



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Science de la Nature et de la vie
Département des sciences de la Matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière
Filière de physique
Spécialité physique des matériaux
Réf. :

Présenté et soutenu par :

Latif Aya

Maâz Ilhem

Le 25/09/2020

Mémoire de fine d'étude en Master

Intitulé :

*L'effet de la vitesse de refroidissement sur les
propriétés mécaniques et électrochimique
d'un alliage d'aluminium*

Jury :

Harzallah Ouahiba

M.A. «A» Université Med Khider -Biskra

President

Zermane Samira

M.C. «B» Université Med khider-Biskra

Rapporteur

Ouhabab Noureddine

M.A. «A» Université Med Khider-Biskra

Examination

Année universitaire : 2019-2020

Remerciement

*Nous remercions «Allah» le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté
d'entamer et de terminer notre mémoire.*

*Ce travail n'aurait certainement jamais vu le jour sans l'aide, le soutien et le dévouement de
certaines personnes.*

*Nous tenons à remercier vivement notre encadreur Madame ZERMANE SAMIRA, docteur à
l'université de Biskra, d'avoir accepté d'être rapporteur de ce mémoire, qu'elle trouve ici
l'expression de notre très cordiale gratitude pour les conseils, le soutien et les
encouragements qu'elle nous a dispensé au cours de la réalisation de ce travail.*

*Notre remerciement adresses également, au membre des jurys qui ont bien voulu accepté de
juger ce travail.*

*Nous n'oublions pas d'exprimer nos remerciements tous les enseignants du Département de
Science de la matière.*

*Nos vifs remerciements vont aux membres de laboratoire d'analyse des rayons et laboratoire
de physique et de mécanique à l'université de Biskra, particulièrement Monsieur IBRAHIM
GUASMI et Monsieur ABD ALATIF et Madame Saïda SGHIROU, pour leurs apports lors de
la réalisation de essais expérimentales (DRX, MO, MEB, EDS, et les mesures de la micro-
dureté et la déformation)*

*Nous remercions chaleureusement notre familles plus particulièrement nos parents, nos
sœurs, nos frères qui nous ont toujours aidé et encouragé.*

Enfin, nous voudrions d'exprimer notre reconnaissances envers tous nos amies et collègues.

DEDICASE

Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect, la reconnaissance...

A mes très chers parents :

 *Mahmoud et Saliha (Aya)*

 *Ali et Fatima (Ilhem)*

Autant des phrases aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour vous. Vous m'avez comblé avec votre tendresse et affection tout au long de mon parcours. Vous n'avez cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, vous avez toujours été présentes à mes cotés pour me consoler quand il fallait. Puisse le tout puissant vous donner la santé, le bonheur et la longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.

A mes très chers frère et sœurs :Khaoula, Aicha , Bakër (Aya) ;

Ilyes, Rodhouane, Abdo et Khalil (Ilhem)

Je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

A tous les membres de ma famille, petits et grands

A mes chères amies : Wided, Saliha, Mouni, Nassima , Randa et Nour Elhouda

Qui ont été toujours dans mon esprit et dans mon cœur, vous êtes pour moi des sœurs .

Je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

A toute la promotion de Physique2020.

TABLES DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....i
DEDICACE.....ii
LISTE DES TABLEAUX.....iii
LISTE DES FIGURES.....vi
ABREVIATIONS ET SYMBOLES.....I
INTRODUCTION GENERALE.....1

Chapitre I : Généralités sur l'aluminium

I.1. Généralités sur l'aluminium.....3
I.1.1. Propriétés générales de l'aluminium.....3
I.1.1.a. Caractéristique mécaniques..... 3
I.1.1.b. Propriétés électrique.....4
I.1.1.c. Propriétés de mise en forme.4
I.2. Généralité sur les alliages d'aluminium.4
I.2.1. Désignation de l'aluminium et de ses alliages.5
I.2.2. Les domaines d'application de l'aluminium est ses alliages.....6
I.2.2. L'effet de magnésium sur les propriétés mécaniques.....6
I.2.3. Alliages aluminium-magnésium.6
I.3. Traitement thermique.....8
I.3.1. Effet du traitement thermique.....8
I.3.2.Les traitements thermiques sur les alliages d'aluminium.....9
I.3.2.a. Les traitements d'homogénéisation.9
I.3.2.b. Les traitements d'adoucissement.10
♦ Le traitement de restauration.....10

◆	Le traitement de recristallisation.....	10
	I.3.2.c. Traitement thermique de durcissement structural.....	11
➤	Mise en solution	11
➤	Trempe.....	12
➤	Vieillissement.....	12
✓	Vieillissement naturel.....	12
✓	Vieillissement artificiel.....	12
	I.4. La corrosion.	13
	I.4.1. Corrosion de l'aluminium et de ses alliages.....	13
	I.4.2. Les différentes formes de corrosion.	13
	I.4.2.a. La corrosion galvanique.....	13
❖	Principe de la corrosion galvanique.....	14
	I.4.2.b. La Corrosion par piqûres.	15
	I.4.2.c. Corrosion uniforme.	16
	I.4.2.d. Corrosion structural.....	16
➤	Corrosion inter-granulaire.....	17
➤	Corrosion feuilletant (ou exfolient)	17
➤	Corrosion sous contrainte.....	18
	I.4.2.e. Corrosion par crevasse.....	18
	I.4.3. Les facteurs de la corrosion.....	19
	I.4.4. Aspect thermodynamique de la corrosion.	20
	I.4.4.a. Des notions.....	20
➤	Les couples d'oxydoréduction.....	20
➤	Anode &cathode	20
➤	L'électrode	21

I.4.4.b. Interface (métal / solution).....	21
I.4.4.c. Notion de potentiel.....	21
➤ Potentiel d'équilibre.....	22
➤ Potentiel de corrosion E_{Corr}	23
I.5. Le diagramme E-Ph de l'aluminium.....	24
Etat de l'art.....	25
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CHAPITRE II.....	28

Chapitre II : Méthodes et procédures Expérimentales

II.1. Introduction.....	32
II.2.1. L'alliage étudié.	32
II.2.1. Traitement thermique.....	32
II.2.2. Préparation des échantillons.....	33
II.3. Méthodes expérimentales.....	34
II.3.1. Microscopie optique.....	34
II.3.2. Microscopie électronique à Balayage (MEB).....	35
II.3.2.1. Principe de fonctionnement du MEB.....	36
II.3.3. La micro-dureté Vickers.....	38
II.3.4. Diffraction des rayons X (DRX).....	39
II.3.3.1. Loi de Bragg.....	40
II.3.4. Méthode de la masse perdue.....	41
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CHAPITRE II.....	43

Chapitre III : Résultat et discussion

III.1. Introduction.....	44
III.2. Caractérisation métallographique.....	44
III.2.1. Caractérisation par microscopie optique avant le test d'immersion.....	44
III.2.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage avant le test d'immersion....	45

III.2.3. Caractérisation par microscopie électronique à balayage après le test d'immersion.	45
III.3. Analyse par diffraction des rayons X.....	46
III.4. Mesure de la micro dureté.....	53
III.5. Mesure de la masse perdue.	54
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CHAPITRE III.....	56
Conclusion générale.	
Annexe.	
Résumé .	
.ملخص	
Abstract.	

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I : Généralité sur l'aluminium

Tableau I.1. Désignation des alliages d'aluminium. 5

Tableau I.2. Les facteurs de la corrosion. 20

Chapitre II : Méthode et procédure Expérimentale

Tableau II.1. Composition chimique de l'alliage «Al-10% mass. Mg». 32

Chapitre III: Résultat et discussion

Tableau III.1. Composition chimique des échenillons trempé à l'eau glacée et l'air de l'alliage Al-10% mass. Mg avant et après l'immersion 48

Tableau III.2. Position (2Θ) des plans de diffraction de l'alliage Al-10% mass. Mg avant le test de corrosion. 49

Tableau III.3. Résultats du paramètre de maille avant l'immersion. 50

Tableau III.4. Position (2Θ) des plans de diffractions de la matrice Al-10% mass. Mg après et avant le test de l'immersion. 51

Tableau III.5. Résultats de paramètre de maille après l'immersion. 52

Tableau III.6. Résultat de HV avant et après la corrosion. 54

Tableau III.7. La variation de la masse avant et après le test d'immersion. 54

LISTE DES FIGURES

Chapitre I : Généralités sur l'aluminium

Figure I.1: Diagramme d'équilibre Aluminium –Magnésium.	7
Figure I.2 : Le processus de recristallisation (Avant recristallisation, recristallisation, après recristallisation de la gauche vers la droite).	11
Figure I.3. Réactions d'oxydation et de réduction se déroulant sur des zones adjacentes à la surface d'un métal.	14
Figure. I.4: Corrosion par piqûres.	15
Figure I.5 : Corrosion uniforme.	16
Figure I.6: Exemples de micrographies illustrant la corrosion inter-granulaire.	17
Figure I.7: Corrosion sous contrainte.	18
Figure I.8 : corrosion par crevasse.	19
Figure I.9 : Anode et Cathode.	21
Figure I.10: Différentes allures de potentiel d'une électrode.	23
Figure I.11 : diagramme expérimentale E-pH de l'aluminium.	24

Chapitre II: Méthode et procédures expérimentale

Figure II.1 : Photographie d'un four électrique de type « <i>NABERTHERM</i> ».	32
Figure II.2 : Polisseuse mécanique de type <i>RPESI MECATHECH P260</i>	34
Figure II.3 : Microscopie optique « <i>UnitronTM</i> »	35
Figure II.4. a . Microscopie Electronique à Balayage (<i>MEB</i>) <i>FEI QUANTA</i>	37
b. Interaction électrons – matière.	
Figure II.5. Micro dure mètre <i>Vickers</i> de type « <i>Zwik/Roell</i> ».	39
Figure II.6. Diffractomètre de type « <i>D8 ADVANCE</i> ».	40

- Figure II.7.** Loi de Bragg donnant les directions où les interférences constructives. 41
- Figure II.8.** Balance à 4 chiffres. 42

Chapitre III : Résultats et discussion

- Figure III.1.** visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-10% mass. Mg Avant le test de corrosion (a) trempé à l'eau glacée, (b) trempé à l'air. 45
- Figure III.2.** Microstructure et EDS de l'alliage Al-10%mass. Mg après le test d'immersion (a', b') trempé à l'eau glacée - (c', d') trempé à l'air. 46
- Figure III.3.** Microstructure et EDS de l'alliage Al-10%mass. Mg après le test d'immersion (a', b') trempé à l'eau glacée - (c', d') trempé à l'air. 47
- Figure III.4.** Comparaison entre les spectres de diffraction X de l'alliage Al-10%mass. Mg avant le test de l'immersion. 49
- Figure III.5. :** Comparaison entre les spectres de diffraction X de l'alliage Al-10%mass. Mg après le test de l'immersion. 50
- Figure III.6.** Comparaison entre la variation du paramètre de maille pour l'alliage d'Al-10% mass. Mg avant et après le test d'immersion :(a)trempé à l'eau glacée - (b) trempé à l'air. 52
- Figure III.7.** comparaison entre la variation de la micro dureté pour l'alliage d'Al-10% mass. Mg avant et après le test d'immersion :(a)trempé à l'eau glacée - (b) trempé à l'air 53

ABRÉVIATION SYMBOLE

symbol	Désignation	unité
<i>Al</i>	Aluminium.	-
<i>Mg</i>	Magnésium.	-
<i>Na Cl</i>	Chlorure de sodium.	-
α	La phase de solution solide sursaturée.	-
β'', β'	Des phases de transition métastables.	-
β	La phase d'équilibre.	-
<i>GP</i>	Des zones cohérentes avec la matrice et conservent la structure cristalline de la matrice.	-
<i>A</i>	Paramètre de maille.	[Å°]
<i>M</i>	Métal.	-
<i>OX</i>	Oxydant.	-
<i>Red</i>	Réducteur.	-
<i>Mn⁺</i>	Ion métallique.	-
<i>Hkl</i>	Indice de Miller.	-
<i>PH</i>	Potentiel d'hydrogène.	-
<i>Eeq</i>	Potentiel équilibre.	[V/ENH]

Abréviation symbole

E_{rev}	Potentiel réversibles.	[V]
$d.d.p$	La différence de potentiel.	-
E	Potentiel relatif de l'électrode considérée par rapport à l'électrode de référence.	-
E_0	Potentiel standard.	-
R	Constant de gaz parfaits égale à 8.314.	J.K⁻¹.mole⁻¹
T	Température absolue.	[K]
F	Constante de Faraday (F=96500).	[Coulombs .mole ⁻¹]
CFC	Cubique face centrée.	-
H_v	La micro dureté <i>Vickres</i> .	[MPa]
S	La surface latérale de l'empreinte pyramidale.	[mm ²]
λ	Longueur d'onde du faisceau de rayons X.	[Å°]
D	Distance de deux plans réticulaires.	[Å°]
θ	L'angle d'incidence des rayons X.	[°]
DRX	Diffractomètre des rayons X.	-
EDS	Spectrométrie à dispersion d'énergie.	-
MEB	Microscopique électronique à balayage.	-

Abréviation symbole

<i>MO</i>	Microscopie optique.	-
$^{\circ}\text{C}$	Degré Celsius.	-
Δm	Différence de masse.	[g]
m_0	La masse initiale (avant la corrosion).	[g]
m_f	La masse finale (après la corrosion).	[g]



*Introduction
générale*

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important dans tout développement industriel ou progrès technologique. Compte tenu des exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherche sont en cours pour le développement d'autres matériaux plus efficaces et moins coûteux tels que: composites, céramiques, polymères ... etc, mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent jour après jour grâce à la recherche.

L'aluminium est le second métal le plus utilisé après le fer, du fait notamment, de ses bonnes conductivités électrique et thermique, mais surtout de sa faible densité. En effet, l'aluminium est l'un des métaux les plus légers avec une masse volumique de $2,77 \text{ g.cm}^{-3}$, est caractérisé par une bonne résistance à la corrosion en milieu naturel grâce à l'existence sur sa surface d'un film d'oxyde natif protecteur.

Ce métal à l'état pur présente des propriétés mécaniques faibles. Afin de modérer ce problème, l'aluminium est allié avec des différents éléments chimiques, qui permettent d'augmenter de façon significative ses propriétés mécaniques en favorisant la précipitation des phases durcissant limitant la mobilité des dislocations lors des déformations.

L'homogénéisation est un traitement qui consiste en un maintien prolongé à une température la plus élevée possible afin de modifier la structure de l'alliage (dissolution des phases métalliques, homogénéisation des concentrations, mise en solution de composés chimiques). Ce traitement est généralement suivi d'une trempe, dont le but est de refroidir cette masse à une vitesse suffisante, pour emprisonner des éléments chimiques qui ont pu se diffuser dans le solide cristallin à haute température. Donc la trempe fige cet état de dissolution et également capture les lacunes créées par l'effet de la température. Les éléments d'additions ainsi que les lacunes sont positionnés de manière aléatoire dans la matrice d'aluminium.

Des études antérieures ont montré que l'alliage << aluminium-magnésium >> avec des pourcentages du magnésium plus de 3% mass, et avec le vieillissement il se produit une

précipitation de la phase d'équilibre qui rend l'alliage susceptible à la corrosion localisée en contact avec un milieu aqueux ce qui limite son utilisation.

La vitesse de trempe effectuée et le milieu de trempe ont un effet sur la microstructure, et en conséquence des propriétés mécanique différentes et un comportement à la corrosion différent dans les solutions aqueuses.

Dans ce contexte, l'objectif de cette étude d'effectuer deux vitesses de trempe dans deux milieux différents après une homogénéisation dans les mêmes conditions, puis évaluer la dureté et caractériser le phénomène de la corrosion d'un alliage Al -10% mass. Mg, dans une solution aqueuse de chlorure de sodium (Na Cl 3,5% en poids).

Différentes méthodes d'analyse et de caractérisation ont été adoptées et appliquées à savoir : le microscope optique (MO), le microscope électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (DRX) et la micro dureté Vickers (Hv). Plus une mesure de la masse perdue.

Le mémoire est constitué d'une introduction générale plus trois chapitres :

- ❖ Le premier chapitre est consacré aux propriétés physique-chimique des alliages, le traitement thermique, les différents formes et facteurs de corrosion, et l'étude de la cinétique thermodynamique de la corrosion. avec une synthèse bibliographique de quelques travaux rapportés dans la littérature.
- ❖ Le deuxième chapitre est consacré à la description du matériau utilisé, protocole de travail, et les appareils utilisés pour mesures et caractérisations.
- ❖ Le troisième chapitre rassemblement les résultats expérimentaux avec leurs discussions et interprétations.
- ❖ Le travail se termine par une conclusion générale avec des perspectives futures.

Chapitre I :
Généralités
sur
l'aluminium

I.1. Généralités sur l'aluminium

Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [1].

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique 26.98 u.a, et la température de fusion 660 °C. Il se cristallise dans le système cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 g/cm³, son module de Young de 6600 bar.

I .1.1. Propriétés générales de l'aluminium

I .1.1.a. Caractéristique mécaniques

L'aluminium est peu utilisé a l'état pur, sauf en miroiterie, du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 kg /mm²). Par contre les alliages d'aluminium sont utilisés dans un domaine vaste de l'industrie : construction aéronautique, automobile l'industrie ferroviaire et électriques (conducteurs électriques et appareillages), fabrication d'appareils ménagers, emballages, et décoration [2].

