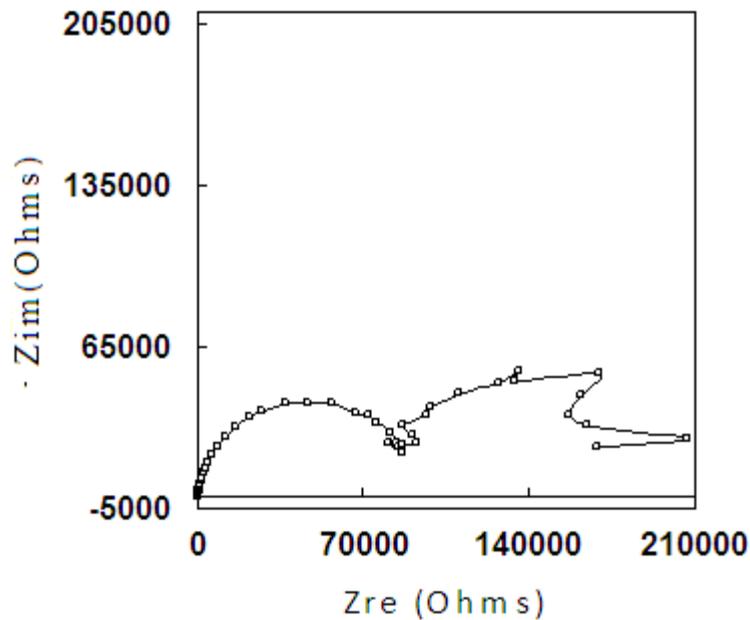


Figure (3.140) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 11 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3 .1.10 Courbes globales montrant l'effet du laminage à froid.

Les figure (3.141-3.142) montrent bien que du laminage à froid élimine une boucles sur la courbe d'impédance durant la première semaine de corrosion, et ceci quel que soit le taux d'écroutissage par le laminage à froid, après plusieurs semaines de corrosion, la cinétique de corrosion des échantillons laminés ou non laminés devient la même.

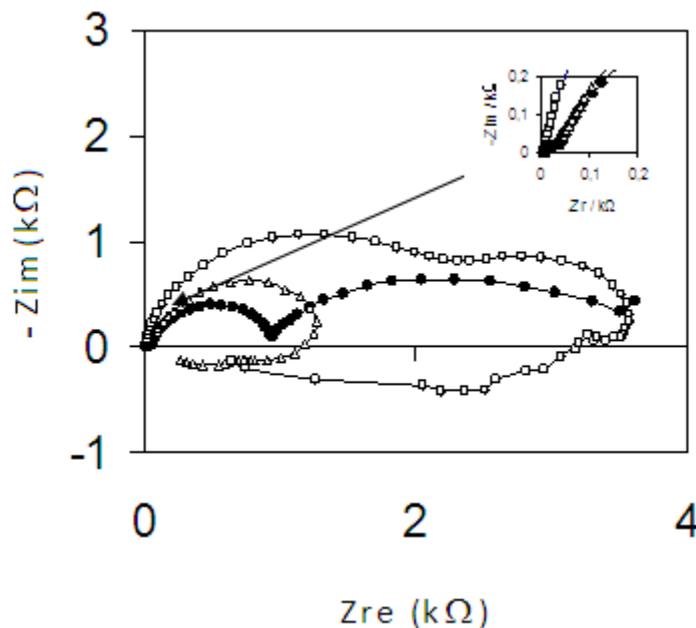
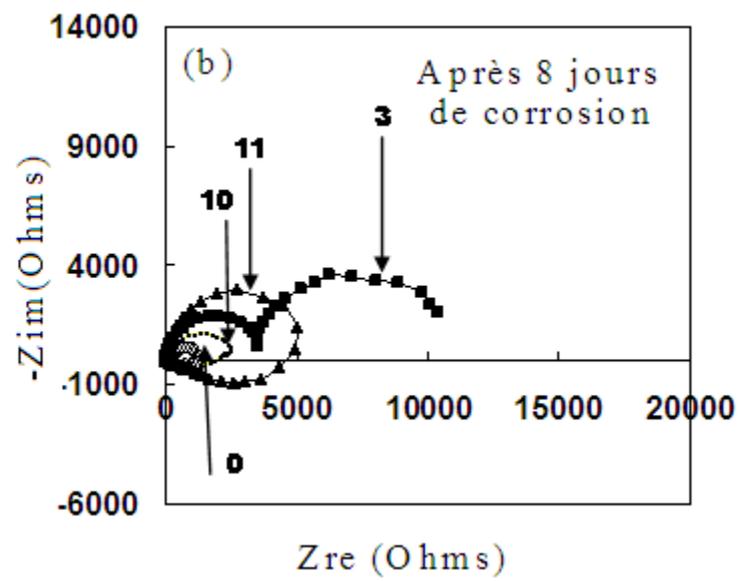
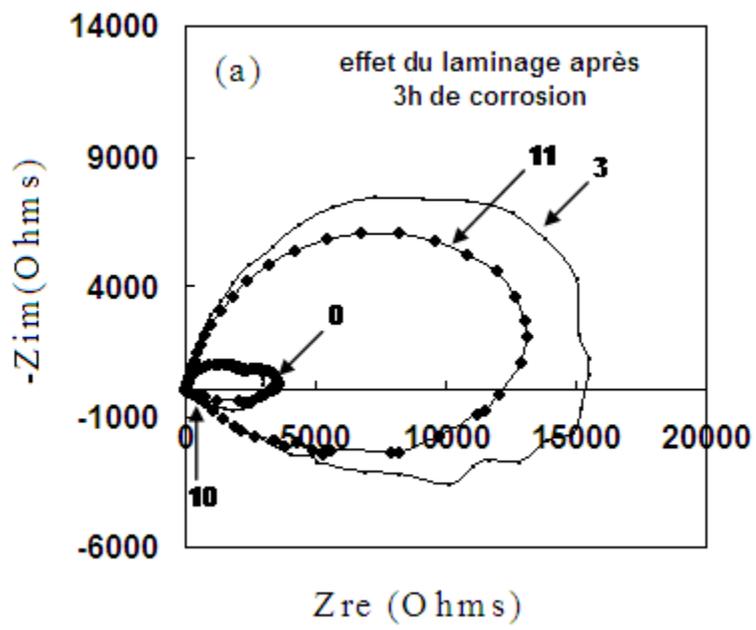


Figure (3.141) Diagramme de Nyquist global pour l'échantillon 0 en fonction du temps de corrosion



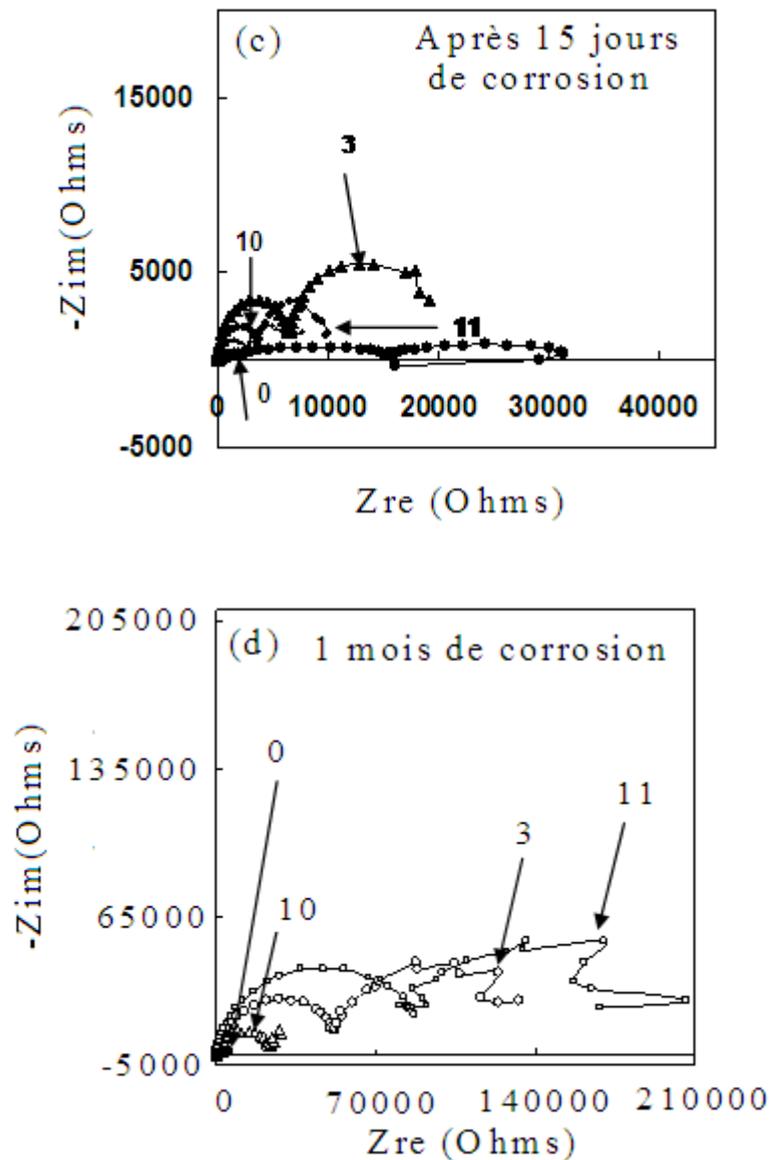


Figure (3.142) Effet du laminage à froid des échantillons 0, 3, 10,11 [(a)3 h, (b) 171h,(c)339 h, (d) 672 h]

III.4.3.1.11 effet du laminage à froid sur les caractéristiques électrochimiques.

Le tableau (3.8) montre que la résistance de transfert de charge augmente avec l'augmentation du taux de réduction par laminage à froid, celle-ci est importante après un mois de corrosion pour l'échantillon ayant subi un laminage à froid avec un fort taux de réduction, et la capacité de la double couche augmente avec l'introduction d'un laminage à froid allant jusqu'à 92% de réduction et puis diminue pour un taux de réduction supérieur à celui-ci, cette augmentation est peut être due à une recristallisation dynamique opérant à fort taux de réduction.

Echantillon	Temps(h)	$R_t(\Omega/cm^2)$	$C_d(\mu F/cm^2)$
0	3 h	2600	3,9
0	171 h	36	11,08
0	339 h	40	7,9
0	672 h	240	0,833
3	3 h	15492	6,46
3	171 h	3600	88,1
3	339 h	3800	83,4
3	672 h	58000	8,66
10	3 h	3100	10,23
10	171 h	2600	122
10	339 h	3100	128
10	672 h	26000	7,69
11	3 h	14000	5,68
11	171 h	5600	56,6
11	339 h	7600	83,1
11	672 h	100000	3,31

Tableau (3.8) Effet du laminage à froid sur les caractéristiques électrochimiques

III.4.3.1.12 Echantillon 5 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figures (3.143-3.146) représentant la réponse à l'impédance de l'échantillon 5 ayant subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire, de 30mn de maintien à la température de 250°C à 61% de réduction suite au recuit d'homogénéisation, préparé pour les essais de la corrosion, dans une solution aérée, par polissage mécanique, montrent que la courbe d'impédance de cette échantillon durant les premiers jours de corrosion se termine par une boucle inductive à des basses fréquences, les boucles sont de grande dimensions, la résistance à la polarisation est petite. Le huitième jour, la réponse en impédance devient capacitive, et le neuvième jour, la réponse devient inductive.

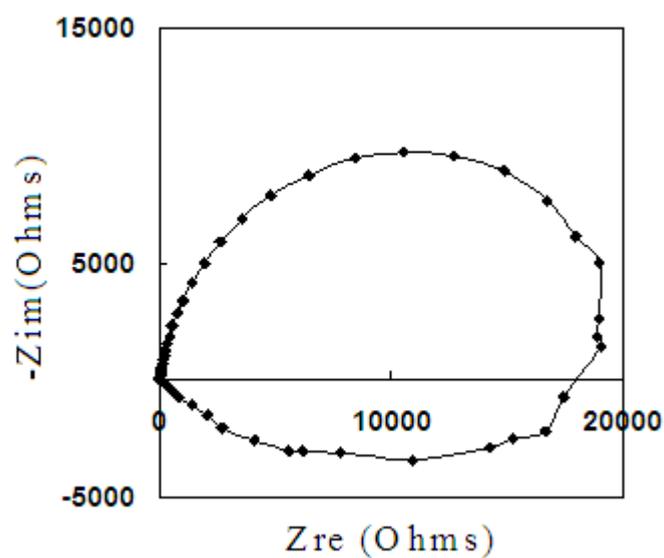


Figure (3.143) Diagrammes de Nyquist pour l'échantillon 5 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

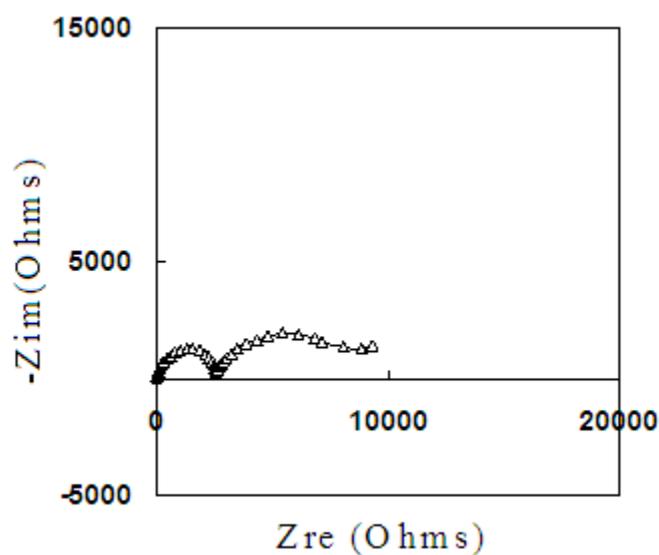


Figure (3.144) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 5 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

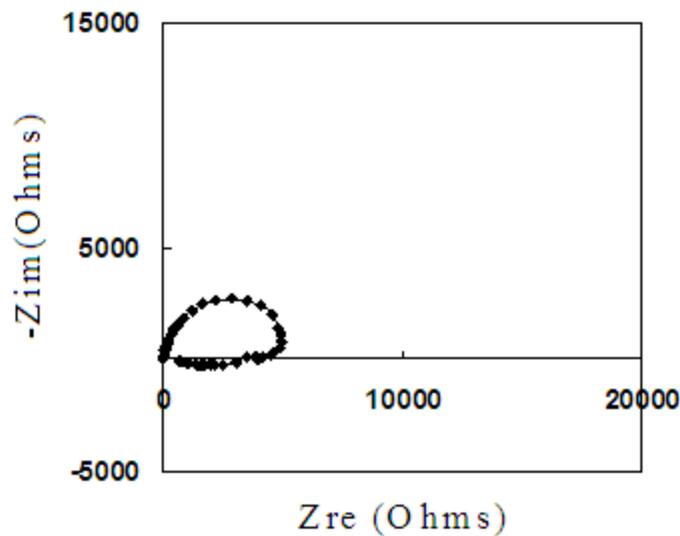


Figure (3.145) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 5 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

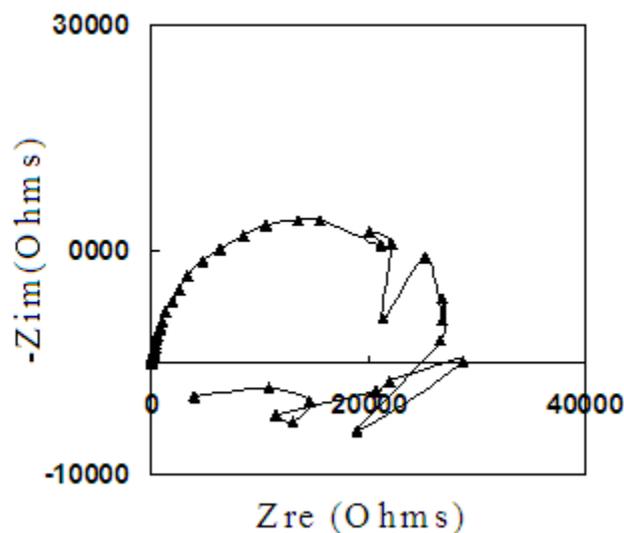


Figure (3.146) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 5 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.13 Echantillon 6 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figures (3.147-150) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 6 ayant subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire, de 60 mn de maintien à la température de 250°C à 61% de réduction suite au recuit d'homogénéisation, préparé pour les essais de la corrosion, dans une solution aérée, par polissage mécanique, montrent que la réponse en impédance de l'échantillon durant les sept premiers jours de corrosion se termine par une boucle inductive pour les basses fréquences, les boucles sont de grande dimension et la résistance à la polarisation est petite. A partir du huitième jour la

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

réponse devienne purement capacitive avec une grande résistance à polarisation, donc cet échantillon se passive plus tôt que les autres. Ceci peut être dû à recristallisation fine durant le recuit intermédiaire figure (3.15).

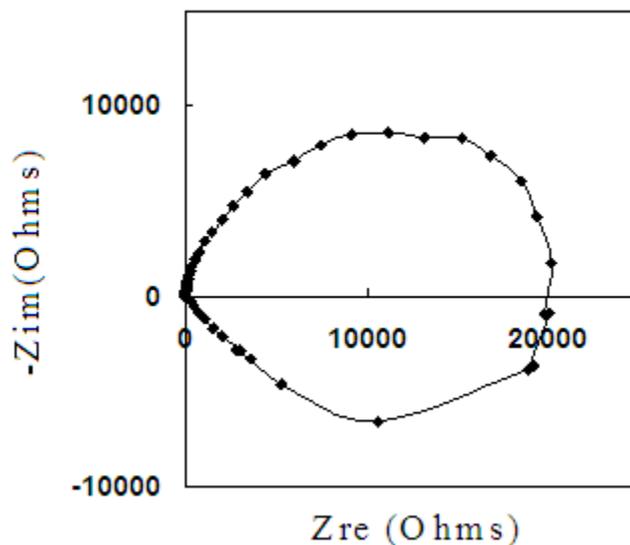


Figure (3.147) Diagrammes de Nyquist pour l'échantillon 6 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

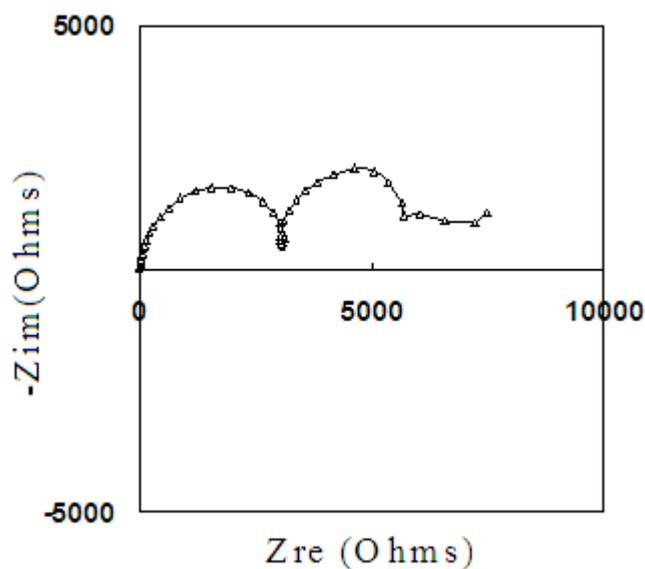


Figure (3.148) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 6 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

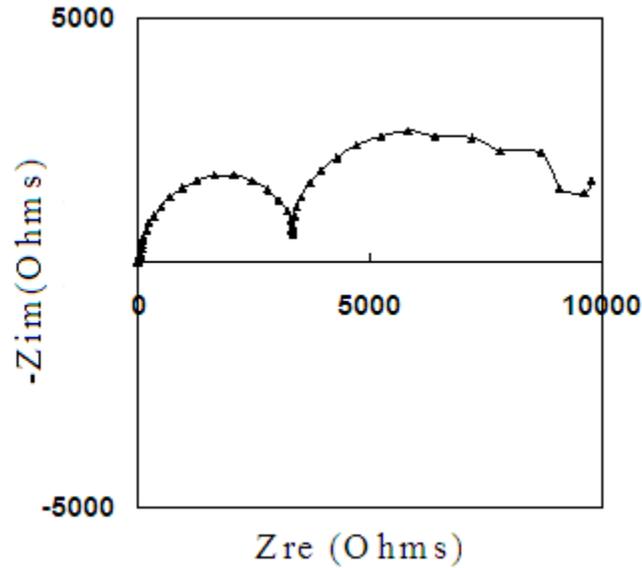


Figure (3.149) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 6 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

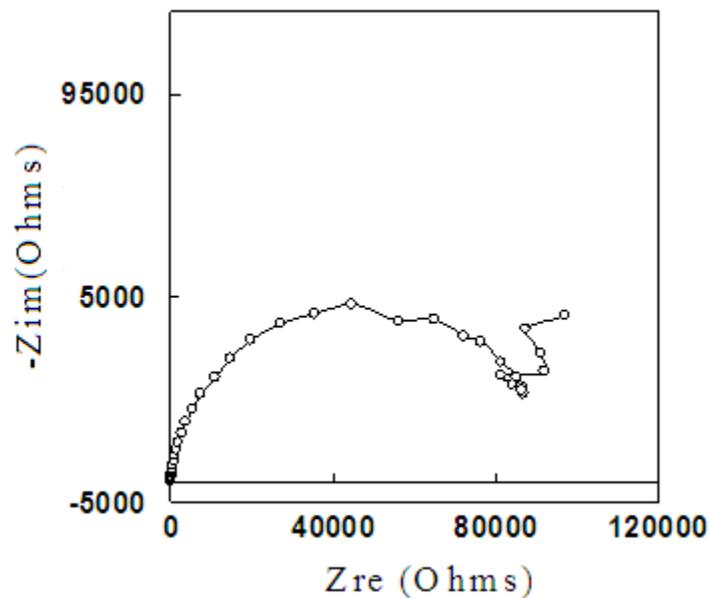


Figure (3.150) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 6 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.15 Echantillon 7 en présence d'oxygène préparé par polissage mécanique.

Les figure (3.151-3.154) représentant la réponse en impédance de l'échantillon 7 subi un laminage à froid de 92% de réduction avec un recuit intermédiaire, de 120 mn de maintien à la température de 250°C à 61% de réduction suite au recuit d'homogénéisation, préparé pour les essais de la corrosion, dans une solution aérée, par polissage mécanique, montrent que la réponse en impédance de l'échantillon durant les premiers jours de corrosion

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

se termine par une boucle inductive à des basses fréquences, les boucles sont de grande dimension, la résistance à la polarisation est petite. A partir du neuvième jour la réponse devienne purement capacitive avec une grande résistance à polarisation nous tenons à signaler que la granulométrie de cet échantillon à grossit avec le prolongement du recuit intermédiaire (figure (3.17)).

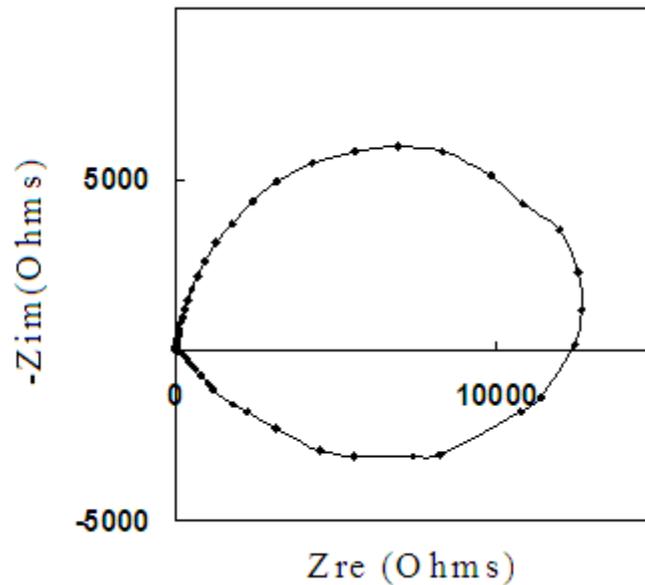


Figure (3.151) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 7 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (3 h après immersion) préparé par polissage mécanique

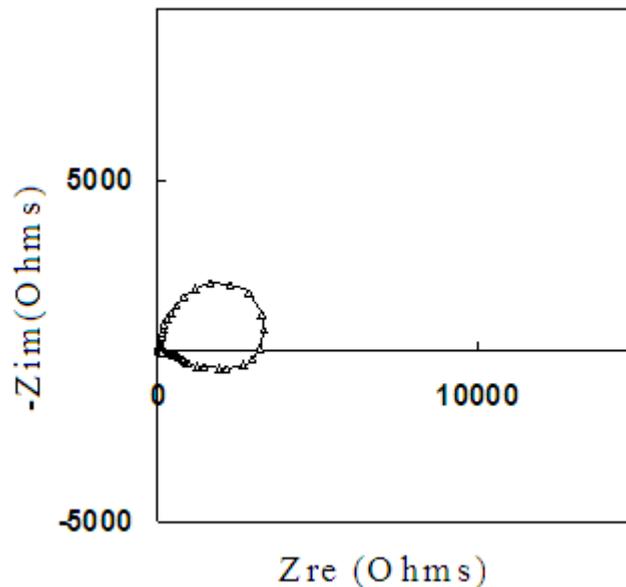


Figure (3.152) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 7 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (171 h après immersion) préparé par polissage mécanique

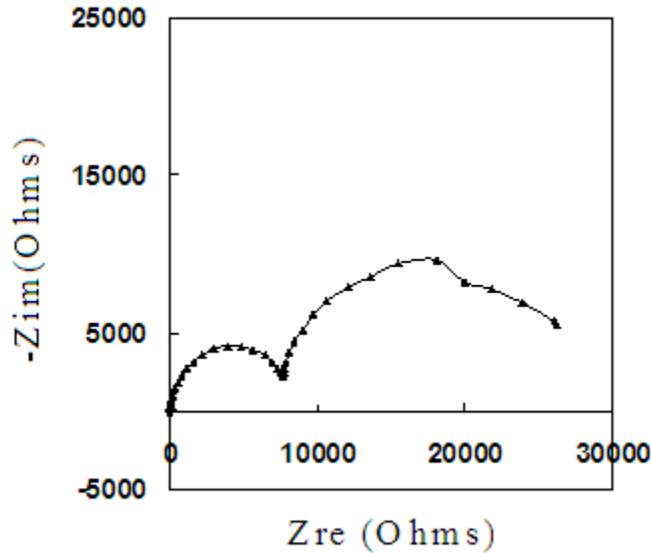


Figure (3.153) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 7 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (339 h après immersion) préparé par polissage mécanique

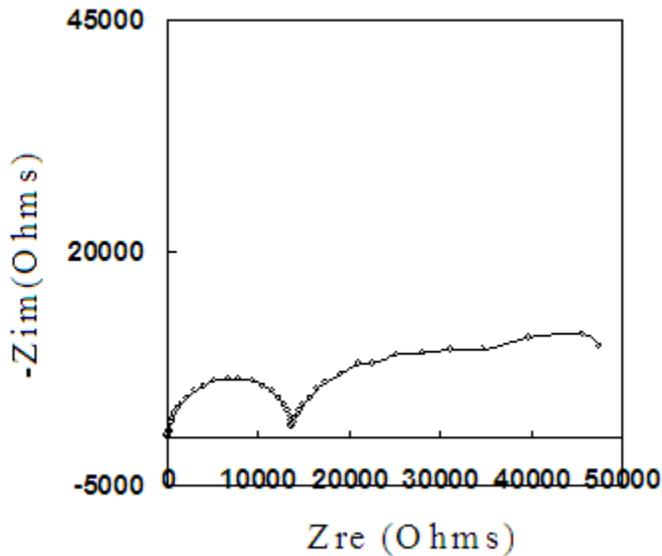


Figure (3.154) Diagramme de Nyquist pour l'échantillon 7 en présence d'oxygène dans une solution de 3% de NaCl (672 h après immersion) préparé par polissage mécanique

III.4.3.1.1.5 Courbes globales montrant l'effet du laminage à froid.

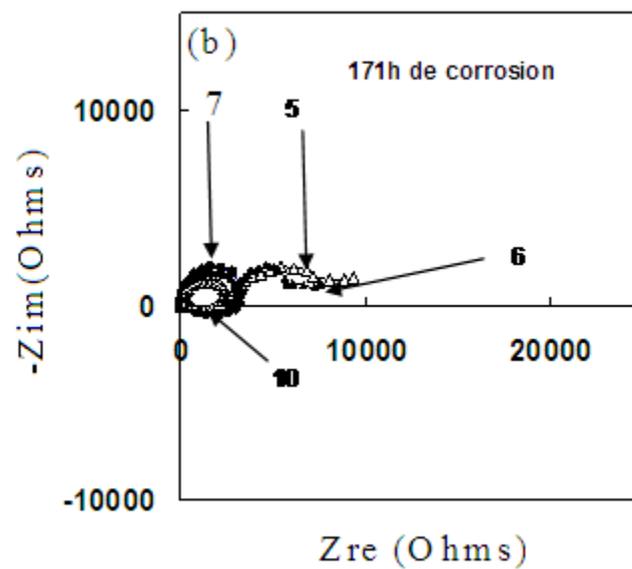
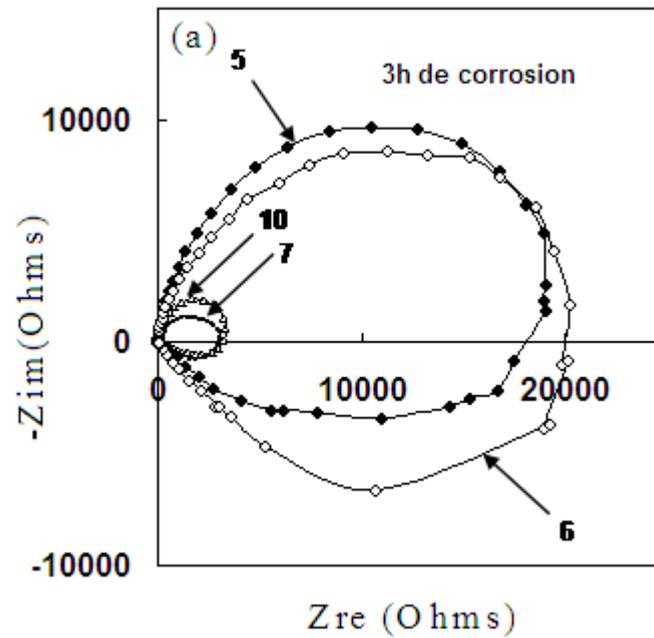
La figure (155) montrent que de boucle inductive sur les courbes d'impédance des échantillons ayant subies un recuit intermédiaire existe jusqu'au huitième jour sauf pour l'échantillon 6.

La figure. 3.155 montrent bien que la boucle supprimée par le laminage à froid est toujours inexistante.

Pour les échantillons ayant subis des traitements thermomécaniques, le passage de la réponse en impédance d'un état comportant une partie inductive, vers l'état purement capacitif a été observé plutôt (le huitième jour) uniquement pour l'échantillon (6) ayant subi

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

un recuit intermédiaire de 1 heure permettant d'avoir une recristallisation un prolongement de ce temps fait grossir les grains et retarde le passage de l'état comportant une partie inductive vers l'état capacitif.



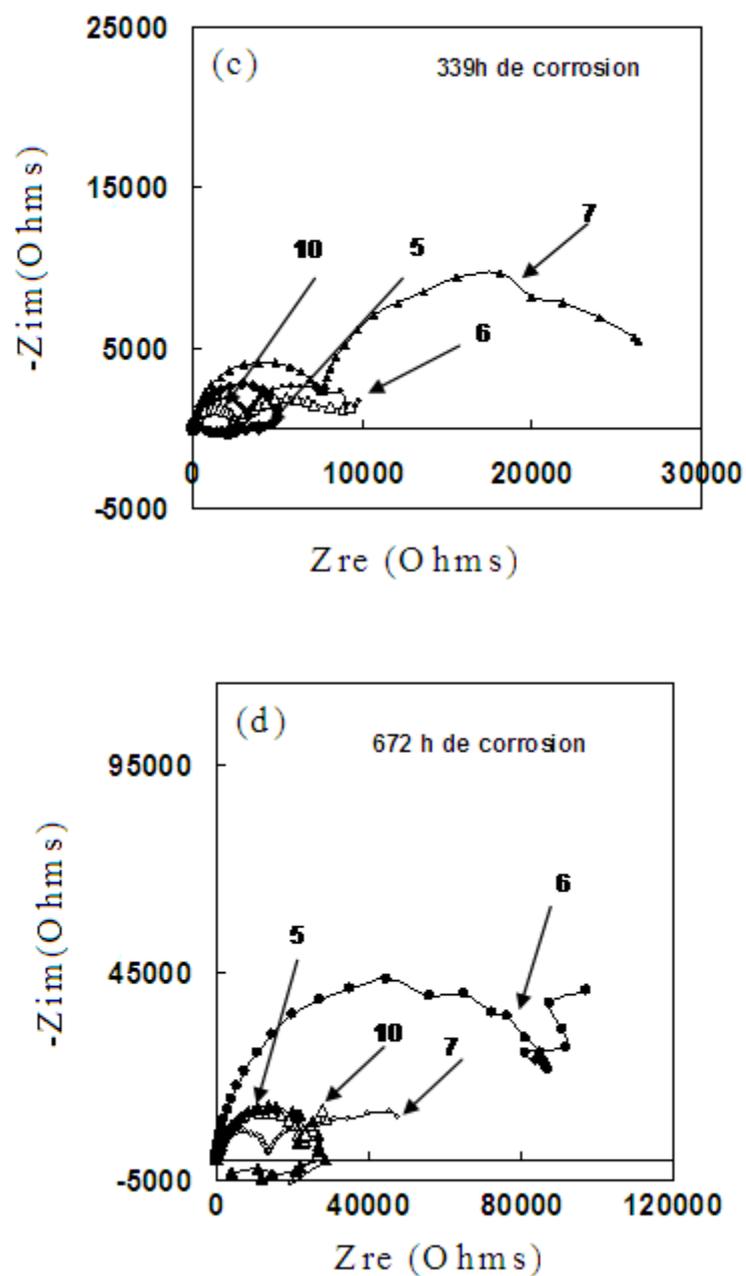


Figure (3.155) Effet du recuit intermédiaire sur la cinétique de corrosion des échantillons 5, 6, 7,10 (3h ,171 h, 339 h, 672 h)

III.4.3.16 Effet du recuit intermédiaire sur les caractéristiques électrochimiques.

