



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Métallurgie

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :
KHELLAF Nabila

Le : lundi 8 juillet 2019

Effet des traitements de vieillissement sur le comportement électrochimique de l'alliage Al-Mg₃ (AA5754) dans une solution aqueuse de 3.5% NaCl

Jury :

Dr.	Abd El Malek BOULAGROUNE	MCB	Université de Biskra	Président
M.	Moussa ATHMANI	MAA	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	Karima OUENNASSE	MCB	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2018 - 2019

الملخص

ان الهدف من هذه المذكرة هو دراسة ظاهرة التآكل لسبائك الالمنيوم من النوع $AlMg_3$ في محلول يحتوي على $35g/L$ $NaCl$, بعد تعريضه لسلسلة من المعالجات الحرارية. أثبتت الدراسة أن المعالجات الحرارية لها تأثير واضح على البنية البلورية للسبائك. وتبين أيضا أن حساسية هذا الخليط للتآكل تزداد كلما زادت مدة المعالجات الحرارية، هذه النتيجة تؤكدتها سرعة تآكل السبيكة التي تم حسابها بطريقة الاستقطاب لمختلف العينات حيث تبين ان العينات التي تعرضت للسقاية فقط دون معالجات إضافية تتميز بمقاومتها للتآكل.

الكلمات المفتاحية : سبائك الالومنيوم $AlMg_3$ ، المعالجة الحرارية، سرعة التآكل، التآكل بالوخز.

Résumé

L'objectif principal de ce mémoire est l'étude de la corrosion de l'alliage $AlMg_3$ dans un milieu aqueux de $35g/L$ $NaCl$. L'étude menée sur l'alliage montre que les traitements thermiques de vieillissement ont une influence importante sur la structure cristalline de l'alliage. Nous avons trouvées que La susceptibilité de cet alliage à la corrosion par piquûre augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement. Ce résultat est confirmé par les valeurs de la vitesse de corrosion calculées par la méthode de polarisation, d'où les résultats montrent que les échantillons ayant subis une trempe uniquement ont la plus faible valeur de la vitesse de corrosion.

Mots clés : Alliages $AlMg_3$, Traitement thermique, Vieillissement, Vitesse de corrosion, Corrosion par piqure.

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

A ma mère

A la mémoire de mon père

A mon frère et mes sœurs

A tous mes amies et mes collègues

REMERCIEMENTS

J'adresse mes sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidé mes réflexions et ont accepté à me rencontrer et répondre à mes questions durant ma recherches.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mon encadreur **M. Moussa ATHMANI**. Je le remercie de m'avoir encadré, orienté, aidé et conseillé.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur **Abd El Malek BOULAGROUNE**, Maitre de conférence 'B' au département de génie mécanique université de Biskra, d'avoir bien voulu me faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercie Mademoiselle **Karima OUENNASSE**, Maitre de conférence 'B' au département de génie mécanique université de Biskra, pour avoir accepté de faire partie de ce jury et accepté d'examiner ce travail.

Je remercie Dr. Salim MASSOUDI de m'avoir permis d'utiliser son microscope optique. Je remercie aussi M. Ibrahim GUASMI : ingénieure responsable de DRX et MEB du laboratoire de physique des couches minces et application de l'université de Biskra.

Je remercie très spécialement le responsable de laboratoire pédagogique de métallurgie de l'université de Biskra M. Samir et M. Boubaker, aussi je remercie M. Ismail GUETTALA le responsable du Hall de la technologie de l'université de Biskra et M. Farouk DJERADI le responsable du four des traitements thermique au Hall, pour leur aide durant la réalisation de ce travail.

Enfin j'adresse mes sincères remerciements ma profonde gratitude aux membres d'unité de recherche en matériaux émergents, université de Sétif.

À tous ces intervenants, je présente mes remerciements, mon respect et ma gratitude.