Les alliages métalliques sont des systèmes mono ou polyphasés composés d'un métal de base aux quels sont ajoutés d'autre éléments en faible quantités dans le but de modifier les propriétés du matériau de base [3]. Pour de nombreuses applications il est essentiel de supporter une charge ou résister à un impact sans fléchir excessivement ou sans subir de rupture. Ces modules présentent les propriétés mécaniques fondamentales des alliages d'aluminium.

Module d'élasticités longitudinales :

- $E=67\ 500\ \text{N.mm}^{-2}$.
- Module de torsion: 22.5.
- Résistance de traction: 70 à 100N.mm⁻².
- Allongement: 45 à 65 %.
- Coefficient de poisson: $\nu = 0.33$ à 0.35.

I.1.1.b. Propriétés électrique

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre, c'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension.

Tous les câbles électriques de transport et de distribution extérieurs sont en aluminium.

I.1.1.c. Propriétés de mise en forme

L'aluminium est un métal très ductile car il a une structure cubique à face centrée (CFC) qui possède de nombreuses directions de glissement du fait de sa symétrie. Cette structure cristallographique est une des plus favorables au passage des dislocations contrairement à la structure hexagonale compacte du magnésium par exemple qui en fait un métal fragile.

L'aluminium est caractérisé par une température de fusion relativement basse ce qui résulte d'une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier (coefficient d'écroutissage $n = 0.2$ à 0.3).

I.2. Généralité sur les alliages d'aluminium

L'aluminium pur généralement ne peut pas être utilisé pour certaines applications spécifiques nécessitant des propriétés mécaniques élevées, une bonne aptitude à la mise en forme et à la soudabilité, afin de pallier ces faiblesses, des éléments d'addition sont ajoutés à l'aluminium.

Dans ses principales applications, l'aluminium est utilisé sous forme d'alliages, l'ajout des éléments d'addition augmente sa résistance mécanique, mais souvent en détriment d'autres propriétés. Pour trouver le meilleur compromis entre les propriétés pur usage donné les métallurgistes n'agissent pas uniquement sur la composition de l'alliage, mais aussi sur les traitements thermiques ou thermomécaniques aux quels le matériau est soumis lors de sa mise en forme et son utilisation [4].

Les éléments d'alliages les plus courants sont le Magnésium, le Silicium, le Cuivre, le Manganèse et Zinc, seuls ou en combinaison, les teneurs sont en général de l'ordre de quelques pourcents [5].

I .2.1. Désignation de l'aluminium et de ses alliages

Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, des alliages corroyés, et des alliages de fonderies.

Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux: Cuivre, Zinc, Silicium, Magnésium etc.

Tableau1 : Désignation des alliages d'aluminium [1].

Série	Principaux élément (s) d'alliage
1000	Sans (Al>99%)
2000	Cuivre
3000	Manganèse
4000	Silicium
5000	Magnésium
6000	Magnésium+Silicium
7000	Zinc
8000	Autre élément

I.2.2. Les domaines d'application de l'aluminium et ses alliages

- Dans le domaine de l'automobile.
- Dans le domaine de l'aérospatial.
- Dans le domaine de transport ferroviaire.
- Dans le domaine marin.
- Dans le domaine de l'alimentation... .

I .2.2. L'effet du Magnésium sur les propriétés mécaniques

L'addition du Magnésium à pour but d'augmenter l'allongement à la rupture et engendre un nouveau système durcissant après traitement thermique (Mg_2Si) mais diminue les propriétés de fonderie et d'usinabilité (les carpeaux ont tendance à coller aux outils, ce qui augmente leur usure) [6].

I .2.3. Alliages aluminium-magnésium

Les alliages industriels Al-Mg ont tous pour constituant la solution solide mais la variation importante de solubilité du Mg et sa faible vitesse de diffusion à l'état solide, font que les alliages contenant plus de 6 % de Mg ne sont pas homogènes.

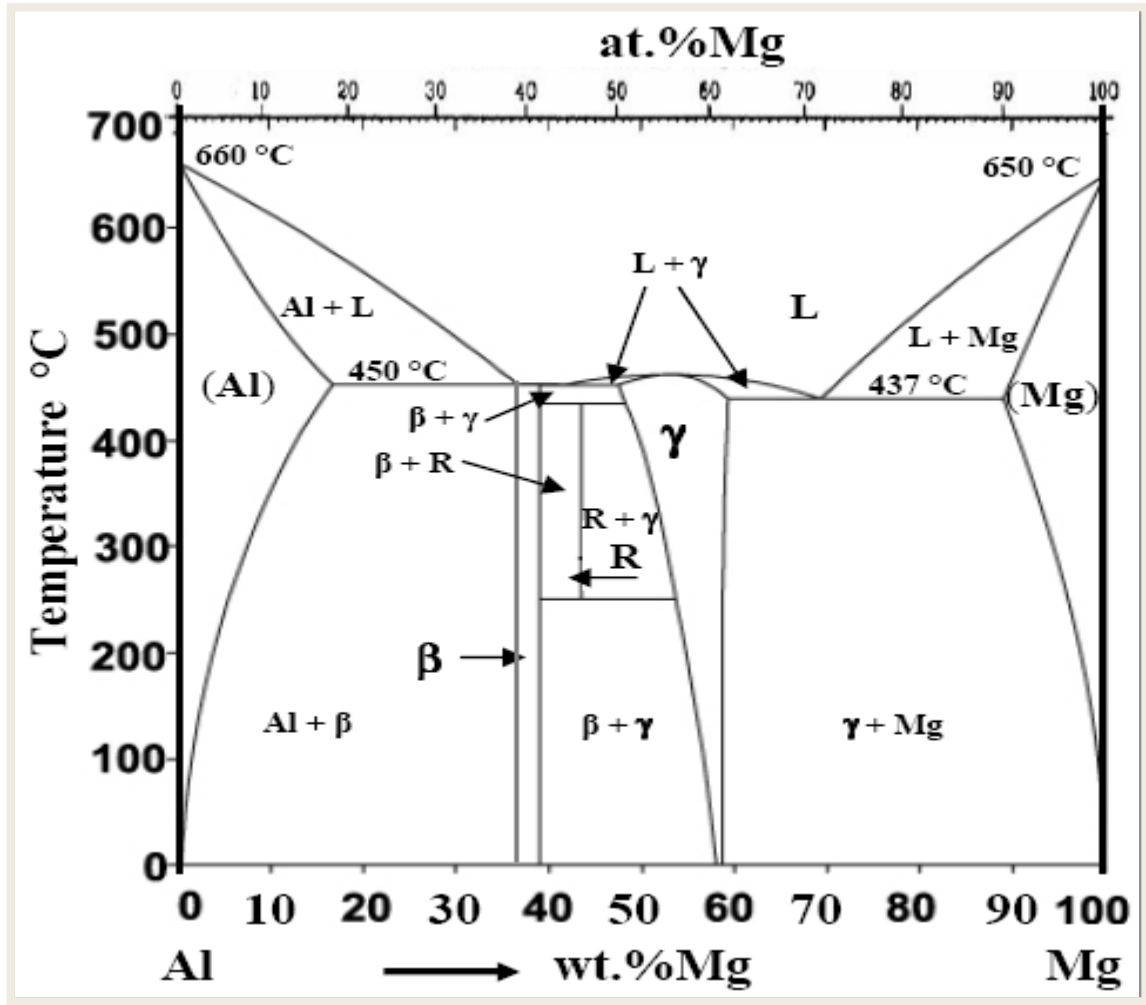


Figure I.1: Diagramme d'équilibre Aluminium –Magnésium [7].

Le diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium est représenté sur la figure(I.1), ou on peut constater que la solubilité du Magnésium dans la phase mère α est environs de 17% en mass à une température de 450°C, cette concentration diminue avec l'abaissement de la température pour atteindre la valeur de 1.4% à la température ambiante, la séquence de formation de la seconde phase se produit comme suivant:

- $\alpha \rightarrow \text{zones GP} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$

α : est la solution solide sursaturée.

β'' , β' : sont des phases de transition métastable.

β : est la phase d'équilibre [8].

Les zones GP sont des zones cohérentes avec la matrice et conservent la structure cristalline, se produisent à la température ambiante. Certaines auteurs estiment qu'il faut qu'au moins 5% en atomes de Magnésium soient dissous dans la matrice Al-Mg [9], [10].

Pour des durées de vieillissement assez longues, les zones GP se transforment en particules sphériques β'' cohérentes de composition Al_3Mg ayant une structure de type L12 [11]. En outre, une élévation de la température jusqu'aux environs de 100 °C [12], conduit à dissolution des zones GP et des particules β'' , permettant ainsi la formation de la phase intermédiaire également métastable β' semi cohérente, de composition Al_3Mg_2 et de structure hexagonale.

Les précipités de la phase β' se forment par germination et croissance sur les hétérogénéités structurales de la matrice. La croissance des particules β' mène à une perte totale de la cohérence et par suite à la formation de la phase stable β de même composition que la phase β' (Al_3Mg_2) et de structure cubique à faces centrée [13].

I.3. Traitement thermique

La composition de l'alliage seule n'est pas suffisante pour conférer au matériau les propriétés mécaniques requises pour les applications industrielles, c'est pourquoi on a recours à des traitements thermiques qui selon les cas produisent un adoucissement ou un durcissement, ainsi que des changements de comportement vis-à-vis de la résistance à la corrosion, de la fatigue, de l'allongement [14].

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : l'homogénéisation, le revenu, le recuit et le vieillissement [15].

I.3.1. Effet du traitement thermique

La métallurgie de l'aluminium et de ses alliages offre une gamme de possibilités de traitements thermiques pour obtenir des combinaisons souhaitables de propriétés mécaniques et physiques. Grâce à la sélection du traitement, il est possible d'obtenir des propriétés qui sont en grande partie responsables de l'utilisation actuelle des pièces moulées en alliage

d'aluminium dans pratiquement tous les domaines d'application. Le traitement thermique est utilisé pour décrire toutes les pratiques thermiques destinées à modifier la structure métallurgique des produits, et c'est de cette manière que les caractéristiques physiques et mécaniques sont contrôlables. Un ou plusieurs des objectifs suivants sont à la base du choix du traitement thermique:

- Augmenter la dureté ;
- Améliorer l'usinabilité ;
- Améliorer la résistance à l'usure Augmenter la force et / ou de produire les propriétés mécaniques spécifiés pour un état particulier de la matière.

I .3.2. Les traitements thermiques sur les alliages d'aluminium

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium peuvent être classés en trois groupes :

- Les traitements d'homogénéisation;
- Les traitements d'adoucissement;
- Les traitements de durcissement structural.

I .3.2.a. Les traitements d'homogénéisation

Ce sont des traitements comportant un chauffage à des températures relativement élevées appliqués à certains produits bruts de fonderie et corroyés, et destinés le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid (filage, étirage, laminage, forgeage).

Ils consistent en général en des maintiens de 6 à 48 heures à des températures allant de 450° C à 610° C, qui a pour principal but de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide.

Le corroyage est une opération consistant à déformer un métal avec allongement, généralement mais non obligatoirement dans un sens privilégié. Il est effectué à chaud, à tiède ou à température ambiante et permet par déformation appropriée (forgeage, matriçage, laminage, filage) d'obtenir des produits à la forme désirée [16].

I .3.2.b. Les traitements d'adoucissement

Ces traitements ont parfois pour but d'abaisser les caractéristiques mécaniques et plus souvent de redonner de la ductilité au métal en éliminant des dislocations apparues soit au cours d'une trempe martensitique, soit au cours d'une opération d'érouissage à froid. Ils opèrent soit par restauration de la structure, soit par recristallisation, soit par grossissement de grain, soit par transformation de phase [17].

◆ Le traitement de restauration :

Est effectuée à (200-300 °C) pendant 8 heures, la structure ne se modifie pas, pourtant les caractéristiques mécaniques évoluent d'autant plus que la température plus élevée et le temps de maintien est plus long. Au niveau atomique il n'y a qu'une réorganisation des dislocations engendrées par l'érouissage : certains s'annihilent, d'autres se réarrangent au joints grains d'où les malléabilités de l'alliage

◆ Le traitement de recristallisation:

Est effectué à (300-400° C) pendant de 0,5 à 3 heures, les atomes se regroupent suivant des nouvelles directions pour former un petit cristal d'orientation quelconque. Avec le temps de nouveaux atomes viennent s'agglutiner autour du petit cristal jusqu'à ce que les nouveaux grains se rejoignent pour donner la structure macrographique de recristallisation primaire comme il est illustré dans la figure au dessous (Figure I.2). Si l'on augmente la température ou la durée de maintien, on obtient des structures de recristallisation secondaire à très gros grains. Au contraire, si l'on stoppe ce traitement de recuit par un temps trop court, on obtient des états partiellement recristallisés.

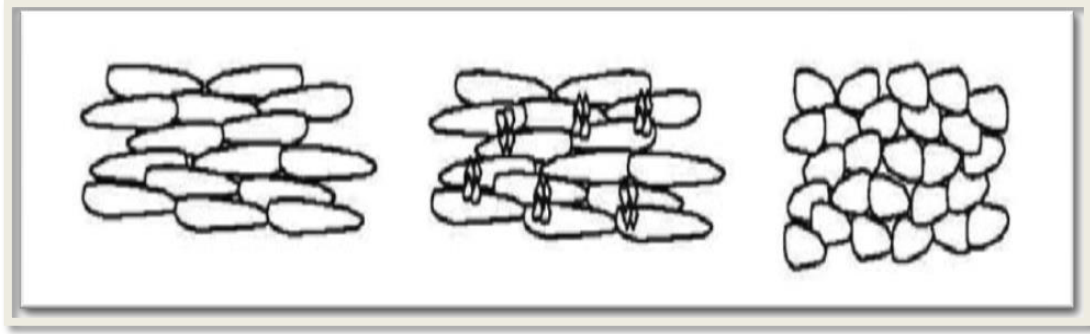


Figure I.2 : *Le processus de recristallisation* [18]

(Avant recristallisation, recristallisation, après recristallisation de la gauche vers la droite).

I.3.2.c. Traitement thermique de durcissement structural

Ce type de traitement, spécifique aux alliages à durcissement structural comprend :

➤ **Mise en solution**

La mise en solution tire avantage de la réaction du durcissement par précipitation tout en s'assurant d'avoir une solution solide soluble. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (e.g. Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène. Le tout permettant de bénéficier de la réaction du durcissement par précipitation [18]. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590 °C pour les alliages d'aluminium [19].

➤ **Trempe**

Malgré sa très courte durée, la trempe est l'une des opérations les plus cruciales effectuées lors d'un traitement thermique. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles [20].

La trempe consiste en un refroidissement suffisamment rapide de cette solution solide pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. L'état

résultant est métastable : c'est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes [19].

➤ **Vieillessement**

Juste après la trempe (on dit : état de trempe fraîche), l'alliage se trouve dans un état très malléable et dépendamment de l'alliage, reste dans cet état pour quelques minutes, quelques heures ou quelques jours. Au cours de cette période, on procédera à des opérations de dégauchissement ou de mise en forme. Le durcissement structural (formation des précipités) produit ensuite à température ambiante pendant une longue période, ce qu'on appelle le vieillissement naturel, ou dans un four à température et temps contrôlés, le vieillissement artificiel.

Le terme vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant [21].

On obtient le durcissement structural grâce à une série de chauffage et de refroidissement contrôlés, c'est-à-dire grâce à des traitements thermique dont le but final est l'obtention d'une répartition optimale des précipités dans la matrice. Les propriétés mécaniques des alliages ainsi traités dépendent de la répartition des précipités et leur taille.

✓ Vieillessement naturel :

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années [22].

✓ Vieillessement artificiel :

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel [22].

I.4. La corrosion

La corrosion, du latin « corrodere », signifie ronger, attaquer. C'est une destruction non voulue des métaux sous l'action de milieux corrosifs (agents atmosphériques ou réactifs chimiques). Après attaque, les métaux ont tendance à retourner à leur état primitif d'oxyde, sulfure, carbonate etc..., plus stable par rapport au milieu considéré et ainsi à subir une détérioration de leurs propriétés.

En service les matériaux métalliques sont souvent en contact avec un milieu agressif liquide ou gazeux, donc le phénomène de corrosion est un problème de surface ou plus précisément d'interface entre un métal et un milieu agressif liquide ou gazeux ; comme il a été déjà mentionné ci-dessus le processus de la corrosion entraîne une destruction des matériaux métalliques [23].

I.4.1. Corrosion de l'aluminium et de ses alliages

L'aluminium est connu comme étant un métal résistant à la corrosion. Cependant, il peut arriver parfois, que l'aluminium se corrode. C'est pourquoi il est important de bien connaître les phénomènes de corrosion afin de les éviter le plus possible.

En contact avec un milieu contenant de l'oxygène, comme l'air et l'eau, il se crée une surface d'oxyde sur l'aluminium. Cette couche de passivation communément appelée alumine, fait office de barrière de protection aux atmosphères corrosives. C'est pour cette raison que l'aluminium est reconnu pour sa résistance à la corrosion. Même s'il se crée une barrière de protection naturelle sur l'aluminium, il existe tout de même des conditions qui rendent possible l'apparition de corrosion sur les pièces en aluminium [24].