Le tableau (3.9)] montre que le recuit intermédiaire augmente la résistance de transfert de charge et diminue la capacité de la double couche.

Echantillon	Temps(h)	$R_t(\Omega/cm^2)$	$C_d(\mu F/cm^2)$
10	3 h	3100	10,23
10	171 h	2600	122
10	339 h	3100	128
10	672 h	26000	7,69
5	3 h	20000	6,31
5	171 h	2600	61,2
5	339 h	5200	61
5	672 h	30000	10,5
6	3 h	21000	7,58
6	171 h	3200	99,1
6	339 h	3500	90,6
6	672 h	100000	6,31
7	3 h	13000	6,12
7	171 h	3500	57,1
7	339 h	8200	77
7	672 h	14000	1,13

Tableau (3.9) Effet du recuit intermédiaire sur les caractéristiques électrochimiques

III.5 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimiques après traitements thermomécaniques.

III.5.1 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimique après le laminage à froid sans recuit intermédiaire.

Après introduction du laminage à froid la totalité des propriétés de résistances mécaniques augmentent, l'augmentation du taux de réduction, la plasticité et de ductilité démunie, le coefficient d'écroutissage diminue et le coefficient d'anisotropie diverge de la valeur du coefficient à l'état isotrope, la résistance à la corrosion diminue, la résistance à la polarisation diminue, et la cinétique de corrosion change et la partie inductive sur la courbe d'impédance dure plus longtemps. La sensibilité à la corrosion localisée, l'anisotropie des propriétés mécaniques et chimiques, la texture de déformation et un pic de frottement intérieur s'installent, la forme des grains est allongé dans la direction du laminage, la corrosion localisée se fait dans la direction du laminage, les particules intermétalliques se fragmente, ce cisaille et donne naissance à des pores qui peuvent jouer le rôle de

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

microcrevasse et se distribuent dans la direction du laminage, la densité des dislocations augmente, le réseau cristallin est comprimé, la déformation provoque un vieillissement dynamique et un grand taux de déformation provoque une recristallisation dynamique.

De ces faits nous pouvons dire que le laminage à froid provoque des modifications dans la microstructure et la structure, qui sont les raisons du changement des propriétés mécaniques et chimiques de l'alliage.

III.5.2 Corrélation entre les propriétés mécaniques, microstructurale et chimique après le laminage à froid avec recuit intermédiaire.

L'introduction d'un recuit intermédiaire au cours du laminage à froid provoquant une restauration et une recristallisation, améliore la plasticité, la ductilité, l'isotropie des propriétés mécaniques, diminue les propriétés de résistance mécanique, le coefficient d'érouissage augmente, diminue les valeurs de frottement intérieur et déplace la position du pic du frottement intérieur, le nombre de défauts linéaire et ponctuels décroît, mais la surface des joints des grains augmente, la cinétique de corrosion change et la partie inductive sur la courbe d'impédance dure moins longtemps, la morphologie de la corrosion reste inchangé.

III.6 Conclusion.

On peut résumer les résultats obtenus comme suit :

Les propriétés physico-chimiques des alliages Al-Mg sont contrôlées par l'histoire thermomécanique du matériau agissant directement sur la forme, la taille des grains et des particules intermétalliques, les défauts de la structure et les paramètres du réseau.

Le recuit d'homogénéisation élimine les propriétés mécaniques et structurales de l'alliage d'aluminium 5083-H321, mais ne modifie pas les propriétés chimiques. Il permet d'améliorer le matériau vers un état isotrope et donne naissance à une corrosion généralisée.

Le laminage à froid provoque une fragmentation et une dispersion des particules intermétalliques, un allongement des grains dans la direction du laminage, l'augmentation de la densité des dislocations, un changement de la morphologie de la corrosion, un érouissage, une accumulation de contraintes résiduelles du matériau et une anisotropie.

Un fort taux de laminage (92%-96%) provoque une restauration dynamique et amorce la recristallisation dynamique.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

Un recuit intermédiaire au laminage à froid adoucit le matériau et influe sur la cinétique de la corrosion. Il déplace le pic du frottement intérieur, modifie certaines propriétés du matériau vers un état isotrope, permet l'obtention d'une texture moins marquée obtenue après un laminage à froid pur.

CHAPITRE IV

MODELISATION DE LA CINETIQUE DE LA CORROSION (EIS) ET APPROCHE DU CIRCUIT ELECTRIQUE DE L'ALLIAGE AA5083-H321 (DANS UNE SOLUTION DE 3% DE NaCl)

CHAPITRE IV : MODELISATION DE LA CINETIQUE DE LA CORROSION (EIS) ET APPROCHE DU CIRCUIT ELECTRIQUE DE L'ALLIAGE AA5083-H321 (DANS UNE SOLUTION DE 3% DE NaCl)

Le comportement à la corrosion de l'aluminium diffère du comportement de ses alliages, et le comportement de l'alliage d'aluminium-magnésium varie avec le type de traitement et prétraitement préalable appliqué. Ceci-dit nous pouvons dire qu'il ya un rôle très important de la microstructure sur le processus et la cinétique de la corrosion quelque soit sa morphologie (généralisé ou bien localisée) par exemple la sensibilité d'un précipité par rapport au reste de la matrice peut être évalué et simulé en tenant compte du processus de couplage galvanique et de transport des espèces, grâce à l'évolution récente d'un ensemble de techniques et de méthodes d'analyse chimique, électrochimiques et électriques dont la résolution spatiale est adapté à l'échelle micronique qui caractérise la microstructure des alliages métalliques [OLT09].

L'aluminium est un matériau attrayant grâce à sa faible densité et sa passivation (tendance à former une couche d'oxyde naturel qui lui attribue une protection vis –à-vis la corrosion). Toute fois les propriétés mécaniques de l'aluminium ne lui permettent pas d'être utilisé comme matériau structural. Par une addition d'éléments d'alliages telle que le cuivre, le zinc, le magnésium, le manganèse...etc pour l'aluminium pur les alliages d'aluminium peuvent être produit, ces derniers sont largement utilisés dans l'industrie, en raison de leurs faible densité et de leurs grandes résistance mécaniques ainsi que une bonne résistance à la corrosion uniforme.

Toute fois les alliages sous forme de tôles mince présentent une faible résistance contre l'attaque localisée et en particulier à la piqûration dans les solutions contenant des chlorures en raison de la présence d'une ou plusieurs autres phases sous forme de particules intermétalliques (de forme et de taille variable) aux joints des grains ou bien dans le volume des grains (continues ou bien discontinues) et avec un état de contraintes spécifique contenant ou non des porosités favorisant encore plus l'amorçage de la corrosion dans l'alliage.

IV.1 Etude de spectroscopie d'impédances électrochimiques des alliages d'aluminium.

En raison de l'application répandue de l'aluminium et de ses alliages au cours des 50 dernières années, des études sur la résistance à la corrosion et la protection de ces matériaux sont devenus de plus en plus importants. La spectroscopie d'impédance électrochimique s'est

avérée être un outil puissant pour ces études, fournissant des informations sur les mécanismes de la passivation et de la corrosion localisée.

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une méthode qui permet de séparer les contributions des différents phénomènes chimiques et électrochimiques se déroulant à l'interface métal solution, métal oxyde, oxyde solution en tenant compte de tout les composant de la surface du matériau.

Cette méthode consiste à surimposer un signal sinusoïdal de fréquence variable et de faible amplitude, à la valeur de tension appliquée ou naturelle à l'électrode de travail, puis d'analyser la réponse en courant du système en fonction de la fréquence. Les différents types de réponse en fonction de la fréquence permettent alors de séparer les processus élémentaires.

D'un point de vue expérimental, la précision et la commodité de la mesure déterminent le signal perturbateur le plus approprié. Cependant, étant donné l'appareillage de mesure disponible sur le marché, l'analyse à l'aide d'un signal sinusoïdal e révèle souvent la plus adéquate pour les études électrochimiques.

L'impédance de l'interface électrochimique $Z(W)$ est un nombre complexe qui peut être représenté soit en coordonnées polaires, soit en coordonnées cartésiennes (ReZ , ImZ).

Deux types de tracés sont utilisés pour décrire ces relations :

- Le tracé dans le plan complexe plan de Nyquist,
- Le tracé dans le plan de Bode.

Dans le tracé de Nyquist chaque point correspond à une fréquence donnée du signal d'entrée. Tandis que le tracé dans le plan de Bode permet d'observé les variations de du module de l'impédance (Z) en fonction du logarithme décimale de la fréquence d'une part, le déphasage en fonction du logarithme décimale de la fréquence d'autre part. C'est grâce à ces configurations précises que nous pouvons modéliser et compter le nombre d'étapes mises en jeu dans du mécanisme de la corrosion, ainsi que leurs représentation par un circuit électrique. L'admittance Z^{-1} peut être aussi analysée de la même façon.

Il est important de bien préciser le rôle des circuits électriques et il est aussi important de connaître l'équation de la cinétique de corrosion pour pouvoir prédire l'évolution de cette dernière, ils interviennent comme intermédiaire de calcul destinés pour faciliter l'obtention des constantes de la cinétiques de la corrosion et la prévision de l'évolution des diagrammes d'impédance.

L'analyse en fréquence de l'impédance électrochimique permettra de différencier les divers phénomènes élémentaires en fonction de leurs fréquences caractéristique (ou

constants de temps) et l'effet de tout les constituant du matériau (la couche d'oxyde, les particules intermétallique, les porosités, les défauts microscopiques l'orientation et la taille ainsi que la forme des grains). Les phénomènes électrochimiques rapides (transfert de charges) sont sollicités dans le domaine de hautes fréquences, tandis que les phénomènes lents (diffusion, adsorption) se manifestent dans les domaines de basses et moyenne fréquences [GAB98].

IV.2 Conditions d'utilisation et limites de la spectroscopie d'impédance électrochimiques.

Les seules conditions de l'étude par spectroscopie d'impédance sont la linéarité et la stationnarité du système électrochimique. La linéarité est vérifiée dans les conditions d'étude, en comparant la réponse des différentes fréquences pour des excitations d'amplitude croissantes. En effet, dans le cas de systèmes linéaires la fonction de transfert est indépendante de l'amplitude du signal d'excitation.

La stationnarité est vérifiée par le contrôle avant et après chaque mesure, de la constance de courant et du potentiel [OLT09].

IV.3 Démarche à suivre pour l'analyse des spectres d'impédances.

La procédure générale de l'exploitation des diagrammes expérimentaux peut être résumée de la façon suivante : les paramètres cinétiques qui interviennent dans le mécanisme postulé pour le système considéré sont introduits directement dans l'expression théorique de l'impédance, puis la valeur des paramètres est ajustée par comparaison des courbes simulées aux courbes expérimentales.

Cette méthode s'avère souvent longue et pénible, notamment lorsque le nombre de paramètres à faire varier est élevé. L'emploi de calculateurs puissants et de programmes adaptés facilite la procédure d'ajustement.

Une amélioration possible de cette démarche consiste à décomposer l'expression mathématique de l'impédance électrochimique en éléments de circuits électriques : selfs (bobines), capacités, résistances et éventuellement impédance de diffusion. L'impédance électrochimique devient alors équivalente à l'impédance d'un circuit électrique dont les composants sont fonction des différentes constantes cinétiques.

La variation de ces paramètres électriques entraîne une évolution de la forme du diagramme d'impédance facile à prévoir et limitée à un petit domaine de fréquence, à condition toutefois d'utiliser des circuits électriques adaptés.

Il existe une seconde démarche qui consiste à imaginer, à partir de l'allure de diagrammes expérimentaux, un schéma électrique équivalent, qui par simulation permet d'obtenir des grandeurs électriques caractéristiques. Cette manière de procéder est dangereuse car on ne peut, à priori, attribuer aucun sens physique à une grandeur électrique ainsi déterminée. A une même impédance, il est d'ailleurs possible de faire correspondre plusieurs circuits électriques équivalents.

La plupart des travaux de la spectroscopie d'impédances électrochimiques utilisent le concept de circuit équivalent.

L'approche la plus courante pour l'analyse de données d'EIS consiste en déconvolution d'un spectre particulier afin de choisir un circuit équivalent qui adapte les données ou bien l'utilisation de circuit équivalent ajusté (proche du diagramme expérimentale) proposé par la littérature afin d'approcher l'impédance obtenue expérimentalement [FER], [GAB98].

Les procédures de d'ajustement deviennent fréquemment utilisables, il y a une tendance d'accepter n'importe quel circuit qui adapte les données d'EIS, sans se soucier de la signification physique du circuit [FER], [GAB98].

Ainsi, les circuits équivalents présentés dans la littérature manquent souvent d'une signification physique [FER], [GAB98].

Dans ce chapitre nous donnerons quelques exemples d'application du circuit équivalent pour l'étude de la corrosion de l'aluminium et ses alliages.

IV.4 Le concept.

En principe, n'importe quelle cellule électrochimique peut être représentée par un modèle électrique ;

Ce modèle est un circuit électrique, fondamentalement constitué par les éléments linéaires, c'est-à-dire (résistances, condensateurs, et inductances);

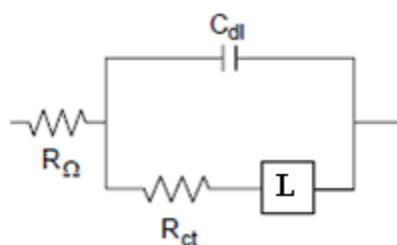


Figure (4.1) : Modèle de circuit équivalent simple

Pour des systèmes plus complexes, des éléments non linéaires ont été présentés, comme l'élément à phase constante (CPE) ou l'élément de Warburg.

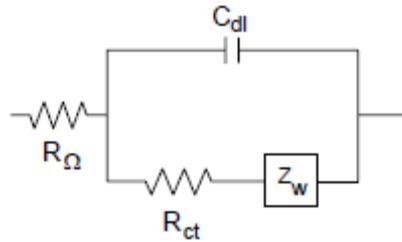


Figure (4.2) : modèle avec des éléments non linéaire

En électrochimie, rares sont les véritables condensateurs. En pratique, les condensateurs sont remplacés par des éléments appelés éléments à phase constante (EPC, ou CPE (constant phase élément)) de symbole Q (ou q) et dont l'impédance dépend de deux paramètres Q et α . Avec $0 < \alpha \leq 1$

IV.4.1 Les éléments et leurs significations physiques.

IV.4.1.1 Résistance.

- Résistance d'électrolyte (résistance de solution)
- Résistance du matériau solide ou du film d'oxyde
- Résistance du transfert de charge (transfert d'électron à travers l'interface)

IV.4.1.2 Condensateur.

- Capacité de la double couche (à l'interface liquide- solide)
- Capacité d'un matériau solide (film diélectrique d'oxyde)

IV.4.1.3 CPE. -Q- Qui représente les rugosités de la surface, et les dispersions des constantes de temps.

IV.4.1.4 Élément (Warburg) -W- Qui représente les processus de diffusion d'une couche semi-infinie et les lignes semi- infinies de transmission.

IV.4.1.5 Diffusion Finie -O- Qui représente une diffusion dans une couche d'épaisseur finie (plus réaliste que W).

IV.5 Les types de circuits équivalents de l'aluminium et ses alliages possédant un sens physique proposés dans la littérature.

IV.5.1 Circuits équivalent de l'aluminium pur.

IV.5.1.1 Le circuit le plus simple (cas d'une surface homogène).

Ce modèle suppose que la surface est couverte par un film à 3 dimensions, passif, homogène, et non poreux qui bloque les réactions extérieures [OLT09], [JON02], présentant une résistance de solution (R_{Ω}) en série avec une combinaison parallèle de la résistance ohmique de la couche passive (R_{ox}) et de la capacité d'oxyde (C_{ox}), ce circuit à été proposé par K.Jüttner], [JON02] (figure (4.3)).

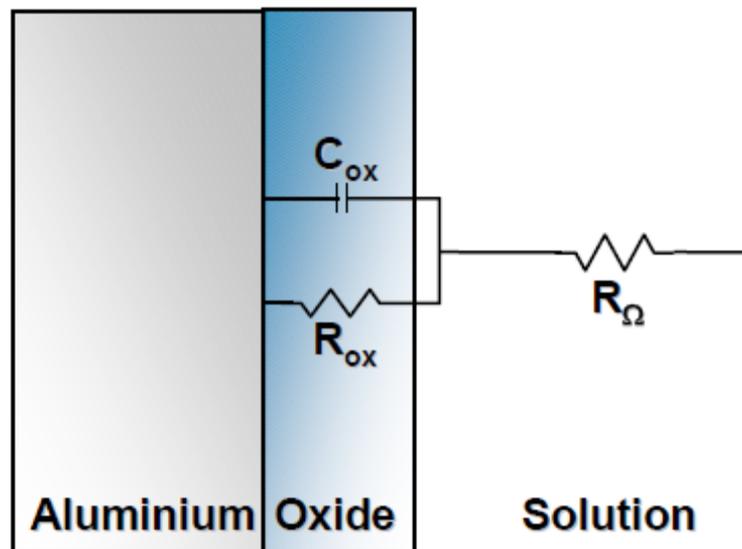


Figure (4.3) : Circuit équivalent de l'aluminium pur proposé par K.Jüttner,

IV.5.1.2 Circuit pour le cas d'une Surface hétérogène.

La surface réelle de l'électrode solide n'est pas homogène, donc que le circuit précédent est incomplet dans la réalité.

Un grand nombre de circuits équivalents ont été proposé, en impliquant des contributions parallèles, des processus qui se produisent à différents emplacements de l'électrode métallique.

Les hétérogénéités peuvent être dues à la présence d'une seconde phase, sous forme de particules intermétallique, d'un état de surface hétérogène dû à l'élaboration, à l'état de contraintes variable à la surface, et à la morphologie de la corrosion, cas d'une corrosion par piquûre, (Figure (4.4)).

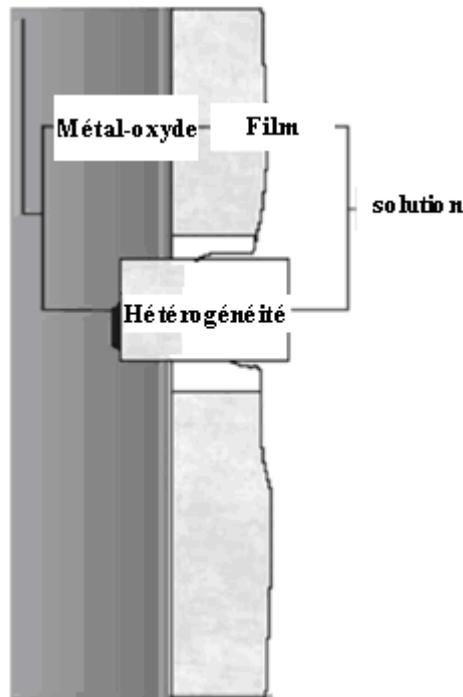


Figure (4.4) : Circuit équivalent réel pour l'aluminium pur

IV.5.1.3 Circuit équivalent pour une corrosion par piqûre d'aluminium.

C'est un circuit équivalent typique pour l'aluminium ayant subi une corrosion localisée par piqûres. Les différentes contributions du film d'oxyde, et du secteur corrodé par piqûre sont prises en considération (figure (4.5)).

Dans le film d'oxyde, l'écoulement du courant peut être réalisé par une conduction électronique (R_{ox}) ou par un chargement/déchargement d'un condensateur (C_{ox}), l'alumine se comporte presque comme diélectrique, montrant des valeurs très élevées de R_{ox} .

À l'interface d'oxyde/solution, deux processus sont considérés, un processus faradique, correspondant à une réaction de transfert de charge (R_{tc}) et au chargement / déchargement du condensateur représentant la double couche (C_{dl}), θ représente la fraction de surface corrodé par piqûres.

Dans la région de piqûres, la réaction de transfert de charge et la double couche sont supposées exister à l'interface métal/solution, avec une résistance additionnelle de la solution dans la piqûre. Le circuit équivalent de cette situation a été proposé par G.R.T.Scheller et al [JON96].

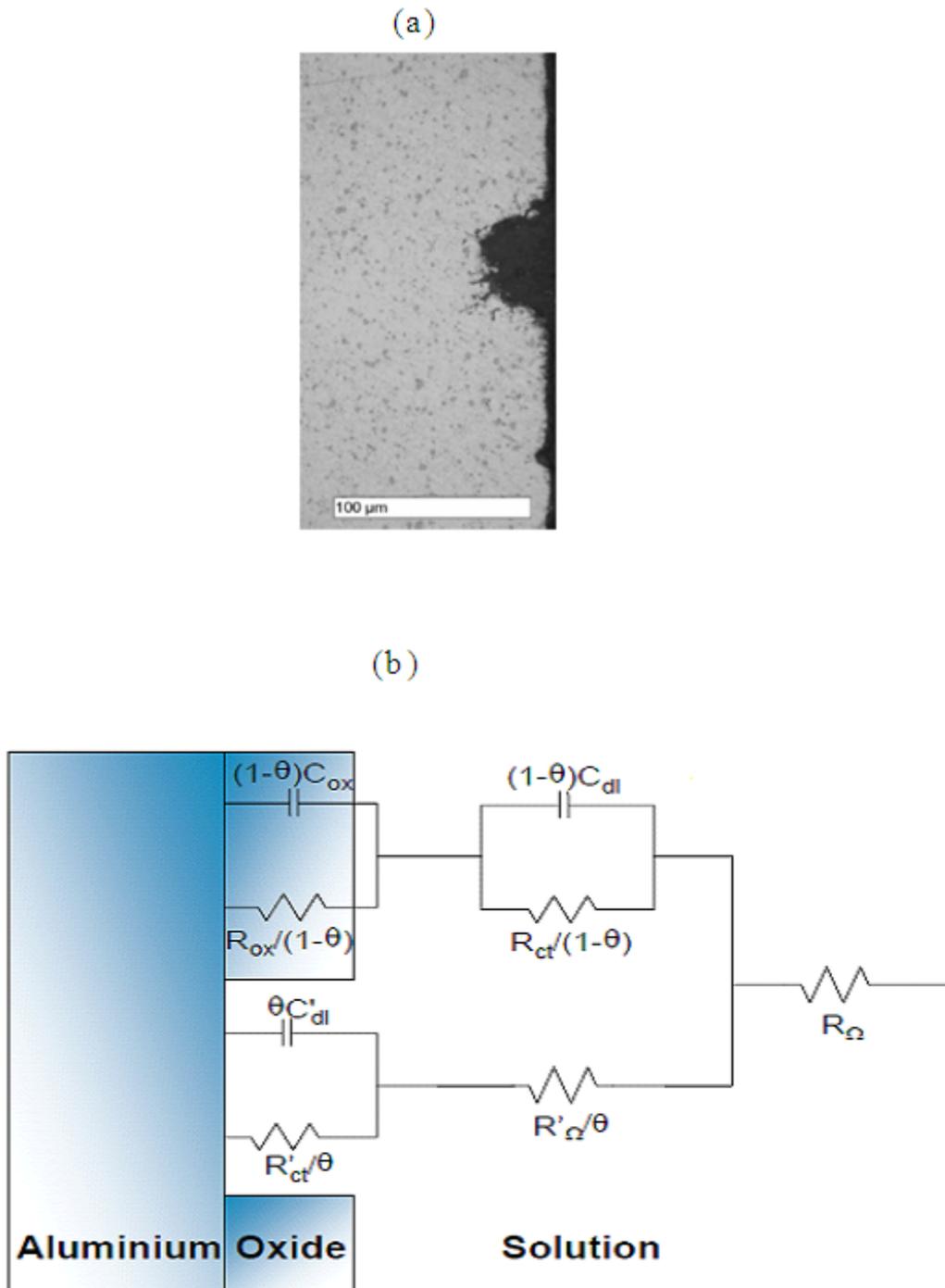


Figure (4.5) a) Aluminium corrodé par piqûres [102] b) Circuit équivalent pour une corrosion par piqûre d'aluminium (θ représente fraction de surface corrodé par piqûres)

Le circuit équivalent représenté par la figure (4.6) est une simplification du précédent, en raison du caractère diélectrique de l'oxyde d'aluminium, on considère que aucun processus na lieu à l'interface d'oxyde/solution le circuit à été proposé par K.Jüttner [JON96]

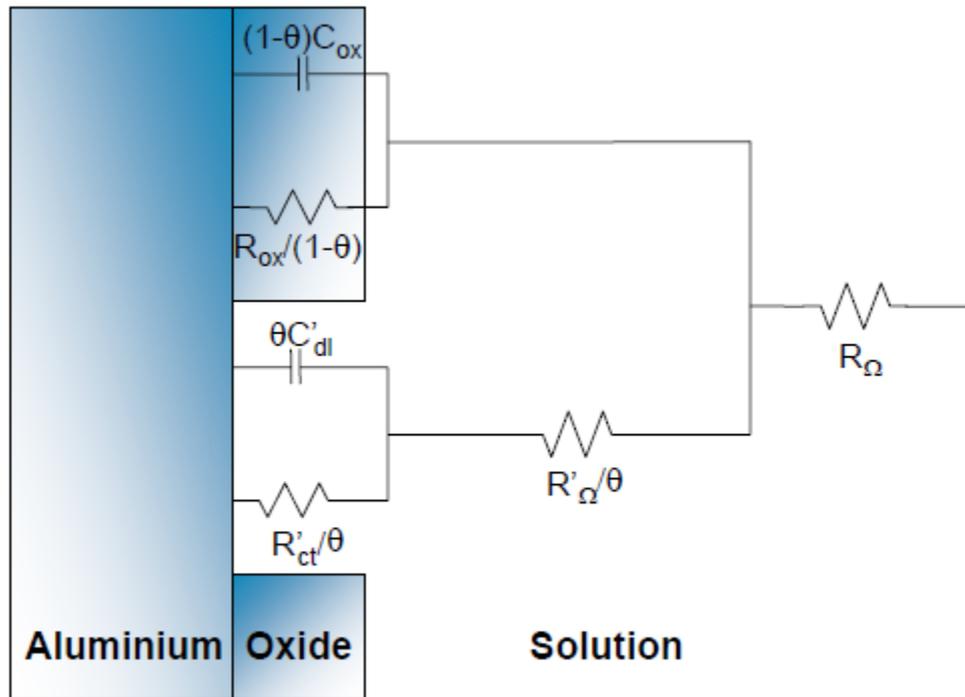


Figure (4.6) Circuit équivalent simplifié de la corrosion par piqûre pour l'aluminium.

Une approche tout à fait différente peut être suivie afin d'obtenir un circuit équivalent, cette approche consiste à développer un modèle théorique qui tient compte de tous les phénomènes physico-chimiques impliqués, celui-ci peut être validé après un bon accord aux données expérimentales. Un tel travail a été effectué sur la base d'une recherche dans la littérature, les papiers des travaux d'Armstrong [103] et d'Edmondson et de Chao, de Lin et de Macdonald [CHA81], [LIN81], [CHA82], [MAC77], ayant pour résultat un circuit équivalent théorique qui explique les divers processus ayant lieu à l'interface de métal/oxyde, dans le film passif et à l'interface d'oxyde/solution est résumé par la figure (4.7).

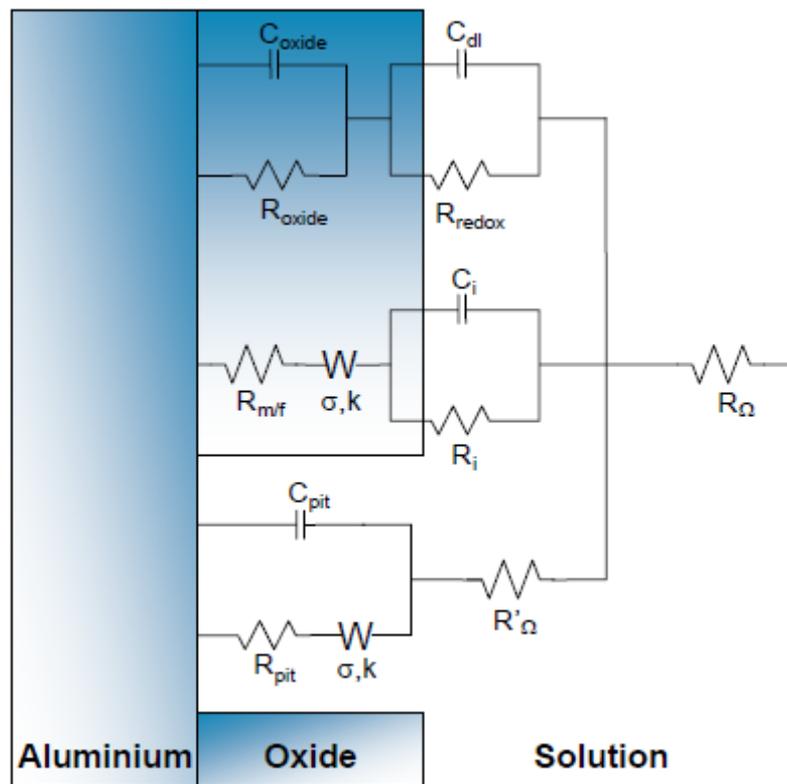


Figure (4.7) : Circuit équivalent théorique de la corrosion de l'aluminium

IV.5.1.4 Chemin électronique.

- A travers le film (R_{oxyde} C_{oxyde})
- À l'interface d'oxyde/solution (R_{oxyde} C_{dl})

IV.4.5.1.5 Chemin des ions.

- Formation des cations a l'interface Métal/oxyde ($R_{m/f}$)
- Écoulement des cations à travers le film (W)
- Processus inter-facial selon Armstrong (R_i C_i)

IV.5.1.6 Surface ayant subie une corrosion par piqûre.

Puisque ce modèle a été dérivé en prenant en considération les divers processus pouvant se produire dans le système d'aluminium/oxyde/solution, il devrait être d'application générale. Cependant, le grand nombre d'éléments et des paramètres, rend ce circuit peu convenable pour des applications pratiques. Néanmoins, des circuits simplifiés peuvent être obtenus pour différents systèmes. Le modèle a été examiné pour l'aluminium pur dans une solution à 3.5% de chlorure de sodium pour différents pH. Les résultats ont prouvé l'utilité du

circuit en décrivant le comportement de ce système, permettant la quantification des divers paramètres impliqués [FER].

IV.5.2 Circuits équivalent proposés dans la littérature pour les alliages d'Aluminium-Magnésium.

Dans ce qui suit nous présentant les circuits équivalents utilisés pour la simulation des courbes d'impédance électrochimiques, proches des courbes que nous avons obtenues lors de nos essais sur l'alliage d'aluminium- magnésium AA5083-H321

IV.5.2.1 Circuit équivalent proposé J.R. Scully

Le circuit proposé par J.R.Scully [SCU09] repose sur les hypothèses suivantes :

- La seconde phase représente une hétérogénéité ;
- Le début de la corrosion par piqûre est lié aux emplacements de des particules intermétalliques

Ce circuit est le scénario le plus complexe, celui-ci touche les alliages d'aluminium-magnésium souffrant de la corrosion par piqûre [SCU09] (figure (4.8)), ou α représente la fraction de surface qui s'est corrodé par piqûres et θ représente la fraction de surface des particules intermétalliques.

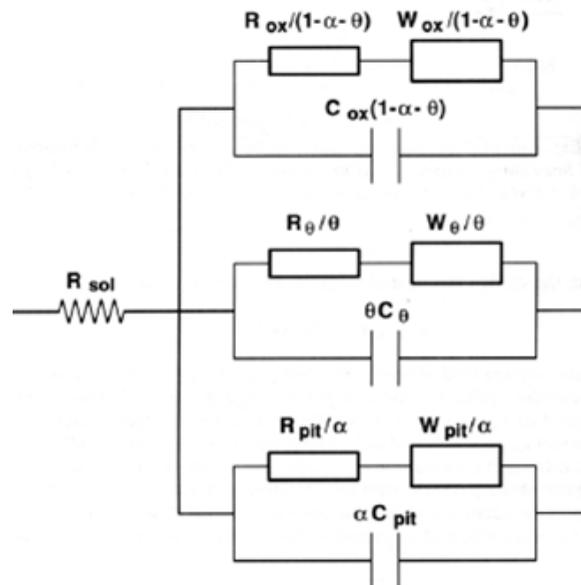


Figure (4.8) : Circuit équivalent pour la caractérisation de la corrosion des alliages d'aluminium-magnésium dans le cas le plus complexe

IV.5.2.2 Circuits équivalents proposés par K.Djafarzadeh et al [JAF09]

Ces circuits ont été proposés figure (4.9) [JAF09], pour la modélisation la réponse en impédance, de la corrosion de l'alliage AA5083-H321 sous forme de barreaux de 20mm de diamètres, dans une solution de 3.5% de NaCl sous convection forcée, sous des fréquences variant de 100 kHz à 20mHz.

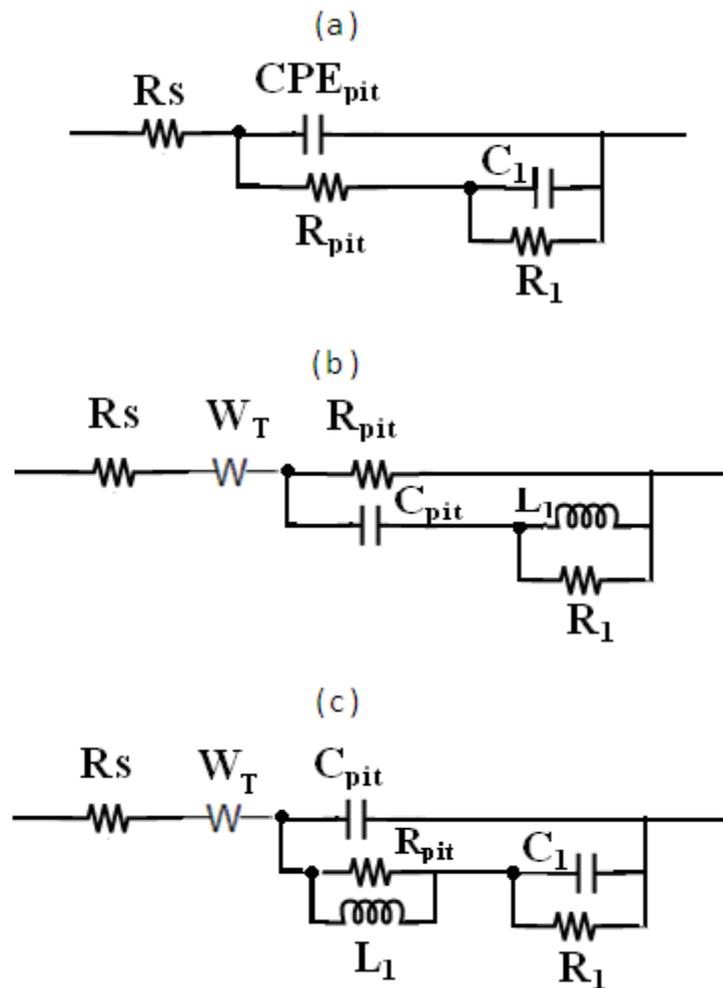


Figure (4.9) Circuits équivalents proposés par K.Djafarzadeh et al. Pour l'alliage AA5083-H321 (a) pour le cas d'impédance avec uniquement deux boucles capacitatives (b), (c) pour le cas d'impédance avec une boucle capacitive et une autre inductive.