LISTES DES FIGURES

Chapitre I :

Figure I.1 : Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium.....	08
Figure I.2 : Effet des éléments d'addition sur la résistance à la corrosion des alliages d'aluminium.....	11
Figure I.3 : Diagramme E-PH de système Al-H ₂ O à 25 °C (M. POURBAIX).....	15
Figure I.4 : Mécanisme de la corrosion cavernueuse	17
Figure I.5 : Corrosion filiforme de l'aluminium peint.....	18
Figure I.6 : Corrosion intergranulaire	19
Figure I.7 : Corrosion feuilletant tirée de l'aluminium dans les véhicules industriels.....	20
Figure I.8 : Fissure de corrosion sous contrainte propagation électrochimique.....	21
Figure I.9 : Corrosion galvanique.....	22
Figure I.10 : Evolution de la piqûre.....	23

Chapitre II :

Figure II.1 : Appareil d'analyse chimique de type SPECTROMAXx MX6M BT.....	25
Figure II.2 : Le four des traitements thermique de type NABERTHERM.....	26
Figure II.3 : Cycle de traitement thermique appliqué sur l'aluminium AA5754.....	27
Figure II.4 : Polisseuse mécanique (PHOENIX ALPHA).....	28
Figure II.5 : Microscope optique de type OPTIKA.....	29
Figure II.6 : Microscope électronique à balayage de type TESCAN.....	30
Figure II.7 : Diffractomètre de type Rigaku (<i>Mini Flex600</i>).....	31
Figure II.8 : Microduromètre de type Zwick Roell.....	32
Figure II.9 : La cellule électrochimique	33

Figure II.10 : Les électrodes constituant de la cellule.....33

Figure II.11 : Essai d'immersion.....35

Chapitre III

Figure III.1 : Observation par microscope optique d'un échantillon AA 5754 à l'état brut.....38

Figure III.2 : Diffractogramme des rayons-X de l'alliage d'étude à l'état réception.....39

Figure III.3 : Microstructure de l'alliage AA 5754 à l'état trempé40

Figure III.4 : Diffractogramme de l'alliage d'étude à l'état trempé.....41

Figure III.5 : Microstructure de l'alliage AA5754 vieilli a) 12h, b) 24h, c) 72h.....42

Figure III.6 : Diffractogramme de l'alliage d'étude vieilli pendant 72 heures.....43

Figure III.7 : Analyse par EDS des précipités de l'alliage AA5754 vieilli 72 h.....44

Figure III.8 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 à l'état brut47

Figure III.9 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 de l'état trempé.....48

Figure III.10 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 état vieilli 12 h.....49

Figure III.11 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 état vieilli 24 h.....50

Figure III.12 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 état vieilli 72 h.....51

Figure III.13 : Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 dans le milieu 35 g/L à différentes temps de vieillissement.....53

Figure III.14 : La morphologie de produit de corrosion de l'aluminium AA5754 par le microscope optique (x500), dans 35 g/L NaCl ; (a) état brut, (b) état trempé, (c) vieillissement 12 h, (d) vieillissement 24 h, (e) vieillissement 72h.....56

Figure III.15 : Micrographie MEB d'un échantillon à l'état trempé après polarisation.....56

Figure III.16 : Évolution de l'état de surface de l'alliage AA5754 immergé dans une solution 35 g/L NaCl pendant sept jours par microscope optique; (a) état brut, (b) état trempé, (c) vieillissement 12 h, (d) vieillissement 24 h, (e) vieillissement 72 h58

Figure III.17 : Évolution de l'état de surface de l'alliage AA5754 immergé pendant sept jours dans une solution 35 g/L NaCl par microscope électronique à balayage ; (a) état trempé, (b) vieillissement 24 h, (c) vieillissement 72 h59

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I :

Tableau I.1 : Désignation des alliages d'aluminium selon (AA).....5

Tableau I.2 : Classement des alliages d'aluminium en fonction de leur résistance à la corrosion et formes de corrosion généralement observées.....12

Chapitre III :

Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage Al-Mg₃ (AA 5754).....37

Tableau III.2 : La composition chimique de deux particules existant dans l'alliage vieilli 72 heures.....44

Tableau III.3 : Données des essais de dureté vickers sur l'aluminium AA5754.....45

Tableau III.4 : Paramètre électrochimique de différents traitements de l'alliage AA5754....54