I.4.2. Les différentes formes de corrosion

I.4.2.a La corrosion galvanique

La corrosion; un phénomène électrochimique , La plupart des métaux obtenus par la transformation de minerais sont thermodynamiquement instables. Ainsi, spontanément ils tendent à retourner dans leur état oxydé initial, c'est-à-dire à l'état corrodé. La corrosion en faisant intervenir des processus d'oxydation et de réduction, témoigne de son caractère électrochimique. Lorsque l'aluminium est immergé dans un électrolyte, certaines portions de

la surface agissent à titre d'anode et subissent une oxydation (ou corrosion). Tel que montré à la figure (I.3). Parallèlement à ces sites anodiques, sont retrouvés des sites cathodiques auxquels les réactions de réduction prennent place. Les réactions anodiques et cathodiques sont donc interdépendantes ; si la consommation à la cathode des électrons issus du processus d'oxydation est interrompue, alors la réaction anodique de dissolution $\text{Al} \rightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{e}^-$ est ralentie [25].

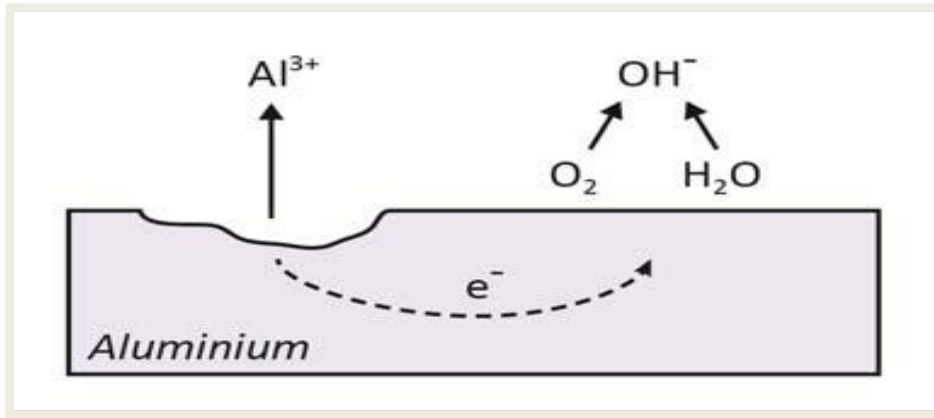


Figure I.3 : Réactions d'oxydation et de réduction se déroulant sur des zones adjacentes à la surface d'un métal [25].

L'emplacement des zones cathodiques par rapport aux zones anodiques est dicté par des facteurs tels la rugosité de surface, la microstructure (présence d'inclusion, etc...), la présence de discontinuités dans le film passivant, la composition de l'environnement aqueux mis en présence du métal, etc.

❖ Principe de la corrosion galvanique

La corrosion galvanique a lieu en présence de trois conditions différentes :

- Deux métaux de natures différentes, au potentiel d'oxydoréduction différent.
- La mise en contact électrique de ces deux métaux.
- La présence d'eau agissant en tant qu'électrolyte, recouvrant les deux métaux.

Réduire la corrosion galvanique consiste à supprimer une de ces trois conditions. Or il nous est impossible de supprimer l'eau ni la nature des métaux en contact. Il nous est possible d'éviter le contact électrique.

I.4.2.b. La Corrosion par piqûres

La corrosion par piqûre apparaît sur les métaux et alliages qui peuvent être passivés. Surtout en cas d'exposition à l'eau contenant du chlore. Les environs de la piqûre font office de cathode où l'oxygène subit une réduction. La piqûre même est l'anode dans laquelle le métal est oxydé par corrosion galvanique avec un courant de grande densité. L'oxygène dissous dans l'eau reste donc à l'extérieur du métal. L'eau dans la piqûre contient relativement beaucoup de chlorure suite à la migration vers l'intérieur. Cela empêche une repassivation dans la piqûre qui progresse rapidement en profondeur [26].

C'est la manifestation classique de l'attaque des chlorures sur les aciers inoxydables. Seule une faible surface externe est affectée, mais l'attaque se prolongeant en profondeur, la résistance mécanique de l'équipement est rapidement affectée [27].

Elle dépend dans une large mesure de la présence d'ions chlorures dans le milieu: c'est une forme d'attaque localisée induite par dépassivation locale dans des conditions localement réductrices. (Figure I.4)

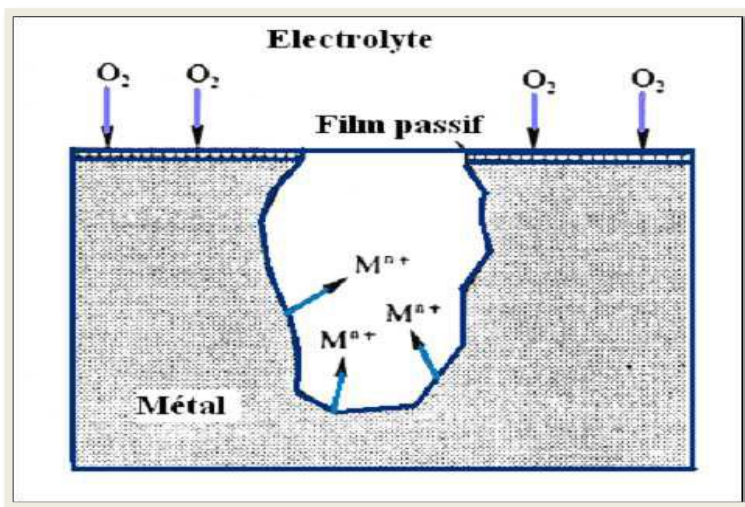


Figure. I.4: Corrosion par piqûres [28].

I.4.2.c. Corrosion uniforme

C'est la forme la plus classique de corrosion, mais pas toujours la plus importante en termes économiques ou sécuritaires. Des plusieurs processus électrochimiques individuels qui se produisent uniformément sur toute la surface considérée (Figure I.5).

Elle se traduit en diminution d'épaisseurs (par unité de temps ou en perte de poids par unité de surface, et par unité de temps) si les produits de corrosion sont solubles, ou par un dépôt uniforme s'ils ne le sont pas.

La corrosion uniforme peut être réduite ou évitée par un choix convenable du matériau, la modification du milieu ou la protection cathodique [29].

La corrosion uniforme est la conséquence de l'oxydation sous forme d'ions, de tous les atomes constitutifs de la surface du matériau qui sont attaqués sensiblement à la même vitesse par le milieu corrosif. Ceci se traduit à l'échelle macroscopique par une diminution régulière de l'épaisseur de métal par opposition à la corrosion localisée [30].



Figure I.5 : *Corrosion uniforme* [31].

I.4.2.d. Corrosion structural

La corrosion structurale en discrétise trois formes de corrosion sortent de l'aluminium: corrosion inter-granulaire, corrosion sous contrainte et corrosion Feuilletant.

➤ Corrosion inter-granulaire

La corrosion inter-granulaire correspond à une dissolution préférentielle des zones d'émergence des joints de grains à la surface des matériaux mis en présence de milieux agressifs (Figure I.6).

Les milieux susceptibles d'entraîner l'attaque inter-granulaire sont très variés: gaz, solutions, sels fondus, métaux liquides [32].

Cette forme de corrosion qui peut conduire à la ruine d'une installation avec une perte de matière relativement faible est souvent difficile à détecter par un examen non destructif. Elle peut survenir dans les alliages d'aluminium, associée à la formation d'intermétalliques comme Al_3Mg_2 ou $CuAl_2$ [33].

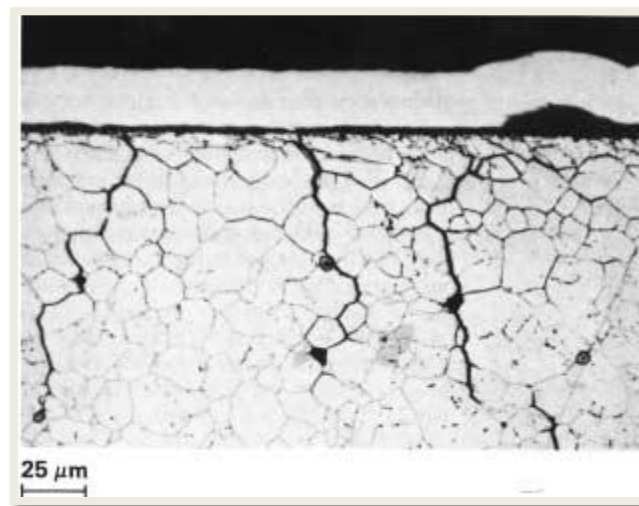


Figure I.6: Exemples de micrographies illustrant la corrosion inter-granulaire [31].

➤ Corrosion feuilletant (ou exfoliant)

Il s'agit d'une forme particulière de la corrosion inter-granulaire qui se produit aux joints de grains qui ont été allongés par l'action du laminage ou du filage. Cette corrosion se propage dans des plans parallèles à la surface, entre lesquels subsistent des feuillets d'aluminium non atteints. Les produits de corrosion formés se gonflent et repoussent les couches supérieures de métal, laissant ainsi paraître une d'élimination.

Les alliages d'aluminium contenant des éléments tels que le cuivre ou le groupe zinc – magnésium-cuivre sont les plus susceptibles à cette forme de corrosion [34].

➤ Corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte est une forme particulière de corrosion inter-granulaire pour les alliages d'aluminium. La contrainte appliquée accélère la vitesse de la corrosion inter-granulaire et sa direction de propagation est perpendiculaire à la direction de la contrainte (Figure I.7) Certains alliages ne sont pas sensibles à la corrosion inter-granulaire mais sont sensibles à la corrosion sous contrainte (7XXX sans cuivre). Un autre mécanisme a donc été proposé et vérifié: la fragilisation par l'hydrogène. Il s'agit d'une accumulation d'hydrogène (sous forme atomique) par diffusion en pointe de fissure, à l'endroit où se concentre la déformation plastique [35].

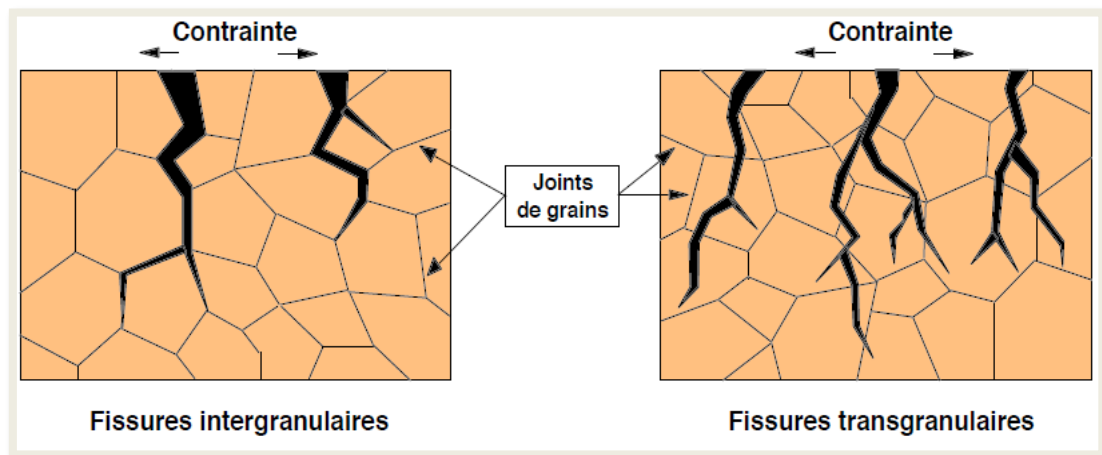


Figure I.7: *Corrosion sous contrainte* [33].

I.4.2.e. Corrosion par crevasse

Ce type de corrosion est dû à la présence d'une quantité de solution corrosive stagnante au voisinage d'un trou, sous un dépôt ou à n'importe quelle forme géométrique qui peut former une crevasse, même une microporosité. On l'appelle aussi corrosion caverneuse ou la corrosion sous le dépôt. Des cellules travaillant sous aération différentielle pourraient être établies entre l'eau de mer oxygénée en dehors ou derrière l'ouverture des surfaces de crevasse ou de micro-crevasse. Des secteurs anodiques à l'intérieur de crevasses sont mis en place (Figure I.8).

L'espace entre les deux matériaux moins aéré a une surface faible, et contient une solution souvent riche en sel. Les réactions d'hydrolyse se déroulant dans les crevasses pourraient produire des changements du pH et la concentration en chlorure dans l'environnement de crevasse [36].

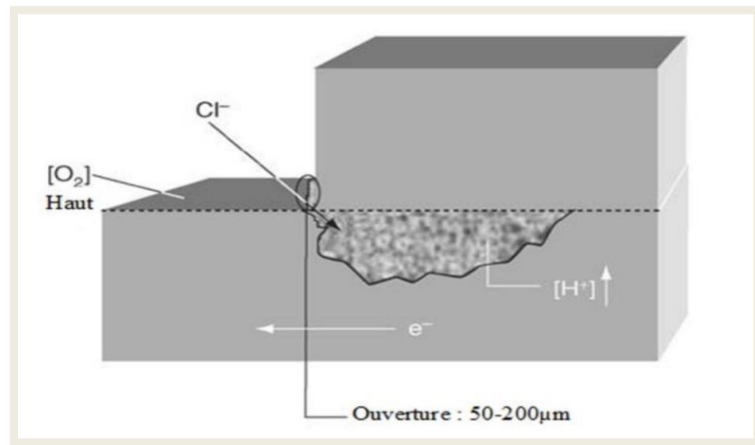


Figure I.8 : corrosion par crevasse [37].

I.4.3. Les facteurs de la corrosion

Les phénomènes de corrosion dépendent de plusieurs facteurs qui peuvent être classés en quatre groupes principaux tels que les :

- facteurs définissant les modes d'attaque,
- facteurs métallurgiques,
- facteurs définissant les conditions d'emploi,
- facteurs dépendant du temps. (Tableau I.2)

<i>Facteurs définissant les modes d'attaque.</i>	<i>Facteurs métallurgiques.</i>	<i>Facteurs définissant les conditions d'emploi.</i>	<i>Facteurs dépendant du temps</i>
<ul style="list-style-type: none"> - concentration du réactif - teneur en oxygène - PH du milieu - Additions d'inhibiteurs - Température - Pression 	<ul style="list-style-type: none"> - Composition de l'alliage - Procédé d'élaboration - Impuretés - Traitements thermiques - Additions protectrices 	<ul style="list-style-type: none"> - Etat de la surface - Forme des pièces - Sollicitation mécaniques - Emploi d'inhibiteurs - Procédés d'assemblage 	<ul style="list-style-type: none"> -vieillessement -tensions mécaniques -température -modification des revêtements protecteurs

Tableau I.2 : Les facteurs de la corrosion.

I.4.4. Aspect thermodynamique de la corrosion

I.4.4.a. Des notions

➤ Les couples d'oxydoréduction :

Le réducteur cède des électrons: il subit une oxydation.

L'oxydant capte des électrons : il subit une réduction.

➤ Anode et cathode :

L'anode : donne des électrons.

La cathode : capte des électrons.

Les électrons : circulent de l'anode vers la cathode. (Figure I.9)

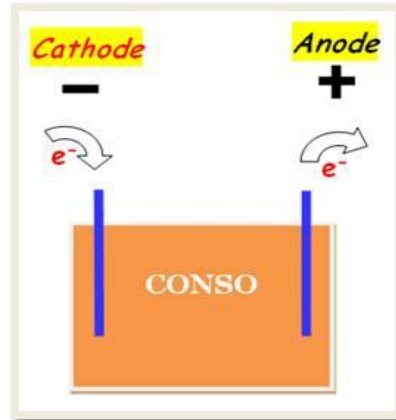


Figure I.9 : Anode et Cathode.

➤ L'électrode :

On appelle électrode tout métal (conducteur de première classe) plongé dans une solution électrolyte (un conducteur de seconde classe).

I.4.4.b. Interface (métal / solution)

En milieu aqueux, les réactions électrochimiques ont lieu à l'interface métal/solution et forment une structure complexe constituée de ce que l'on appelle double couche électrique, ou simplement double couche.

Cette double couche est caractérisée du point de vue électrique par une capacité et par une différence de potentiel, entre le métal et la solution telle que selon le potentiel appliqué, la charge du métal peut être positive ou négative par rapport à l'électrolyte [38, 39].

I.4.4.c. Notion de potentiel

Deux types de potentiels sont rencontrés au cours de plonger d'un métal dans une solution électrolytique :

- Potentiel d'équilibre.
- Potentiel de corrosion (ou de dissolution).

➤ **Potentiel d'équilibre**

Le potentiel d'équilibre (E_{eq}) est le potentiel que prend un métal ou une électrode par rapport à la solution de l'un de ses sels. Appelé aussi potentiel réversibles (E_{rev}), il présente la différence de potentiel (d.d.p.) électrique entre le métal et la solution [40].

Loi de Nernst

L'équation de Nernst permet de calculer le potentiel d'un couple rédox
Equation de Nernst : définition

Soit la demi-pile : $a_{ox} + ne^- \rightleftharpoons b_{red}$

L'équation de Nernst s'écrit :

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{[ox]^a}{[red]^b}$$

Avec :

E: le potentiel en Volt

E_0 : le potentiel standard en Volt

R : constante des gaz parfaits : $R = 8,3145 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

T : la température en Kelvin (K)

F : la constante de Faraday = $96\,485 \text{ C}\cdot\text{mol}^{-1}$

N : le nombre d'électron échangés

➤ **Potentiel de corrosion E_{Corr}**

Le potentiel standard d'un couple redox Mn^+/M est un paramètre thermodynamique lié à l'enthalpie de la réaction et correspond au transfert des n électrons. Ce potentiel représente un équilibre entre le métal et la solution, et n'est pas représentatif de la corrosion réelle du matériau.