IV.5.2.3 Circuits équivalents proposés par A.Aballe et al pour simuler les impédances des échantillons d'aluminium Al-Mg (5083) (la surface d'essai est de $7,5 \text{ cm}^2$) [ABA03].

Ces circuits sont représentés par la figure (4.10) pour la modélisation des courbes d'impédance, de la corrosion de l'alliage (5083) sous forme de tôles d'épaisseur de quelques mm dans une solution de 3% de NaCl, sous des fréquences variant de 10 kHz à 10mHz.

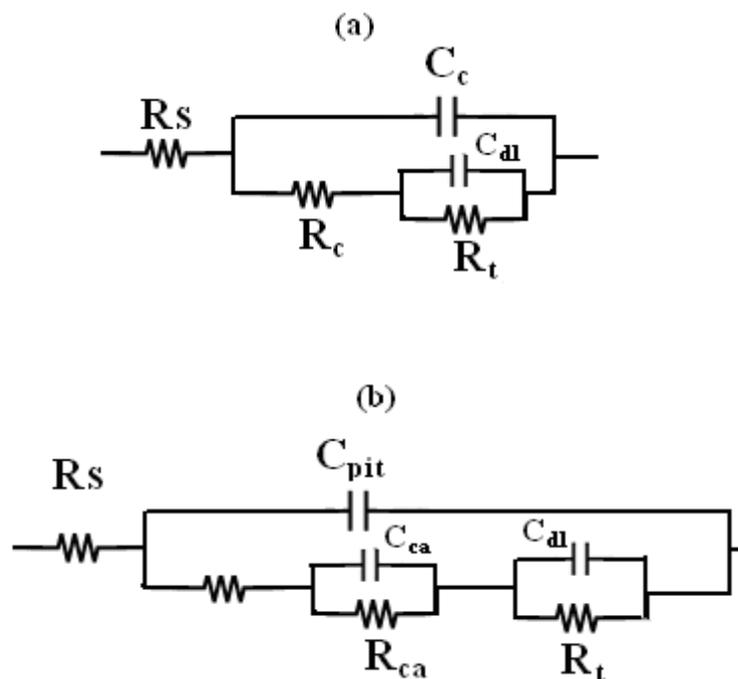


Figure (4.10) Circuit équivalent proposé par A.Aballe pour simuler la réponse électrochimique dans une solution de 3% de NaCl de l'alliage d'aluminium (5083) a) après un traitement de surface, b) sans traitements de surface

IV.5.2.4 Circuits équivalents proposé par E.J Bessone et al [BES92].

Ce circuit à été appliqué par J.Orlikowski et al pour la modélisation des courbes d'impédance, de la corrosion sous traction de l'alliage 5083 dans une solution de 3% de NaCl, sous des fréquences variant de 100 kHz à 3Hz.

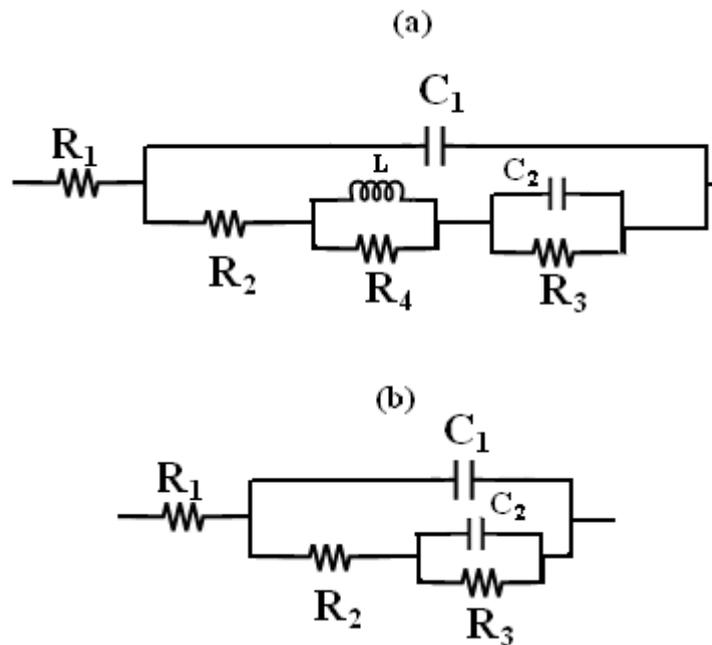


Figure (4.10) a),b) Circuit équivalent proposé par E.J. Bessone pour l'alliage d'aluminium 5051, b) Circuit appliqué par J.Orlikowski et al pour l'alliage 5083[ORL09]

IV.5.2.5 Circuit équivalent proposé Ladislav Vrsalović [VRA05].

Ce modèle à été proposé pour la modélisation des courbes d'impédances de l'alliage d'aluminium à 2,5% de magnésium, dans une solution de 3.5% de NaCl, sous des fréquences variant de 100kHz à 10mHz.

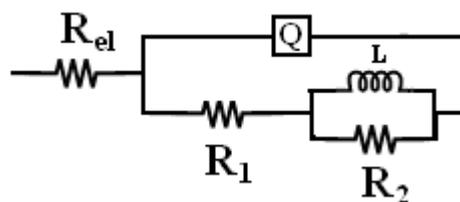


Figure (4.11) Circuit équivalent pour modéliser les courbes d'impédances d'impédance de l'alliage Al-2,5Mg

Nous tenons à signaler qu'après une longue durée de corrosion (par exemple un mois), dans une solution de 3% NaCl, les points obtenus sur courbes d'impédance sont généralement dispersés, ceci rend la modélisation difficile, donc il est conseillé de ne pas prendre en considération les caractéristiques électrochimiques des essais après une longue durée de corrosion.

IV.6 Modélisation des impédances de l'alliage 5083 Modèle des équations de la cinétique de la corrosion proposé par L.Legrand [LEG93] .

C.Gabrielli [GAB98] a signalé un cas particulier de corrosion de matériaux hétérogènes, dont les courbes d'impédance électrochimiques sont similaires aux courbes que nous avons obtenues, lors d'un processus commandé par une réaction de diffusion qui peut être supposée infiniment rapide. Et dans ce cas selon les valeurs des constantes de l'équation d'impédance, cette impédance peut inclure un effet capacitif ou un effet capacitif associé à un effet inductif.

Un grand nombre de réactions et de mécanismes (parmi elles certaines très compliquées), ont été analysés par l'utilisation de la méthode Epelboin et al, cette méthode a été utilisée et développé par L.Legrand [LEG93] et al pour l'analyser et la simulation les courbes d'impédance de dissolution de l'aluminium.

L'alliage que nous avons étudié est un alliage à base d'aluminium.

IV.6.1 Modélisation des impédances par méthode des restes

La méthode des restes est une technique qui est utilisée pour modéliser le reste de l'impédance à basse fréquence (Z_1), après avoir fixé les paramètres de l'impédance à haute et moyenne fréquences, plus le nombre de boucles sur la courbe d'impédance est grand plus il est difficile d'appliquer cette méthode, et plus il est difficile de trouver les paramètres du modèle, parmi les courbes d'impédance que nous avons obtenues, par la spectroscopie d'impédances électrochimique de l'échantillon 0, certaines comportent quatre boucles, ceci dit après l'application de cette méthode de modélisation, toutes les possibilités logiques des circuits des restes que nous avons essayé ne donnent pas de courbe simulée proche de la courbe expérimentale.

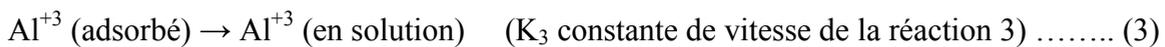
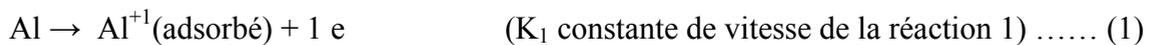
IV.6.2 modélisation par la méthode de dissolution de l'aluminium

Le comportement anodique de l'aluminium en milieu chlorure en régime stationnaire, sur la base des mesures de polarisation et de la spectroscopie d'impédance. La modélisation de celui-ci a été le principal objectif mené par L.Legrand et al dans leur étude [LEG93].

Les courbes d'impédance de l'alliage que nous avons obtenues sont proches aux courbes modélisées par L.Legrand et al dans leurs études, par le biais d'un modèle cinétique représenté par le circuit équivalent de la figure (4.12),

Les spectres expérimentaux révèlent l'existence d'un effet capacitif et d'un effet inductif aux basses fréquences, le schéma réactionnel proposé par le modèle suppose la dissolution de l'aluminium Al^{+3} avec le passage par l'espèce intermédiaire Al^{+1} et formation d'un précipité qui bloque partiellement la corrosion du métal, l'alliage étudié et constitué essentiellement de l'aluminium, c'est pour cette raison que nous avons pensé à continuer nos investigation en utilisant le modèle de dissolution d'aluminium, afin de trouver le modèle correspondant à l'alliage AA5083-H321.

Pour rendre compte des résultats expérimentaux L.Legrand et al ont proposé le schéma réactionnel suivant:



Ce schéma fait intervenir la dissolution en deux étapes de l'aluminium. La réaction (1) conduit à l' $Al^{+1}(\text{adsorbé})$, dont la variation du taux de recouvrement est de θ_1 avec la surtension E qui génère un effet inductif sur la courbe d'impédance, tandis que la réaction (2) conduit à a formation d'un composé de $Al^{+3}(\text{adsorbé})$ qui passe ensuite en solution via la réaction (3) ; ce composé est fortement adsorbé sur une fraction θ_2 de la surface et bloque la réaction de dissolution. L'augmentation de θ_2 avec la surtension génère un effet capacitif. Le taux de recouvrement atteint rapidement 1.

Un tel modèle conduit à un blocage trop important de la dissolution de l'aluminium Le taux de recouvrement θ_2 atteint rapidement un. La densité du courant dépend alors principalement de la constante de vitesse de dissolution de l'aluminium K_d dont la valeur, indépendante de la surtension E, est fixée par la fréquence caractéristique f_2 de la deuxième boucle capacitive.

Pour aboutir à des simulations de plus en plus proches aux résultats expérimentaux, nous considérons en parallèle au schéma réactionnel ci-dessus une réaction électrochimique (4) de dissolution de l'aluminium à partir de l'espèce intermédiaire $Al^{+1}(\text{adsorbé})$, en parallèle à ses réactions :



Les simulations effectuées selon le schéma de ce modèle rendent compte qualitativement des divers phénomènes observés sur la courbe de polarisation et sur les spectres d'impédance.

IV.6.2.1 Les hypothèses suivantes ont été prises en considération.

- Pour les réactions électrochimiques, les constantes de vitesse varient avec la surtension E suivant la loi de Tafel ($K_i = K_i^0 \text{Exp}[b_i E]$) ou b_i est le coefficient d'activation de la réaction, K_i^0 inclut la constante de vitesse et la concentration des espèces réactives.

- Les processus d'adsorption pour les différents composés de la surface suivent l'isotherme de Langmuir.

- Le composé adsorbé est supposé se former sur toute la surface de l'électrode et bloquer partiellement la réaction de dissolution de l'aluminium.

Avec ces hypothèses, on peut écrire le bilan de matière pour les deux espèces adsorbées en surface :

$$\beta \frac{d\theta_1}{dt} = K_1(1 - \theta_1 - \theta_2) - K_2\theta_1 - K_4\theta_1$$

$$\beta \frac{d\theta_2}{dt} = K_2\theta_1 - K_d\theta_2$$

Où β représente le taux de recouvrement maximal des atomes métalliques à la surface de l'électrode. Il a été pris égal à $3 \cdot 10^{-9}$ pour les plans de glissement (les plans les plus denses (111)).

Le bilan électronique permet le calcul de la densité de courant :

$$\frac{J}{F} = K_1(1 - \theta_1 - \theta_2) + 2K_2\theta_1 + 2K_4\theta_1$$

$$J = \frac{3FK_1K_d(K_2 + K_4)}{K_1K_d + K_1K_2 + K_dK_2 + K_dK_4}$$

IV.6.2.2 L'impédance de la dissolution de l'aluminium.

$$Z = R_S + Z_F$$

R_S : résistance de la solution

Z_F : impédance faradique

$$Z_F^{-1} = R_t^{-1} + Z_1^{-1} + Z_2^{-1}$$

R_t : résistance de transfert de charge

$$Z_1 = \frac{\sigma_2}{1 + j\omega\sigma_1}$$

$1/Z_1$: correspond à la boucle inductive

$$Z_2 = \frac{\sigma_4}{1 + j\omega\sigma_3}$$

$1/Z_2$: correspond à la 2^{ème} boucle capacitive

$$\frac{1}{R_t} = \frac{[(2b_2 + b_1)K_2 + (2b_4 + b_1)K_4]K_1K_dF}{K_1K_d + K_1K_2 + K_dK_2 + K_dK_4}$$

$$\sigma_1 = K_1 + K_2 + K_4$$

La fréquence (f_1) de la 2^{ème} boucle capacitive est :

$$f_1 = \frac{1}{2\pi\sigma_3}$$

La fréquence (f_2) de la boucle inductive est:

$$f_2 = \frac{\sigma_1}{2\pi\beta}$$

$$\sigma_2 = \frac{[(b - b_2).K_2 + (b_1 - b_4).K_4].K_1.K_d.F(-K_1 + 2K_2 + 2.K_4)}{K_d(K_1 + K_2 + K_4) + K_1.K_2}$$

$$\sigma_3 = \frac{\beta}{K_d}$$

$$\sigma_4 = \frac{-b_2.K_2.K_1^2.F}{K_d(K_1 + K_2 + K_4) + K_1.K_2}$$

$$Z_F^{-1} = R_1 + jR_2$$

$$R_1 = R_t^{-1} + \frac{\sigma_2}{1 + \omega^2\sigma_1^2} + \frac{\sigma_4}{1 + \omega^2\sigma_3^2}$$

L'augmentation de σ_1 engendre la diminution de l'impédance de la boucle inductive, et l'augmentation de σ_2 engendre l'augmentation de cette même impédance.

L'augmentation de σ_3 engendre la diminution de l'impédance de la 2^{ème} boucle capacitive et augmentation de σ_4 engendre l'augmentation de l'impédance de la 2^{ème} boucle capacitive.

IV.6.2.3 circuit électrique équivalent du modèle de dissolution de l'aluminium.

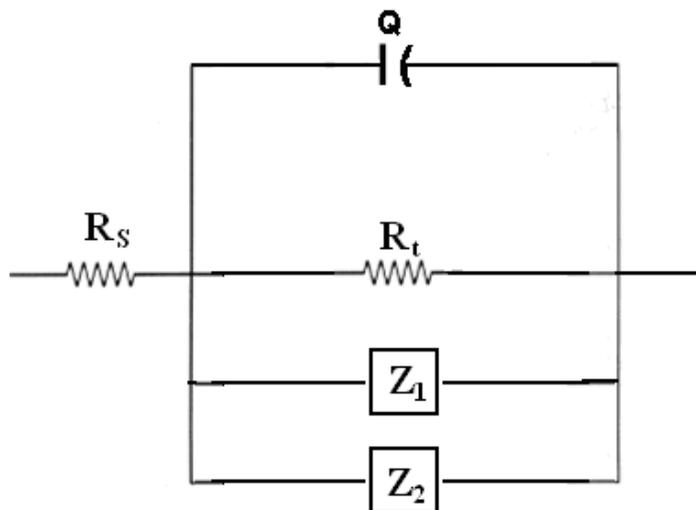


Figure (4.12) : Circuit électrique équivalent du modèle cinétique de la dissolution de l'aluminium proposé par L.Legrand [LEG93].

IV.6.2.4 Modélisation des courbes impédances de l'alliage 5083 par le modèle de cinétique de dissolution de l'aluminium

Les figures (4.13-4.16) représentent, en gris le diagramme d'impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé de l'alliage AA5083-H321.

Les tableaux (4.1-4.4) représentent les caractéristiques de modélisation par le modèle de dissolution d'aluminium de l'alliage AA5083-H321.

Pour tester le modèle de la cinétique de la dissolution d'aluminium nous avons pris les courbes d'impédance de l'échantillon 0 en absence d'oxygène après (3h, 27h, 75h) de corrosion et la courbe d'impédance de l'échantillon 6 en présence d'oxygène après 3h de corrosion.

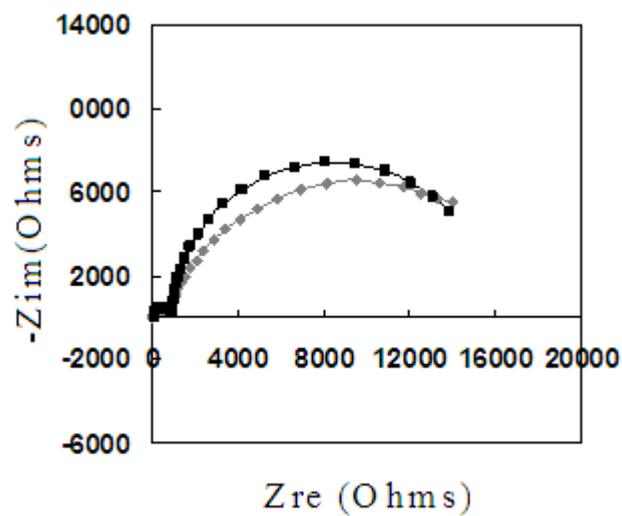


Figure (4.13) : Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 par le modèle cinétique de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 3h de corrosion

σ_1	σ_2	σ_3	σ_4	Rt^{-1}	Cd	R_s
1,00E-04	5,03E-06	2,45E-01	1,00E-03	0,001059322	6,26E-06	4,00E+01

Tableau (4.1) caractéristiques de modélisation de l'échantillon 0 par le modèle de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 3h de corrosion.

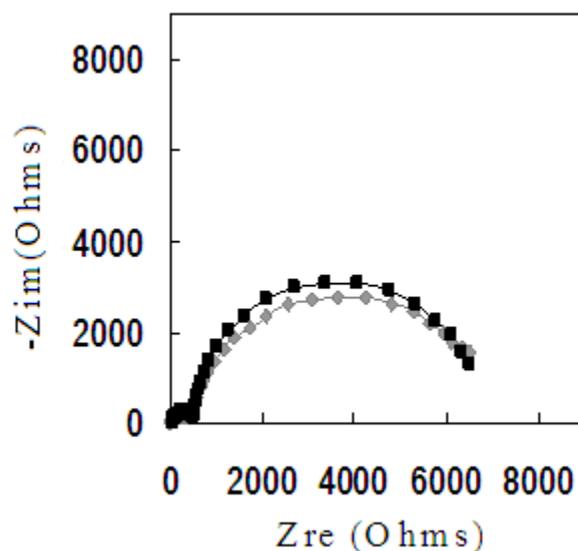


Figure (4.14) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 par le modèle cinétique de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 27 h de corrosion

σ_1	σ_2	σ_3	σ_4	Rt^{-1}	Cd	Rs
6,00E+04	2,00E-03	9,99E-02	-1,85E-03	0,002	5,00E-06	4,00E+01

Tableau (4.2) caractéristiques de modélisation de l'échantillon 0 par le modèle de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 27 h de corrosion

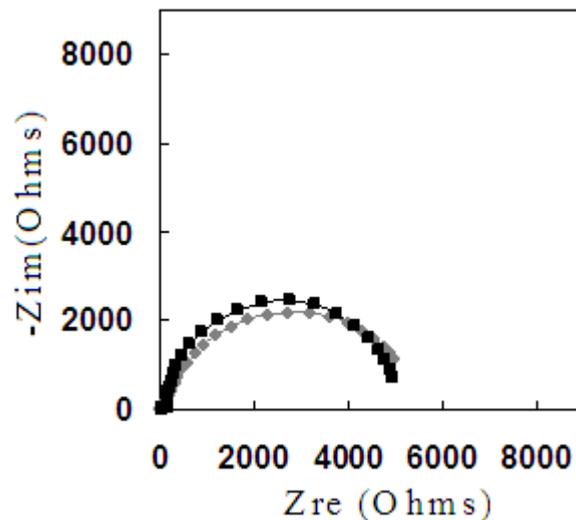


Figure (4.15) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 par le modèle cinétique de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 75 h de corrosion

σ_1	σ_2	σ_3	σ_4	Rt^{-1}	Cd	Rs
5,00E-05	1,00E-07	2,20E-02	-8,13E-03	0,008333333	6,66E-06	4,00E+01

Tableau (4.3) caractéristiques de modélisation de l'échantillon 0 par le modèle de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 75 h de corrosion

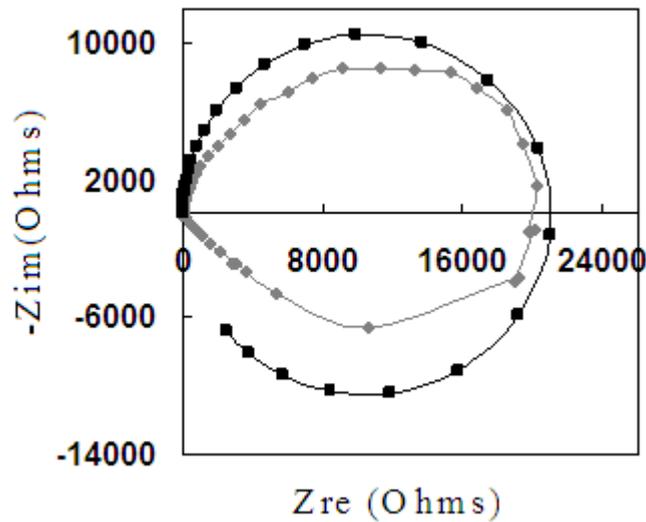


Figure (4.16) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 6 par le modèle cinétique de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène après 3 h de corrosion

σ_1	σ_2	σ_3	σ_4	Rt^{-1}	Cd	Rs
1,00E+05	8,01E-03	2,30E+02	4,92E-01	4,7619E-05	3,06E-07	4,00E+00

Tableau (4.4) caractéristiques de modélisation de l'échantillon 6 par le modèle de dissolution d'aluminium en absence d'oxygène 3 h de corrosion

Malgré que nous nous sommes limités dans certains cas, à des fréquences variant de 20kHz à 100mHz, les courbes simulées ne convergent pas suffisamment des courbes expérimentales, donc ce modèle s'est avéré incomplet et non valable pour le cas de l'alliage (5083). Ceci peut s'expliquer par le fait que dans le processus de corrosion de l'alliage (5083), il y a d'autres paramètres qui contrôlent le processus de corrosion de celui-ci :

1- La dissolution du magnésium constituant les particules anodiques qui induit la formation de porosité qui joue le rôle de microcrevasses favorisant ainsi la corrosion localisée [KIR07].

2- L'effet cathodique des particules riches en fer sur la matrice induisant un couple galvanique favorisant une corrosion galvanisée par piqûres [BET08], [ABA01], [KIR07], [OGU08], [JON04].

IV.7 Modélisation par des circuits électriques équivalents déduits à partir de l'allure des diagrammes expérimentaux des impédances

Pour cette modélisation nous avons utilisé le logiciel ZSIMPWIN3.21.

Ce qui est important dans la modélisation c'est de trouver un modèle le plus simple possible avec un sens physique.

Pour ce faire nous devons soit:

- construire par partie un circuit équivalent.
- Consulter et essayer les modèles proposés par la littérature pour les alliages d'aluminium- magnésium.

IV.7.1 Modèle dérivée de la construction par partie du circuit électrique

Le circuit électrique que nous proposons ici est celui que nous avons construit à partir des diagrammes d'impédances expérimentales, nous avons considéré que l'impédance de réponse est totalement capacitive, ou bien capacitive à haute fréquence et inductive à basses et moyennes fréquences correspond toujours au même circuit représenté par la figure (4.17), d'après C.Gabriéli [GAB98] le modèle cherché doit correspondre à tout les diagrammes d'impédances expérimentaux, en fonction du temps et en fonction du traitement thermomécanique subi de l'alliage 5083-H321. Une réponse capacitive à basses fréquences implique que la composante du Warburg dans le circuit domine, et une réponse inductive à basses fréquences implique que la composante de bobines domine.

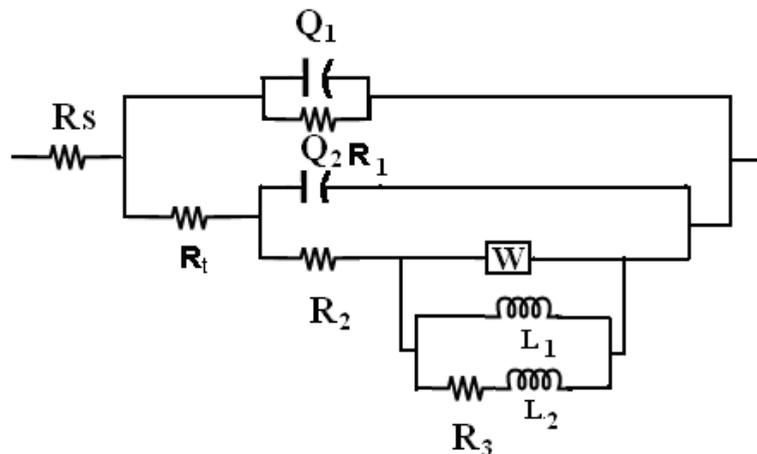


Figure (4.17) : Circuit électrique équivalent du modèle construit par partie

IV. 7.1.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.

Les figures (18-21) représentent, en gris la courbe d'impédance expérimentale en noir la courbe d'impédance simulée pour l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H321.

Tableau (4.5) représente les caractéristiques électrochimiques de la modélisation par la construction du circuit équivalent par partie en fonction du temps.

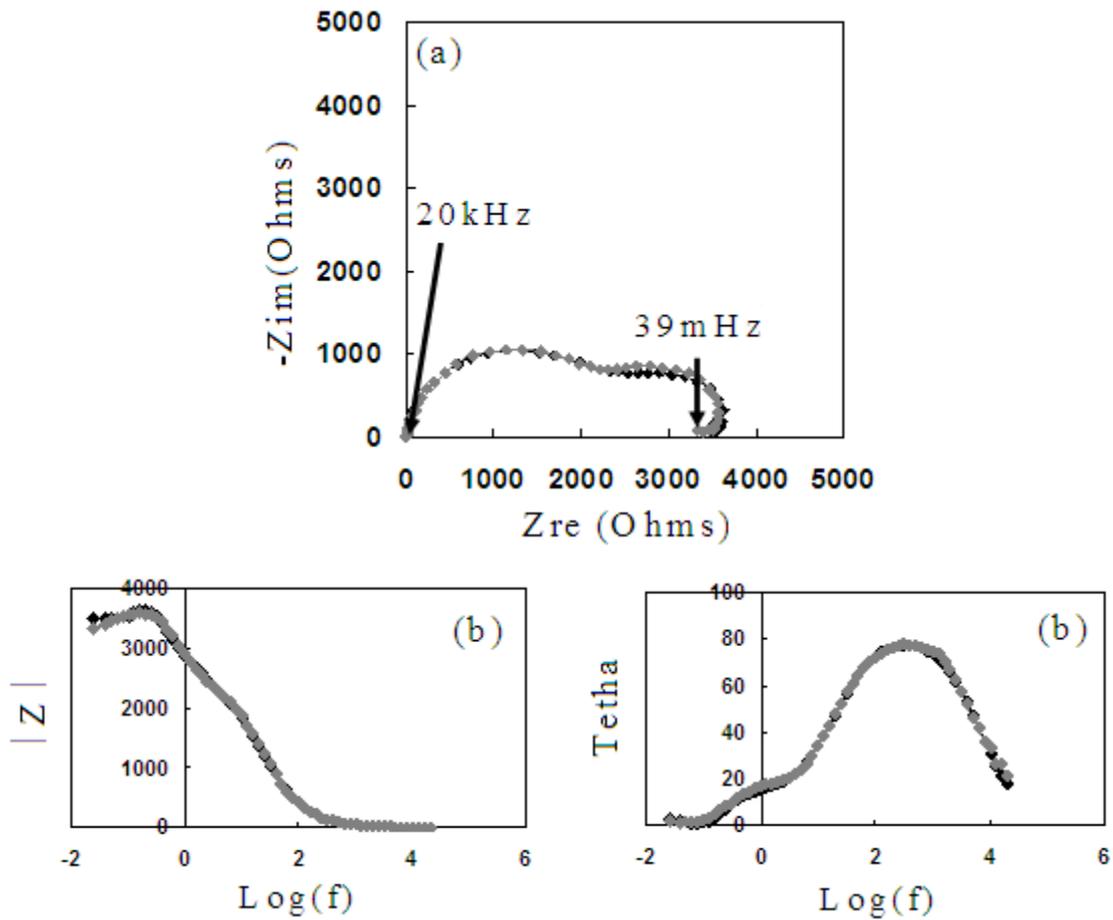
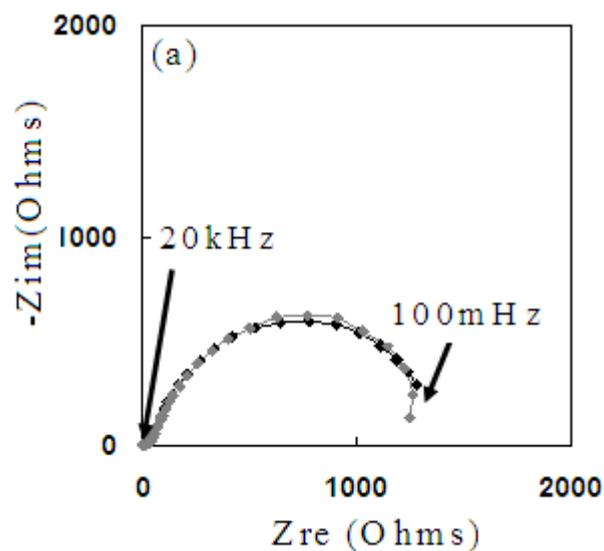


Figure (4.18) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0, circuit électrique équivalent du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21, en présence d'oxygène, après 3 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (L'erreur de calcul est $\leq 2,69\%$)



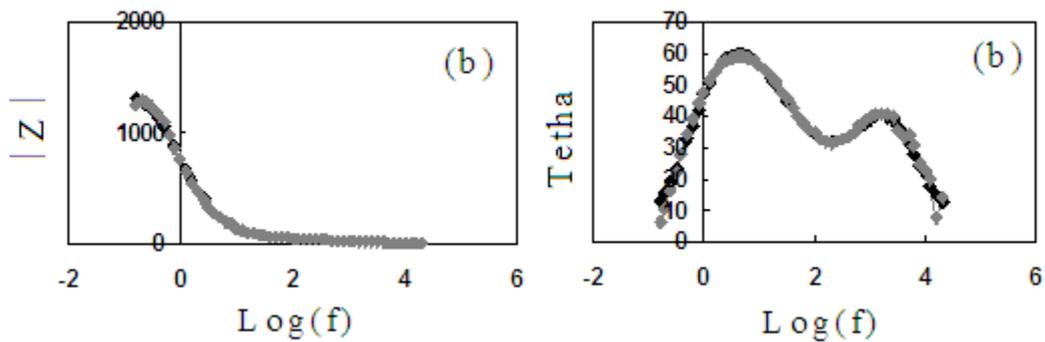


Figure (4.19) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 circuit électrique équivalent du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21, en présence d'oxygène, après 171 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 4,184$).