En réalité, dans un milieu aqueux, une électrode peut être le siège de plusieurs réactions électrochimiques. Dans ce cas, le potentiel métal/solution prend une valeur comprise entre les potentiels d'équilibre des diverses réactions, et ce n'est autre que le potentiel de corrosion ou potentiel mixte E_{corr} .

Ce potentiel varie avec le temps selon le milieu dans lequel est immergé le matériau. La (Figure I.10). Donne les différentes allures des courbes $E_{Corr}=f(\text{temps})$ [41].

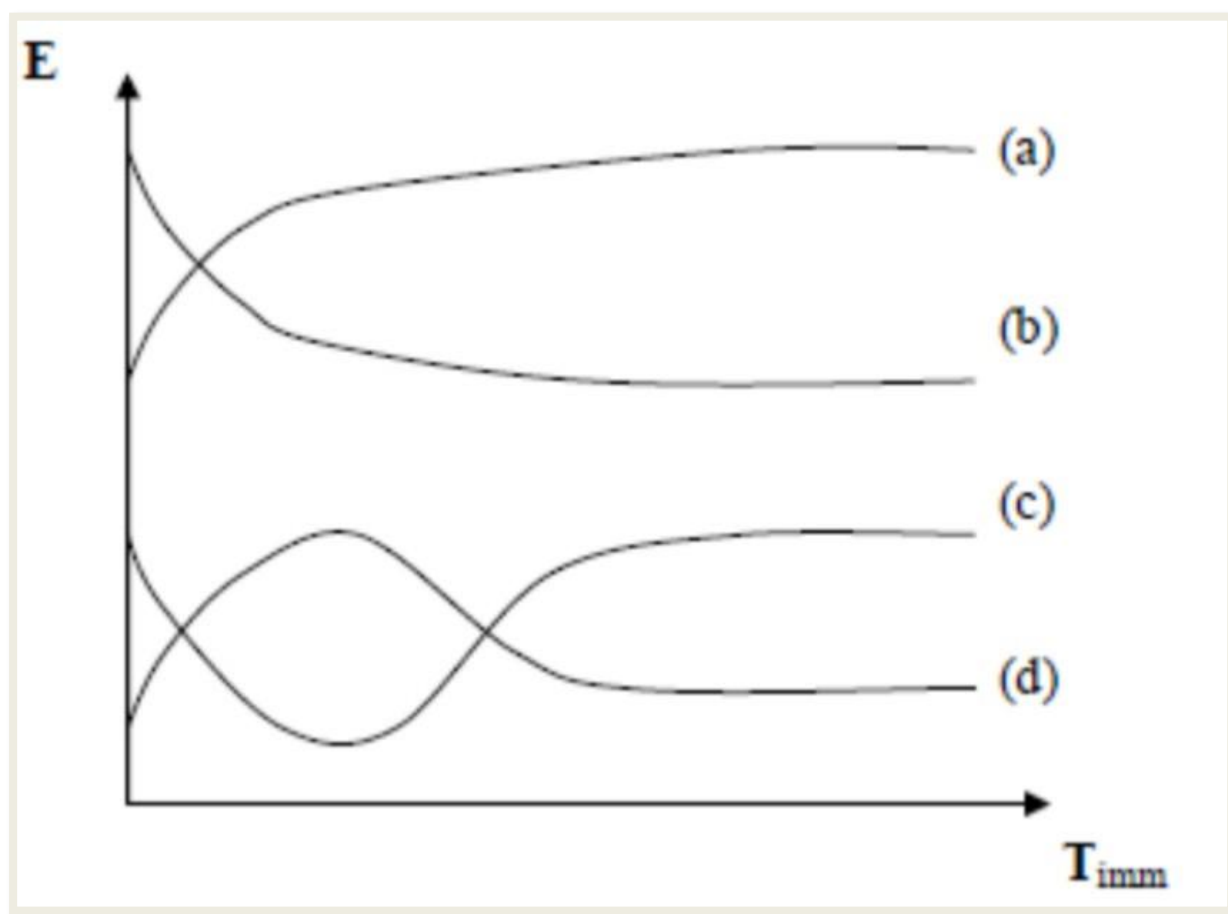


Figure I.10: Différentes allures de potentiel d'une électrode [42].

(a) : Le potentiel devient plus cathodique, il y a formation d'un film protecteur, dit film de passivation,

(b) : Destruction de l'oxyde métallique, le potentiel devient de moins en moins noble,

(c) : Passivation apparaissant après un début d'attaque,

(d) : Disparition d'un film protecteur préexistant à l'immersion.

I.5. Le diagramme E-PH de l'aluminium

Les diagrammes potentiels-pH permettent d'étudier les variations du potentiel d'un couple redox en fonction du pH ($E = f(\text{pH})$) (Figure I.11).

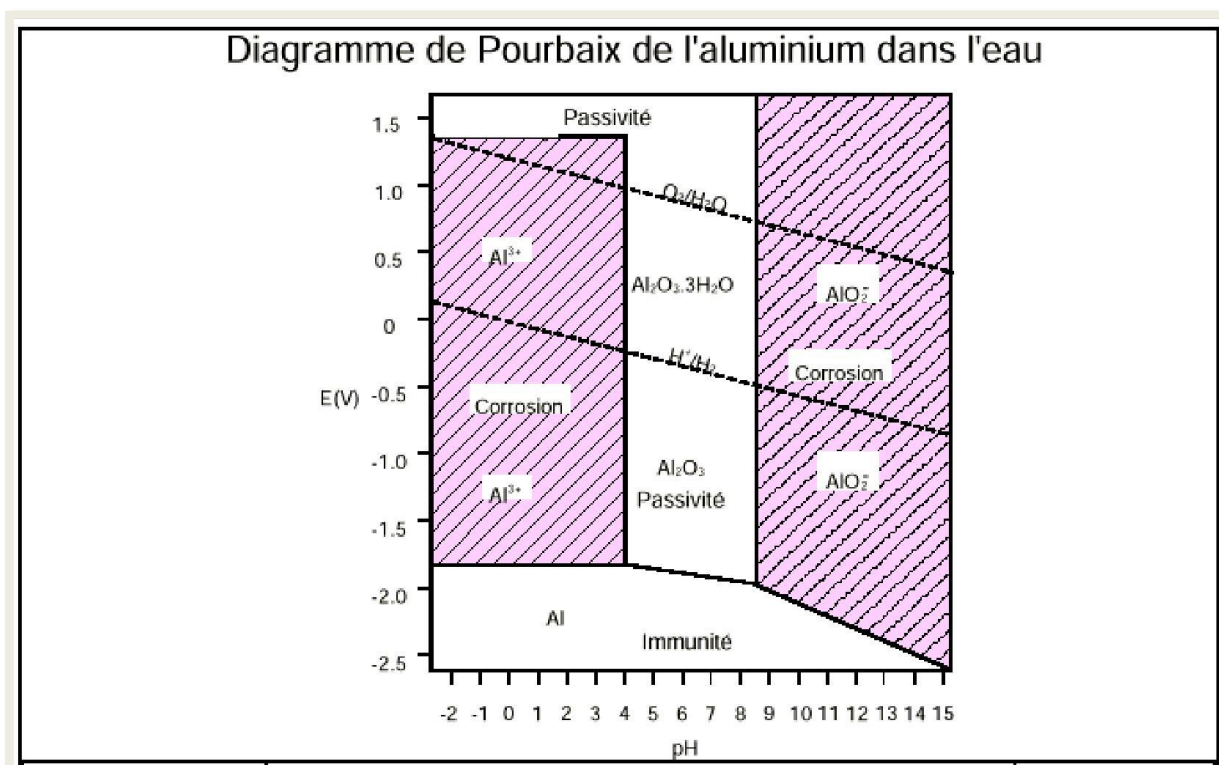


Figure I.11 : Diagramme de Pourbaix d'aluminium dans l'eau [43].

Le diagramme E–PH de l'aluminium illustre bien la propriété amphotère du métal : il est attaqué en milieu acide et en milieu alcalin. Le diagramme de Pourbaix de l'aluminium est constitué de 4 domaines correspondant à trois états distincts :

- corrosion, s'il existe un produit de corrosion soluble.
- passivation, si le métal peut se recouvrir d'un oxyde ou hydroxyde insoluble.

- immunité, s'il est dans des conditions pour lesquelles il ne peut pas être corrodé (la concentration des ions est $< 10^{-6}$ M).

Dans les solutions aqueuses neutres ($4 < \text{pH} < 9$), un film d'oxyde d'une épaisseur de 50 Å protège le métal (passivation). L'aluminium n'est corrodé de manière homogène que dans une solution très acide, avec formation d' Al^{+3} , ou dans une solution alcaline, avec formation d'aluminates (AlO_2^-).

La résistance et la stabilité de la couche d'oxyde dépendent du milieu ambiant, de la composition de l'alliage et de la structure microscopique du métal (en fonction des traitements thermiques appliqués).

Etat de l'art

Dans cette partie nous allons rapporter quelques résultats des recherches sur les alliages d'aluminium.

Une étude a été réalisée sur l'alliage Al-10% mass. Mg qui est utilisé dans ce travail [8], cette étude a montrée que cet alliage avec des différentes conditions de traitement, présente une structure poreuse avec l'existence des défauts analogue à ceux observés par S. Nebti et D. Hammana, ces défauts nommés rosettes constituent des zones des réseaux complexes des dislocations dues aux conditions de la solidification. Ces dernières sont très stables avec le recuit d'homogénéisation, et constituent un lieu du premier germe des précipités [44] et [45]. Dans le cas de cet alliage Al-10% mass. Mg la précipitation se produit sur ces zones aussi, et avec le traitement de vieillissement, ces défauts de structure «rosettes» deviennent instables [8].

Dans la même perspective d'étude [8], il a été montré que le vieillissement n'a pas bien amélioré la résistance à la corrosion. Les tests de la polarisation ont informé sur une activité qui augmente avec la température du vieillissement. Et une rupture du film d'oxyde qui a donné une forte densité du courant. Alors l'état de l'alliage trempé dans l'eau glacée présente des bonnes caractéristiques électrochimiques.

L'étude de Raja Aouria [46] sur le même alliage (Al-10% mass. Mg) a montré que, cet alliage à l'état trempé dans l'eau glacée puis déformé par laminage devient moins noble, ainsi le film d'oxyde protecteur perd ses propriétés anticorrosives. Sa sensibilité augmente avec l'augmentation du taux de la déformation.

D'autre part A. Hayoune [47], ont présenté dans leurs étude que la déformation augment la vitesse de précipitation continue en raison de l'augmentation du nombre de sites de nucléation. La déformation plastique, après l'homogénéisation durcit le matériau par l'introduction d'une forte densité de dislocations et par la création d'une solution solide sursaturée qui a un potentiel non seulement pour la précipitation mais aussi pour les processus de restauration et de recristallisation au cours du vieillissement à une température élevée.

En outre I. Hamdi [19], a informé que le vieillissement naturel a un effet négatif sur le durcissement structural de l'alliage Al- Mg-Si. Avec lequel les valeurs de la micro dureté lors d'un vieillissement artificiel sont supérieures à celles d'un vieillissement naturel. Ce résultat est en accord avec plusieurs travaux. Cet effet négatif est du à la formation des zones GP et qui se sont formées lors du vieillissement naturel.

Dans le même travail [19], a indiqué que le chauffage jusqu'à 430 °C puis le refroidissement lent réalisé dans le dilatomètre, mène à la dissolution des zones GP car on dépasse leur domaine de stabilité ($T < 100$ °C). Le mécanisme de dissolution des zones GP est caractérisé par la migration des atomes de magnésium dans la matrice d'aluminium et l'énergie d'activation de la dissolution de ces zones est presque égale à l'énergie de migration dans la matrice d'aluminium. Les lacunes responsables de leur formation sont en partie éliminées dans les différents puits, et dans la formation des phases intermédiaire (β') et d'équilibre (β).

F. Dimier ; a montré que les zones de « Guinier-Preston » dit zones GP correspondent à une mise en ordre d'atomes Mg et Si du fait de la sursaturation en éléments d'alliage. Ces zones cohérentes avec la matrice constituent des sites de germination des précipités β'' [48].

Par ailleurs RS. Mishra et al [49], ont indiqué que la sensibilité de l'alliage d'aluminium magnésium à la corrosion augmente avec le pourcentage du magnésium. Si ce pourcentage dépasse 3.5% du magnésium dans la matrice d'aluminium il se produit une précipitation de la phase Al_3Mg_2 qui rend l'alliage susceptible à la corrosion.

Références Bibliographiques

- [1] L.F. Mondolfo, Aluminium Alloys, structures and proprietes, Butterworth, 1st edition, London(1976).
- [2] S. Bourahla, mémoire de magister influence du recuit sur la recristallisation de l'alliage al-li, université Mentouri Constantine, (2007)
- [3] C. Sorriano, thèse de doctorat, contribution à la modélisation de la corrosion microstructurale des alliages d'aluminium : simulation numérique et vérification expérimentale sur système modèles, université de Bourgogne, (2012).
- [4] L. DIN-STIRBU, Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium dans l'industrie automobiles pour la fabrication de radiateur de chauffage, Thèse de doctorat, université de Pitesti Roumanie, (2005).
- [5] C. Vargle, Corrosion d'aluminium, Ed. dunod, (1999).
- [6] N. Houa, les alliages d'aluminium de fonderie AL-SI-CU, Mémoire Master,(2016)
- [7] Y. Souilah, Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al- Mg et Al-Cu-Mg, Thèse de Doctorat. Université Badji Mokhtar- Annaba, (2017)
- [8] S. Zermane, Décomposition De la solution solide Al-Mg et son comportement à la corrosion électrochimique, Thèse de Doctorat Université Mohamed Khider – Biskra, (2018)
- [9] K. Osamura et T.Ogura. Metall. Trans. A, 15,p,835,(1984)
- [10] R. Nozato et S.Ishihara ;Trans.Japan Inst.Metals, 21, 9,p.580,(1980).

- [11] Y. Kojima, T. Takahashi, M. Kuboet, T. Morinaga ;Métal.Trans.A ; 12, p 1113,(1981)
- [12] W.A. Polard ;J. Inst.Metals, 93,339,(1964).
- [13] M. Bernole,J.Raynal et R.Graf ;J.Microsc,8, p831,(1969).
- [14] K. Inoue., T. Yosimura., A. Fuji., H. Noguchi., (2002)
- [15] Y. Aouabdia, Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si, Thèse de doctorat Université de Constantine.
- [16] R. Luangevin, Guide d'auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique, Compagnie perform, (2015).
- [17] H, Sassoulas. Traitements thermiques des aciers inoxydables. Ed. Techniques Ingénieur, (1997).
- [18] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55
- [19] I. HAMDI, Phénomène de précipitation des phases dans l'alliages d'aluminium (série 6000), Thèse de doctorat Université Mohamed khider-Biskra, (2014)
- [20] M. Dupex, «Aide mémoire science des matériax», Dunond,Paris(2004)
- [21] B. Mokhtar, Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB, _Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra, (2018).
- [22] S. Mecheri, Etude des réactions des Transformations de phase dans les alliages d'aluminium sous forme des tôles, Thèse de doctorat. Universite Mentouri-Constantine, (2007).
- [23] <https://www.researchgate.net/publication/308995229>
- [24] L. Hacini, ing. Ph. D. corrosion d'aluminium Centre d'expertise sur l'aluminium d'AluQuébec (CeAl), (2017)

- [25] A, Sofiene et G, Danick. Guide de solutions pratiques permettant de contrer la corrosion galvanique entre l'aluminium et l'acier dans le domaine du transport terrestre. (2010).
- [26] PUMPS&PROCESS MAGAZINE ISSUE, 65, March (2010).
- [27] L.L. Shreir, Corrosion, chap. Localized Corrosion, Ed. Newnes, pp. 1-130, (1976).
- [28] A. Pourbaix, "Corrosion Localisée- B: Caractères généraux, Réactions en jeu Principe de protection" Les Editions de Physique, (1994), p. 17.
- [29] S. Audisio, "The multimedia corrosion guide, Le livre multimedia de la corrosion." (2006)
- [30] L.J AUBERT, Etude de la corrosion uniforme d'aciers non alliés et inoxydables : utilisation conjointe de l'émission acoustiques des techniques électrochimiques, Thèse de doctorat, Ecole doctorale Matériaux de Lyon, (2004)
- [31] Y. Souilah, A. Boutouta, S. Boukhessaim, H. Bedboudi, A. Bourbiaand, M. Draissia,
Phys. Correlation of hardness and corrosion characteristics with crystalline structures of Al-Mg Alloys, Scr. 88 (2013) 065601 (8pp).
- [32] M. Froment, Corrosion Intergranulaire. Sur le mécanisme de la corrosion intergranulaire des matériaux métalliques. Le Journal de Physique Colloques, 1975, vol. 36, no C4, p. C4-371-C4-385.
- [33] M. Hélie, Matériaux métalliques phénomènes de corrosion, Université d'Evry - Val d'Essonne Département Sciences des Matériaux
- [34] Web Corr corrosion consulting services, (1995-2017). Different types of corrosion. En ligne. Repéré à
<http://www.corrosionclinic.com/types_of_corrosion/aluminium_exfoliation_corrosion.htm>
- [35] C. Sorriano, , Contribution à la modélisation de la corrosion microstructurale des alliages d'aluminium : Simulation numérique et vérification expérimentale sur systèmes modèles, Thèse de Doctorat. Université De Bourgogne,(2012).

- [36] Z. Szklarska-Smialowska, Pitting and Crevice Corrosion. NACE International, Houston, TX, 2005, pp. 327–329
- [37] M. Yakoubi, , Effet de petites déformations par compression sur le comportement à la corrosion de l'alliage d'aluminium de fonderie Al 4% Cu, Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, (2015)
- [38] S. AUDISIO, M. CAILLET, A. GALERIE et H. MAZILLE, Traitement de surface et protection contre la corrosion, Les Editions de Physique, Les Ulis, (1989).
- [39] D. DESJARDINS et R. OLTRA, Corrosion sous contrainte – Phénoménologie et mécanismes, Les Editions de Physique, Les Ulis, 1992.
- [40] S. Boukhlof, N. Sayah, Comportement d'un alliage d'aluminium déformé et recuit à la corrosion électrochimique. Mémoire de master. Université Mohamed Khaidar-Biskra, (2019)
- [41] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot. Métallurgie générale, Masson, 329, 436, (1969).
- [42] J. T. Matsushima, F. Trivinho-Strixino, E.C. Pereira, Electrochim. Acta, 51 (2006) (1960).
- [43] M. Pourbaix. Diagramme potentiel-pH de l'aluminium. In : Atlas d'équilibres électrochimiques à 25°C. Paris France : GAUTHIER VILLARS & Cie, pp. 169- 172. (1963).
- [44] S. Nebti, Comportement au vieillissement des alliages du système Al-Mg, Thèse de doctorat. Université de Constantine, Algérie (1995).
- [45] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa, N.Ya. Rokhmanov, Comparative study of formation and transformation of transition phases in Al–12 wt.% Mg alloy Journal of Alloys and Compounds, vol 320(1), 93–102. (2001)
- [46] R. Aouria, Effet de déformation sur la corrosion dans les alliages d'aluminium prétraité, Mémoire de Master. Université Mohamed Khider Biskra, (2015).

- [47] A. Hayoune, Effet de la vitesse de chauffage et de la déformation plastique sur les transformations anisothermes dans les alliages à base d'aluminium, Thèse de doctorat, Université Mentouri de Constantine, (2009).
- [48] F. Dimier, Thèse doctorat, L'école nationale supérieure des Mines. Paris, (2003).
- [49] RS. Mishra and ZY. Ma, Friction stir welding and processing. Mater Sci Eng R; Vol 50, p 1–78, (2005).

Chapitre II :

*Méthodes et
procédures
expérimentales*

II.1. Introduction

1. Dans la première partie de ce chapitre on va présenter l'alliage étudié et les procédures adoptées pour préparer nos échantillons.

2. La deuxième partie est consacrée à la présentation des différents appareils de mesure et de caractérisation lors de l'étude expérimentale.

II.2.1. L'alliage étudié

Des échantillons de forme cylindriques de l'alliage «aluminium-magnésium», on été coupés d'un lingot (Al-10% mass. Mg) provenant de l'industrie de Rouïba, dont la composition chimique est présentée sur le tableau (II.1).

Tableau II.1. Composition chimique de l'alliage « Al-10% mass. Mg».

Elément	Al	Mg	Fe	Mn	Cu	Si	Zn	Sn	Ti
mass %	88.55	9.94	0.4	0.08	0.03	0.6	0.33	0.03	0.04

II.2.1. Traitement thermique

Ces échantillons ont été traités thermiquement dans un four électrique de type « NABERTHERM » à températures maximales de 1100°C (Figure (II.1)). En utilisant les étapes suivantes :

- ❖ Homogénéisation des échantillons 440°C pendant 18 heures. Cette condition est choisie selon le diagramme d'équilibre de l'alliage Al-Mg. Son objectif était de réduire les défauts (défauts ponctuels, dislocations).
- ❖ Trempe : dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée à température ambiante, c'est-à-dire une solution solide hors équilibre avec une forte densité des lacunes, nous avons réalisé deux trempes à des différentes vitesses.
 - * Trempe à l'eau glacée.
 - * Trempe à l'air (température ambiante au voisinage de 20 °C).



Figure II.1 : Photographie d'un four électrique de type «*NABERTHERM*».

II.2.2. Préparation des échantillons

Pour l'étude métallographique, l'observation en microscope optique ou électronique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons traités thermiquement ont subi un polissage mécanique et ensuite une attaque chimique.

- ❖ Polissage des échantillons : En utilisant une polisseuse de type *RPESI MECATHECH P260* (Figure II.2). Les échantillons ont subi un polissage en utilisant du papier abrasif de différentes granulométries (400, 800, 1000 et 1200) en présence de l'eau, la finition de cette étape a été faite avec la pate diamantée (3 μ m puis 1.5 μ m) placés sur un disque rotatif. Après chaque polissage, les échantillons ont été nettoyés avec de l'éthanol, puis de l'eau distillée, et ont été séchés à l'air comprimé.



Figure II.2 : Polisseuse mécanique de type «*RPESI MECATHECH P260* ».

- ❖ Attaque chimique : est réalisée à l'aide du réactif de Keller afin de révéler la microstructure de l'ensemble d'échantillons étudié. Cette attaque métallographique est réalisée sur des surfaces dites « polies miroir » obtenues en suivant la même gamme de polissage décrite précédemment.

La composition du réactif de Keller est :

- 2 ml d'acide fluorhydrique (HF) ;
- 3 ml d'acide chlorhydrique (HCl) ;
- 5 ml d'acide nitrique (HNO₃) ;
- 180 ml d'eau distillée (H₂O).

La durée de l'attaque est entre 25- 30 secondes, les échantillons ont été nettoyé avec de l'eau distillée, et ont été séché à l'air comprimé [1].

II.3. Méthodes expérimentales

II.3.1. Microscope optique

Le microscope optique est une technique d'examen de base la plus pratique. Elle présente un grand intérêt car elle fournit à une échelle différente de nombreux renseignements sur la texture et la structure [2].

Un microscope optique du type « *Unitron™* » avec différents grossissements, et équipé d'un appareil photo numérique de marque « *Nikon* » a été utilisé avant et après les tests de corrosion afin de caractériser, et de suivre l'évolution structurale des échantillons considérés (Figure II.3).

La microscopie optique est utilisée comme une première technique d'observation des surfaces des échantillons avant et après (Traitements thermiques et essais de corrosion), en particulier pour caractériser les différents défauts et composés microscopiques de la structure, et l'effet de l'environnement corrosif (la solution de l'immersion) sur la surface des échantillons [3].



Figure II.3 : Microscopie optique « UNITRON™ ».

II.3.2. Microscopie électronique à Balayage (MEB)

L'acquisition des images a été réalisée à l'aide d'une microscopie électronique à balayage MEB (ou « Scanning Electron Microscopy » SEM), une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces, elle permet d'obtenir des observations et des caractérisations plus précieuses de la surface et de la microstructure, et également pour des informations sur la localisation et la nature des attaques de corrosion. Le MEB utilisé dans ce travail est un appareil de type *Bruker Nano GmbH –Xflash Detector 610M* (Figure II.4).

II.3.2.1. Principe de fonctionnement du MEB

Un microscope électronique à balayage se compose de :

- Une colonne optique électronique montée sur la chambre échantillon ;
- Un circuit de pompage pour l'obtention d'un vide secondaire ;

- Des détecteurs permettant de capter les différents signaux émis par l'échantillon ;

- Un écran vidéo pour l'observation des images ;

- Une électronique pour gérer l'ensemble des fonctions.

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image en microscopie électronique à balayage (MEB), sont entièrement de ceux du microscope optique.

Le principe du microscope électronique à balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident.

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur l'analyse de radiations émises par matériau soumis à un bombardement électronique.

Un faisceau d'électrons très fin (5 à 20 nm de diamètre) possédant une énergie de quelques KeV à 50 KeV est généré par un canon à électrons et balaie la surface de l'échantillon grâce à un système de déflexion. Les électrons du faisceau vont prendre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreuses radiations. Celles-ci sont captées par un détecteur spécifique. Une image de l'échantillon est reconstituée à partir du signal du détecteur [4].

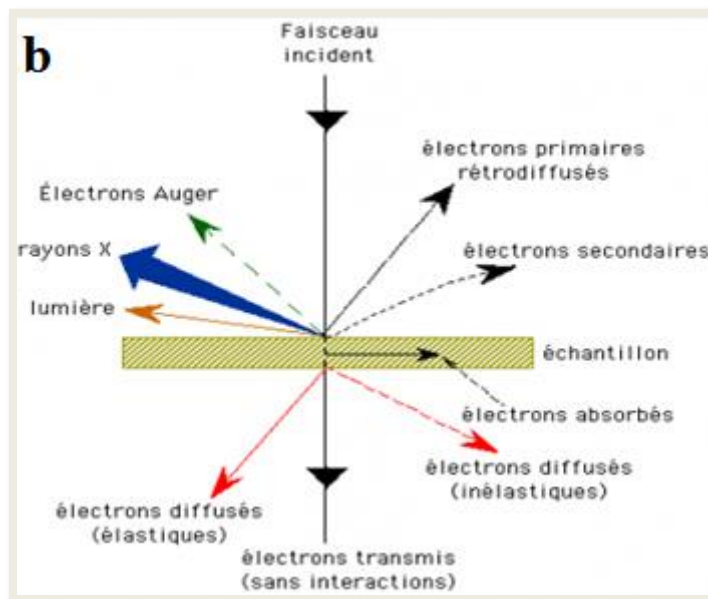


Figure II.4: (a) *Microscope Electronique à Balayage (MEB) FEI QUANTA,*

(b) *Interaction électrons – matière.*

II.3.3. La micro-dureté Vickers

La micro dureté Vickers est une caractéristique mécanique des alliages suivis durant les traitements thermomécaniques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, son mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée F [N] à la surface en cours S [mm²] de l'empreinte donne la dureté [5].

$$HV = F/S \quad \text{Equation (II.1)}$$

Dans cette étude nous avons utilisé une micro-dure mètre *Vickers* de type «Zwik/Roell» (Figure II.6) équipé d'un oculaire permettant de positionner l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir d'un double clic sur le bouton de HV de l'appareil ou bien en appliquant la formule (II.2) suivante :

$$HV = 1854.4 P/d^2 \quad \text{Equation (II.2)}$$

Ou

- HV : la micro dureté *Vickers* [MPa].
- P : Charge appliquée [kgf].
- D : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte [μm] [2].

Les mesures de dureté ont été effectuées en utilisant une charge de 50 g, chaque mesure correspond à une moyenne de 4 points.

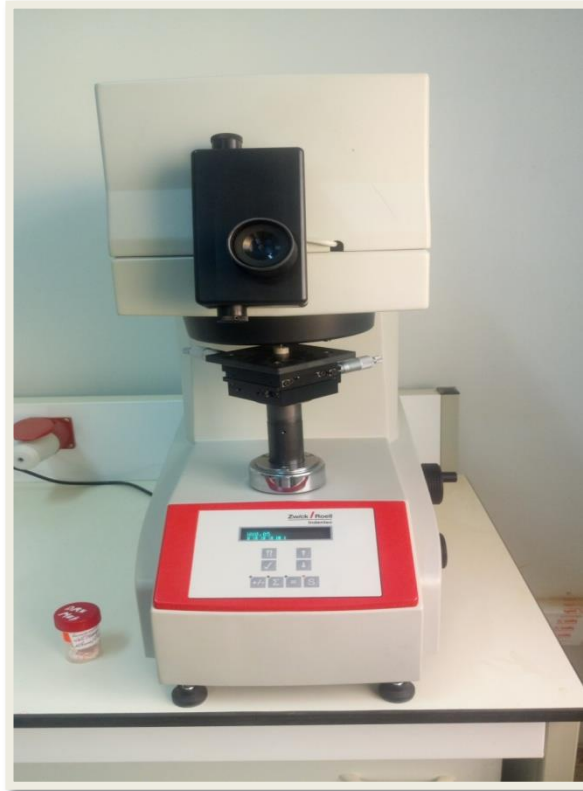


Figure II.5 : Micro dure mètre «Vickers».

II.3.4. Diffraction des rayons X (DRX)

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques de nature ondulatoire. Lorsqu'un faisceau de rayon X tombe sur la surface d'un matériau, une partie de l'énergie est absorbée et l'autre est transmise ou diffusée : c'est celle qui nous intéresse dans le domaine de la diffraction des rayons X.

La diffraction des rayons x (DRX) est un outil privilégié d'étude des matériaux polycristallins (poudres, métaux, céramiques). Le spectre de diffraction des rayons X est un bon moyen pour donner avec précision les informations sur les structures, les phases, les orientations privilégiées du cristal (texture) et d'autres paramètres structuraux comme la taille moyenne du grain, la cristallinité, la tension et les défauts des cristaux.

L'appareil utilisé dans notre étude est le diffractomètre *Brokro AXS D8 Advance* équipé d'une cathode de cuivre ($\lambda_{K\alpha} = 1.5418 \text{ \AA}$) avec un filtre de Nickel pour éliminer les raies $K\beta$. L'intervalle angulaire qu'il permet de mesurer s'étend de 10° à 120° avec un pas de 0.03° sur l'échelle 2θ . Un générateur stabilisé fonctionnant sous ($V= 40 \text{ kV}$) et ($I=30\text{mA}$) assure l'alimentation du tube (Figure II.6).



Figure II.6 : Diffractomètre de type « D8 ADVANCE ».

II.3.3.1. Loi de Bragg

Loi de Bragg est une loi empirique qui rend compte des interférences constructives entre les faisceaux diffusés [6], selon laquelle des rayons X de longueur d'onde λ donnent de réflexion par interférence, sur des plans cristallins d'espacement d , que pour un angle d'incidence θ définis par :

$$2. d_{hkl} \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda \quad \text{Equation II.3}$$

d_{hkl} : Distance réticulaire caractéristiques des plans atomique (hkl).

θ : l'angle d'incidence des rayons X.

n : l'ordre de diffraction.

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

La distance d_{hkl} caractéristiques la forme de plans (hkl) s'exprime la fonction du paramètre de maille a par :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \text{Equation II.4}$$

A partir de laquelle nous pouvons déterminer le paramètre de maille dans un système cubique :

$$a = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \text{Equation II.5}$$

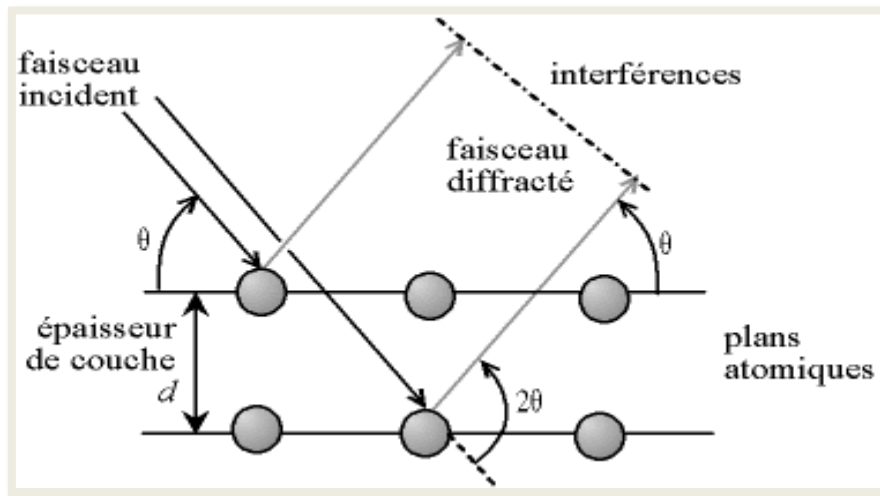


Figure II.7 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences constructives.

II.3.4.Méthode de la masse perdue

Cette méthode de caractérisation consiste à mesurer la masse de l'échantillon avant et après l'immersion dans la solution du Na Cl.

D'abord, nous préparons la solution du milieu corrosif à partir de 35 g de Na Cl dans un litre d'eau distillée. Ensuite, nous avons mesuré la masse avant l'immersion avec une balance à 4 chiffres (Figure II.8), puis ces échantillons sont plongés dans la solution de Na Cl, dans un pécher couvert par un para film, et les laisser une durée de temps 36 jours. Après cette période d'immersion, nous retirons les échantillons de la solution et les lavons soigneusement avec l'eau distillée et l'acétone, et sont bien séchées.

Finalement, les échantillons sont pesés pour déterminer la masse perdue.

La masse perdue est calculée avec la formule suivante :

$$\Delta m = m_f - m_0$$

Equation II.6

Ou m_f : la masse finale (g)
 m_0 : la masse initiale (g)



Figure II.8 : Balance à 4 chiffres.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S. Zermane, Etude la décomposition de la solution solide Al-Mg à l'aide de la diffraction X, Mémoire de magister, Université Mentouri de Constantine, 2000.
- [2] N. Zazi, Influence des effets de vieillissement et du laminage à froid sur la microstructure, associés aux propriétés mécaniques et chimiques des alliages Aluminium-Magnésium, Thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2011.
- [3] M. Yakoubi, Effet des petites déformations par compression sur le comportement à la corrosion de l'alliage d'aluminium de fonderie Al 4%Cu, Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2015.
- [4] J. P. EBERHART. Méthodes physiques d'étude des minéraux solides. Doin éditeurs, 1976.
- [5] T. DJIMAOUI, Effet des traitements thermiques sur l'évolution des propriétés mécaniques et électriques d'un fil d'aluminium de type AGS tréfilé à froid à l'ENCAB, Mémoire de master, Université Mohamed Khieder Biskra, 2015.
- [6] F. Benabdallah, Evolution des propriétés diélectrique, ferroélectriques et électromécaniques dans le système pseudo-binaire $(1-x)\text{BaTi}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_3-x\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{TlO}_3$ / Corrélations structures et propriétés, Thèse de doctorat, Université BordeauxI, France, 2013.