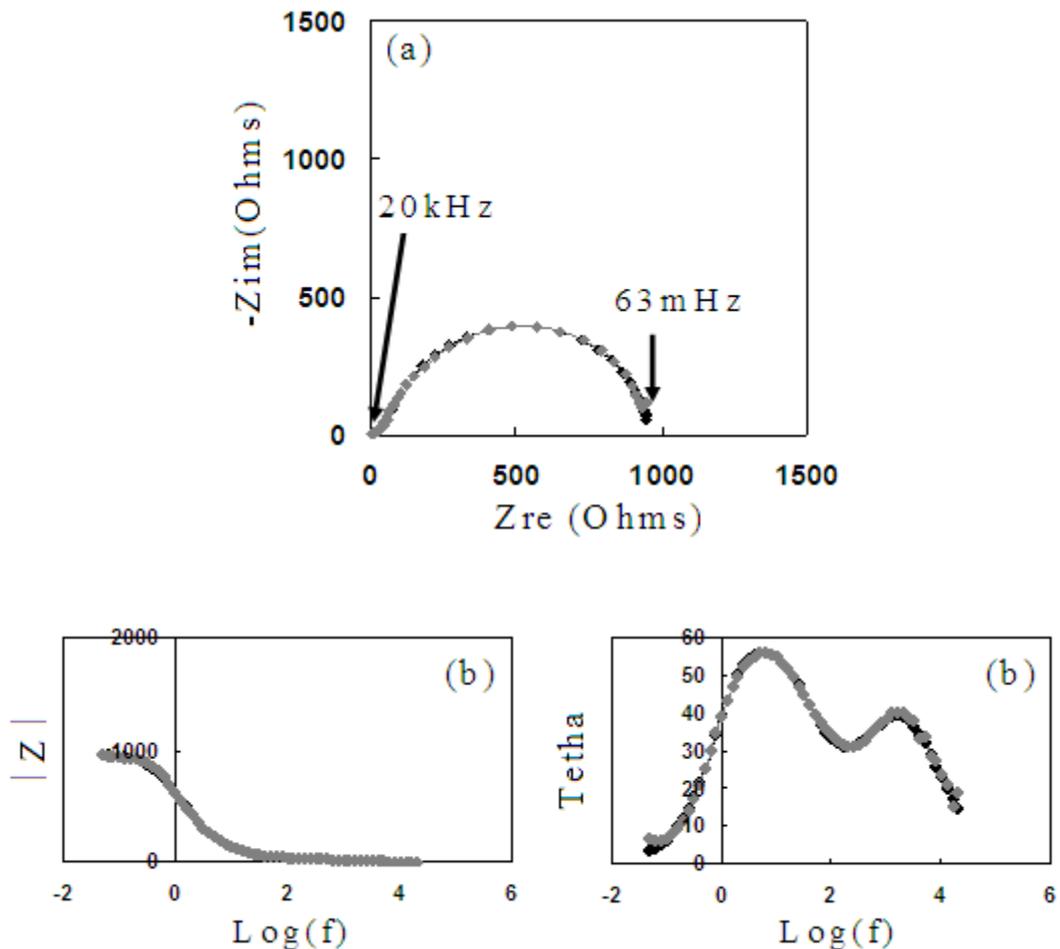


Figure (4.20) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21, en présence d'oxygène après 195 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,258$ %)

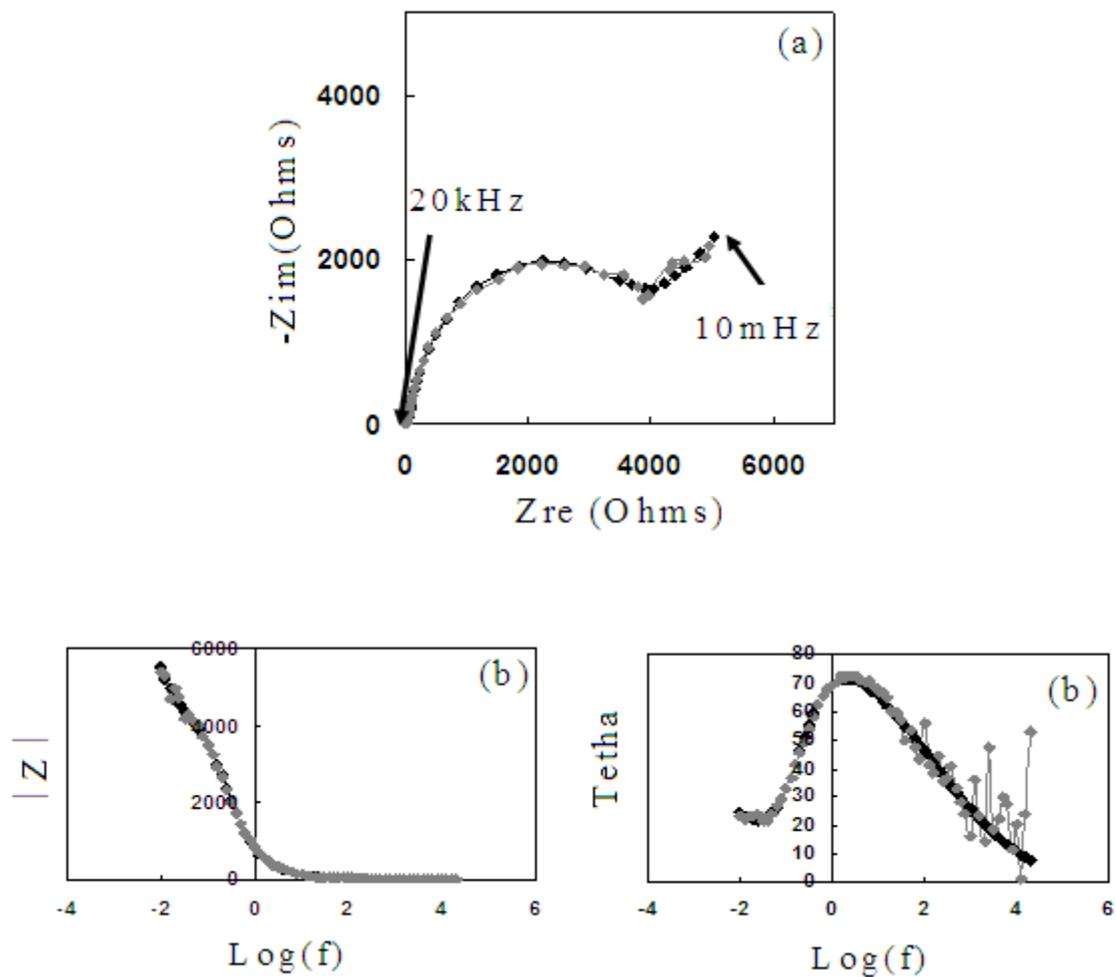


Figure (4.21) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 0 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21, en présence d'oxygène, après 30 jours de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 16,95$, cette erreur est importante par ce que la courbe d'impédance expérimentale après un mois de corrosion à haute et à bases fréquence possède plusieurs points dispersés).

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	195 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	8,019	0,3246	7,048E-5	0,2467
Q ₁	5,379E-6	1,045E-5	2,193E-5	0,001835
n ₁	0,9393	0,9097	0,8383	0,7044
R ₂	0,9972	7,311	6,797	4939
R ₃	6465	1372	959,4	2,2E4
Q ₂	0,0173	0,0001704	0,0001677	0,0002206
n ₂	1	1	0,9522	1
R ₄	3003	31,31	37,64	5,8
W ₁	0,0001566	0,001824	0,002739	0,002102
R ₅	5631	3,349E14	210,9	7,271E12
L ₁	5,311	2,514E-12	6,2	0,2929
L ₂	6316	8663	4,32E-6	1,925E-7

Tableau 4.5 : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.

Les courbes obtenues par ce modèle pour l'échantillon 0, se corrodant dans une solution de 3% aéré de NaCl montrent, que celui-ci n'est pas valable à basses fréquences durant les premiers jours de corrosion, ceci peut être dû soit à un manque dans le modèle, à des boucles masquées par d'autres, ou bien aux valeurs expérimentales d'impédances obtenues à basses fréquences qui ne reflètent pas la réalité de l'impédance du matériau, en raison de la possibilité de présence d'artefacts à basses fréquences, après que la passivation s'installe ce modèle semble valable.

Nous tenons à rappeler que l'échantillon 0 a subi une corrosion uniforme dans la solution de 3% de NaCl, son comportement en présence ou bien en absence d'oxygène est différent des autres échantillons, et la courbe d'impédance de l'échantillon 0 en présence d'oxygène, est renferme une boucle en plus par rapport aux autres échantillons, échantillons laminés, et les échantillons laminés inter-coupés d'un recuit, de ces faits nous pensons que le modèle pour cet échantillon est plus compliqué.

Les valeurs de quelques caractéristiques électrochimiques varient d'une façon logique avec le temps de la corrosion, car nous observons une diminution des valeurs caractéristiques (inductance) des bobines, en particulier pour la bobine L₂, favorisant une

réponse inductive, et une augmentation des valeurs des caractéristiques de quelques résistances, capacitances, et la composante Warburg qui favorisent une réponse capacitive.

IV. 7.1.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.

Les figures (22-25), en gris la courbe de impédance expérimentale et en noir la courbe de l'impédance simulée pour l'échantillon 10 de l'alliage AA5083-H321.

Tableau (4.6) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps de corrosion.

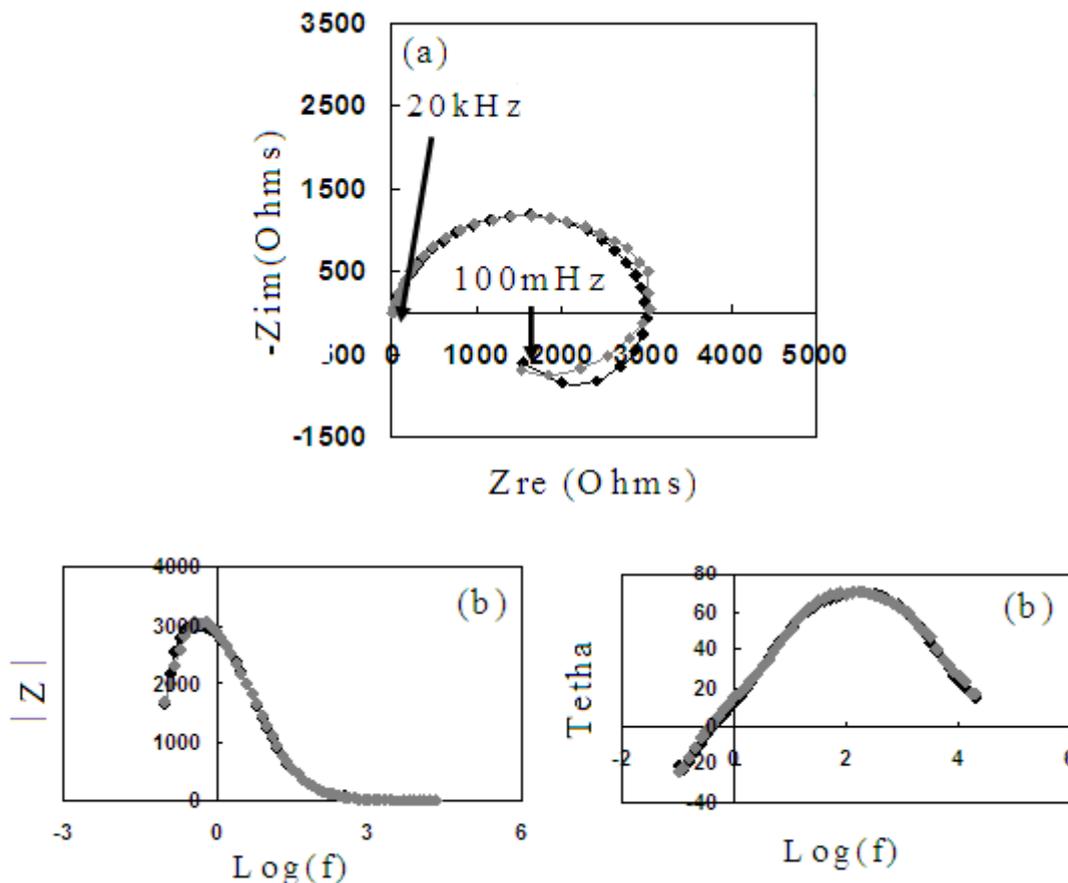


Figure (4.22) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 10 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 3 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 4,732$)

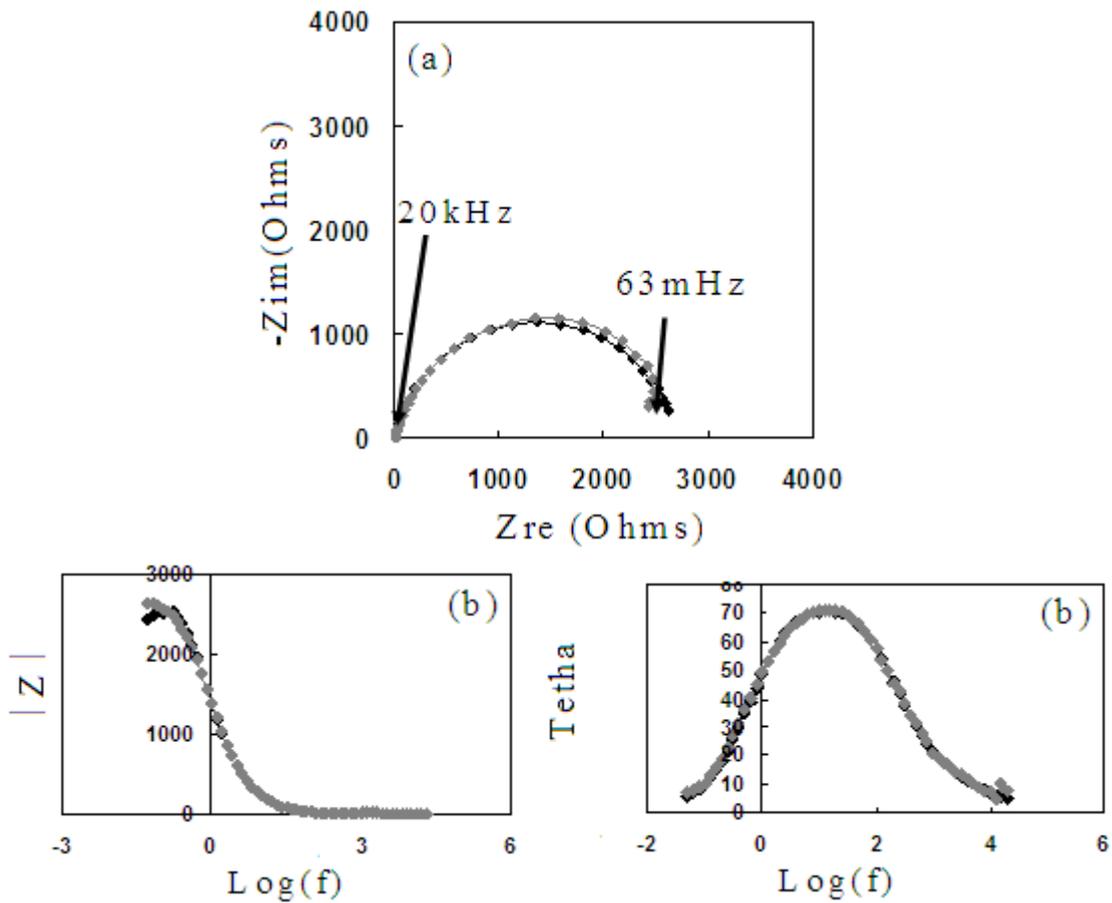
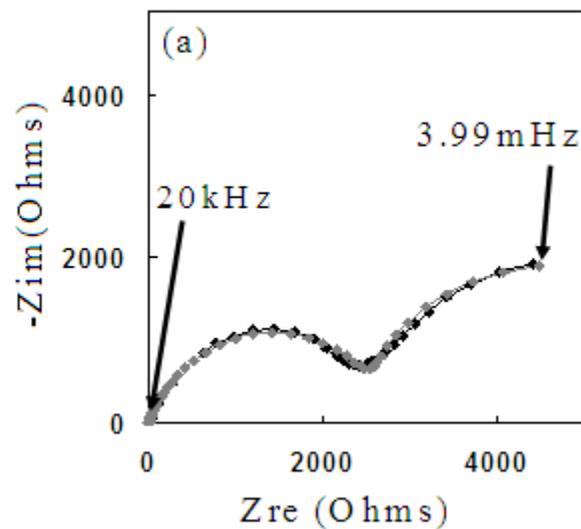


Figure 4.23 Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 10 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 171 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,203\%$).



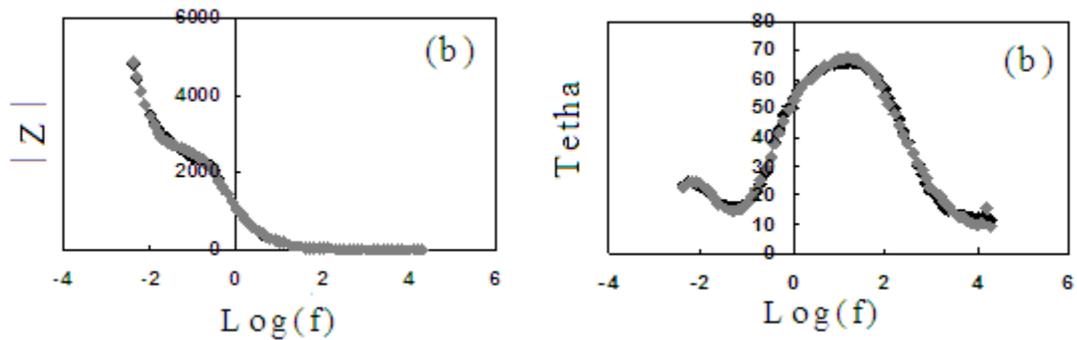


Figure (4.24) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 10 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 339 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,504\%$)

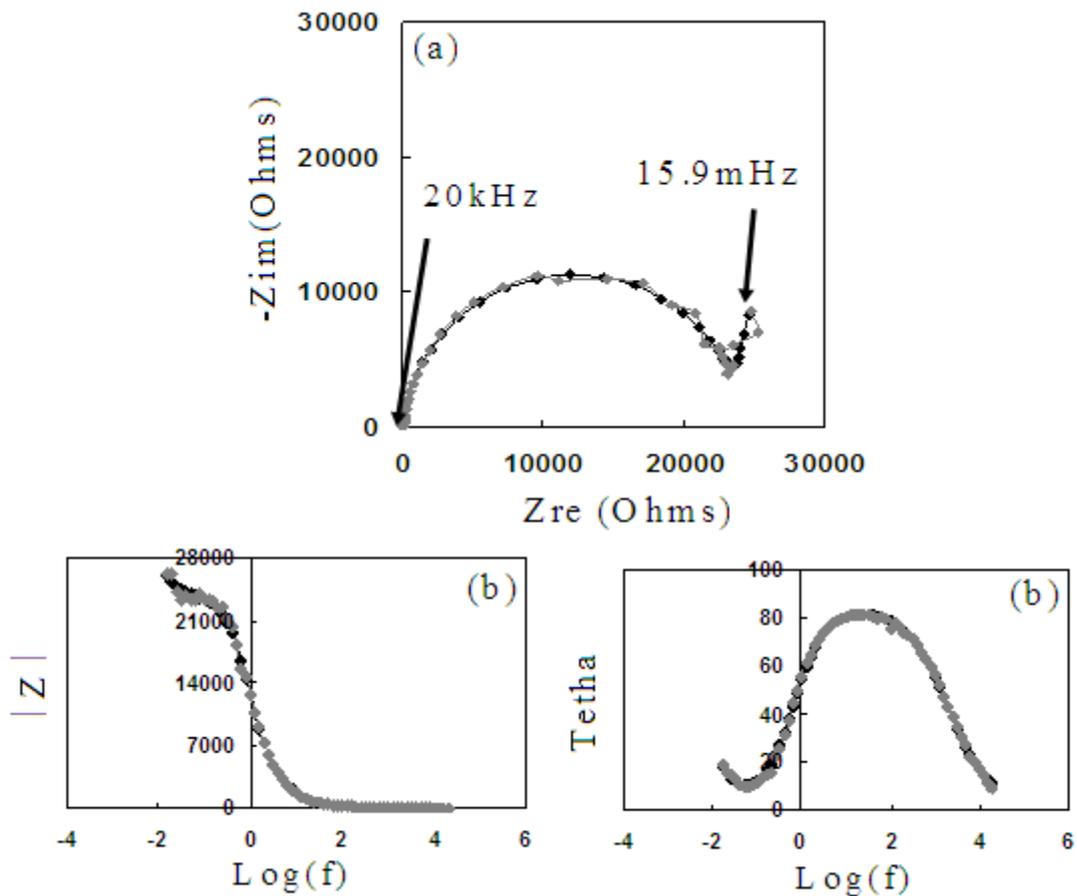


Figure (4.25) : Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 10 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie à l'aide, du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 30 Jours de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,466\%$)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	0,01289	0,01	0,009962	10,73
Q ₁	1,736E-5	4,932E-5	0,0001051	0,0006353
n ₁	0,8564	0,928	0,8647	1
R ₂	9,398	24,5	13,82	3,467E4
R ₃	3231	2697	6762	7,964E4
Q ₂	0,0005394	6,267E-5	0,004191	1,117E-5
n ₂	1	0,8697	1	0,9611
R ₄	0,03299	15,81	8,681	0,01
W ₁	8,528E-6	0,000996	0,0001651	0,001591
R ₅	2006	0,009995	5784	3,22E5
L ₁	7786	4,877E18	3609	0,04198
L ₂	2,72E-6	9,991E-21	0,3877	6353

Tableau (4.6) : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.

Les courbes obtenues par ce modèle pour l'échantillon 10 en présence d'oxygène, montrent que le modèle n'est pas valable à basses fréquences les premiers jours de la corrosion.

Les valeurs de certaines caractéristiques électrochimiques varient d'une façon logique et les autres varie d'une façon aléatoire, en fonction du temps de la corrosion, car nous observons une diminution remarquable des valeurs caractéristiques de la bobine L₁ (l'inductance) qui favorisent une réponse inductive et une augmentation des caractéristiques de certaines résistances et capacitances ainsi que la composante Warburg qui favorisent une réponse capacitive avec l'augmentation du temps d'immersion.

IV. 7.1.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les figures (26-29), en gris la courbe d'impédance expérimentale en noir la courbe l'impédance simulée pour l'échantillon 6 de l'alliage AA5083-H321.

Tableau (4.7) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.

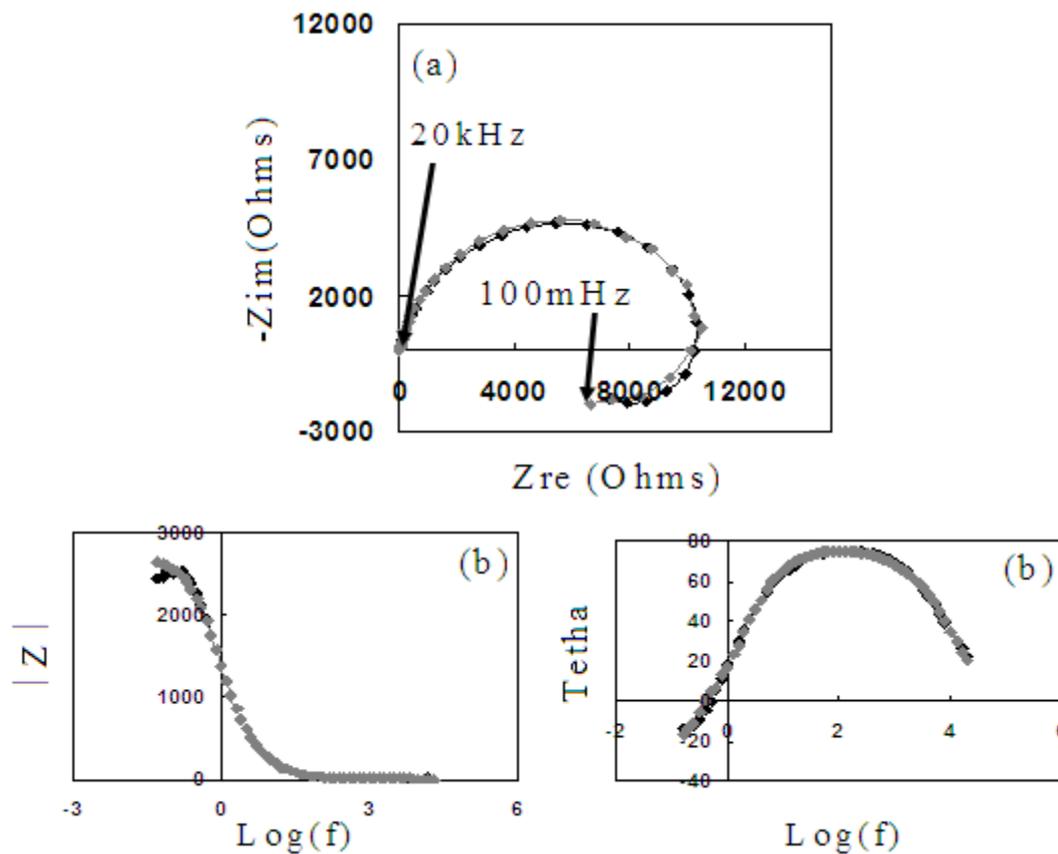
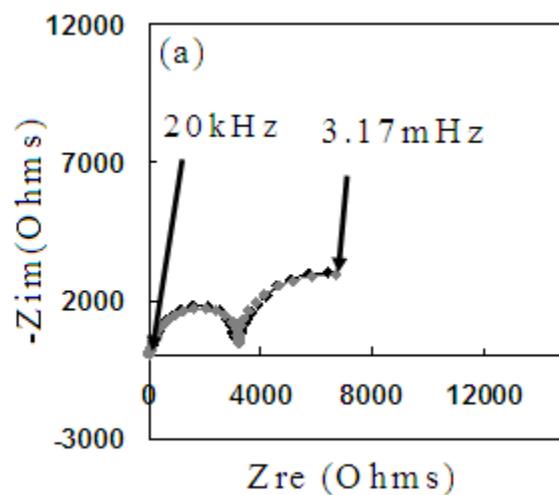


Figure (4.26) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon (6) circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie, à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 3 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,69\%$)



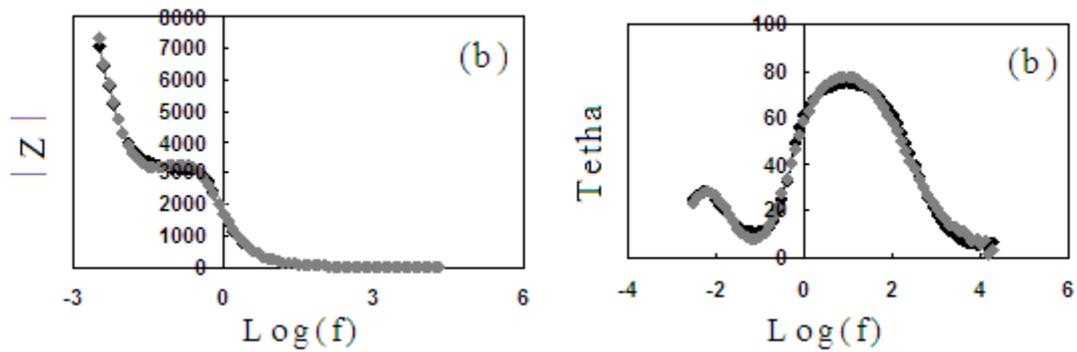


Figure (4.27) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon (6) Circuit électrique équivalent du modèle construit par partie à l'aide du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 171 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,377\%$)

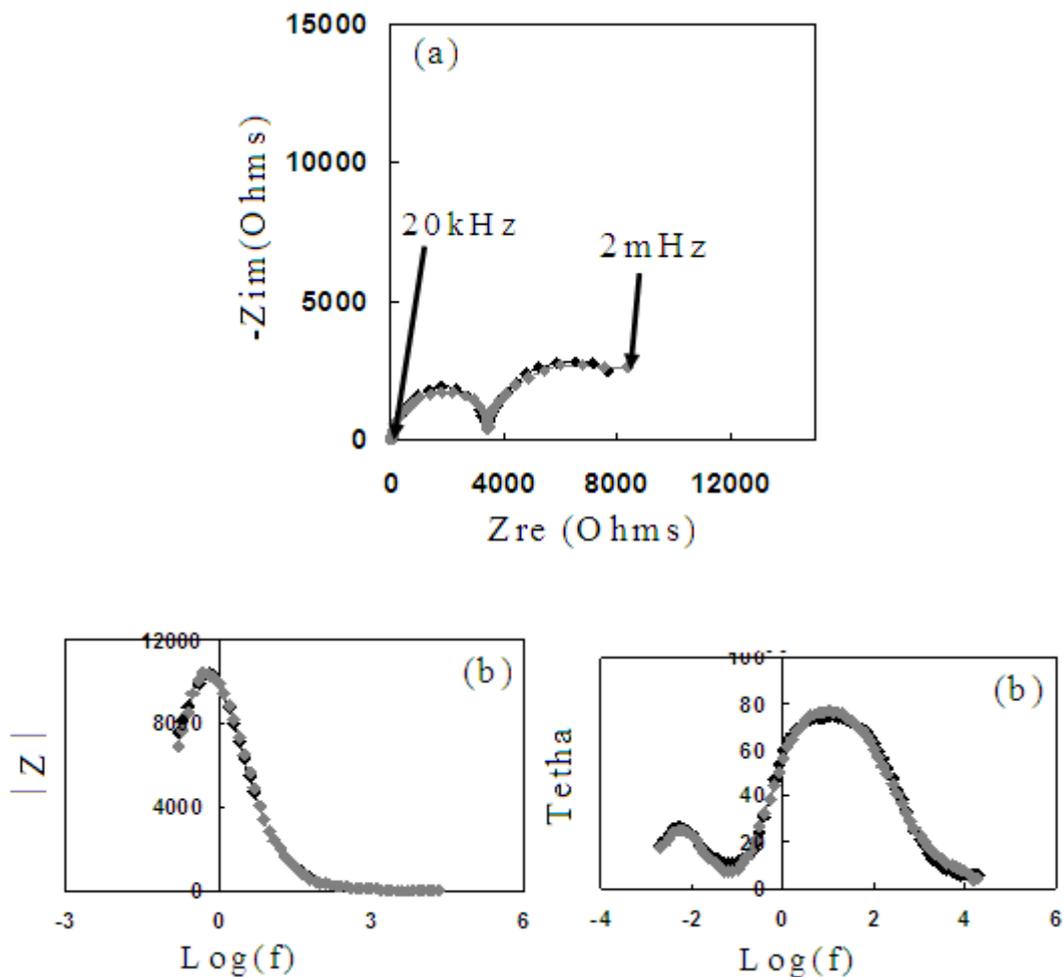


Figure (4.28) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon (6) circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie à l'aide, du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 339 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 5,89\%$)

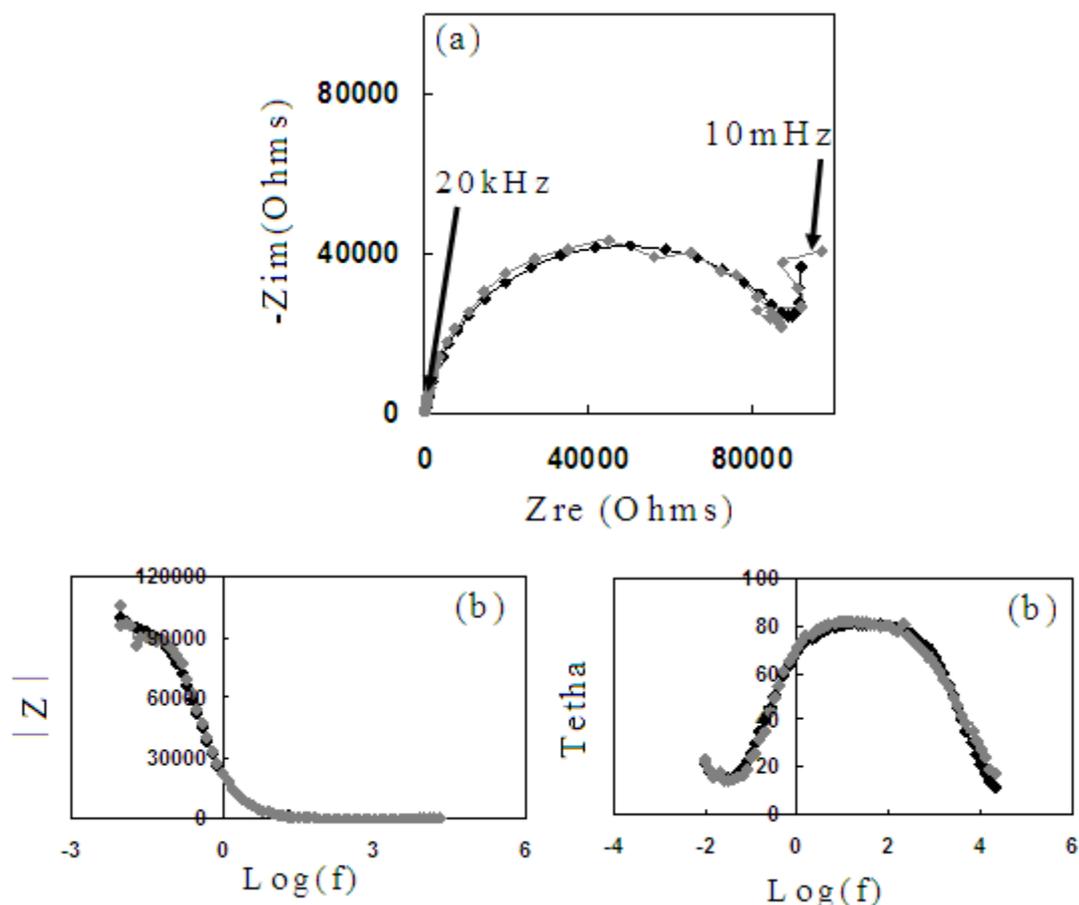


Figure (4.29) Modélisation la courbe d'impédance de l'échantillon 6 circuit électrique équivalent, du modèle construit par partie à l'aide, du logiciel ZSimpWin3.21 en présence d'oxygène après 30 Jours h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 7,13$ %)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	0,004368	0,01304	0,007334	12,69
Q ₁	8,979E-6	0,000102	9,317E-5	7,912E-6
n ₁	0,8666	0,8939	0,8901	0,911
R ₂	9,33	11,26	10,85	0,1987
R ₃	1,179E4	9307	9268	1,8E13
Q ₂	6,004E10	0,003231	0,003127	0,0004918
n ₂	0,8819	1	1	1
R ₄	0,02024	0,03356	0,03555	9,674E4
W ₁	3,589E-13	3,53E-5	2,841E-5	3,321E6
R ₅	1,221E4	5593	6287	1,789E6
L ₁	1,21E4	0,1661	0,001944	1,349E13
L ₂	2,934E-18	2116	2116	2,188E-7

Tableau (4.7) : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les courbes obtenues par ce modèle pour l'échantillon 6 en présence d'oxygène, montrent que celui-ci n'est pas valable à basses fréquences après 3h d'immersion, ceci peut être dû, un manque dans le modèle, ou a une boucle ou plus masquée par une autre, ou aux valeurs expérimentales obtenues à basses fréquences, qui ne reflètent pas la réalité de l'impédance du matériau, en raison de la possibilité de présence d'artéfacts à basses fréquences, ou bien au manque de stabilité du système durant les premières heures de la corrosion.

Les valeurs des caractéristiques électrochimiques semblent variées d'une façon aléatoire en fonction du temps de la corrosion. Nous remarquons une variation aléatoire des caractéristiques des bobines (l'inductance) caractérisant une réponse inductive, et une variation aléatoire des caractéristiques des résistances et des capacitances ainsi que la composante Warburg qui caractérisent une réponse capacitive avec l'augmentation du temps d'immersion.

IV. 7.2 Modélisation avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al (figure (4.10 a)).

IV. 7.2.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.

Les figures (30-33) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H321

Tableau (4.8) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.

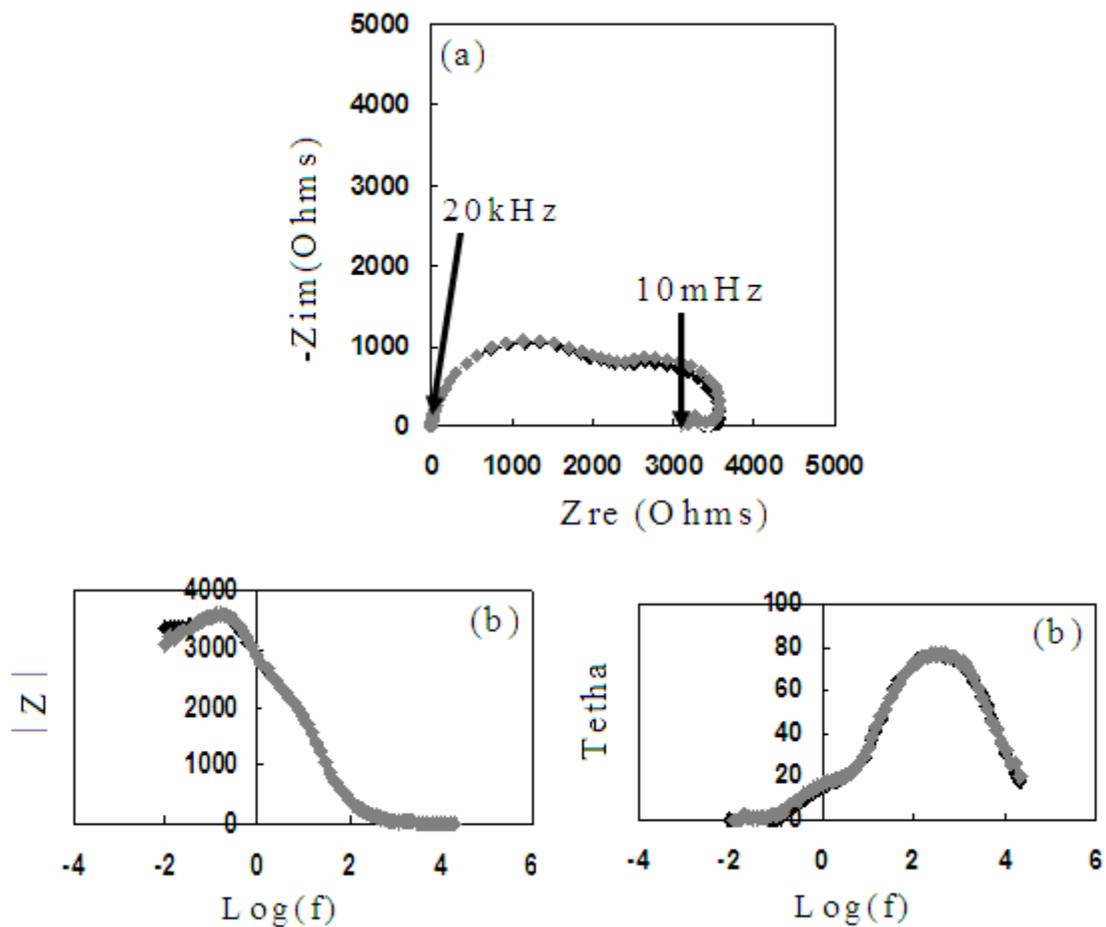
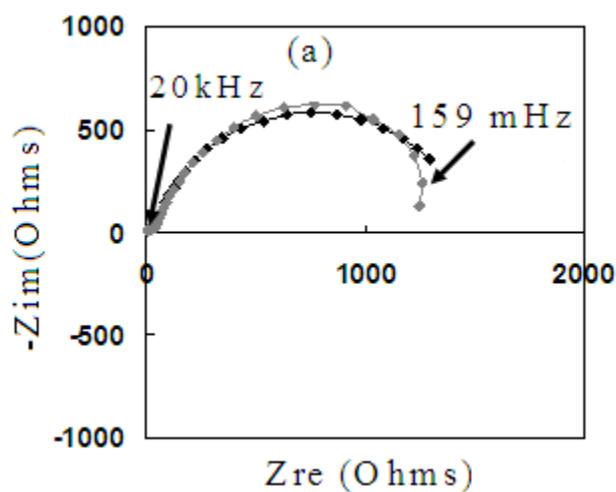


Figure (4.30) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 3 h de corrosion : a)diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,245\%$)



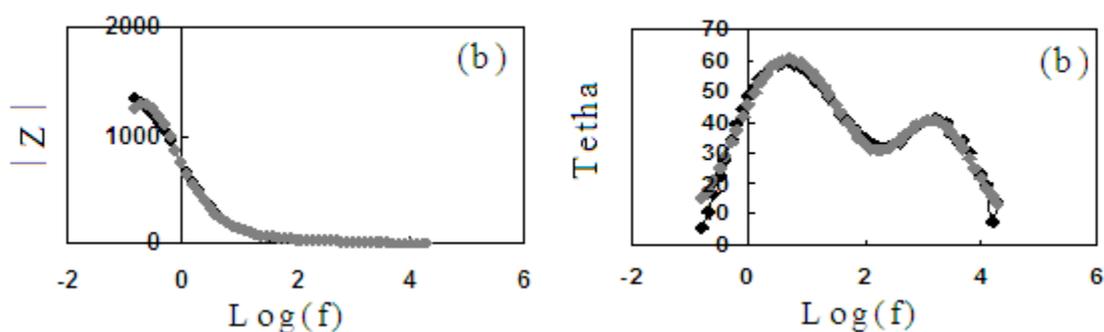


Figure (4.31) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 171 h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 5,442$ %)

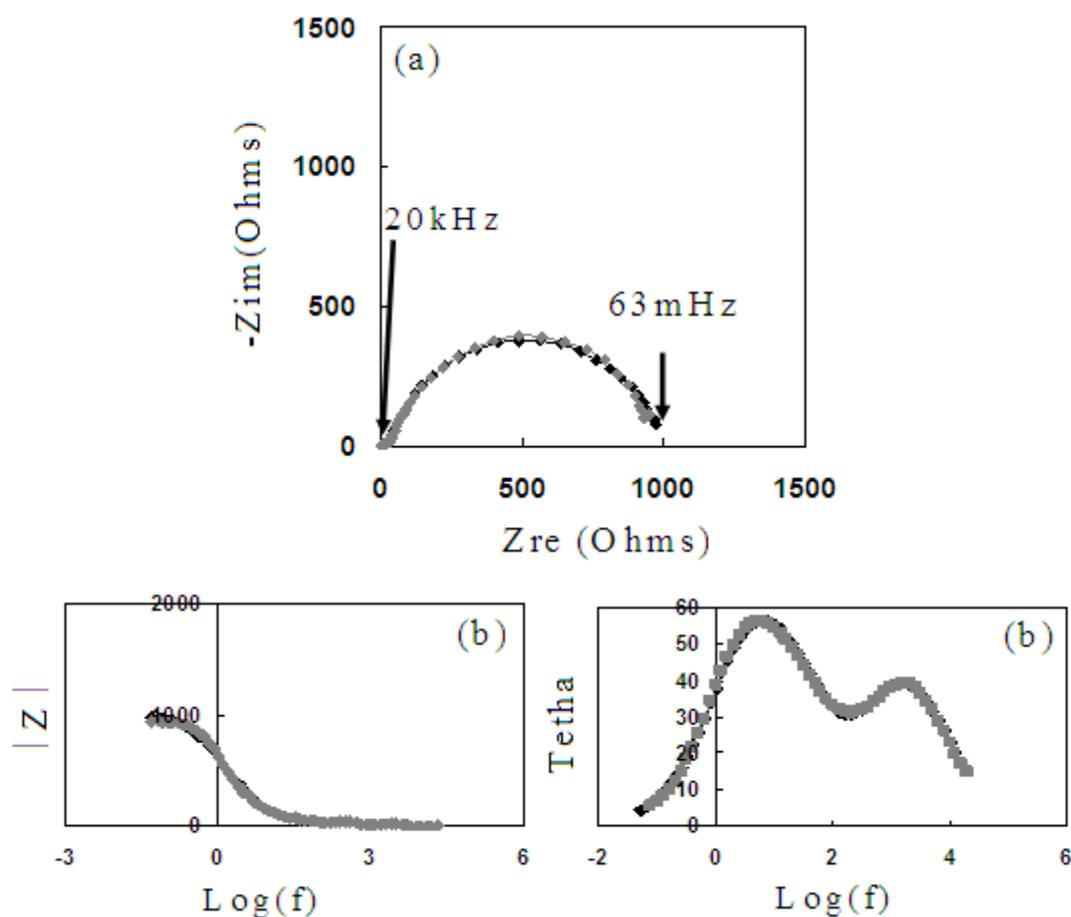


Figure (4.32) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 195 h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,848$ %)

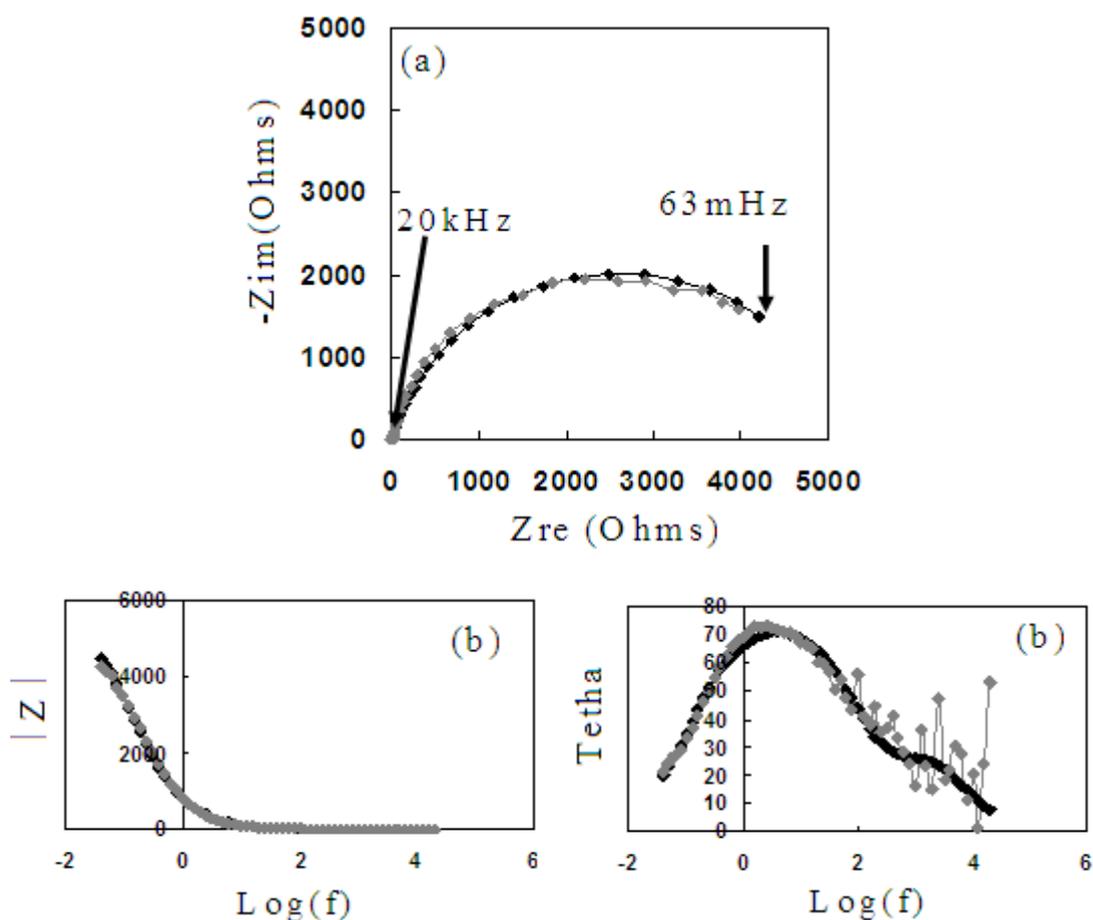


Figure (4.33) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 30 jours de Corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 17,91\%$)

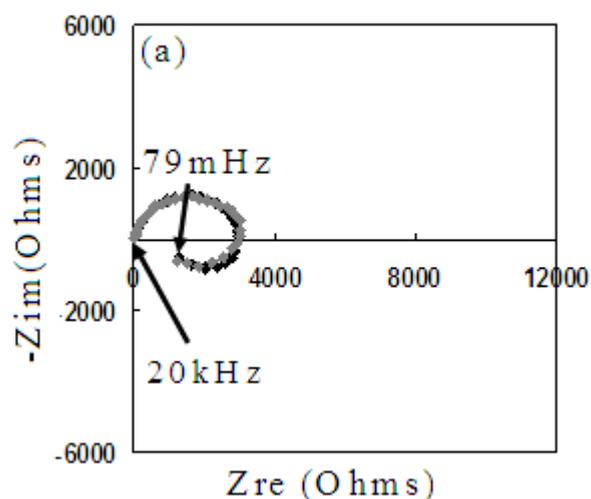
Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	195 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	8,945	6,007	5,635	6,255
Q ₁	5,641E-6	3,086E-5	4,002E-5	7,9E-5
n ₁	0,9342	0,8417	0,8118	0,8007
R ₂	1685	0,003118	0,0004124	0,008094
L ₁	1123	1,844	1,432	0,3537
R ₃	579	40,74	992,3	5231
Q ₂	0,000174	0,0001757	0,0001836	0,0001683
n ₂	0,8239	0,8515	0,8466	0,8536
R ₄	1657	1485	39,47	14,76

Tableau (4.8): Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par E.J Bessone et al [BES92], pour la corrosion de l'échantillon 0, dans une solution de 3% de NaCl aéré, dévoilent une augmentation de certaines des caractéristiques électrochimiques favorisant la réponse capacitive, une diminution des caractéristiques favorisant la réponse inductive avec l'augmentation du temps de corrosion. Une superposition des courbes d'impédances expérimentales avec les courbes d'impédances simulé à haute fréquence montre une divergence entre celles-ci à basses fréquences sauf dans le cas de l'essai après 3 h de corrosion, donc ce modèle reste incomplet à basses fréquences.

IV. 7.2.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.

Les figures (34-37) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 10 de l'alliage AA5083-H321 Tableau (4.9) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.



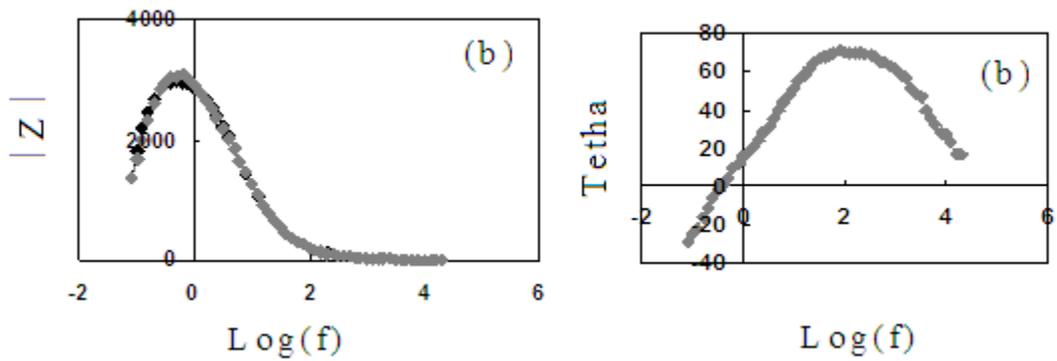


Figure (4.34) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 3h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 5,252\%$)

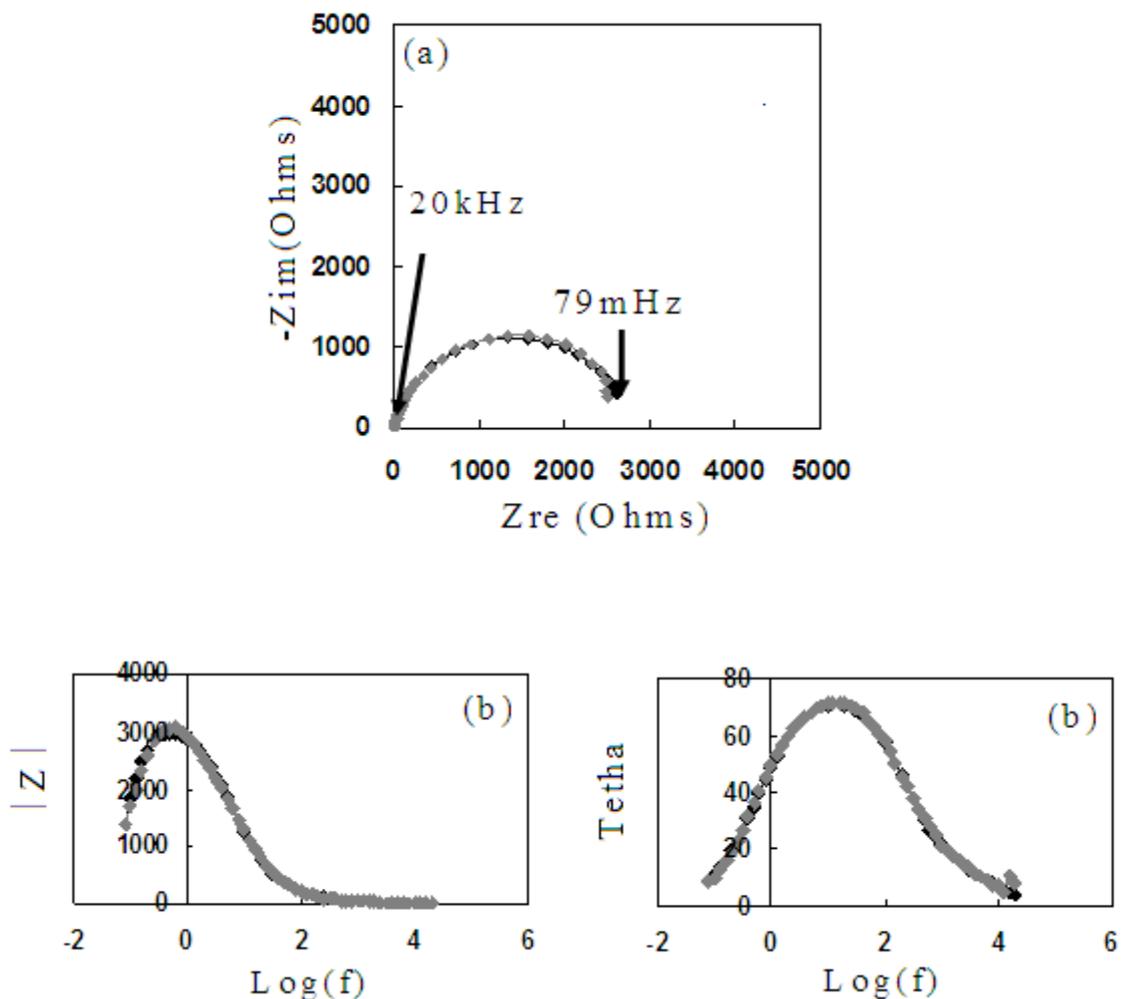


Figure (4.35) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 171 h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,985\%$)

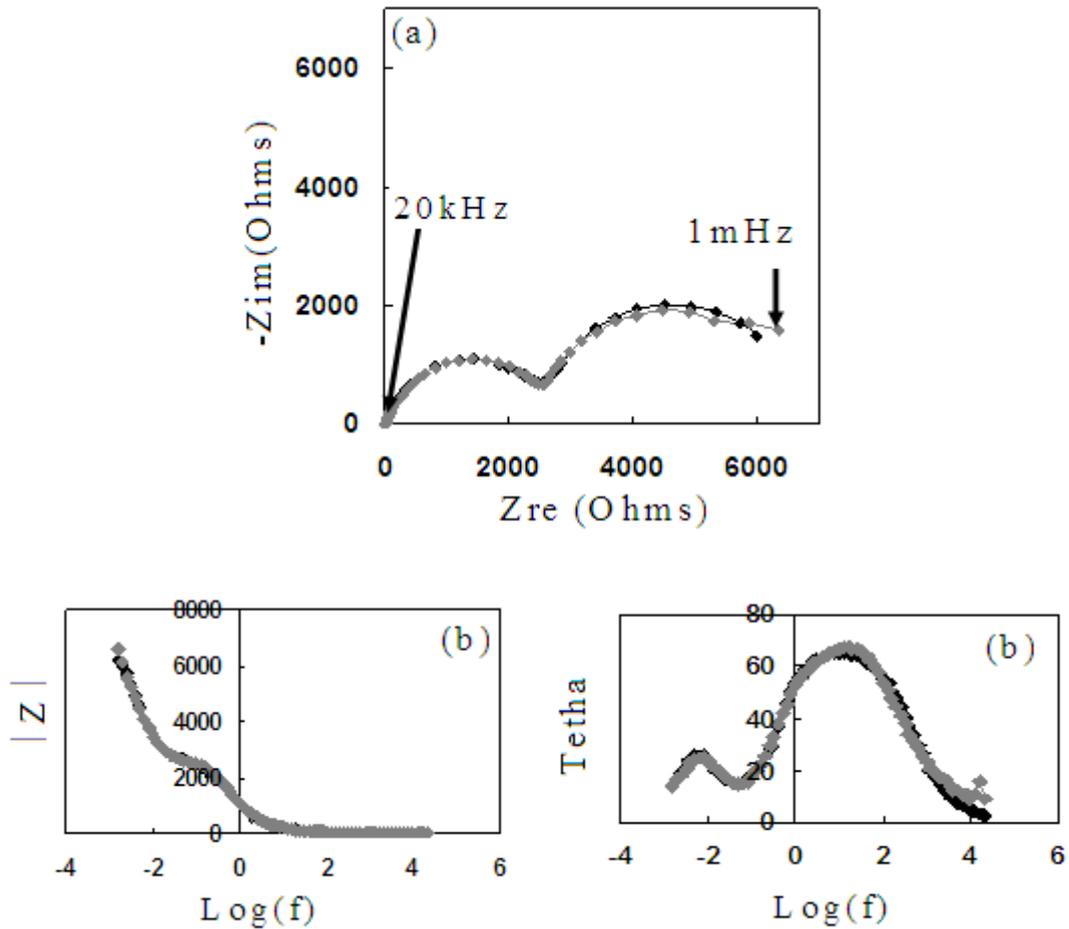
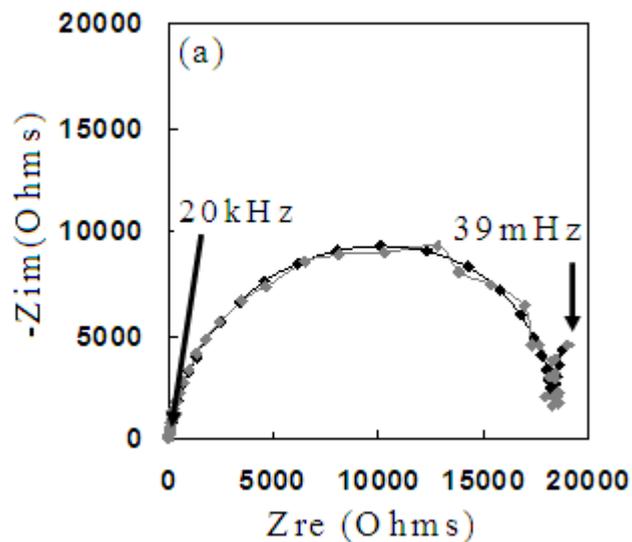


Figure (4.36) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 339h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,164\%$)



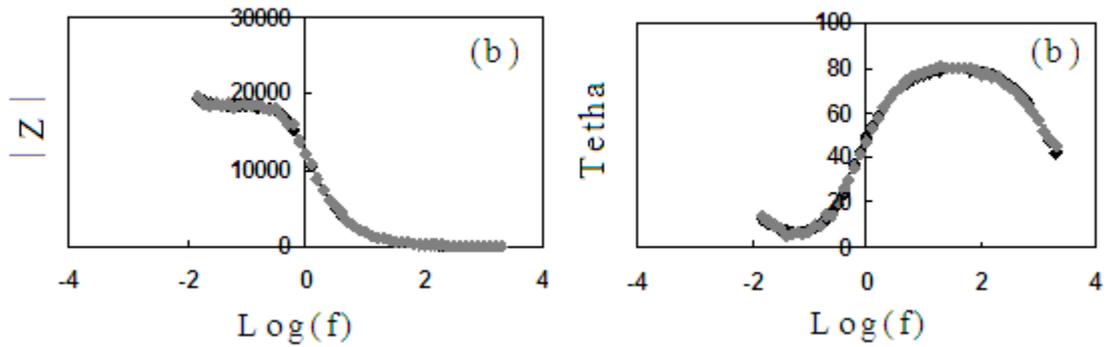


Figure (4.37) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 30 jours de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,595\%$)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	8,922	10,23	9,962	14,22
Q ₁	2,048E-5	4,768E-5	0,0001927	1,207E-5
n ₁	0,8401	0,8698	0,7875	0,9158
R ₂	0,002407	0,09224	2864	1,87E4
L ₁	5126	0,03483	256,6	0,002516
R ₃	3131	8,313	841,7	1308
Q ₂	0,002015	6,628E-5	0,01012	5,621E4
n ₂	1	0,863	0,9873	1
R ₄	7,381E8	2768	3874	3525

Tableau 4.9 : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par E.J Bessone et al [BES92], pour la corrosion de l'échantillon 10 dans une solution de 3% de NaCl aéré, montrent une augmentation de certaines des caractéristiques électrochimiques favorisant la réponse capacitive, et une diminution sensible des caractéristiques électrochimiques qui favorisent la réponse inductive en fonction du temps d'immersion. Une superposition des courbes d'impédances expérimentales avec les courbes d'impédances simulées avec divergence à basses fréquences, donc ce modèle approche la cinétique de la corrosion de l'échantillon 10 mais il est incomplet.

IV. 7.2.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les figures (38-41) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 6 de l'alliage AA5083-H321

Tableau (4.10) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.

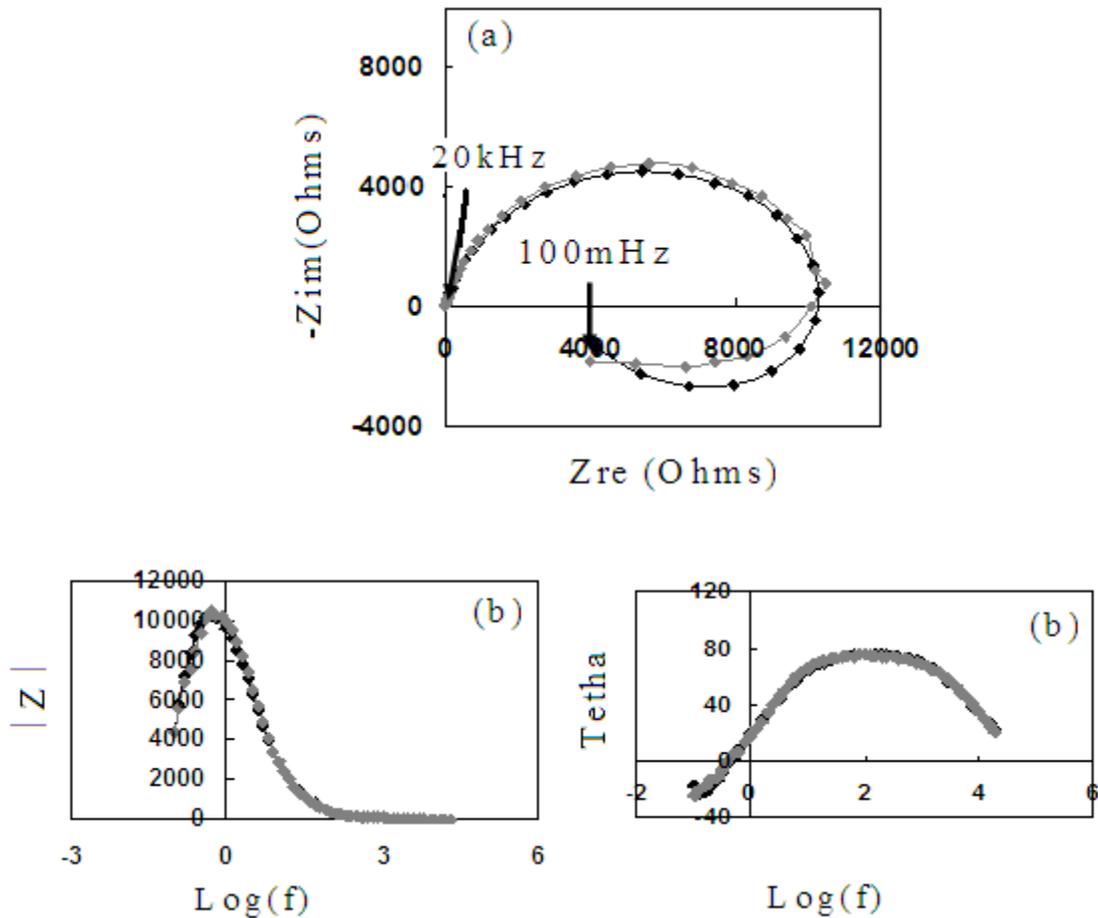
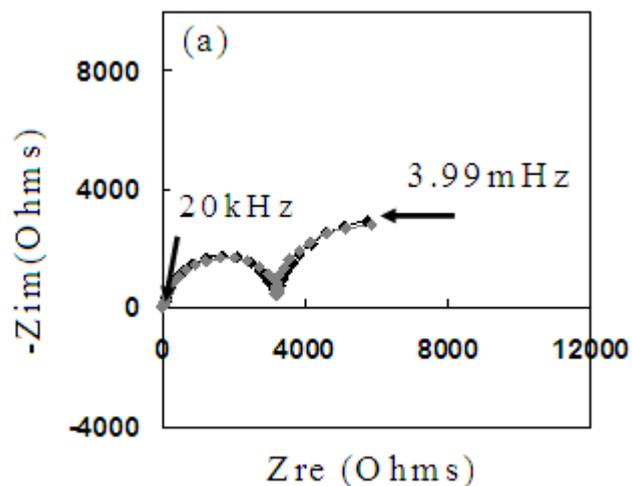


Figure (4.38) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 3h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 4,584\%$)



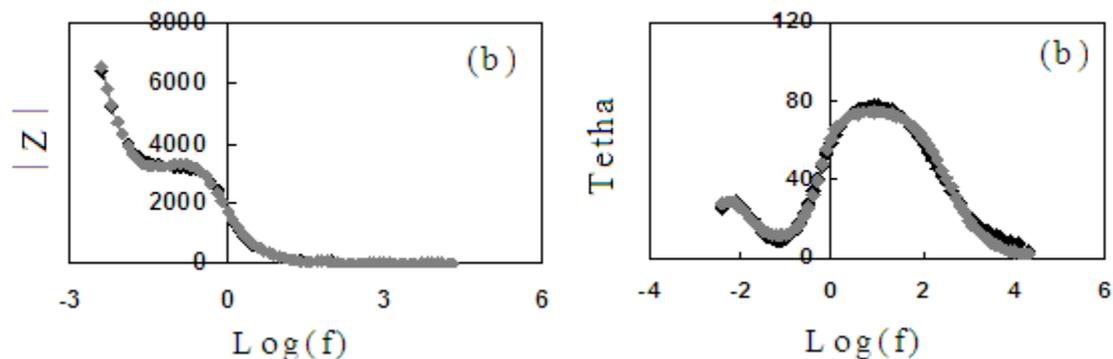


Figure (4.39) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 171h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,619\%$)

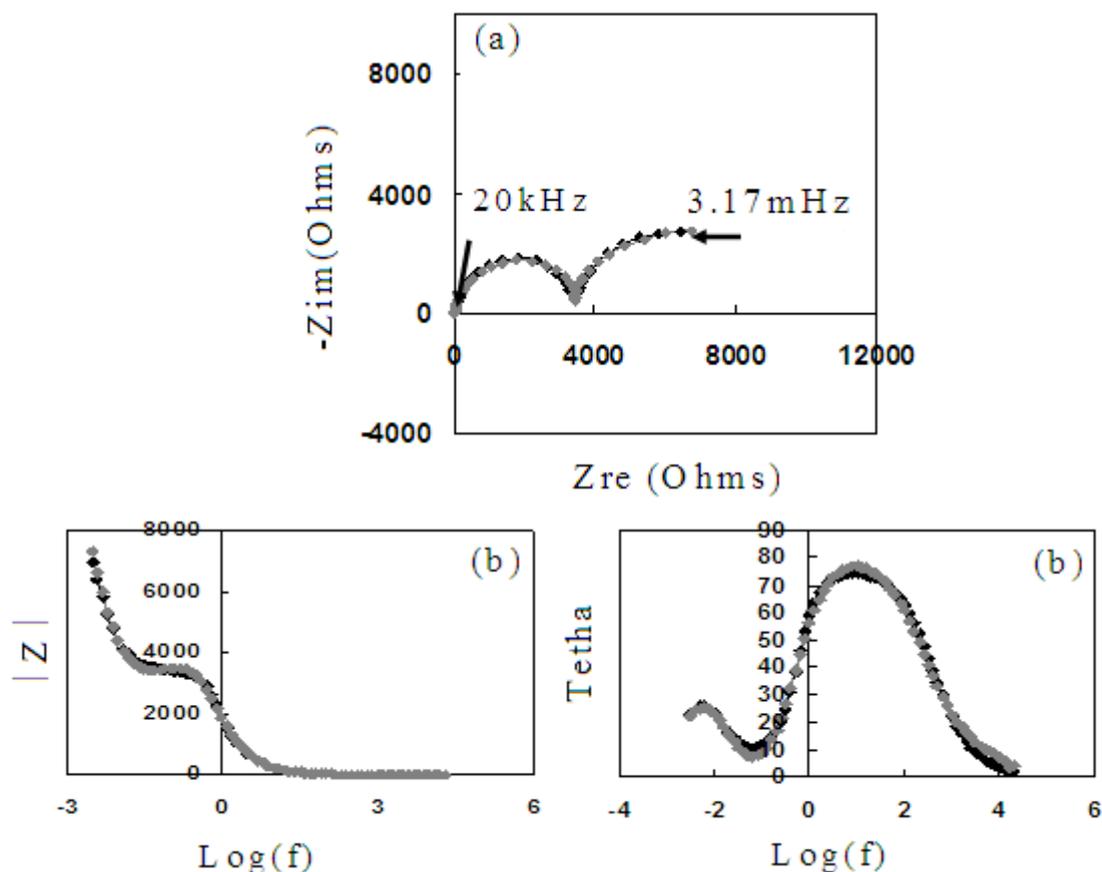


Figure (4.40) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 339h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 5,891\%$)