Chapitre III :

Résultats

et

Discussions

III.1. Introduction

Les traitements thermiques et particulièrement la vitesse de trempe ont pour but la modification de la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier.

Dans ce chapitre, on va présenter les résultats expérimentaux, qui ont été obtenu en suivant le protocole de travail cité déjà dans le chapitre II.

III.2. Caractérisation métallographique

Après avoir homogénéisé nos échantillons à la température 440 °C pendant 18 heures et les avoir trempé dans des divers milieux de refroidissement (l'eau glacé, l'air).

La surface de nos échantillons a été examinée avant et après l'immersion dans la solution, par le microscope optique et pour une étude plus précise on a utilisé le microscope électronique à balayage (MEB).

III.2.1 Caractérisation par microscope optique avant le test d'immersion :

L'étude de la surface par microscope optique visualise une structure poreuse avec l'existence des défauts de structure qui ont été discuté déjà dans des plusieurs travaux [1, 2, 3].

Suivant la figure (III.1), nous remarquons que la différence de la vitesse de trempe, provoque une différence de la surface structurale, où le cas de la trempe à l'air apparait avec moins des défauts.

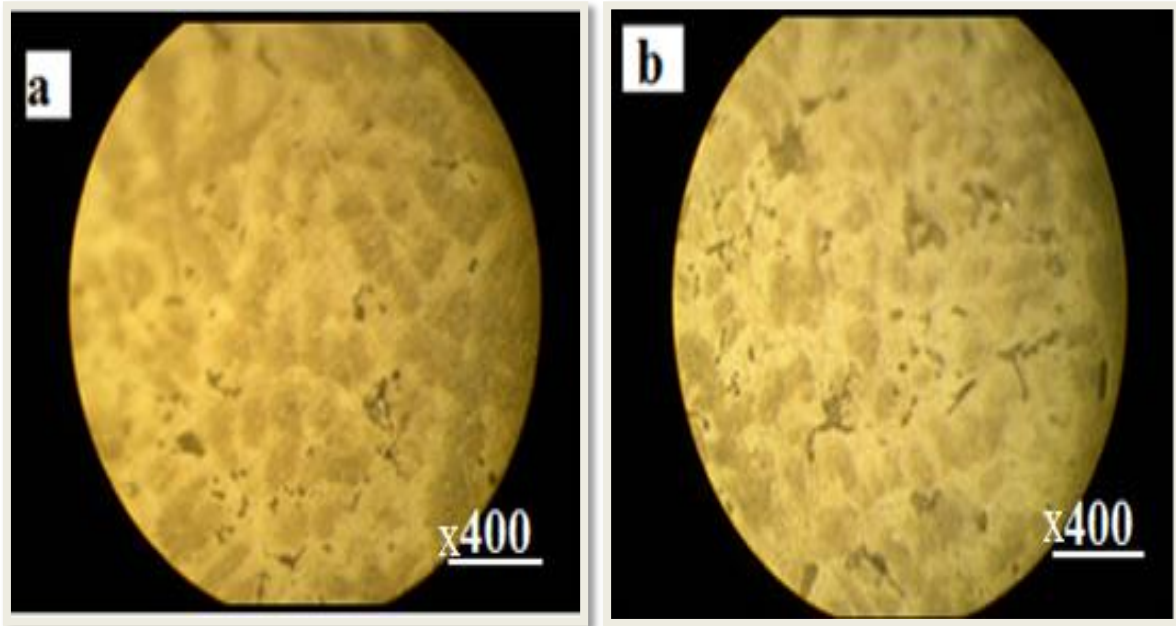


Figure III.1: Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-10% mass. Mg Avant le test de corrosion (a) trempé à l'eau glacée, (b) trempé à l'air.

III.2.2 Caractérisation par microscope électronique à balayage avant le test d'immersion :

Les figures suivantes montrent les micrographies de nos échantillons avant et après le test d'immersion respectivement.

La figure (III.2) présente la morphologie structurale et l'EDS de l'alliage Al-10% mass. Mg de l'état trempé à l'eau glacée et trempé à l'air, cette figure montre l'existence des pores dans la matrice, et de plus la figure(III.2.c) confirme que l'alliage trempé à l'air présente une structure avec moins des défauts.

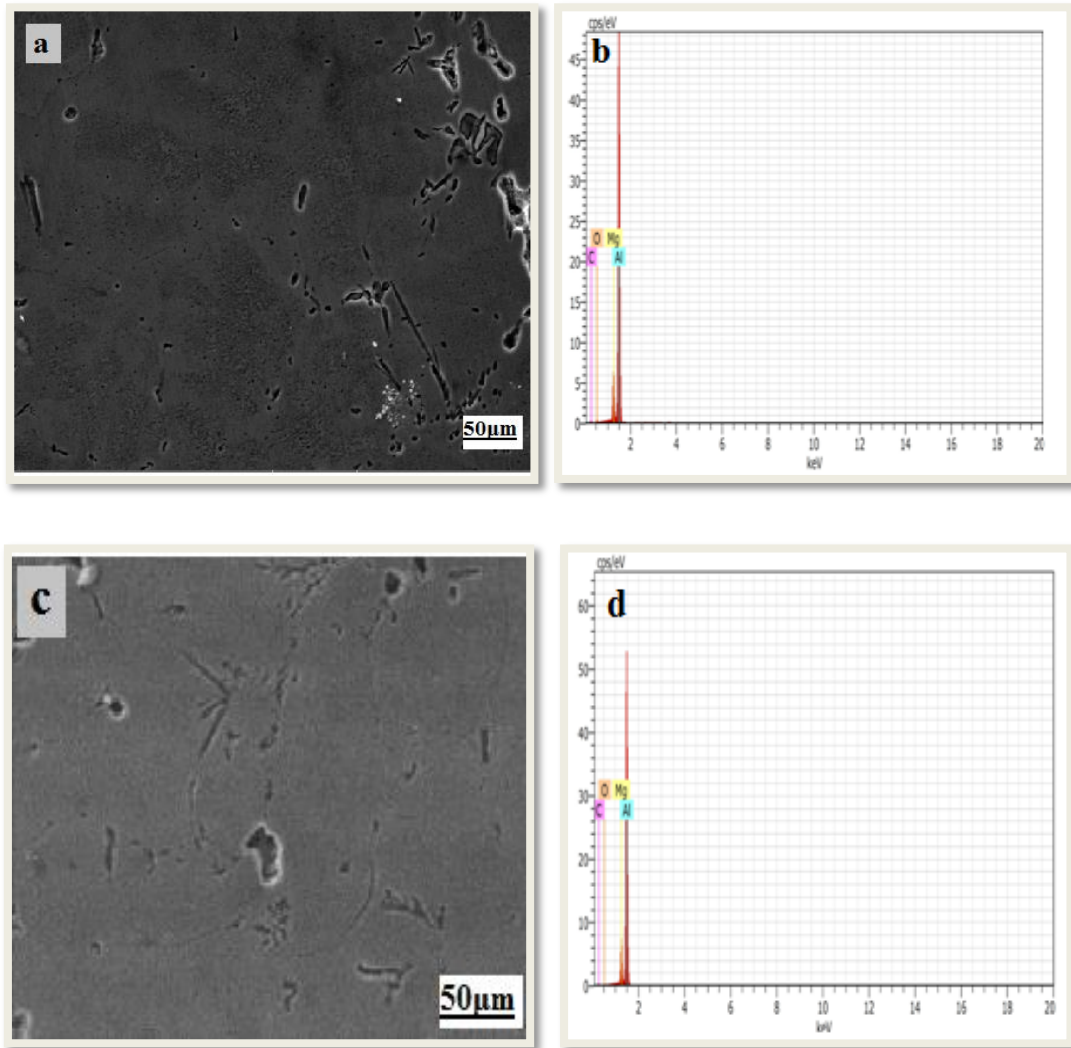


Figure III.2 : Microstructure et EDS de l'alliage Al-10%mass. Mg avant le test d'immersion
(a, b) trempé à l'eau glacée - (c, d) trempé à l'air.

III.2.3 Caractérisation par microscope électronique à balayage après le test d'immersion :

L'étude de la microstructure par microscope électronique à balayage après le test d'immersion dans la solution NaCl 3.5% en poids pendant 36 jours, présente une couche d'oxyde qui couvre toute la surface des deux échantillons (Figure III.3). Nous remarquons dans le cas de l'échantillon trempé à l'eau glacé, qu'il existe des piqûres qui se produisent au premier temps sur les joints de grains, et avec le temps d'immersion, il se forme un dépôt de la couche d'oxyde, nous constatons dans ce cas aussi que la corrosion est plus importante dont la couche épaisse commence à se décoller (Figure III.3.a').

La microstructure de l'échantillon trempé à l'air puis immergé dans la solution, présente une couche d'oxyde qui couvre toute la surface de l'échantillon, avec des zones des piqûres apparaissent au centre du grain. L'épaisseur de cette couche dans ce cas est moins importante que dans le premier cas.

Donc dans les deux cas nous constatons que la corrosion est localisée, on peut aussi attribuer cela par la porosité de la surface de l'alliage, qui peut être le siège d'une attaque localisée [4], et des zones d'amorçages [5].

Suivant les spectres de l'EDS, nous constatons qu'il y a une forte dégradation de la matrice présentée par la diminution de la quantité d'Aluminium et du Magnésium, donc une forte activité de la surface (Tableau III.1). L'augmentation de la quantité de l'oxygène dans la matrice après le test d'immersion, est une conséquence de l'existence des dépôts des oxydes.

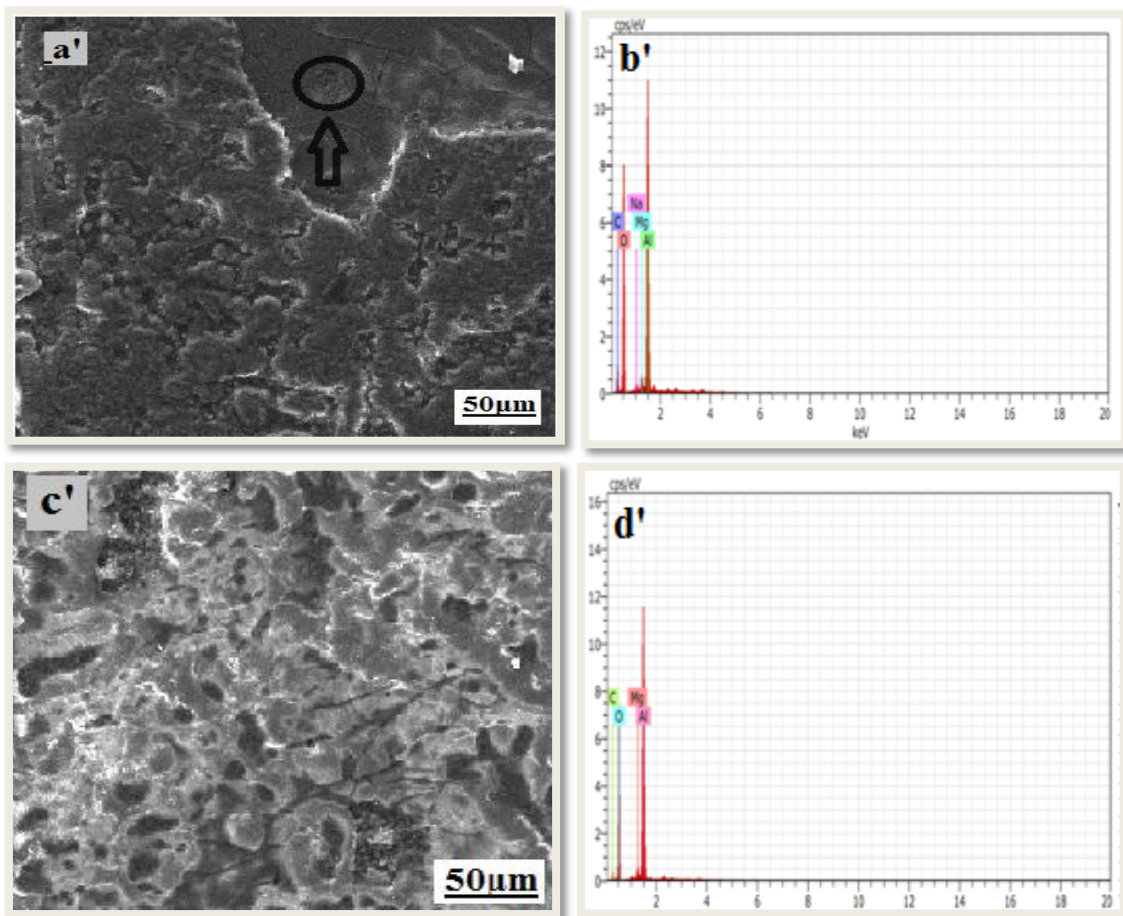


Figure III.3 : Microstructure et EDS de l'alliage Al-10%mass. Mg après le test d'immersion
(a', b') trempé à l'eau glacée - (c', d') trempé à l'air

Tableau III.1 : Composition chimique des échenillons trempés à l'eau glacée et l'air de l'alliage Al-10% mass. Mg avant et après l'immersion.

Élément Wt%	Al	Mg	O
Trempé à l'eau glacée			
Avant l'immersion	75.93	8.34	3.22
Après l'immersion	23.94	1.36	55
Trempé à l'air			
Avant l'immersion	78.92	9.05	1.62
Après l'immersion	30.85	1.47	56.51

III.3. Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une technique très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin. Donc c'est le moyen le plus adapté pour mettre en évidence toute variation de la microstructure en conséquence des différents traitements thermique appliqués.

Le diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Al-10% mass. Mg étudié en fonction de la vitesse de trempe avant le test d'immersion est représenté sur la figure (III.4), selon la fiche (Annexe 1), les pics présentés correspondant à la structure cubique à face centrée CFC de la matrice d'aluminium, nous remarquons qu'il ya un changement d'orientation dans le cas trempé à l'air (Figure III.4.b). Nous avons indexé aussi dans ce cas un nouveau pic dans la position $2\theta = 29.42^\circ$, suivant la fiche (Annexe2). Ce pic correspond au composé intermétallique $AlFe_3$, qui indique la présence des particules intermétalliques dans la microstructure du matériau.

Nous signalons ici suivant les spectres de diffraction présentée sur la figure (III.4), qu'il existe un décalage dans les positions des pics vers les petits angles avec l'augmentation de la vitesse de trempe (le cas trempé à l'eau glacée) (Tableau III.2). Ce déplacement est une conséquence de l'existence des contraintes interne dans la matrice.

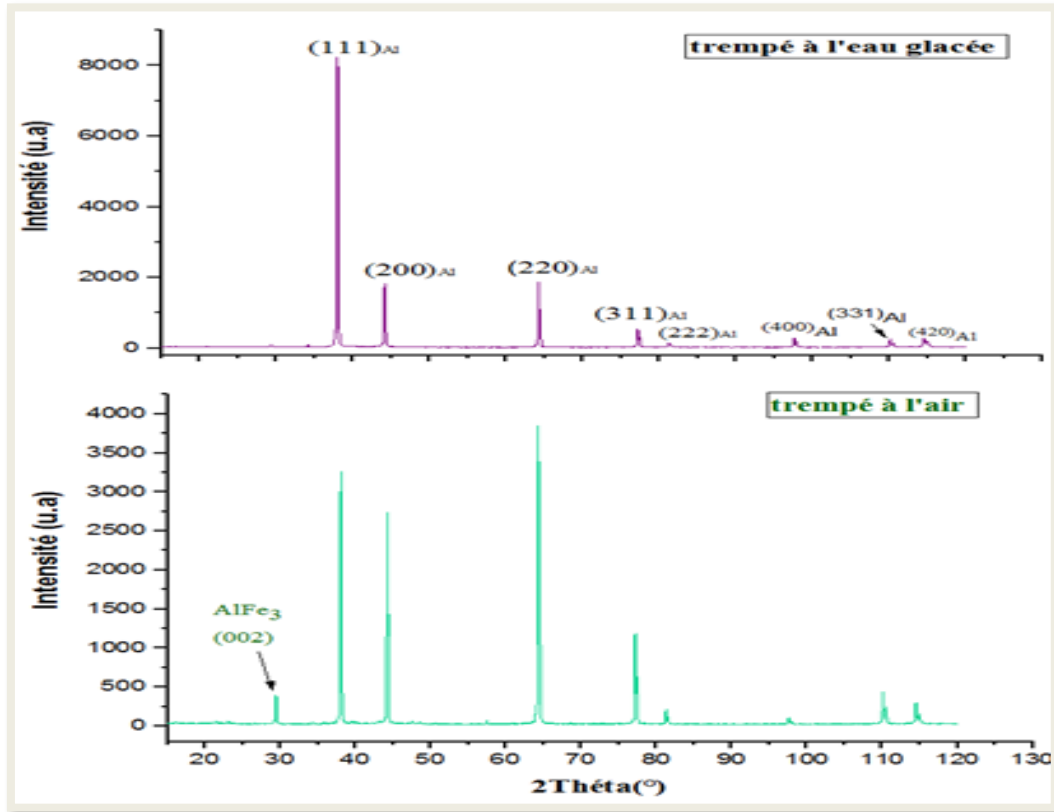


Figure III.4 : Spectres de diffraction X de l'alliage Al-10%mass. Mg avant le test de l'immersion.