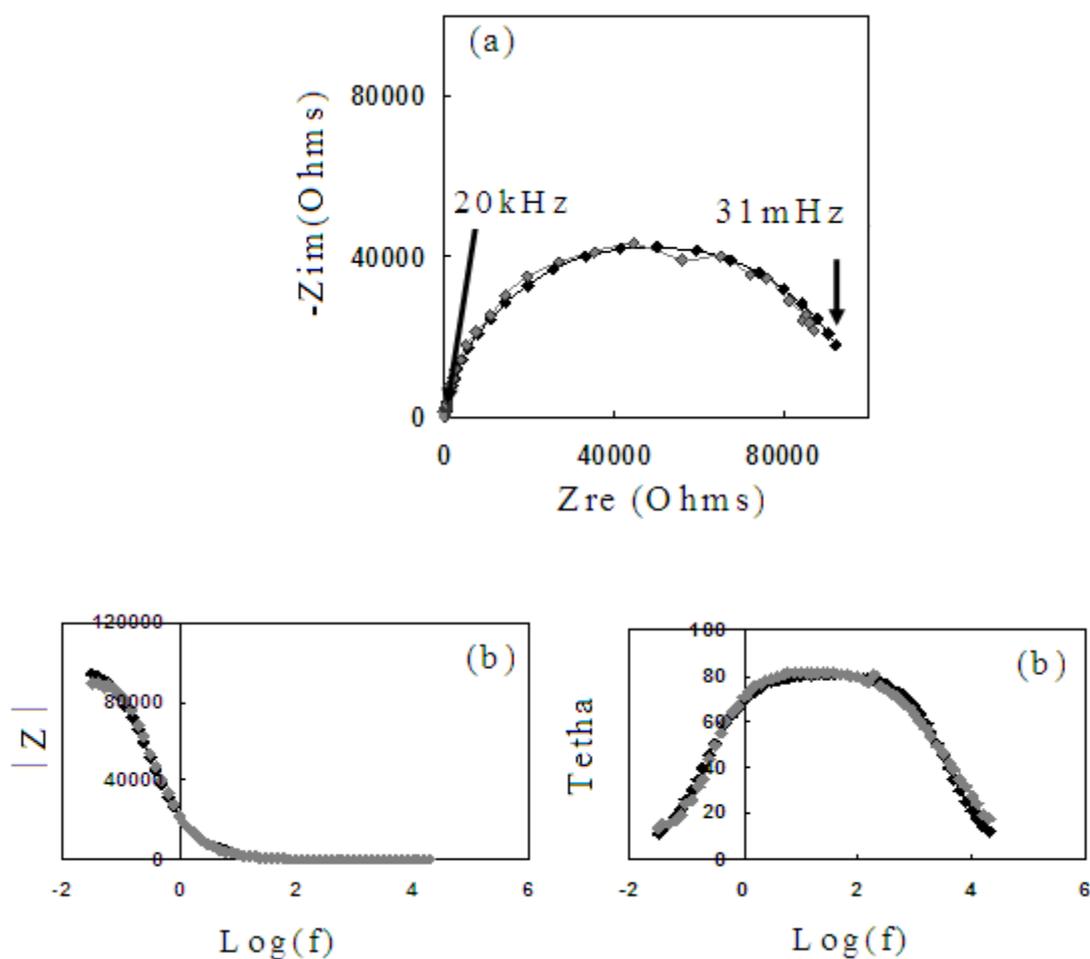


Figure (4.41) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent proposé par E.J Bessone et al en présence d'oxygène après 30 Jours de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,874\%$)

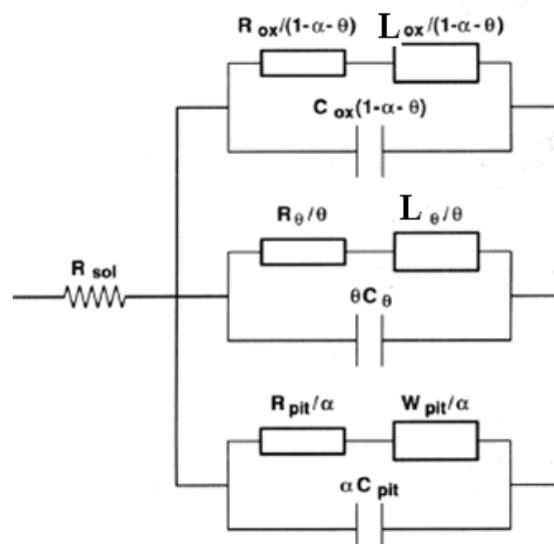
Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	9,414	10,48	10,24	12,85
Q ₁	8,724E-6	0,0001205	0,0001063	7,996E-6
n ₁	0,8704	0,871	0,8729	0,9094
R ₂	847,7	3399	3626	0,01
L ₁	1,123E4	577,2	531,7	1,13E15
R ₃	1,038E4	1,038E4	4218	4,241E9
Q ₂	0,0004701	0,007882	0,008494	0,002244
n ₂	1	1	1	1
R ₄	2,824E12	5801	5237	9,818E4

Tableau 4.10 : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par E.J Bessone et al [BES92], pour la corrosion de l'échantillon 6 dans une solution de 3% de NaCl aéré, révèlent une augmentation de certaines des caractéristiques électrochimiques favorisant la réponse capacitive, et une diminution sensible des caractéristiques électrochimiques qui favorisent la réponse inductive en fonction du temps d'immersion. Une superposition des courbes d'impédances expérimentales avec les courbes d'impédances simulées sauf pour le cas de l'échantillon ayant subi trois heures de corrosion, donc ce modèle peut décrire et approcher la cinétique de la corrosion de l'échantillon 6, mais il est incomplet.

IV. 7.3 Modélisation de l'impédance avec le circuit électrique équivalent inspiré de celui proposé par J.R.Scully.

Le modèle proposé par J.R.Scully [SCU93] pour les alliages aluminium-cuivre, et aluminium-silicium figure (4.8) montre que la corrosion de ces alliages dépend de la présence des particules intermétalliques favorisant la formation des piqûres, la corrosion de ces alliages est contrôlée par la diffusion et d'adsorption capacitive au niveau de la phase mère au voisinage des particules intermétalliques et les piqûres fraîches au cours du temps. Les courbes d'impédances de l'alliage que nous avons étudié révèlent, la présence d'une réponse représentant une adsorption totalement inductive, ou une adsorption capacitive associée à une adsorption inductive, ou bien une adsorption totalement capacitive aux moyens et bases fréquences. Pour approcher cette situation nous avons nous avons proposé une modification du circuit équivalent proposé par J.R.Scully, ce dernier est représenté par la figure (4.43a, b).



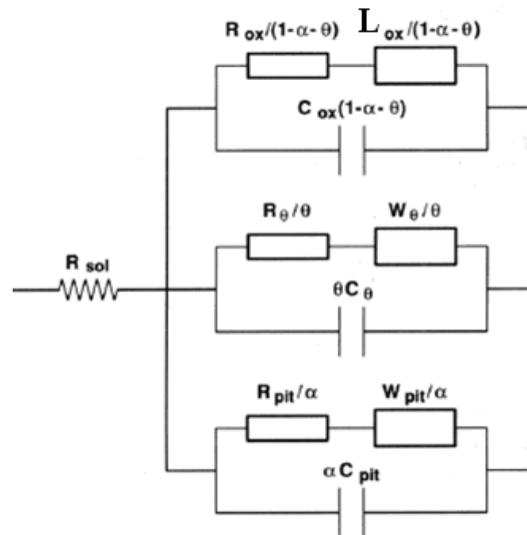
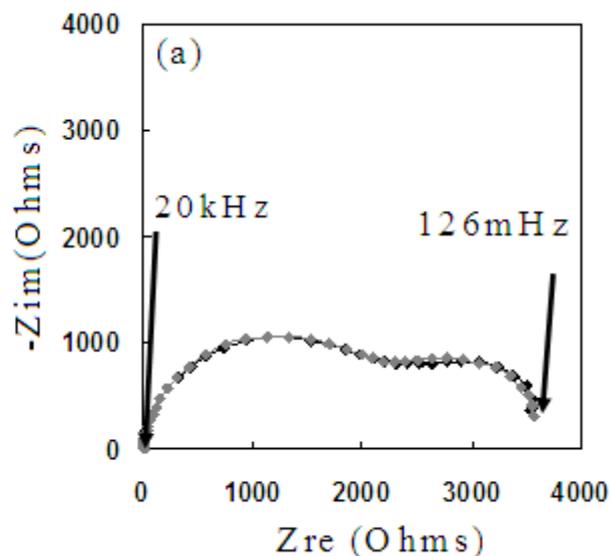


Figure (4.42) circuit électrique équivalent inspiré de celui proposé par J.R.Scully a) pour les courbes d'impédance comportant, a moyens et basses fréquences, uniquement des boucles capacitive, b) pour les courbes d'impédance comportant, a moyens et basses fréquences, des boucles inductives.

IV. 7.3.1 Corrosion de l'échantillon 0 en présence.

Les figures (43-45) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 0 de l'alliage AA5083-H321 Tableau (4.11) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.



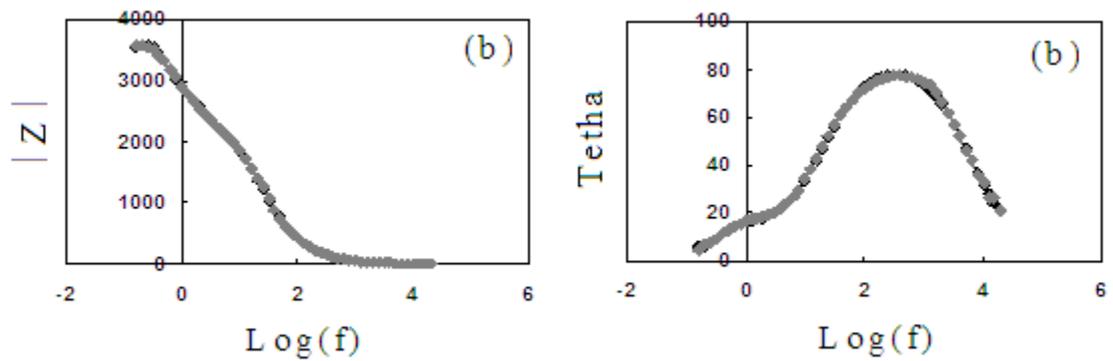


Figure (4.43) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully, en présence d'oxygène après 3h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 1,65\%$)

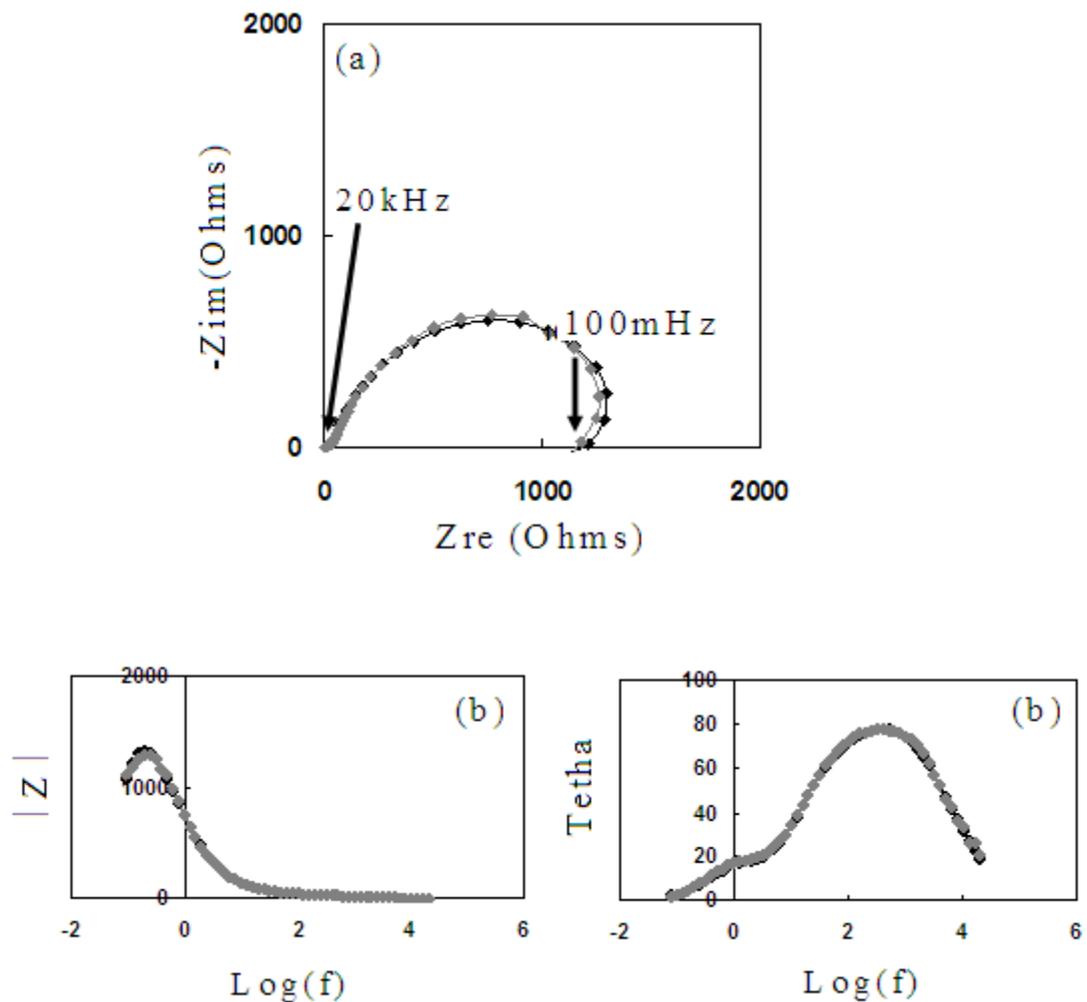


Figure (4.44) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène

après 171h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,22$ %)

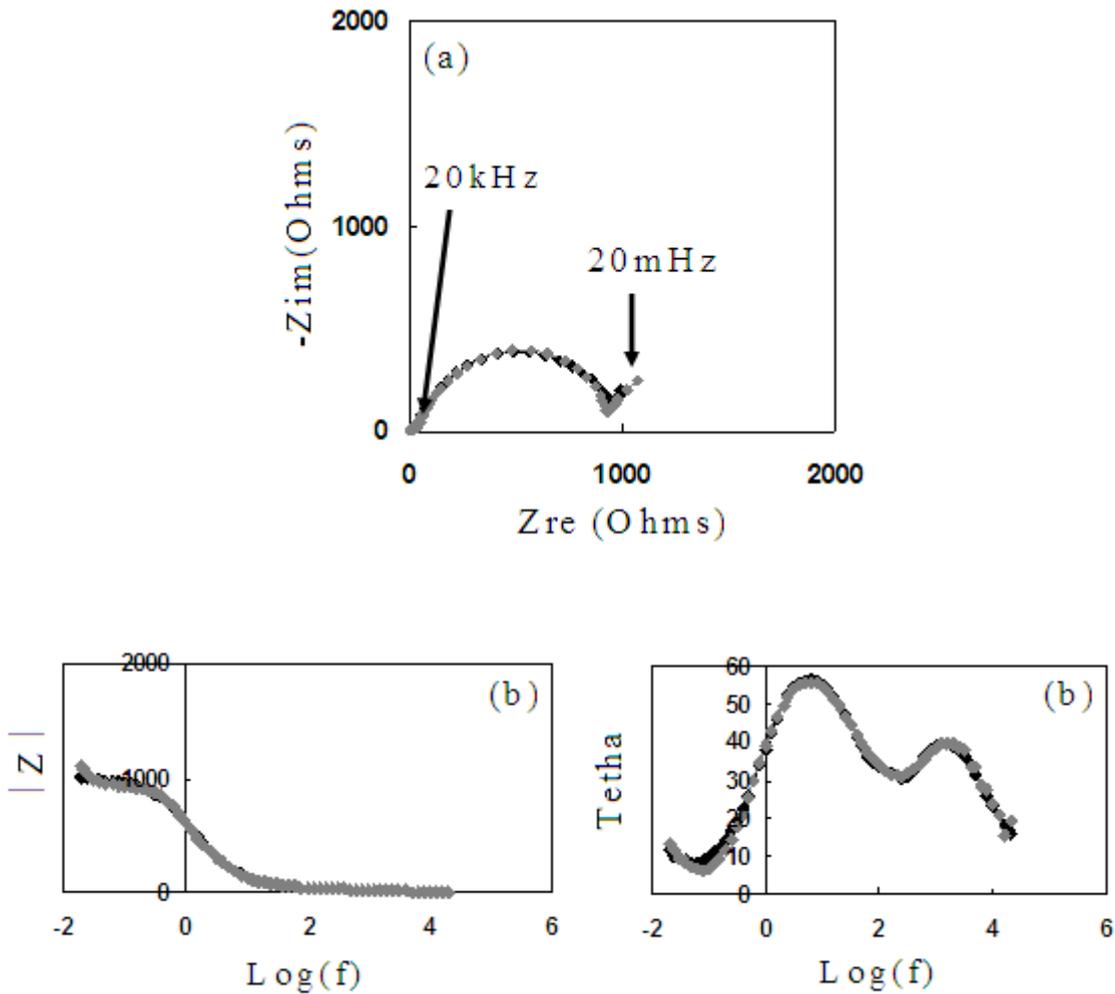


Figure (4.45) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 195 h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,361$ %)

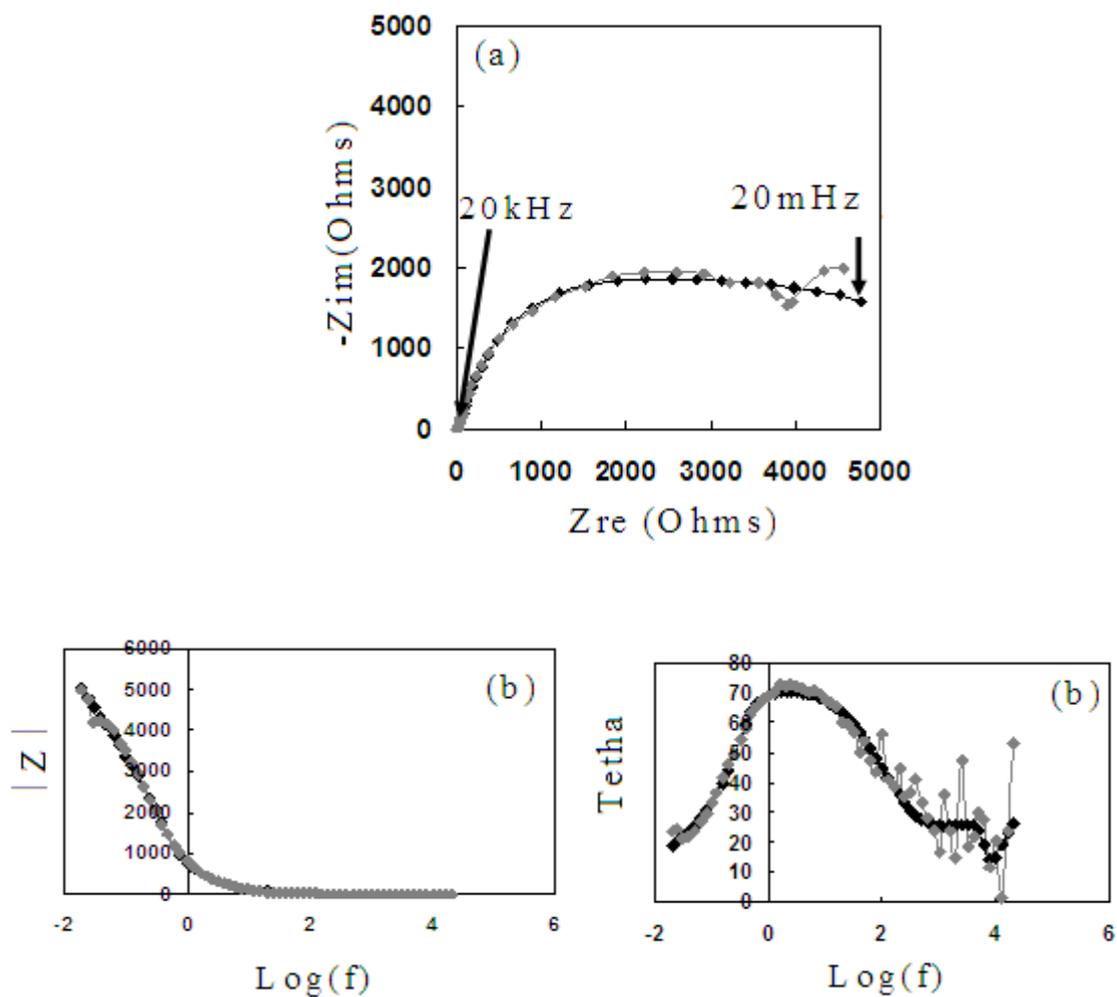


Figure (4.46) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 0 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 30 jours de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 14,92\%$)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	195 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	1,955	6,316	5,281	5,095E-5
Q ₁	4,825E-6	0,0002182	0,03934	0,0002408
n ₁	0,9526	0,8439	0,9177	0,8368
R ₂	7,894	40,68	987,9	16,46
L ₁	5,771E-5	0,0002858		
W ₁			2,546E-5	0,0003084
Q ₂	0,0001876	4,891E-6	4,891E-6	0,0001841
n ₂	0,01136	1	0,8835	0,0552
L ₂	4134	0,704	0,006059	2576
W ₂	5,806E-6	136	0,003099	3,059E-7
Q ₃	0,0002941	0,002919	0,0001862	6,631E-5
n ₃	0,648	0,9999	0,8477	0,5563
R ₃	2355	1614	43,14	9,745E9
L ₂	9,776E18	3593	88	70,44

Tableau 4.11 : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 0 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par J.R.Scully [SCU93], pour la corrosion de l'échantillon 0 dans une solution de 3% de NaCl aéré montrent que les caractéristiques électrochimiques varient d'une façon aléatoire, en fonction du temps de corrosion. Les courbes simulées divergent des courbes expérimentales à basses fréquences.

IV 7.3.2 Corrosion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène

Les figures (47-50) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 10 de l'alliage AA5083-H321 Tableau (4.12) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.

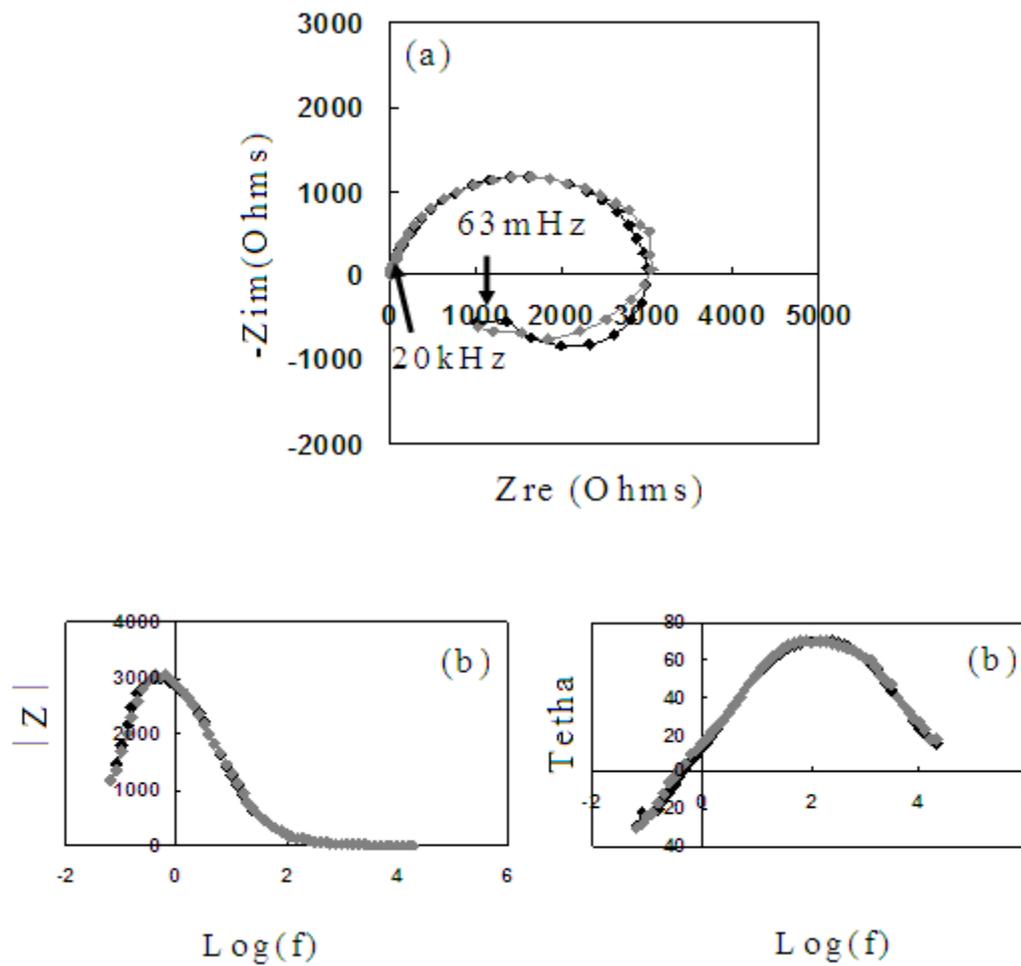


Figure (4.47) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent inspiré circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 3hde corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 5,212\%$)

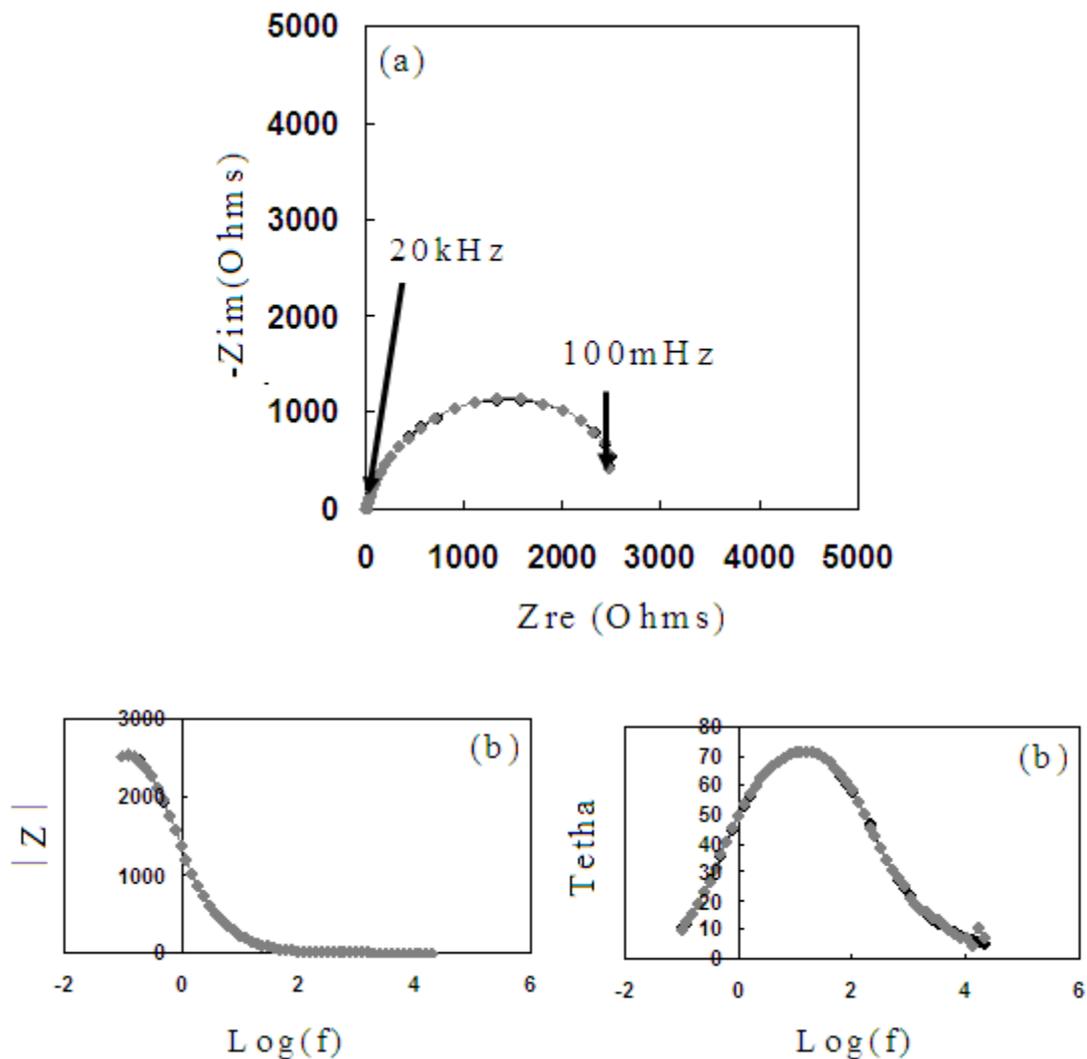


Figure (4.48) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 171h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,589$ %)

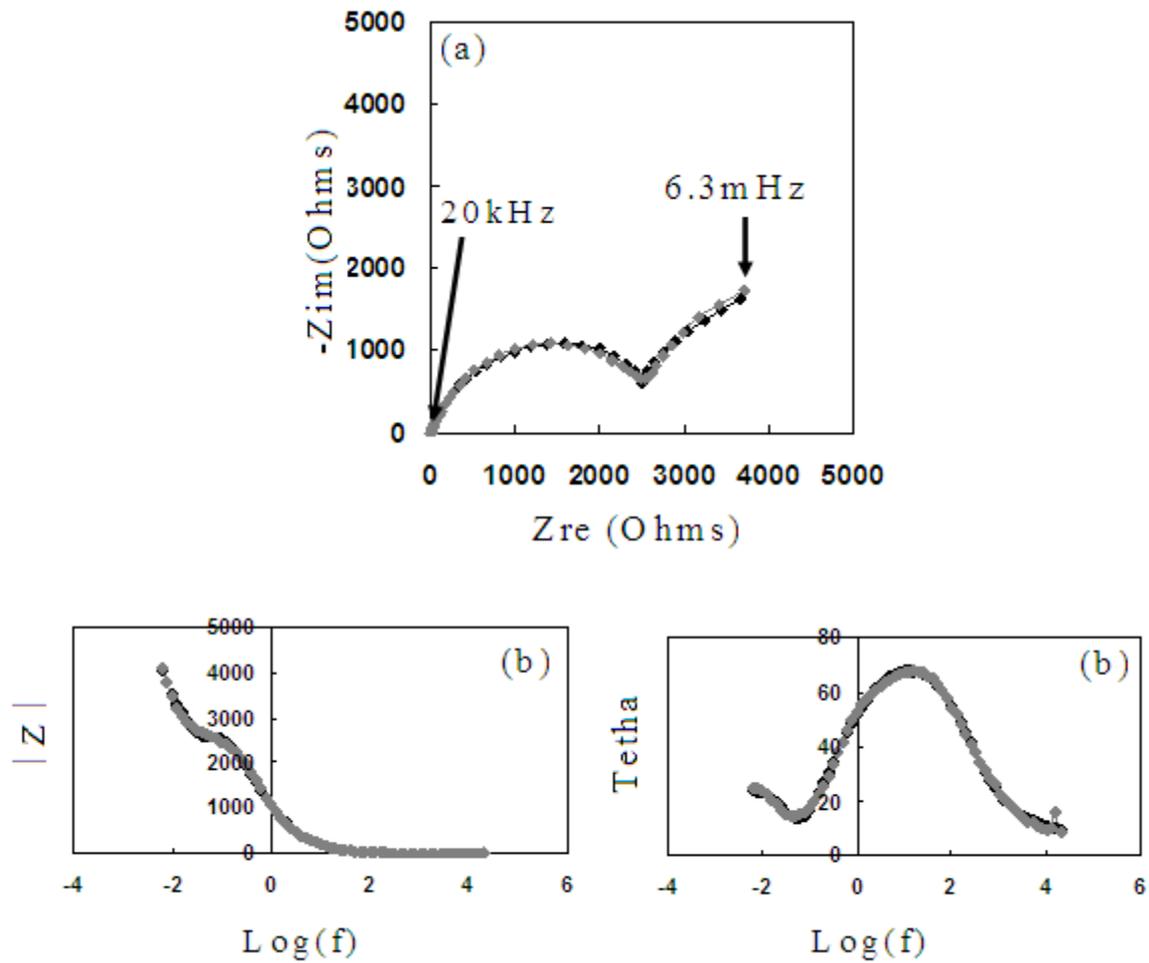


Figure (4.49) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent inspiré de celui proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 339h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,591$ %)

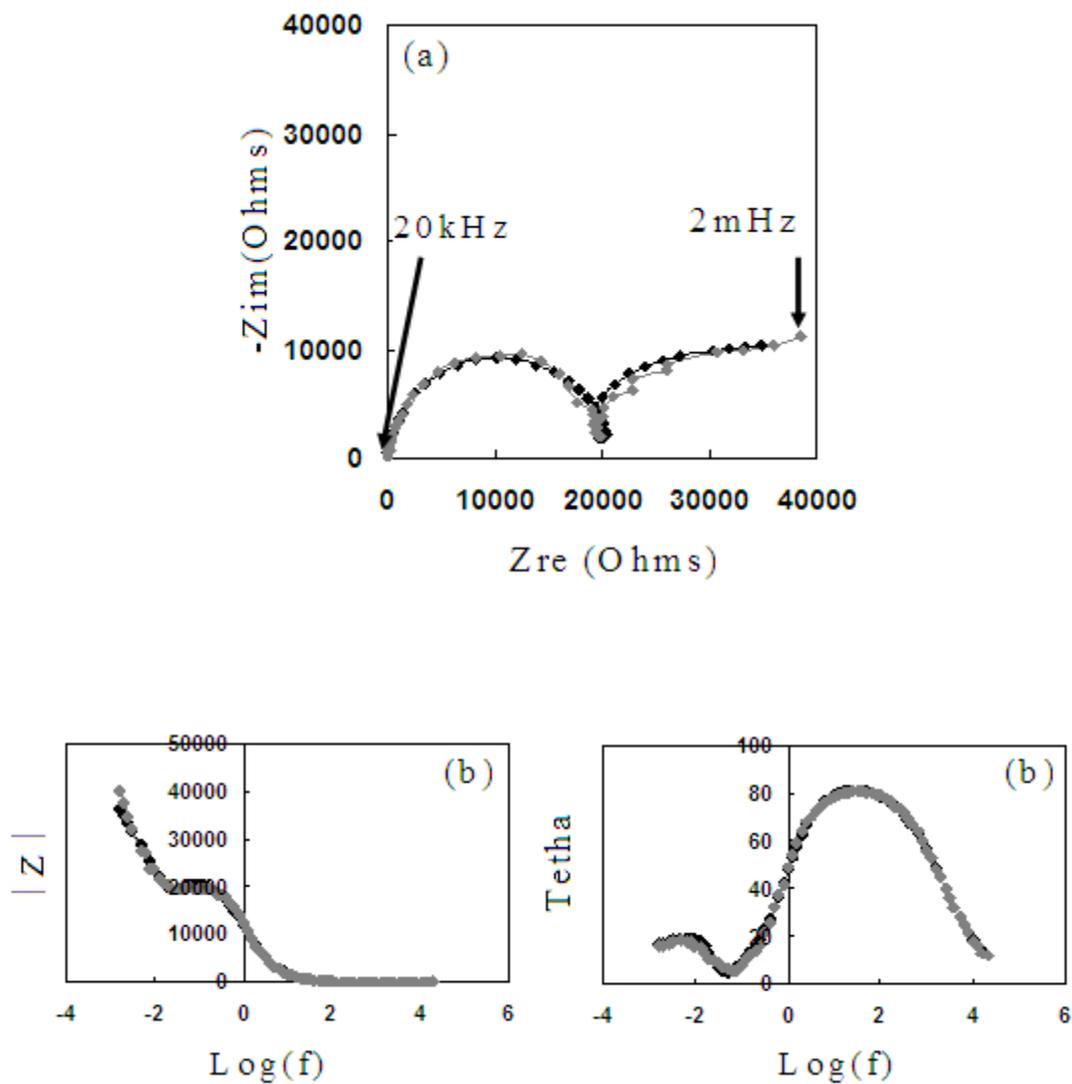


Figure (4.50) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 10 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 30 jours de corrosion : a) diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 3,864\%$)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	8,436	9,275	6,87	10,64
Q ₁	1,264E-5	0,0001131	0,0001452	0,0005118
n ₁	0,903	0,876	0,8467	0,364
R ₂	25,7	5,769	6,595	3,911E4
L ₁	0,002701	0,001919		
W ₁			0,0009266	2,674E-11
Q ₂	0,0007515	0,0002614	2,96E9	1,002E-5
n ₂	1	0,0279	0,8003	0,9656
L ₂	1,134E4	31,41	2,094E14	1,082E11
W ₂	1,993E-5	1,798E-17	6,739E-12	0,001404
Q ₃	0,001139	0,000266	0,0005705	7,239E-5
n ₃	1	0,7115	0,267	0,4834
R ₃	3356	1,09E4	1412	3,393E4
L ₂	6600	1,925E4	3462	1,458E5

Tableau (4.12) : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 10 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par J.R.Scully [SCU93], pour la corrosion de l'échantillon 10 dans une solution de 3% de NaCl aéré révèlent que les caractéristiques électrochimiques varient d'une façon aléatoire, en fonction du temps de corrosion. Les courbes simulées divergent des courbes expérimentales à basses fréquences.

IV. 7.3.3 Corrosion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les figures (51-54) représentent, en gris le diagramme de impédance expérimentale en noir le diagramme de l'impédance simulé pour l'échantillon 6 de l'alliage AA5083-H321. Tableau (4.13) représente l'évolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps.

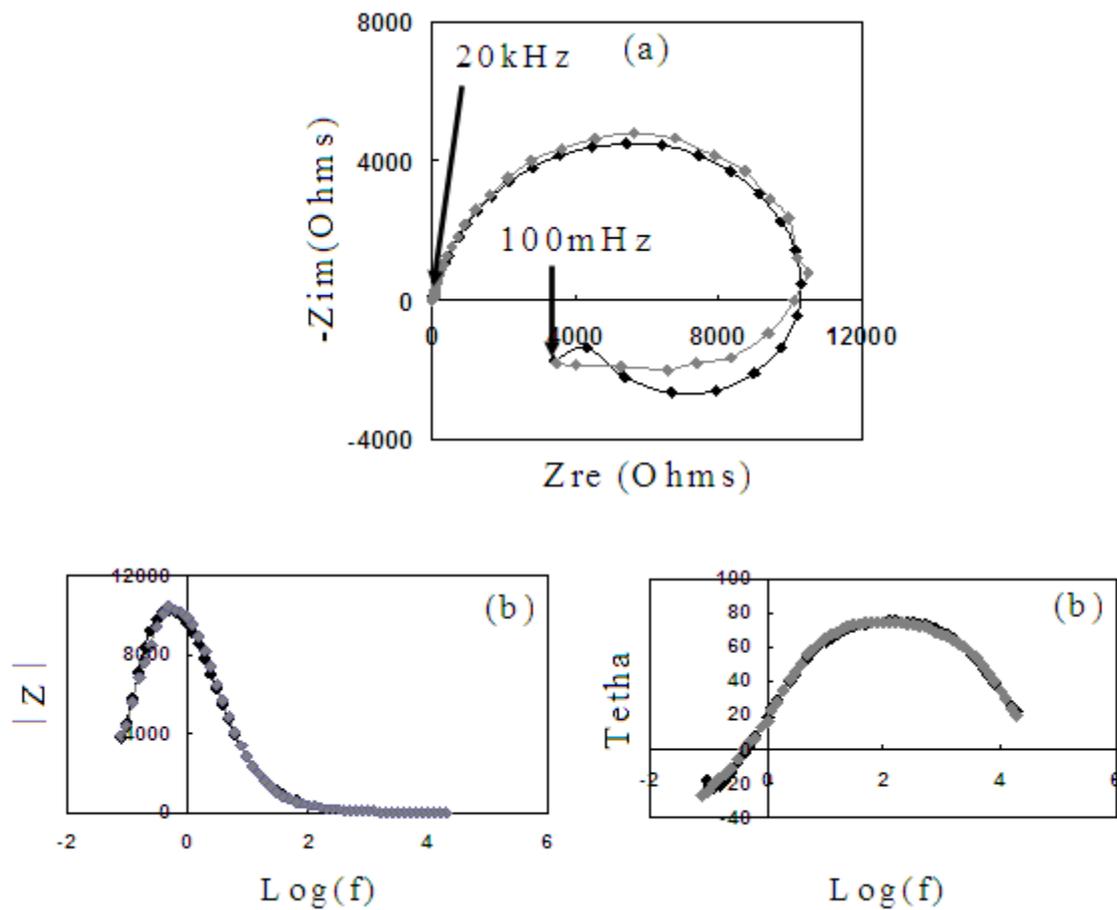


Figure (4.51) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 3h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 2,501\%$)

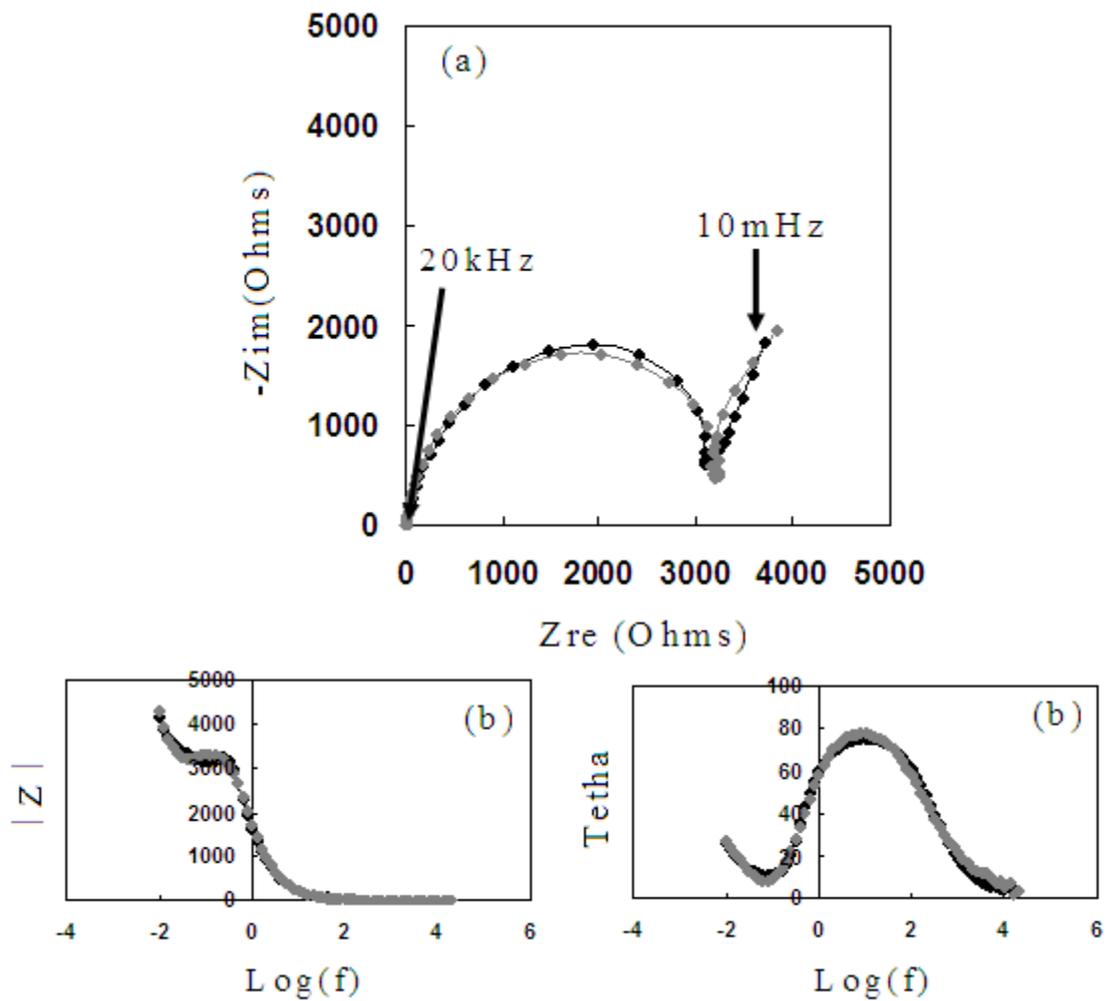


Figure (4.52) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 171h de corrosion a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,938\%$)

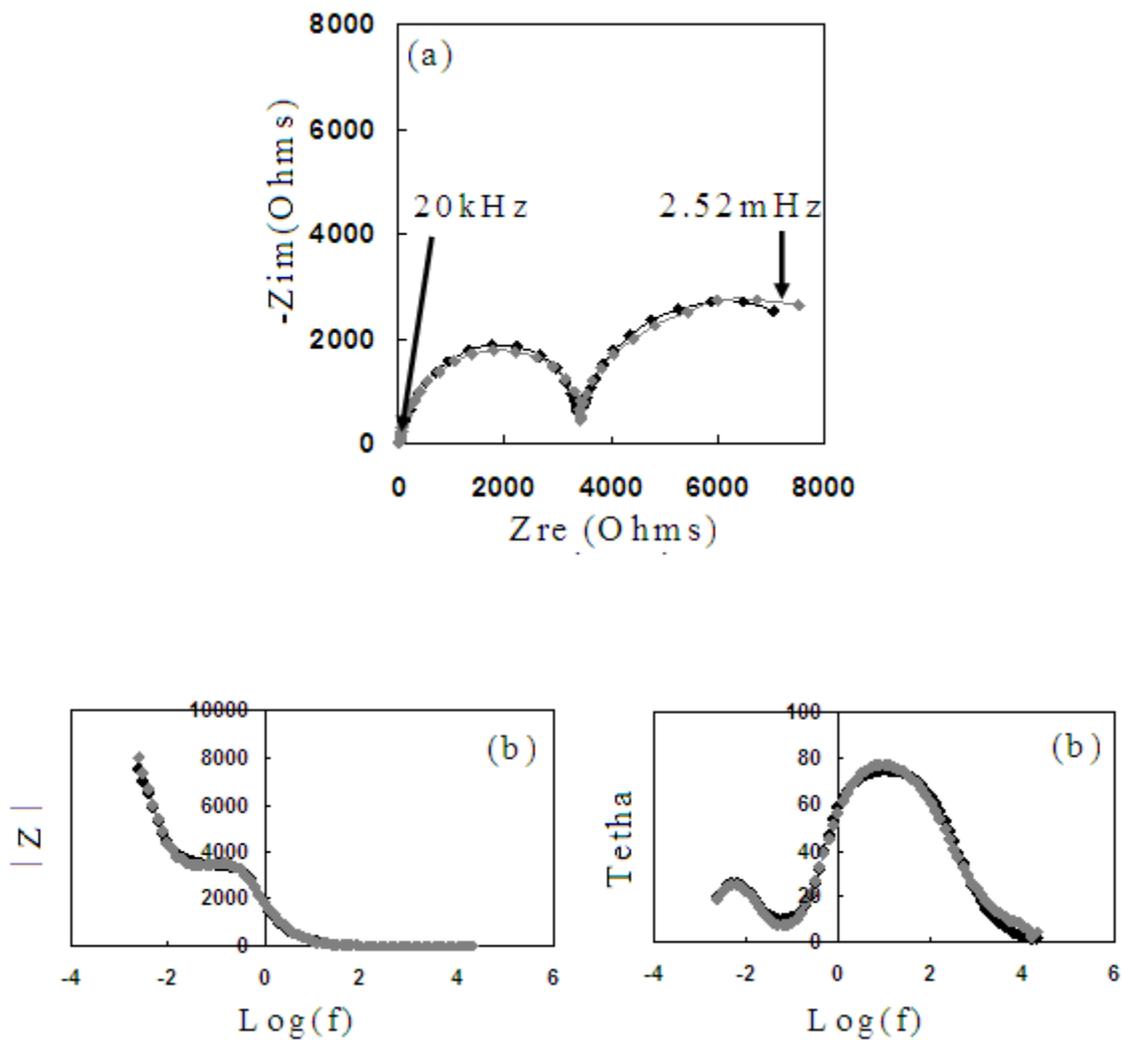
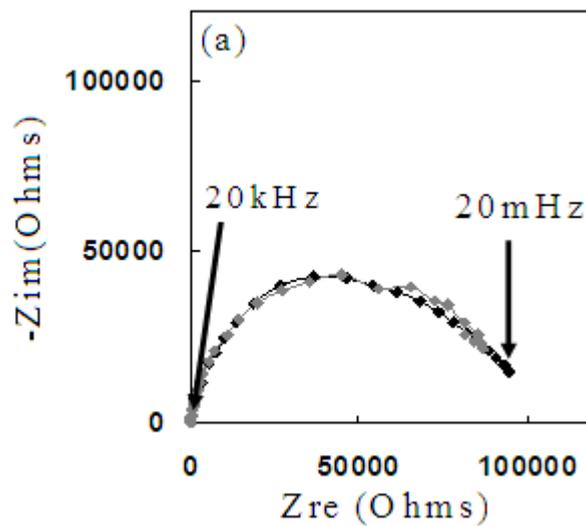


Figure (4.53) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent inspiré du circuit équivalent proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 339h de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode (Erreur de calcul est $\leq 6,183\%$)



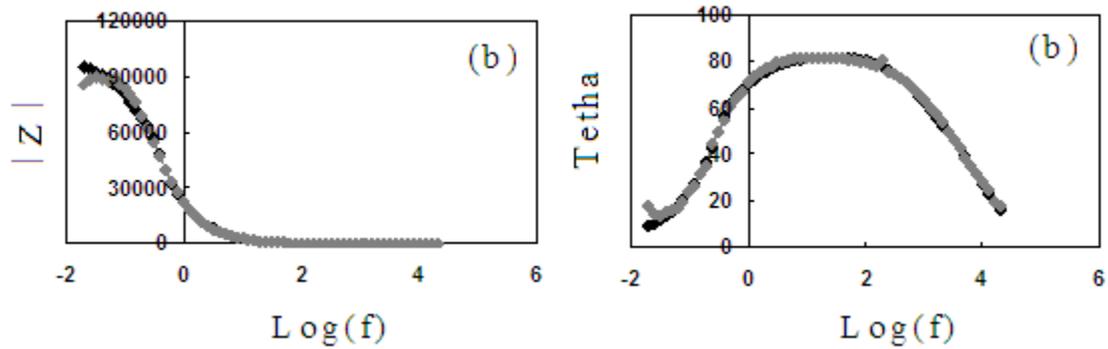


Figure (4.54) Modélisation de la courbe d'impédance de l'échantillon 6 avec le circuit équivalent inspiré du circuit proposé par J.R.Scully en présence d'oxygène après 30 jours de corrosion : a)- diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bod (Erreur de calcul est $\leq 4,192$ %)

Temps d'immersion	3 Heures de corrosion	171 Heures de corrosion	339 Heures de corrosion	30 Jours de corrosion
Elements du circuit				
R ₁	9,287	0,02913	10,3	11,54
Q ₁	1,223E-6	0,00417	0,002955	4,615E-6
n ₁	0,9016	1	1	0,9366
R ₂	1727	5496	5906	1,24E7
L ₁	5,816E-14			
W ₁		1,867E-5	6,388E-14	1,381
Q ₂	6,369E-6	0,0001213	0,0001014	1,108E-5
n ₂	0,905	0,09109	0,8806	0,03998
L ₂	0,0006519	5446	3,337E-23	6356
W ₂	0,005564	3,734E-9	1,33E-5	4,08E-5
Q ₃	0,0003403	0,0001024	0,000113	2,926E-6
n ₃	1	0,8923	2,576E-5	0,9097
R ₃	1,099E4	11,06	2,576E-5	65,4
L ₂	1,302E4	0,2001	3426	2,432E12

Tableau 4.13 : Evolution des caractéristiques électrochimiques en fonction du temps d'immersion de l'échantillon 6 en présence d'oxygène.

Les résultats de simulation avec le modèle proposé par J.R.Scully [SCU93], pour la corrosion de l'échantillon 6 dans une solution de 3% de NaCl aéré révèlent que les caractéristiques électrochimiques varient d'une façon aléatoire, en fonction du temps de corrosion. Les courbes simulées divergent des courbes expérimentales à basses fréquences.

En conclusion à ce chapitre nous pensons que le modèle complet de cette corrosion est pénible à trouver, car l'anisotropie des propriétés chimiques et l'hétérogénéité dans le matériau sont des paramètres difficile à contrôler.

IV. 8 Conclusion :

On peut résumer les résultats obtenus comme suit :

- Le grand nombre de boucles apparentes sur les courbes d'impédances expérimentales ne permet pas d'utiliser la méthode des restes, pour modéliser la cinétique de la corrosion de l'alliage (5083-H321) pour les basses fréquences.
- Le modèle de dissolution d'aluminium c'est avéré incomplet pour la modélisation de l'impédance électrochimique de l'alliage 5083-H321, même pour les fréquences variant de 20kHz à 100mHz.

-l'utilisation des circuits équivalents déduits à partir des courbes expérimentales pour modéliser l'impédance électrochimique de l'alliage 5083-H321 donne de bon résultats, mais ces circuits reste incomplet pour la modélisation de l'impédance électrochimique à basses fréquences.

- Le circuit électrique équivalent proposé par E.J.Bessone et circuit électrique équivalent inspiré de sont incomplet pour la modélisation de l'impédance électrochimique de l'alliage 5083-H321 à basses fréquences.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

CONCLUSION

■ Les résultats obtenus, montrent que l'évolution des propriétés mécaniques et chimiques des alliages d'Al-Mg, est étroitement liée à la microstructure contrôlée par l'histoire thermomécanique du matériau.

■ Le recuit d'homogénéisation élimine toutes les propriétés mécaniques et structurales de l'alliage d'aluminium 5083-H321 de provenance industriel (ayant subi un laminage à chaud, suivi du laminage à froid et puis d'un recuit de stabilisation), acquises lors de sa mise en forme par laminage à chaud et à froid, par contre les propriétés chimiques ne sont pas complètement éliminées, présence d'un effet mémoire résiduel des propriétés chimiques.

■ Le laminage à froid provoque une fragmentation et une dispersion des particules intermétalliques, un vieillissement dynamique, un allongement des grains dans la direction du laminage, l'augmentation de la densité des dislocations par la formation de nouvelles dislocations (dislocations fraîches), ceci conduit à une augmentation des propriétés mécaniques de résistance, un changement de la morphologie de la corrosion, de la corrosion généralisée vers une corrosion localisée, et une diminution de la résistance à la corrosion.

■ Le laminage à froid induit une anisotropie des propriétés mécaniques et chimiques et structurales.

■ Le Recuit d'homogénéisation de l'alliage (5083-H321 de provenance industriel) rapproche le matériau de l'état isotrope et donne naissance à une corrosion généralisée.

■ Un fort taux de laminage (92%-96%) provoque une restauration dynamique et amorce la recristallisation dynamique au niveau de la phase mère, sans modification notable de la structure des deux types de particules intermétalliques observées.

■ Le cisaillement et la fragmentation des particules intermétalliques donnent naissance à des micropores jouant un rôle de microcrevasses, qui peuvent être le siège de la corrosion localisée (ceci permet d'interpréter le fait que certains joints de grains se corrodent et d'autres non) pouvant devenir le lieu d'amorçage de fissures d'où l'endommagement du matériau.

■ Un recuit intermédiaire au laminage à froid diminue les propriétés mécaniques de résistances, augmente la plasticité du matériau, influe sur la cinétique de la corrosion du matériau mais il n'apporte pas de modification au niveau de la morphologie de la corrosion.

■ Le recuit intermédiaire au laminage à froid déplace le pic du frottement intérieur, ce qui signifie que les propriétés microstructurales changent avec l'introduction du recuit intermédiaire, ceci est confirmé par les résultats obtenus des densités de dislocations.

■ L'introduction du recuit intermédiaire fait converger les propriétés du matériau vers un état isotrope.

■ La valeur de contraintes internes résiduelles et leur anisotropie augmente après déformation par le laminage à froid, et diminue après l'introduction d'un traitement thermique de recuit intermédiaire au laminage à froid.

■ L'introduction d'un recuit intermédiaire au laminage à froid permet d'avoir une texture moins marquée que celle obtenue après un laminage à froid pur.

PERSPECTIVES

On envisage de réaliser les travaux suivants :

- Compte tenu de la mise en service des alliages Al-Mg dans un intervalle large de température, nous comptons compléter cette étude par une caractérisation à différentes températures.

- L'étude de l'effet du champ magnétique sur la corrosion des alliages Al-Mg constituera un volet très important pour la caractérisation chimique de ce dernier.

- La tentative d'élaboration d'un modèle complet de la cinétique de la corrosion de l'alliage 5083-H321 pour en expliquer le mécanisme.

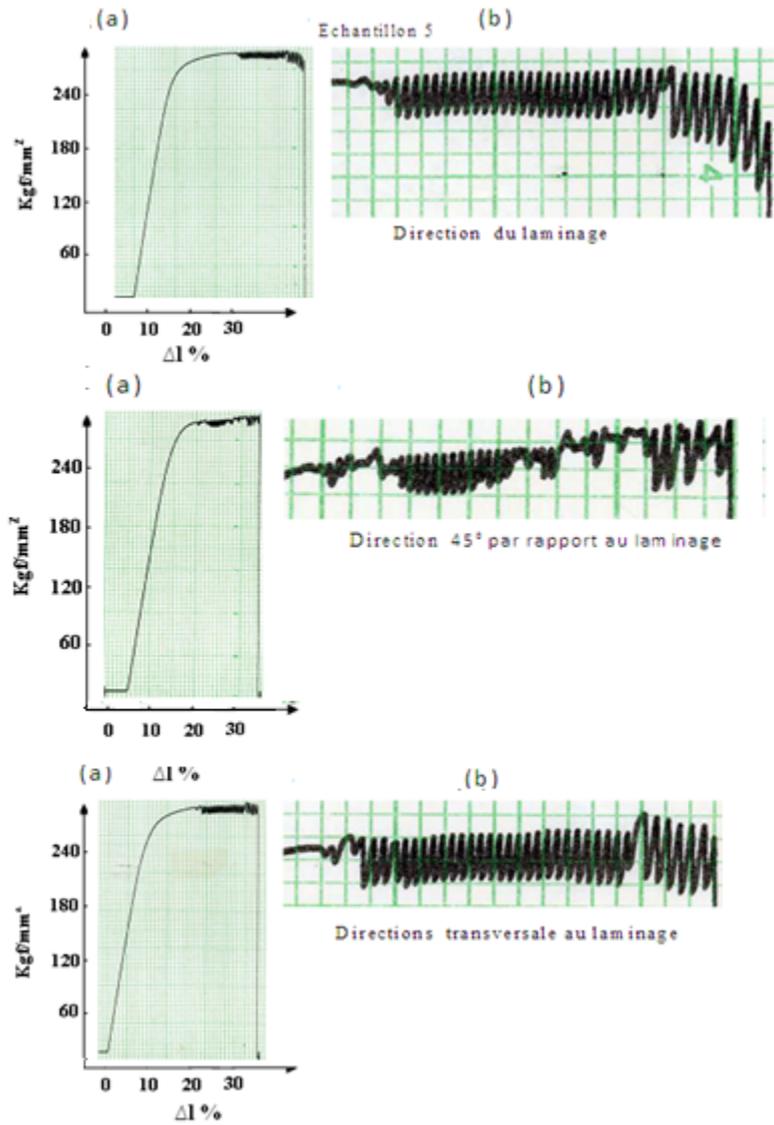
- L'étude de l'effet des petites déformations sur les propriétés physico-chimique de l'alliage 5083 peut apporter des informations intéressantes notamment sur le processus de corrosion

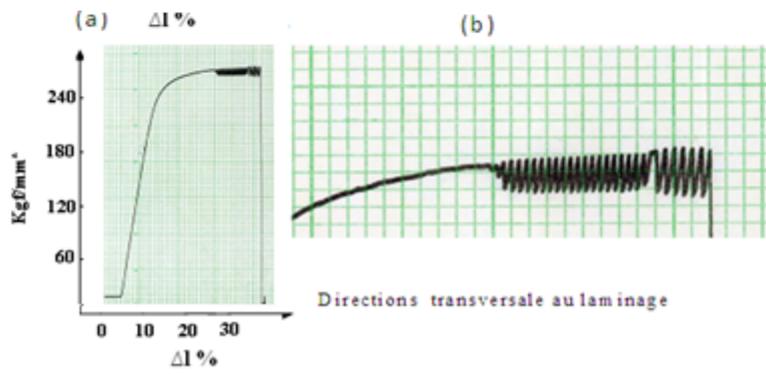
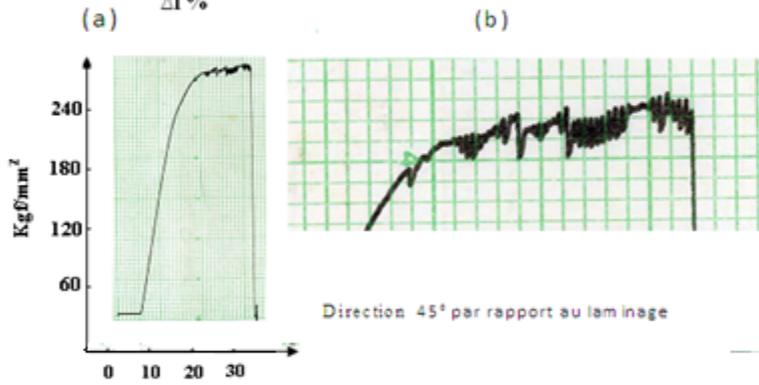
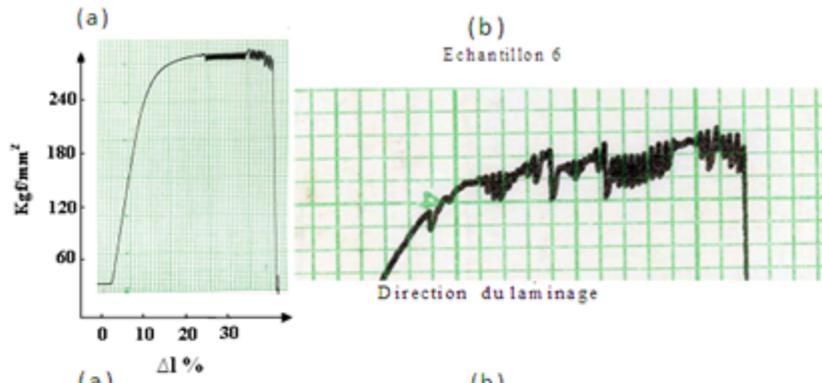
- Il y a une grande similitude des courbes d'impédances obtenus et le diagramme de permittivité de la théorie de la polarisation des diélectriques. En effet la couche d'alumine qui se forme sur l'aluminium peut être considérée comme un diélectrique.