Tableau III.2 : Position (2θ) des plans de diffraction de l'alliage Al-10% mass. Mg avant le test de corrosion.

(hkl)	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)	(400)	(331)	(420)
Etat de trempe								
Eau glacée	38.0105	44.160	64.272	77.401	81.252	97.571	110.13	114.91

Air	38.0256	44.204	64.292	77.440	81.286	97.598	110.11	114.52
-----	---------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

Le calcul du paramètre de maille (Tableau III. 3) montre une augmentation de ce dernier avec l'augmentation de la vitesse de trempe (le cas trempe dans l'eau glacé), ce qui confirme qu'il y a une dilatation dans la matrice, qui est expliqué par la sursaturation de la matrice des lacunes et des éléments d'alliage.

Tableau III.3 : Résultats du paramètre de maille avant l'immersion.

Etat de trempe	Eau glacée	Air
Paramètre de maille (Å)	4.1003	4.0947

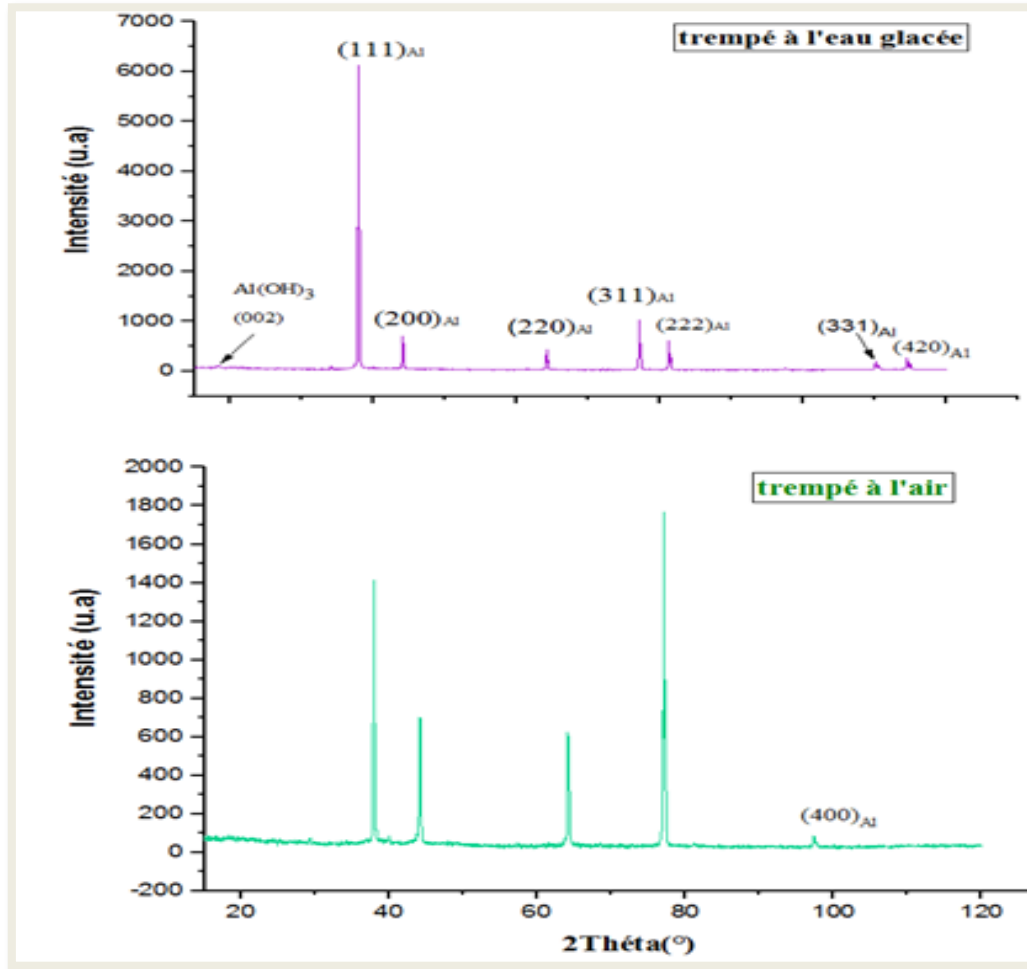


Figure III.5 : Les spectres de diffraction X de l'alliage Al-10%mass. Mg après le test de l'immersion.

Les spectres de diffraction X obtenue après le test d'immersion de 36 jours dans la solution de Na Cl 3.5% en poids sont représentés sur la figure (III.5), nous constatons qu'il existe d'autres pics supplémentaires en plus de la matrice d'aluminium.

Ces pics correspondent à l'hydroxyde d'aluminium de formule chimique $\text{Al}(\text{OH})_3$ indexé dans la fiche (Annexe3) (Figure III.3).

Nous remarquons aussi une diminution de l'intensité des pics en parallèle à chaque variation de la vitesse de trempe (l'eau glacée et l'air), cette dernière est due de la couche épaisse d'oxyde qui a été amorcée sur la surface de l'échantillon pendant le temps d'immersion.

En comparant les positions des pics de diffraction avant et après le test d'immersion, de la matrice de l'alliage Al-10% mass. Mg, pour les deux cas qui ont été étudiés (l'eau glacée et l'air) Nous constatons qu'il y a généralement un décalage dans les positions des pics vers les faibles angles tableau (III.4), qui peut être attribué aux piqûres profondes qui ont été produites lors de l'immersion.

Tableau III.4 : Position (2θ) des plans de diffractions de la matrice Al-10% mass. Mg après et avant le test de l'immersion.

(hkl) Etat de trempage	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)	(400)	(331)	(420)
Eau glacée (après)	37.6966	43.8580	63.9644	76.9318	81.1789	97.4829	110.0785	114.7639
Eau glacée (avant)	38.01053	44.160	64.272	77.401	81.252	97.571	110.13	114.912
Air (après)	37.8887	44.1464	64.0967	77.0728	/	97.396	/	/
Air (avant)	38.02567	44.204	64.292	77.440	81.286	97.598	110.11	114.52

Le tableau (III.5) présente les paramètres de maille avant et après le test de corrosion. Nous remarquons qu'il y a une augmentation du paramètre qui est due à l'effet de la corrosion.

Tableau III.5 : résultats de paramètre de maille après l'immersion.

Etat de trempage	Eau glacée	Air
Paramètre de maille (A°) (avant)	4.1003	4.0947
Paramètre de maille (A°) (après)	4.1130	4.1007

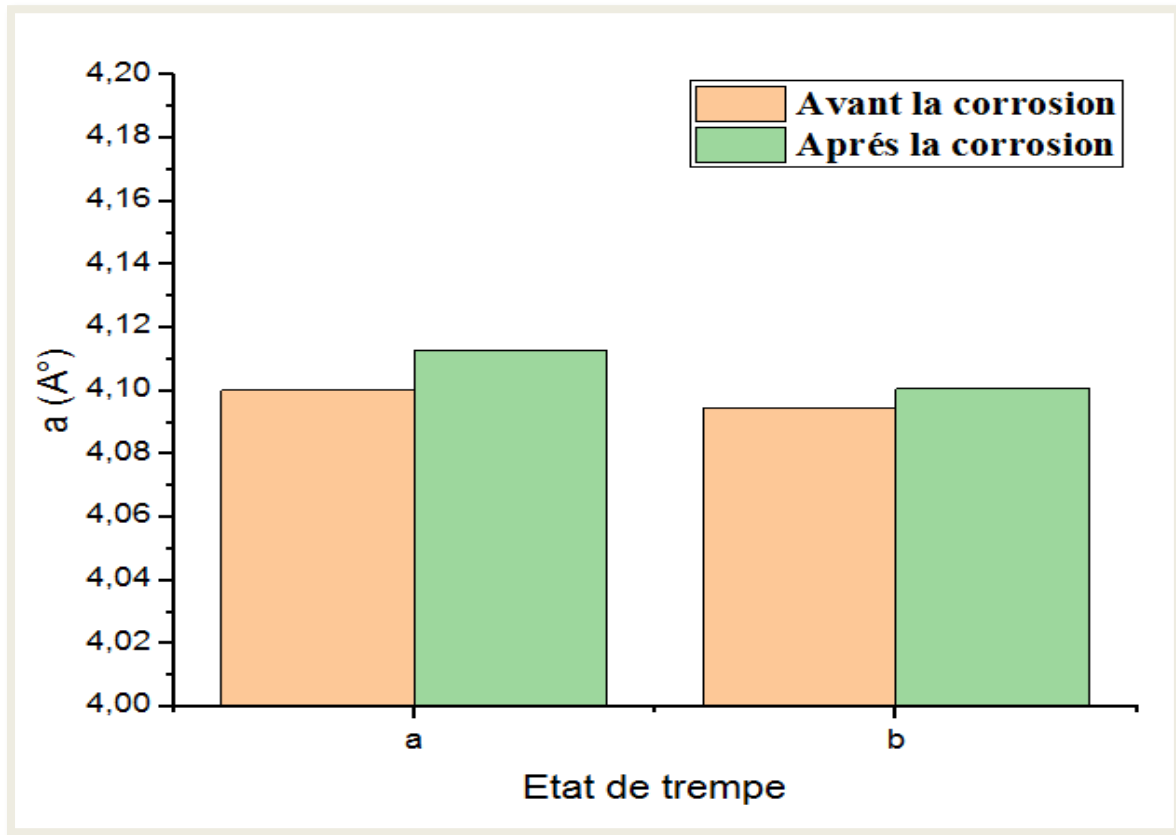


Figure III.6 : Comparaison entre la variation du paramètre de maille pour l'alliage d'Al-10%mass. Mg avant et après le test d'immersion :(a)trempe à l'eau glacée - (b) trempe à l'air

III.4. Mesure de la micro dureté

La figure (III.8) montre les résultats de la microdureté de Vickers des échantillons étudiés pour chaque vitesse de trempe avant et après le test d'immersion, les résultats sont résumés sur le tableau (III.6).

On a remarqué que la valeur de la dureté de l'échantillon trempé à l'eau glacée est supérieure à celle que l'on a trempée à l'air, cela est lié à l'existence des lacunes en forte densité.

Les valeurs de la micro dureté de l'alliage après le test de corrosion dans la solution 3.5% NaCl est devenue plus grandes que les valeurs enregistrées avant le test. C'est peut être à cause

des produits de corrosion qui ont été accumulés, et le film épais qui a été formé pendant l'immersion.

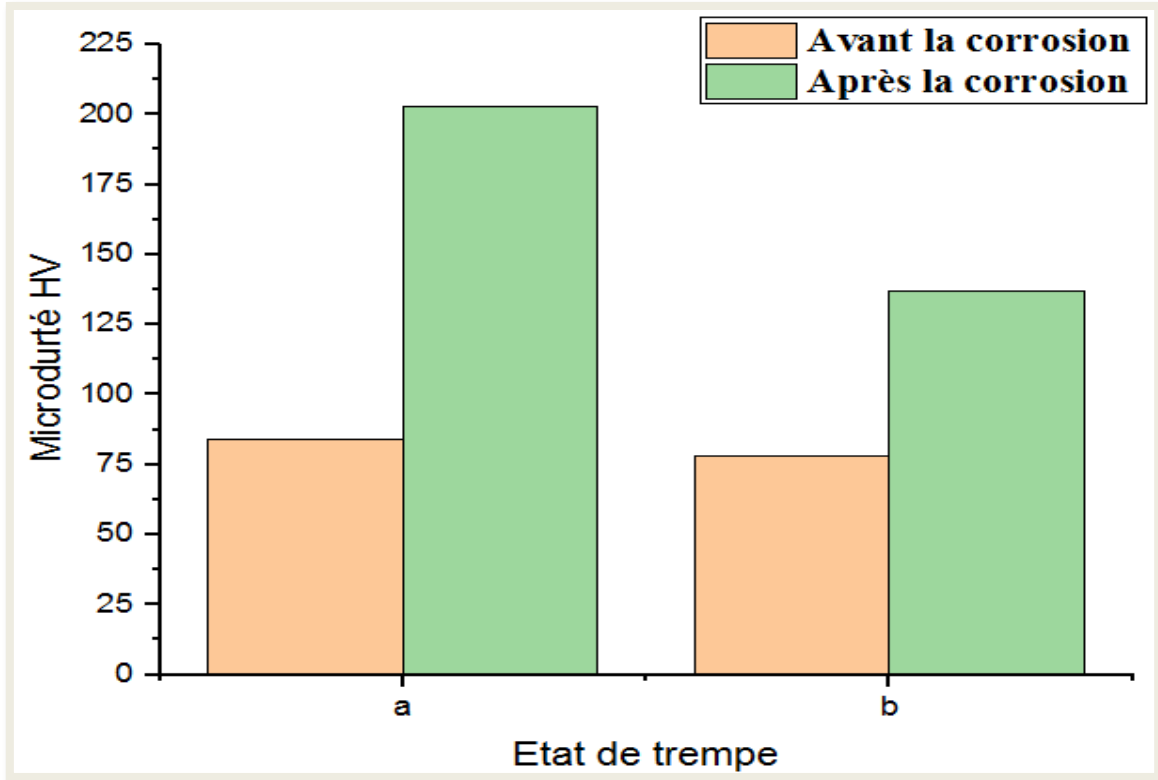


Figure III.7 : comparaison entre la variation de la micro dureté pour l'alliage d'Al-10%mass. Mg avant et après le test d'immersion : (a) trempé à l'eau glacée - (b) trempé à l'air

Tableau III.6 : Résultats de HV avant et après la corrosion

La microdureté (HV)		
Le test	Avant la corrosion	Après la corrosion
Etat de trempe		
Eau glacée	84	203

Air	78	137
-----	----	-----

III.5. Mesure de la masse perdue

La perte de masse est la méthode la plus ancienne dans l'étude de la corrosion. Son principe est de peser l'échantillon avant et après l'immersion, et mesurer la masse perdue. Cette méthode donne une estimation directe sur la vitesse de corrosion.

La masse de nos échantillons a été pesée avant et après l'immersion, et les résultats sont présentés sur le tableau (III.7). Nous constatons qu'il y a une diminution de la masse après le test d'immersion. On peut expliquer ça par la présence de pores en surface, qui étaient les sites d'initiation de la corrosion.

Tableau III.7 : La variation de la masse avant et après le test d'immersion :

Le test Etat de Trempe	Avant l'immersion (m_0)	Après l'immersion (m_f)	la variation de la masse (Δm)
Eau glacée	3.7199	3.7190	-0.0009
Air	3.7117	3.7114	-0.0003

Référence Bibliographique

- [1] S. Nebti, , Comportement au vieillissement des alliages du système Al-Mg, Thèse de doctorat. Université de Constantine, Algérie (1995).
- [2] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa, N.Ya. Rokhmanov, Comparative study of formation and transformation of transition phases in Al-12 wt.% Mg alloy Journal of Alloys and Compounds, vol 320(1), 93-102. (2001).

- [3] S. Zermane, Décomposition De la solution solide Al-Mg et son comportement à la corrosion électrochimique, Thèse de Doctorat Université Mohamed Khider – Biskra, (2018).

- [4] H. Sun, L. Liu, Y. Li, L. Ma, Y. Yan, The performance of Al–Zn–In–Mg–Ti sacrificial anode in simulated Corros. Sci. 77 (2013) 77.

- [5] N. Zazi, Influence des effets de vieillissement et du laminage à froid sur la microstructure, associés aux propriétés mécaniques et chimiques des alliages. Aluminium-Magnésium, Thèse de Doctorat, Université de Tizi-ouzou, Algérie 2011.

A stack of metal rods, likely stainless steel, is shown in a grayscale image. The rods are arranged in a neat, overlapping pattern, with the top few rods showing their cylindrical surfaces and the bottom ones showing their circular ends. The word "CONCLUSION" is written in a bold, black, serif font across the middle of the image, centered over the rods.

CONCLUSION

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de cette mémoire avait pour objectif essentiel l'étude de l'effet de la vitesse de trempe sur les propriétés mécaniques et électrochimiques d'un alliage d'Al-10% mass. Mg dans une solution aqueuse de chlorure de sodium (Na Cl 3.5% en poids).

. Pour réaliser ce but nous avons effectué un traitement d'homogénéisation, qui a été suivie d'un refroidissement en utilisant deux milieux différents, afin d'avoir deux vitesses différentes

Les résultats obtenus de ce travail, sont résumés comme suivant:

- Le milieu de trempe dont la vitesse de refroidissement doit être différente, joue un rôle remarquable sur la microstructure. Le MO et le MEB ont montré une morphologie différente de l'alliage dans les deux milieux de trempe étudiés, donc une diminution de la vitesse de trempe (le cas de trempé à l'air) donne une structure moins des défauts.
- L'immersion de deux échantillons dans la solution de chlorure de sodium (NaCl 3.5% en poids) a produit une couche d'oxyde qui couvre toute la surface.
- L'accumulation des produits de corrosion dans le cas trempé à l'eau glacée est plus importante que le cas trempé à l'air, ce qui a formé un film épais avec des piqûres.
- Une forte activité de la surface de l'alliage a été signalée d'après les spectres de l'EDS. Cette activité augmente avec l'augmentation de la vitesse de trempe.
- L'augmentation de la quantité de l'oxygène dans la matrice après le test d'immersion, est une conséquence de l'existence des dépôts des oxydes.
- Le DRX a montré qu'il existe un décalage dans la position des pics de la matrice d'aluminium, ce qui informe sur l'existence des contraintes internes. Le calcul du paramètre de maille montre qu'il y a une dilatation de la matrice, conséquence de la forte densité des lacunes et des éléments d'addition à cause de la grande vitesse de trempe.

- Après le test d'immersion la diffraction des rayons X présente des pics qui correspondent à la couche d'oxyde, avec une diminution de l'intensité de ces pics.
- La dureté de l'alliage augmente avec la vitesse de trempe. Et après le test d'immersion, cette dureté présente une valeur remarquable, ce qui informe sur une couche d'oxyde épaisse et accumulation des produits de corrosion très forte.
- Les résultats de mesure de la masse perdue confirme l'activité de l'alliage dans le cas trempé dans l'eau glacée.

PERSPECTIVES

D'après ce travail que nous avons présenté, et pour compléter cette recherche nous envisagerons d'accomplir les travaux suivant :

- Réaliser des courbes de polarisation et d'autres d'impédance électrochimique pour bien caractériser le comportement électrochimique.

Annexe.1

Fiche A.S.T.M de l'aluminium

Name and formula

Reference code: 00-004-0787
 Mineral name: Aluminum, syn [NR]
 PDF index name: Aluminum

Empirical formula: Al
 Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fm3m
 Space group number: 225

a (Å): 4,0494
 b (Å): 4,0494
 c (Å): 4,0494
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,70
 Volume of cell (10⁶ pm³): 66,40
 Z: 4,00

RIR: 3,62

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Alloy, metal or intermetallic
 Common Phase
 Educational pattern
 Explosive
 Forensic
 NBS pattern
 Pigment/Dye
 Star (S)

Quality:

Comments

Color: Light gray metallic
 General comments: Mineral species of doubtful validity, *Am. Mineral.*, 65 205 (1980).
 Sample preparation: The material used for the NBS sample was a melting point standard sample

Analysis:
0.0001, Zr 0.003,

of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, MD, USA.
The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti

Temperature:

Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference).
Pattern taken at 25 C.

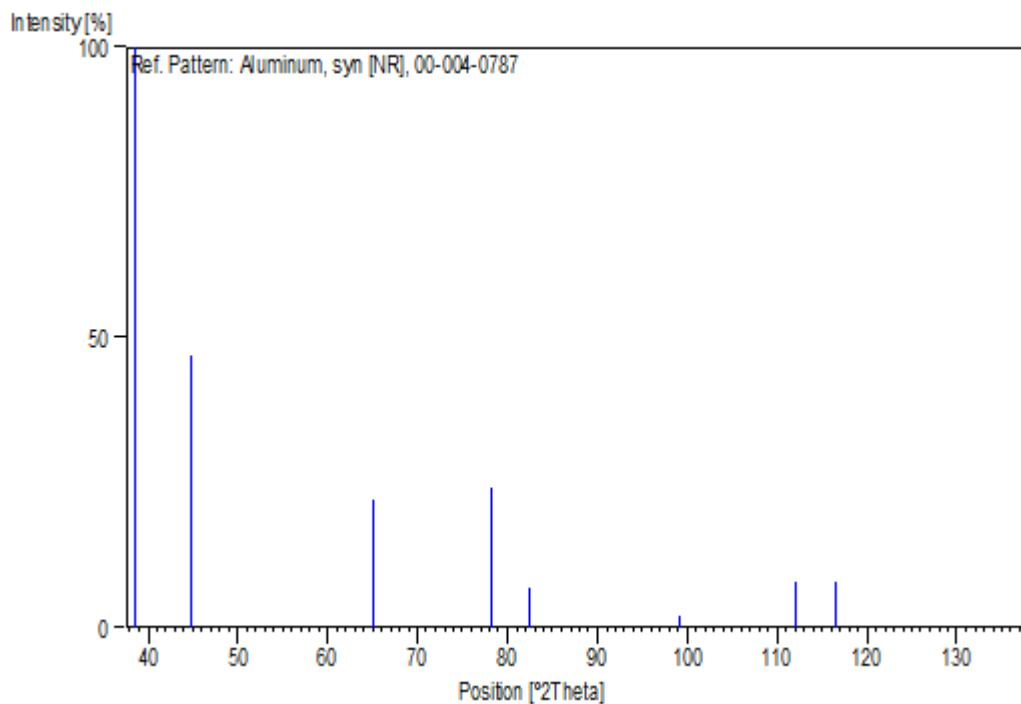
References

Primary reference:
Peak list

Swanson, Tatge., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, I, 11, (1953)

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2,33800	38,473	100,0
2	2	0	0	2,02400	44,740	47,0
3	2	2	0	1,43100	65,135	22,0
4	3	1	1	1,22100	78,230	24,0
5	2	2	2	1,16900	82,438	7,0
6	4	0	0	1,01240	99,081	2,0
7	3	3	1	0,92890	112,046	8,0
8	4	2	0	0,90550	116,574	8,0
9	4	2	2	0,82660	137,463	8,0

Stick Pattern



Annexe.2

Name and formula

Reference code: 0955-050-00

Compound name: Aluminum Iron
PDF index name: Aluminum Iron

Empirical formula: AlFe_3
Chemical formula: AlFe_3

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m
Space group number: 225

a:(?) 5,8152
b (?): 5,8152
c (?): 5,8152
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 196,65
Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and quality

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic
Inorganic

Quality: Star (S(

Comments

Creation Date: 1970/01/01
Modification Date: 1970/01/01
Sample Preparation: A solid solution with the composition $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$ was heated from 500-600 C
Additional Patterns: See 00-006-0695 and 00-045-1203

Additional Patterns: To replace 00-006-0695 .

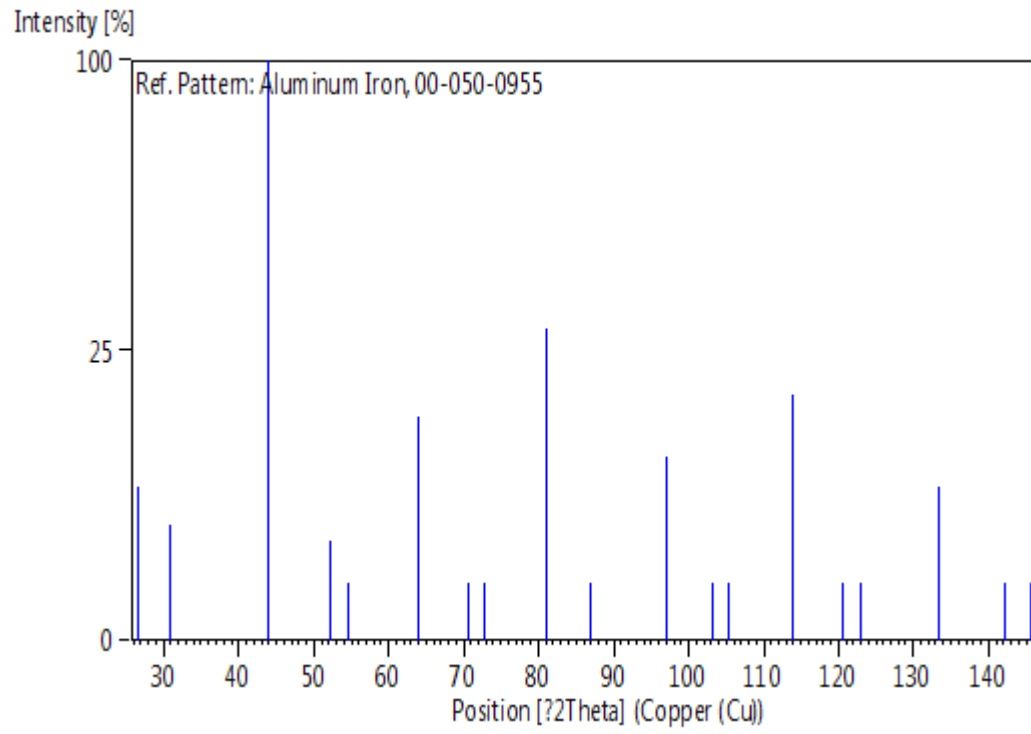
References

Primary reference: Rafaja, D., Kratochvil, P., Kopecek, J ,. *Scr. Metall*(1996) ,1387 ,**34** ,.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
7,0		26,527		3,35746	1	1	1
4,0		30,725		2,90757	0	0	2
100,0		44,008		2,05594	0	2	2
3,0		52,124		1,75329	1	1	3
1,0		54,630		1,67865	2	2	4
15,0		63,993		1,45376	0	0	5
1,0		70,538		1,33405	1	3	6
1,0		72,657		1,30027	0	2	7
29,0		80,927		1,18697	2	2	8
1,0		86,996		1,11909	1	1	9
10,0		97,070		1,02794	0	4	10
1,0		103,201		0,98290	1	3	11
1,0		105,276		0,96915	0	0	12
18,0		113,820		0,91942	0	2	13
1,0		120,608		0,88676	3	3	14
1,0		122,974		0,87663	2	2	15
7,0		133,208		0,83930	4	4	16
1,0		142,161		0,81429	1	5	17
1,0		145,594		0,80637	0	4	18
						6	19

Stick Pattern



Annexe.3

Name and formula

Reference code: 00-029-0041
Mineral name: Gibbsite
PDF index name: Aluminum Hydroxide
Empirical formula: AlH_3O_3
Chemical formula: $\text{Al}(\text{OH})_3$

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: P21/n
Space group number: 14

a (?): 8,6840
b (?): 5,0780
c (?): 9,7360
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 94,5400
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm^3): 2,42
Volume of cell (10^6 pm^3): 427,98
Z: 8,00

RIR: 1,58

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Mineral
Cement and Hydration Product
Corrosion
Common Phase
Forensic
Quality: Calculated (C(

Comments

Deleted by: Deleted by 33-18, calculated confirms experimental, MTG 5/92 .
Sample source: Specimen from Langesundfjord, Norway .

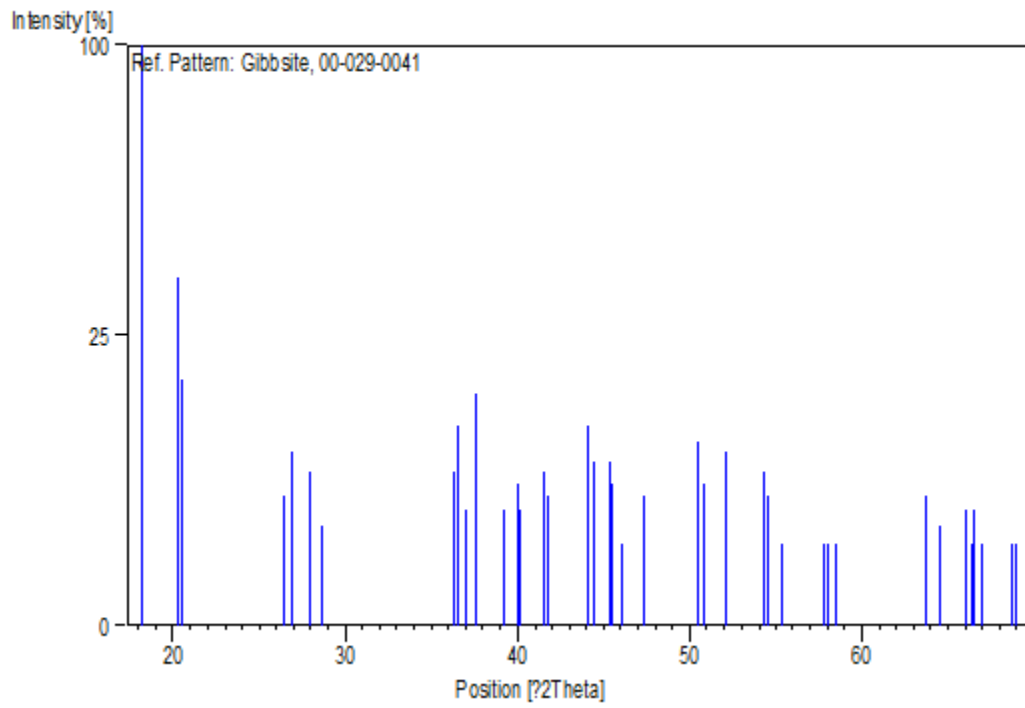
References

Primary reference: Smith, D., Fausey, Penn State University, University Park,
 Pennsylvania, USA ,.ICDD Grant-in-Aid(1977) ,
 Unit cell: Saalfeld, H., Wedde ,.Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys.,
 Kristallchem(1974) ,129 ,139 ,.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]		I [%]
100,0	18,266	4,85300	2	0	0	1	
36,0	20,258	4,38000	0	1	1	2	
18,0	20,504	4,32800	0	0	2	3	
5,0	26,466	3,36500	2	0	2-	4	
9,0	26,848	3,31800	2	1	1-	5	
7,0	27,956	3,18900	2	1	1	6	
3,0	28,681	3,11000	2	0	2	7	
7,0	36,328	2,47100	1	1	3-	8	
12,0	36,557	2,45600	1	2	0	9	
4,0	37,026	2,42600	4	0	0	10	
16,0	37,621	2,38900	1	1	3	11	
4,0	39,241	2,29400	2	1	3-	12	
6,0	40,041	2,25000	2	2	0	13	
4,0	40,171	2,24300	3	0	3-	14	
7,0	41,604	2,16900	2	1	3	15	
5,0	41,806	2,15900	4	1	1-	16	
12,0	44,097	2,05200	3	1	3-	17	
8,0	44,439	2,03700	2	0	4-	18	
8,0	45,371	1,99730	3	2	0	19	
6,0	45,525	1,99090	0	1	4	20	
2,0	46,112	1,96690	2	2	2	21	
5,0	47,317	1,91960	3	1	3	22	
10,0	50,452	1,80740	4	1	3-	23	
6,0	50,777	1,79660	2	1	4	24	
9,0	52,095	1,75420	4	2	0	25	
7,0	54,334	1,68710	4	1	3	26	
5,0	54,491	1,68260	4	0	4-	27	
2,0	55,328	1,65910	4	2	2-	28	
2,0	57,784	1,59430	4	2	2	29	
2,0	57,991	1,58910	2	1	5-	30	
2,0	58,503	1,57640	0	3	2	31	
5,0	63,687	1,46000	0	3	3-	32	
3,0	64,538	1,44280	0	0	6	33	
4,0	66,028	1,41380	2	3	3-	34	
2,0	66,346	1,40780	4	1	5-	35	
4,0	66,538	1,40420	6	1	3-	36	
2,0	66,920	1,39710	2	2	5-	37	
2,0	68,751	1,36430	6	2	0	38	
2,0	68,935	1,36110	4	3	1	39	

Stick Pattern



Résumé

Le but de ce travail est d'investiguer l'effet de la vitesse de trempe sur la microstructure, la micro dureté et de plus sur le comportement à la corrosion. L'alliage Al-10% mass. Mg a été homogénéisé et trempé dans deux milieux l'eau glacée et l'air, où la vitesse de refroidissement doit être différente. Après les échantillons ont été immergés dans une solution de chlorure de sodium 3.5% en poids. Les techniques de caractérisation qui ont été utilisé dans cette étude, avant et après le test d'immersion sont: microdureté de vickers, (MO), (MEB), DRX, et la mesure de la masse perdue. Les résultats obtenus montrent que la vitesse de trempe influe sur la microstructure, la microdureté, et même aussi sur le comportement à la corrosion. Une grande vitesse de trempe augmente la densité des défauts dans la matrice ce qui donne une bonne dureté de l'alliage. La sensibilité de l'alliage augmente avec l'augmentation de la vitesse de trempe.

Mots clés : *Alliage Al-Mg; Trempe; Dureté; Corrosion; Microstructure.*

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير سرعة التبريد على البنية المجهرية والصلادة وايضا على سلوك التآكل. بعد عملية إجراء معالجة التجانس تم تبريد عينات من سبيكة كتلة Al-10% كئلي Mg في وسطين مختلفين ماء مثلج وهواء ، أين يكون معدل التبريد مختلفاً. بعد ذلك تم غمر العينات في محلول كلوريد الصوديوم 3.5% بالوزن. تقنيات التوصيف التي تم استخدامها في هذه الدراسة ، قبل وبعد اختبار الغمر هي: اختبار الصلادة، (MO)، (MEB)، DRX، وقياس الكتلة المفقودة. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن معدل التبريد يؤثر على البنية المجهرية وصلادة السبيكة، وحتى على سلوك التآكل. تزيد سرعة التبريد العالية من كثافة العيوب في القالب مما ينتج عنه صلادة جيدة للسبيكة. وازداد حساسية السبيكة مع زيادة معدل الإخماد.

الكلمات المفتاحية: *سبيكة Al-Mg; التبريد الحراري; الصلادة; التآكل; البنية المجهرية.*

:

Abstract

The aim of this work is to investigate the effect of the quench rate on the microstructure, the microhardness and on the corrosion behavior. The alloy Al-10% weight. Mg was homogenized and quenched in two media - ice water and air, where the cooling rate should be different. After, samples were immersed in a 3.5% by weight sodium chloride solution. The characterization techniques that were used in this study, before and after the immersion test are: vickers microhardness, (MO), (MEB), DRX, and measurement of the lost mass. The results obtained show that the quenching rate influences the microstructure, the microhardness, and even also the corrosion behavior. A high quenching speed increases the density of defects, which gives good hardness of the alloy. The sensitivity of the alloy increases with increasing quench rate.

Keywords: *Alloy Al-Mg; Quenching; Micro hardness; Corrosion; Microstructure.*