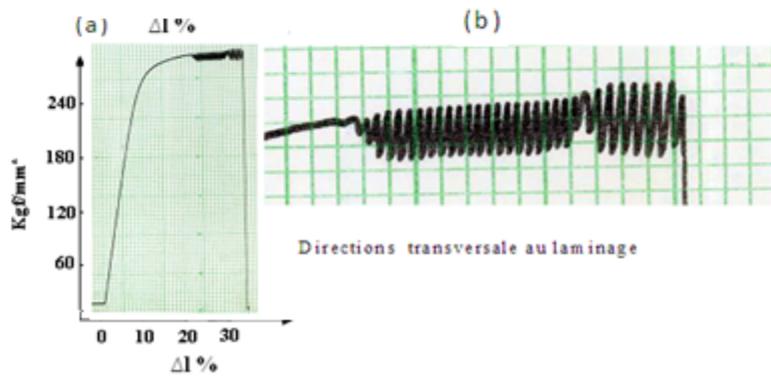
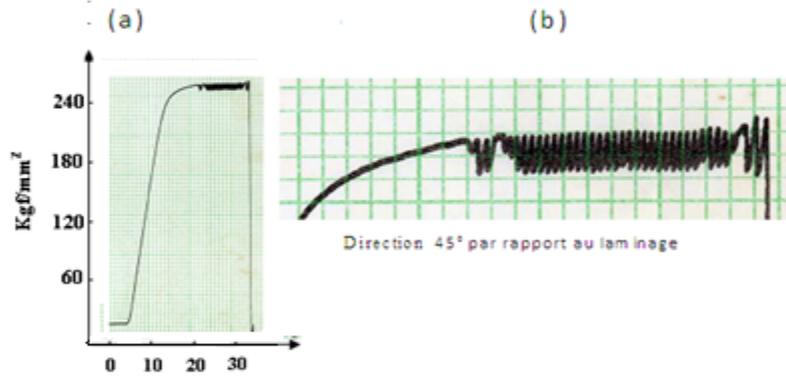
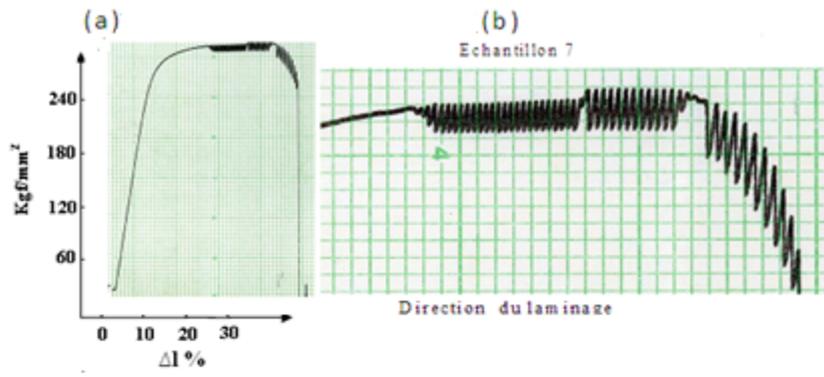
Annexe :

Courbes de traction des échantillons ayant subis des traitements thermomécaniques

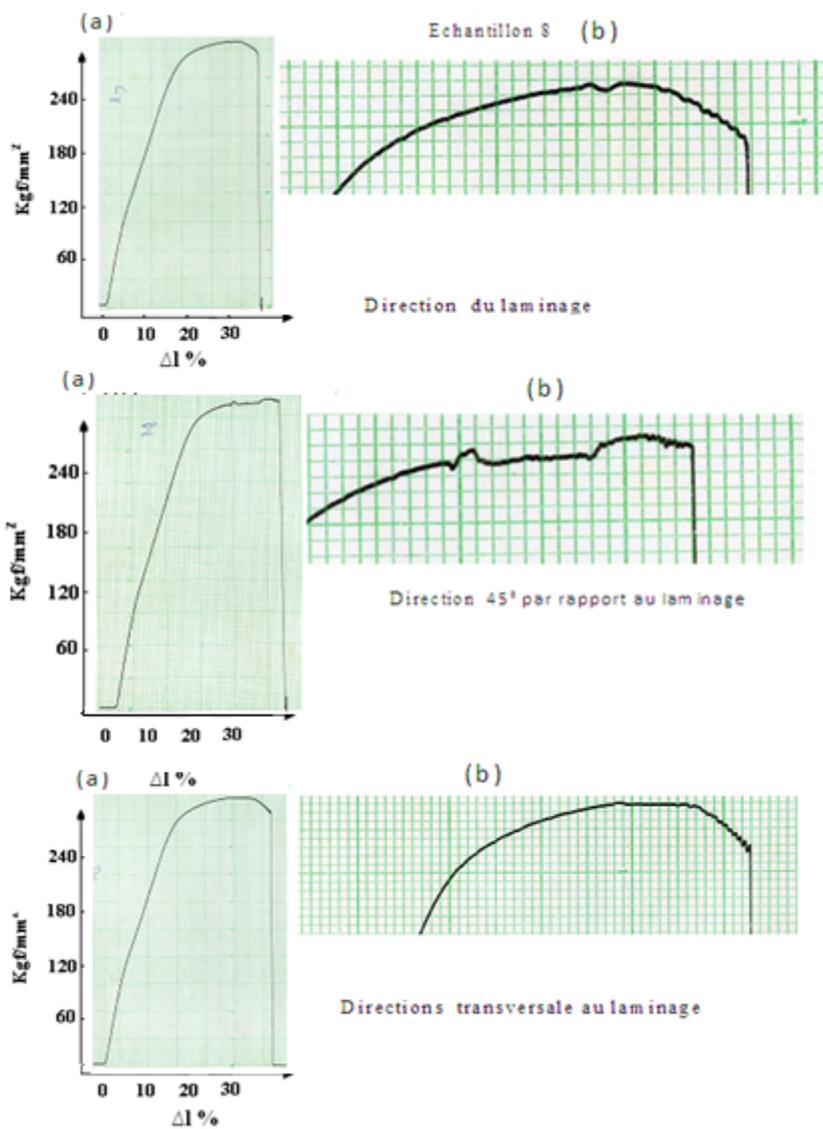
Effet du recuit :

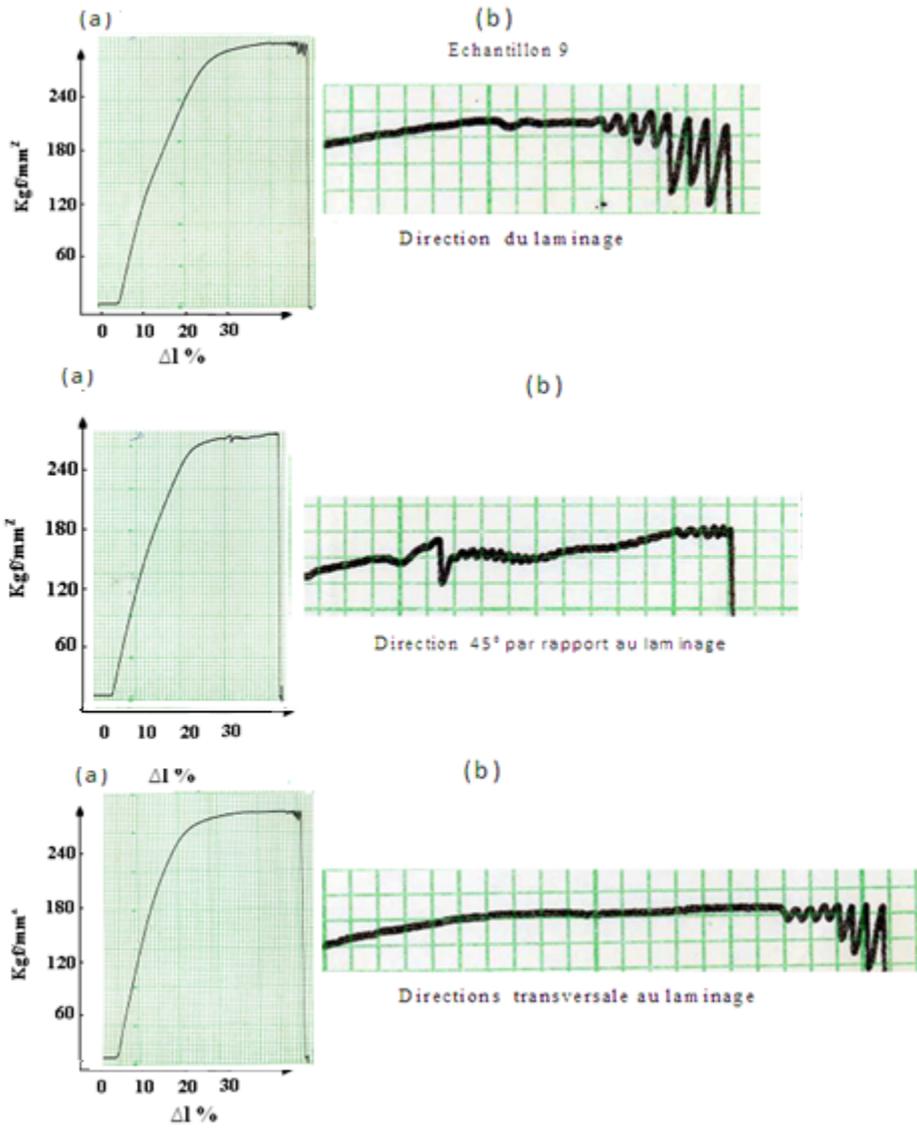


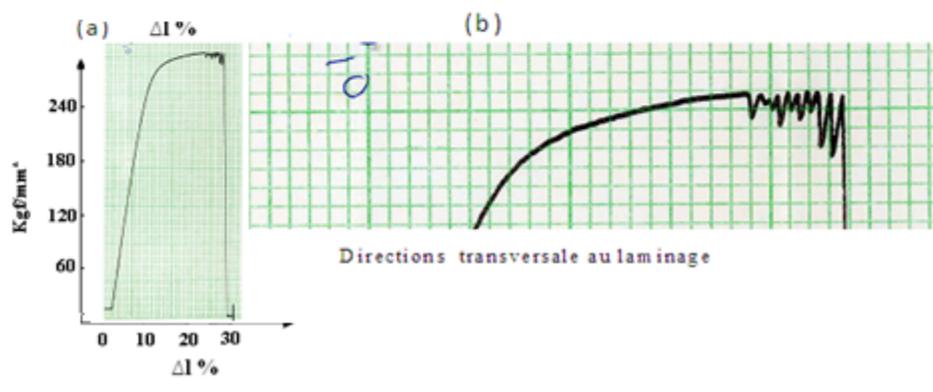
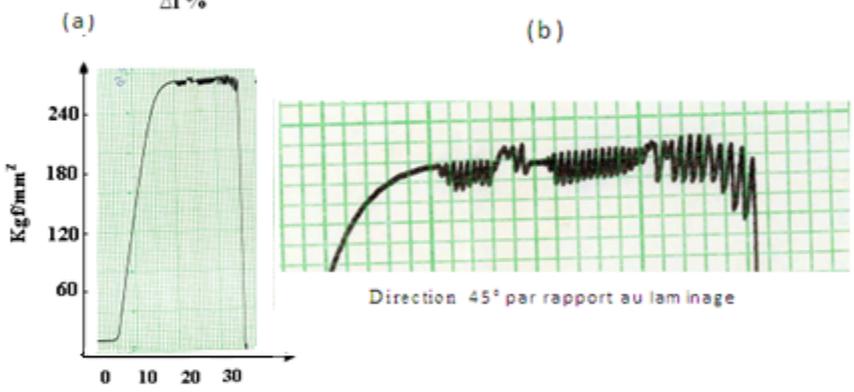
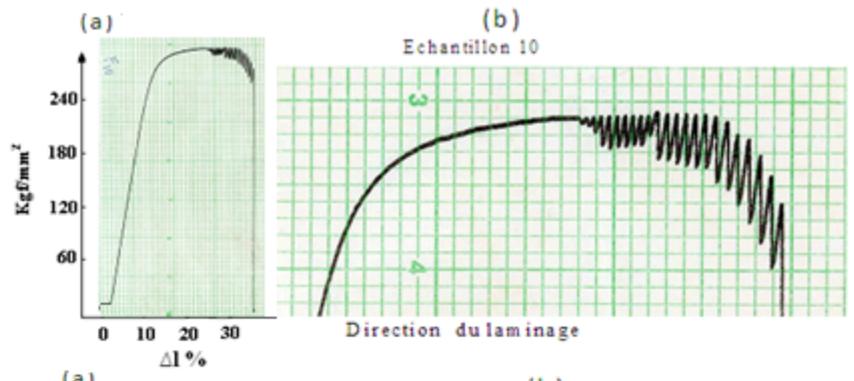




Effet du laminage à froid :







Références bibliographiques

- [DIN05] Elena DIN-STIRBU, comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobiles pour la fabrication de radiateur de chauffage, thèse de doctorat 2005 Université de Pitesti Roumanie.
- [VAR99] C.Vargel, corrosion de l'aluminium, paris : 501p, 1999.
- [HAT84] J.E. Hatch, Aluminium Properties and Physical Metallurgy, Ohio: Metals Park, 319p, 1984.
- [BAI00] J.P Baïllon, J.M.Dorlot, Des Matériaux, troisième édition, Montréal : Ecole Polytechnique de Montréal, 480p, 2000.
- [MIL00] W.S.Miller, L.Zhuang, J.Bottima, A.J.Witterbrood, P De Smet, A.Haszler,A.Vieregge, Recent developpement in aluminium alloys for the automotive industry. Materials science and engéniring , A280, Vol280, pp. 37-49, 2000.
- [PAY01] S.Payan, Comportement à la corrosion galvanique de matériaux composites à matrice d'alliages d'aluminium renforcée par des fibres en carbone haute module, Thèse science chimique Bordeaux:Université de Bordeaux, 203p 2001.
- [REB87] M.C.Reboul, P.Meyer, intergranular and exfoliation corrosion study of Al-Li-Cu-Mg-Zr, Alloys, journal de physique, colloque C3 VOL.48, n°9, pp.881-888.1987.
- [AME 67] Aluminum, volume two, Design and Application, American Society for Metals, 1967.
- [FRI 64] Friedel J. and Dislocations, Pergamon Press, Oxford, 1964.
- [HIR 82] Hirth J.P. and Lothe J, Theory of Dislocations Wiley, NewYork, 1982.
- [JAO 08] Jaoul, B, Etude de la plasticité et application aux métaux, Paris Tech Les Presses, Paris 2008.
- [DIE86] Dieter G.E, Mechanical Metallurgy, Mc Graw Hill, New York, 1986.
- [MAR00] Martin J.L., Dislocations et plasticité des cristaux, PPUR Lausanne, 2000.
- [HON98] Hong.S.I, Influence of solute dislocation interaction on the superplastic behavior and ductility of Al-Mg, Scripta Materialia 40 (2), PP217-222 (1998).
- [LEM96] Lemaître, J., Chaboche, J. L. Mécanique des matériaux solides. Dunod - 2^{ième} édition 1996.
- [VAR 79] Christian Vargel, Le Comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod 1979

- [**POR80**] D.A. Portis, K.E. Easterling, Phase Transformation in metals and alloys, D.A. Portis, K.E. Easterling, Van Nostrand Reinhold 1980.
- [**JAC**] S. Jacob, Propriétés de l'aluminium et des alliages corroyés, Techniques de l'Ingénieur M440
- [**ZAG 96**] A.Zaghloul, M.Mliha-Touati et S.Bakir Etude des domaines d'existence des instabilités plastiques du type Portevin –Le Chatelier dans l'alliage d'aluminium-magnésium AG3 J phys. III France 6 :1467-1478 ,1996.
- [**CHA23**] F.Le Chatelier and A.Portevin. Sur le phénomène observé lors de l'essai de traction d'alliages en cours de transformation. C.R. Acad. Sci. Paris, 176 : 507-510,1923.
- [**GAR08**] V. Garat, J.M. Cloue, D. Poquillon, and E. Andrieu. Influence of Portevin-Le Chatelier effect on rupture mode of alloy 718 specimens. Journal of Nuclear Materials, 375:95–101, 2008.
- [**MAC89**] P. MacCormick, Theory of flow localisation due to dynamic strain ageing. Acta Metall., 36:3061–3067, 1989.
- [**KUB85**] L. Kubin and Y. Estrin. The Portevin le Chatelier effect in deformation with constant stress rate. Acta Metall., 33 :397–407, 1985.
- [**CHI86**] Chihab K., Etude des instabilités de la déformation plastique associées a l'effet Portevin-Le Chatelier dans les alliages aluminium-magnésium, Thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers ,1986.
- [**BRE95**] Bréchet Y. and Estrin Y, on the influence of precipitation on the Portevin-Le Chatelier, Acta Metall. Mater. 43, 955-963, 1995.
- [**BAL01**] J. Balik, The onset Portevin – Le Chatelier instabilities in tensile testing, Materials Science and Engineering A316, 102-108, 2001.
- [**BHA03**] M.S. Bharathi, S. Rajesh, G. Ananthakrishna, A dynamical model for the Portevin–Le Chatelier bands, Scripta Materialia 48, 1355-1360, 2003.
- [**MCC72**] McCormick P.G The inverse Portevin-Le Chatelier effect in Al-Mg-Si alloy, Scripta Metall.6, 165-170, 1972.
- [**COT53**] Cottrell A.H, Dislocations and plastic flow in crystals ,Clarendon Press, Oxford, 1953.
- [**YOS71**] Yoshinaga H, and Morozumi S., The solute atmosphere round a moving dislocation and its dragging stress, Philos. Mag. 23, 1367-1385, 1971.

- [MES95] Mesarovic S.D., Dynamic strain aging and plastic instabilities, *J. Mech. Phys. Solids* 43, 671-700 1995.
- [MOU86] Montheillet F. et Moussy F. Groupe de Rréflexion Endommagement Gerco Grandes Déformations et endommagement, *Physique et Mécanique de l'endommagement*, les Editions de Physiques ; 1986.
- [BEN00] Banabic .D Bunge H.J, Pöhlandt .K, Tekkaya A.E *Formability of metallic materials*, Editon springer, 2000.
- [NOW72] A.S Nowick et B.S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*, Academic Press, New York, 1972.
- [SCH 79] R. Schaller et W. Benoit, Effet du frottement intérieur sur le facteur de qualité des résonateurs mécaniques, *Proceedings CIC*, Genève, 1979.
- [GOL02] S. A. Golovin, *Methods of Mechanical Spectroscopy in physical Metallurgy*, *Metal Science and Heat Treatment* Vol. 44, Nos.5–6, 2002.
- [WOI74] J.Woirdard Thèse de doctorat poities, 1974.
- [VIT63] Vittoz.B, Secrétan.B, Martinet.B, frottement interne et anélasticité des solides *ZAMP* 14:46-69, 1963.
- [BEN05] S.Bensaada, Phénomènes de recristallisation, de précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Ni-1,4at.%In, Ni-6,2at.%In, Al-15at%.Zn, Al-30mass%.Zn, Cu-4,6at.%In, Mg-8%mass.% Al, thèse de doctorat d'état Université de Batna 2005.
- [MUR82] T.Mura, *Micromechanics of defects in solids*, MartinusNijhoff publishers, The Hague, Nethelands, 1982.
- [LM3/MET97] Laboratoire LM3/MET-X. Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. ENSAM Paris, 1997.
- [LEB95] J.L. Lebrun N.Ji. Principe de l'analyse des profils de raies de diffraction des rayons X. ENSAM Paris, 1995.
- [MAC86] E. Macherauch and K.H.Kloss. *Proc.of the Int.Conf. On residual Stresses*. Garmish-Patrtenkichen, 1986.
- [HIR99] Karina Hirschi *Analyse des contraintes résiduelles et des paramètres microstructuraux par diffraction de neutrons dans les aciers inoxydables austénitiques* thèse de doctorat Université de Reims ,1999.
- [MAC86] E. Macherauch and K.H.Kloss. *Proc.of the Int.Conf. On residual Stresses*, Garmish-Patrtenkichen, 1986.

- [DAS95]** M.F. Da Silva, K. Shimuzu, K.Kobayashi, P.Skeldon, G.E.Thompson, G.C.Wood
On the nature of mechanically polished aluminium surface Corrosion Science, Vol 37, 1511-1514, 1995.
- [ABA01]** Aballe A, Bethencourt M, Botana F.J, Marcos M, Osuna R, J Mater and Corros 52:185-192, 2001.
- [ELB88]** Elboudjaini.M, Ghali.E, Galibois.A , J of Applied Electrochemistry 18:257-267,1988.
- [OLT07]** R.Oltra et B.Vuillemin, Electrochimie et corrosion à l'échelle microstructures PlastOx 2007, 191-203. EDP Sciences, 2009.
- [BAR]** A.baroux <http://bbaroux.free.fr/pro/ecole/EEG3A08coralu>.
- [MAY96]** Mayet, H. Etude de la corrosion par piqûre des alliages d'aluminium par analyse des fluctuations de courant de potentiel à l'abandon. Thèse sci, / INPCG, 172p, 1996.
- [MAL99]** Malki, B. Etude électrochimique de la corrosion sous contraintes d'alliages de cuivre.
Thèse sci, / Univ sciences et technologies de Lille, 173p, 1999.
- [MAN95]** Mansfeld, F., Xiao, H., Wang,Y. Evaluation of localised corrosion phenomena with electrohemecal impedance spectroscopy(EIS) and electrochemical noise analysis (ENA).
Werkstoff and Korrosion, vol 46, P. 3-12,1995.
- [FAN86]** M.G.Fontana, Moderne theory – principles, in: corrosion engineering, New York: McGraw-Hill, pp. 445-481, 1986.
- [ASM67]** "Aluminum", volume two, Design and Application, American Society for Metals, 1967.
- [ALC83]** "Strength of Aluminium" March, C. (5th edition), Alcan, 1983.
- [PEC01]** "New Alloy Development at Pechiney, a New Generation of 5383, Duran & Dif, Pechiney, 2001.
- [POR80]** D.A. Portis, K.E. Easterling, Phase Transformation in metals and alloys, D.A. Portis, K.E. Easterling, Van Nostrand Reinhold 1980.
- [BET08]** Bethcourt M, Botana F.J, Cano M.J, Marcos M, Sánchez-amaya J.M, González-Rovira L Using EIS to analyse samples of Al-Mg alloy AA5083 treated by thermal activation in cerium salt baths, Corros Sci 50:1376-1384, 2008.
- [ABA01]** Aballe A, Bethencourt M, Botana F.J, Marcos M, Osuna R Using EIS to study the electrochemical response of alloy AA5083 in solution of NaCl , J Mater and Corros 52:185-192, 2001.

- [ECK08]** Eckermann F, Suter T, Uggowitzer P.J, Afeseth A, Schmutz P The influence of MgSi particle reactivity and dissolution processes on corrosion in Al-Mg-Si alloys J Electrochemica Acta 54:844-855, 2008.
- [EZU08]** Ezuber H, El-Houd A, El-Shawesh F A study on the corrosion of aluminium alloys in seawater, J Material and design 29:801-805, 2008.
- [CEA]** Commissariat des énergies Atomique (CEA), Laboratoire de recherche sur les lois fondamentales de l'univers services des accélérateurs cryogéniques et de magnétismes, (laboratoire des essais mécaniques) http://infu.cea.fr/sacm/phocea/vie_des_labos/Ast/9.
- [KIR07]** Kiryl A. Yasakou, Mikhail L. Zheludkevich, Sviatlana V Lamaka, Mario G.S.Ferreira Role of intermetallic phases in localized corrosion of AA5083 Electrochemica acta 527651-7659, 2007.
- [CAR96]** E.Carreño-Morelli, S.E.Urreta, A.A.Chilarducci High Temperature Damping in Al-Mg-Si Industrial Alloys Phys.stat.sol 158:449-462 ,1996.
- [ZHE97]** L.Zhen, S.B.Kang the effect of pre-aging on microstructure and tensile properties of Al-Mg-Si Alloys Scripta Materialia vol 36 N)10 pp 1089-1094 ,1997.
- [VAN75]** Van Den Beukel A., Theory of the efect of dynamic strain aging on mechanical properties, Phys. stat. sol. 30, 197-206,1975.
- [PEN72]** Penning P., Mathematics of the Portevin-Le Chatelier efect, Acta Metall. 20 , 1169-1175, 1972.
- [HIR90]** J.R.Hirsch, Correlation of deformation texture and microstructure Materials Science and technology , Vol .6 1048-1057, 1990.
- [GAB99]** Gaber.A Precipitation Kinetics supersaturated aluminum-magnesium Alumnium Transactions 1:93-102, 1999.
- [HAM01]** D.Hamana, M.Boucheur,M.Betrouche,A.Derafa,N.Ya.Rokhamanov Comparative study of formation of transition phases in Al-12%Mg alloy journal of alloys and compoued 320:93-102,2001.
- [HAM04]** D.Hamana, L.Baziz, M.Boucheur, Kinetics and mechanism of formation and transformation of metastable β' - phase in Al-Mg alloys Materials Chemistry and Physics 84:112-119,2004.
- [END02]** S.Endou, H.Inagali Rolling and recrystallisation textures in Al-Mg alloys Z.Metallkd 93: 106-116, 2002).
- [NAR09]** R.Narayanasamy, R.Ravindran, K.Manonmani, J.Satheesh A crystallographic texture perspective formability investigation of aluminium 5052 alloy sheets at various annealing temperatures. Materials and design 30:1804-1817, 2009.

- [SIN00] R.K.Singh, A.K.Singh, N.Eswara Prasad texture properties anisotropy in Al-Mg-Si-Cu alloy Materials science and engineering A277 114-122, 2000.
- [PIC05] R.C.Picu,G.Vincze,F.Ozturk,J.J.Graco,F.Barlat,A.M.Maniatty strain sensivity of the commercial aluminium alloy AA5182-O Mterials Science and Engineering, A 390:334-343, 2005.
- [OGU08] I.N.A.Oguocha, O.J.Adigun, S.Yanacopoulos Effect of sensitisation heat treatment on properties of Al-Mg alloy AA5083-H116 J Materials Science 43:4208-4214, 2008.
- [ORL09] J.Orlikovski, K.Darowski Electrochemical investigations of Al-Mg alloy subjected to tensile test J solie state Electrochemical 13: 1659-1667, 2009.
- [RIV91] A. Rivière, J.Woigard Frottement intérieur de l'aluminium après déformation cyclique a haute température Scripta Metallurgica et Materialia 25 :1911-1916 , 1991.
- [RIV03] A.Rivière Measermnt of high damping: techniques and analysis Journal of alloys and componeds 355:201-206 , 2003.
- [BEL06] C.Belamri, S.Belhas, ARivière Damping of high- purity aluminium single crystal at high temperatures, Materials Science and Engineering A442, pp142-146, 2006.
- [RIV09] A.Rivière, M. Gerland, V.Pelosin influence of dislocation networks on the relaxation peaks at intermediate temperature in pure metals and metallic alloys, Materials Science and Engineering A521, pp 94-972009.
- [RIV04] A.Rivière, Analysis of the low frequency damping observed at medium and high temperatures, Materials Science and Engineering A370 pp204-208, 2004.
- [DEY65] B.N.Dey, M.A.Quader, Internal friction stud of aluminium alloy containing 7.5 weight percent magnesium Canadian Journal of physics, Volume 43, pp 1347-1357 July, 1965.
- [MAS92] P.Masot,J.de Fouquet, J.Woigard , J.P.pautrot Mesures des constantes élastiques et du frottement intérieur des solides par méthode de résonance, entre 20°C et 1200°C Journal de physique III France ,2 :751-764 , 1992.
- [JON04] R.H. Jones, J.S. Vetrano, C.F.Windich Stress corrosion cracking of Al-Mg and Mg-Al alloys Corrsion vol 60 issue 12 pp 1144-1154, 2004.
- [SCA87] G.M.Scamans, N.J.H Holroyd and C.D.S tuck The role of magnesium segregation in the intergranlar stress corrosion cracking of aluminium alloys Corrosion Science. Vol .27.N° 4 pp. 329-347 , 1987.
- [FEA09] X.Feugeas,J.Creus,R.Sabot,H.El Alami ,D.Lrge,M.Sahal,C.Savall,C.Huvier influence d'un état mécanique sur la réactivité de surface en milieux aqueux des métaux C.F.C. Plastox2007 221-236, 2009.

- [**ABA03**] A.Aballe A, Bethencourt M, Botana F.J, Cano M.J, Marcos M Influence of cathodic intermetallic distribution on the reproductibility of the electrochemical measurements n AA5083 alloy in NaCl solutions Corros Sci, 45:161-180, 2003.
- [**ABA01**] Aballe A, Bethencourt M, Botana F.J, Cano M.J, Marcos M localized alkaline corrosion of alloy AA5083 in neutral 3,5 % de NaCl solution J Corros Sci 43:1657-1674,2001.
- [**JAF09**] K. Jafarzadeh K, Shahrabi T, Oskouei A.A, Novel approach using EIS to study accelerated pitting corrosion of AA5083-H321 aluminium-magnesium alloy in NaCl solution J. Appl Electrochem, 2009, doi:10.1007/s10800-009-9867-5
- [**VRA05**] Vraslović L, Kliškić M, Radošević J, Gudić S The effect of electrolyte flow rate and temperature on corrosion and protection of Al-Mg alloy by (+) - Catechin (2005) J appl. Electrochem 35:1059,2005.
- [**ABA04**] Aballe A, Bethencourt M, Botana F.J, Marcos M, Sánchez-Amaya J.M Influence of degree of polishing of alloy AA5083 on its behaviour against localised alkaline corrosion J Corros Sci 46:1909, 2004.
- [**NOY87**] I.C.Noyan, J.B. Cohen, Residual Stress – Measerments by Diffraction and Interpretation, Springer Verlag, Berlin , 1987.
- [**CUL78**] B.D.Cullity, Element of X-ray Diffraction, 2nd ed. Massachussettes: Addison-Wesley 1978.
- [**SHU10**] Shuangping Lin, Zuoren Nie, Hui Huang, Bolong Li, Annealing behavior of a modified 5083 aluminum alloy, Materials and Design 31 ,1607–1612, 2010
- [**DIR95**] G.F.Dirras, M.P.Biget,C.Rey On the microstructural evolution of cold rolled Al + 5 at %Mg, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol 33, N° 5 1995 pp. 755-760, 1995.
- [**GAB09**] A.Gaber, N.Afify, M.S.Mostafa, Gh.Abbady, Effect of treatment on the precipitation in Al-1at Mg-X at %Si journa of alloys and componeds 477 ,295-300,2009.
- [**AFS02**] A.Afseth, J.H.Nordien, G.M.Scamans, K.Nisancioglu, Effect of thermo-mechanical processing on the filform corrosion of aluminium alloy AA3005, Corrosion Science, 44,2491-2506, 2002.
- [**OLT09**]R.Oltra et B. vuilemin Electrochimie et corrosion à l'échelle des microstructures plastOx 2007, 191-203,2009.
- [**JON96**] D.A.Jones. principles and prevention of corrosion, Second Edition, United State Of Ammerica , Nevada: Printice-Hall, Inc. Simon and Schuster / A Viacom Company, Upper Saddle River, NJ 07458, 572 P, 1996.
- [**ARS73**] R.D.Armstrong and K. Edmondson, Electrochimica Acta, 18, 937, 1973.

- [CHA81] C.Y.Chao, L.F.Lin and D.D.Macdonald, *J.Electrochem.Soc.*, 128 , 1187, 1981.
- [LIN81] F.Lin , C.Y.Cho and D.D.Macdonald, *J.Electrochem.Soc.*, 128, 1194; 1981.
- [CHA82] C.Y.Chao, L.F.Lin and D.D.Macdonald, *J.Electrochem.Soc.*, 129 (1982), 1874
- [MAC77] D.D.MacDonald, *Transient Techniques in Electrochemistry*, plenum press. New York 1977.
- [FER] Application of EIS to corrosion studies in aluminium, J. C. S Fernandes [http:// gecea . ist. utl.pt](http://gecea.ist.utl.pt)
- [SCU93] Scully, J.R., "Characterization of the Corrosion of Aluminium Thin Films Using Electrochemical Impedance Methods", in *Electrochemical Impedance: Analysis and Interpretation*, ASTM STP 1188, J. R. Scully, D.C. Silverman and M. W. Kendig Eds., ASTM, pp.276-296, 1993.
- [BES92] J.B.Bessone, D.R.Salinas, C.E.Mayer, M.Ebert, W.J.Lorenz, An EIS study of aluminium barrier-type oxide films formed in different media, *Electrochimica Acta*, Vol. 37, N° 12, pp 2283-2290, 1992.
- [LEG93] L.Legrand, E.Chassing, A. Chausse, R. Messina "étude par spectroscopie d'impédance complexe de la dissolution anodique de l'aluminium en milieu diméthylsulfone" *Forum des impédances* 1993.
- [GAB98] C.Gabrielli, Identification of electrochemical processes by frequency response analysis technical report number 004/83 Centre National de la Recherche Scientifique GR4 Physique des Liquides et Electrochimie Université P et M Curie, 4 Place Jussieu, T22 75230 Paris Cedex 05, France Issue 3 March 1998.
- [SCH83] R.Schaller and W.Benoit Internal friction associated with precipitation and recrystallisation, *Journale de Physique Colloque C9*, supplement au n°12, Tome 44, décembre 1983.
- [WU91] S.P.Wu and L.D.Zhang, Internal friction associated with formation and dissolution of metastable phase at grain boundaries in Al-Mg alloys, *Materials sciences and Engineering* A132225-229 1991.
- [FRA95] D. François, A.Pineau, A.Zaoui *Comportement mécanique des matériaux* volume 1 Édition Hermès 2^{ème} édition 1995.
- [OZG08] W. Ozgowicz, B. Grzegorzczuk Analysis of the Portevin -Le Chatelier effect in tin bronzes at elevated temperatures *Jornal of Achievements in Materials 2 and Manufacturing Engineering* Vol 31 issue 2 281-289, 2008.
- [ASH98] M. Ashby, D. Jones, « *Matériaux – Propriétés et applications* », Dunod, Paris, 1998.

[HAM87] D.Hamana, S.A.Gernov, A.F.Sirenko Recuit d'homogénéisation de l'alliage d'aluminium à 8% en poids sous l'action des vibrations ultrasons Mémoires scientifiques de la revue de métallurgie Juillet-Aout, 1987.

[GAB73] C.Gabrielli Régulation et analyse des systèmes à états stationnaire multiples, Application à l'identification des processus de passivation électrochimiques du fer, Thèse de Doctoral ès science Physique Université de Paris VI, 1973.

[BOI02] M.Boinet, E. TILLOUS, S. Verdier, S.Maximovitch, Etude par spectroscopie d'impédance électrochimique de couches d'alumine Formées par anodisation Micro-Arc, 15^{ème} Furum sur les impédances électrochimiques de corrosion 2002.

[ZAZ10] N.Zazi, A.Bouabdallah, Omar Aaboubi, J.P.Chopart J.Solid State Electrochem Pretreatment effects on the electrochemical responses for aluminium-magnesium alloy AA5083 corrosion behavior, J solid state electrochem 14, 1705-1711,2010, Doi 10 1007/s 10008-010-1021-0

RESUME

Ce mémoire est consacré à l'étude par la caractérisation mécanique et chimique du comportement des alliages aluminium-magnésium, après traitements thermomécaniques subis dans l'industrie de provenance et après les traitements thermomécaniques subis au laboratoire.

Donc, le plus adéquat c'est l'obtention d'un alliage avec de bonnes propriétés mécaniques, proche de l'état isotrope, et de bonne résistance à la corrosion. Pour approcher cet objectif, nous avons caractérisé un alliage d'aluminium-magnésium non saturé en magnésium (5083-H 321), les résultats de notre travail ont montré que :

- L'évolution des propriétés Mécaniques et les propriétés chimiques des alliages d'Al-Mg est liée à la microstructure.
- Le recuit de stabilisation suivi du recuit d'homogénéisation élimine toutes les propriétés mécaniques et microstructurales de l'alliage d'aluminium 5083-H 321, Par contre, les propriétés chimiques ne sont pas complètement éliminées.
- Le laminage à froid provoque, un vieillissement dynamique, et induit une anisotropie des propriétés mécaniques et chimiques, augmente l'amplitude de l'effet Portevin le Chatelier et la valeur des contraintes résiduelles.
- L'approche de l'isotropie structurale de l'alliage (5083-H321) de provenance industrielle ayant subi un recuit de stabilisation suivi d'un recuit d'homogénéisation, donne naissance à une corrosion généralisée.
- Un fort taux du laminage à froid (96%) provoque une restauration et amorce une recristallisation dynamique, le cisaillement et la fragmentation des particules intermétalliques.
- Un recuit intermédiaire au laminage à froid diminue la résistance mécanique et augmente la plasticité du matériau, diminue l'amplitude de l'effet Portevin le Chatelier, déplace la position du pic du frottement intérieur, diminue la valeur des contraintes résiduelles, et n'apporte pas de modification au niveau de la morphologie de la corrosion mais influe sur la cinétique de la corrosion du matériau.

MOTS CLES

Alliages Al-Mg, Corrosion, Traitements Thermomécaniques, amortissement, Structure, Anisotropie, contraintes résiduelles

SUMMARY

This work is devoted to the study by the mechanical and chemical characterization of the behavior of the alloys aluminum-magnesium, after thermomechanical treatments undergone in the industry of source and after the thermomechanical treatments undergone at the laboratory.

Therefore, most adequate it is obtaining an alloy with good mechanical properties, near to the isotropic state, and good corrosion resistance. To approach this objective, we characterized an aluminum-magnesium alloy unsaturated with magnesium (5083-H 321), the results of our work showed that:

- The evolution of the mechanical properties and the chemical properties of Al-Mg alloys are related to the microstructure.
- The annealing of stabilization followed by the annealing of homogenization eliminates all the mechanical properties and microstructural from aluminum alloy 5083-H 321, On the other hand, the chemical properties are not completely eliminated
- Cold rolling causes, a dynamic ageing, and induces anisotropy of the mechanical and chemical properties and increases the amplitude of the Portevin effect Chatelier and the value of the residual stresses.
- The approach of the structural isotropy of the alloy (5083-H321) of industrial source having undergone an annealing of stabilization followed by an annealing of homogenization, gives rise to a uniform corrosion.
- A strong rate of cold rolling (96%) causes a restoration and starts a dynamic recrystallization, the shearing and the fragmentation of the intermetallic particles.
- An intermediate annealing process to cold rolling decreases the mechanical resistance, the amplitude of the effect Portevin Chatelier and increases the plasticity of material, moves the position of the peak of interior friction, and does not make modification to the level of the morphology of corrosion but influences the kinetics of the corrosion of material and decrease the value of the residual stresses.

KEYS WORDS

Alloys Al-Mg, Corrosion, Thermomechanical Treatments, Structures, Damping, Anisotropy, Residual Stresses.