Nomenclature

symbole	Désignation
Al	Aluminium
Mg	Magnésium
Mn	Manganèse
Zn	Zinc
Si	Silicium
Cu	Cuivre
A.A	Aluminium Association
A.A5754	Alliage aluminium-magnésium (Al-Mg ₃)
CSC	Corrosion sous contrainte
NaCl	Chlorure de sodium
MO	Microscope Optique
MEB	Microscope électronique à balayage
DRX	Diffraction des rayons-X
HV	Microdureté Vickers
E_{corr}	Potentiel de corrosion
V_{corr}	Vitesse de corrosion
E_{piq}	Potentiel de piquuration
I_{corr}	Densité de courant de corrosion
β', β	Les phases de précipitation
β_a	pen ^t e anodique de Tafel
β_c	pen ^t e cathodique de Tafel
Zones GP	Zones de guinier et preston
S.S.S	Solution solide sursaturée

Table des matières

Introduction générale.....	2
Chapitre I : Généralités sur l'aluminium et ses alliages.....	3
I. Introduction	4
I.1. L'aluminium	4
I.1.1. Type des alliages d'aluminium.....	4
I.2.1. Alliages d'aluminium corroyés.....	5
I.2.2. Alliages d'aluminium de fonderie (alliages moulés).....	5
I.2.3. Désignation des états métallurgiques	6
I.3. Alliages aluminium-magnésium de la série 5000	7
I.3.1. Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'application	9
I.3.2. Comportement physique et mécanique des alliages d'aluminium.....	10
I.3.3. Comportement des alliages d'aluminium vis-à-vis de la corrosion	10
I.3.3.1. Role des éléments d'addition	10
I.3.3.2. Effet des éléments chimiques sur la corrosion des alliages d'aluminium.....	11
I.4. Corrosion de l'aluminium et ses alliages.....	13
I.4.1. Définition de la corrosion	13
I.4.1.2. Classification de la corrosion.....	13
I.4.1.2.1 La corrosion sèche	13
I.4.1.2.2. La corrosion humide	13
I.4.1.3. Les différents modes de corrosion	13

I.4.2.	Corrosion de l'aluminium	13
I.5.	Potentiel de dissolution de l'aluminium et ses alliages	14
I.5.2.	Diagramme potentiel-PH (Pourbaix)	15
I.5.2.	Passivation de l'aluminium.....	16
I.6.	Comportement électrochimique d'aluminium.....	16
I.7.	Type de corrosion électrochimique de l'aluminium.....	16
I.7.1.	Corrosion uniforme ou généralisée.....	16
I.7.2.	Corrosion caverneuse	17
I.7.3.	Corrosion filiforme.....	17
I.7.4.	Corrosion structurales.....	18
I.7.4.1.	Corrosion intergranulaire.....	19
I.7.4.2.	Corrosion feuilletante (ou exfoliante).....	19
I.7.4.3.	Corrosion sous tension (ou sous contrainte).....	20
I.7.5.	Corrosion galvanique.....	21
I.7.6.	Corrosion par piqûres.....	22
Chapitre II: Méthodes et techniques expérimentale.....		24
II.1.	Introduction.....	25
II.2.	Matériel et méthodes utilisées.....	25
II.2.1.	Matériau étudié.....	25

II.3.	Traitement thermique appliqués et préparation des échantillons.....	26
II.4.	Techniques de caractérisation structurale.....	28
II.4.1.	Caractérisation métallographique.....	28
II.4.1.1.	Microscopie optique (MO).....	28
II.4.1.2.	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	29
II.4.1.3.	Analyse par diffraction des rayons-X (DRX).....	30
II.4.2.	Essai de dureté.....	31
II.5.	Techniques de caractérisation électrochimique.....	32
II.5.1.	Dispositif de mesure.....	32
II.5.1.1.	Les électrodes.....	33
II.6.	Courbes intensité-potentiel.....	34
II.7.	Condition de travail.....	34
II.8.	Essai d'immersion.....	34
Chapitre III : Résultats et interprétation		36
III.	Introduction.....	37
III.1.	Composition chimique.....	37
III.2.	Etude métallographique.....	37
III.2.1.	Effet de traitement de vieillissement sur la microstructure.....	37
III.2.2.	Microscopie optique.....	38

III.2.3.	Microanalyse EDS de l'échantillon vieilli pendant 72 heures.....	43
III.3.	Essai de dureté.....	45
III.4.	Etude de la corrosion de l'aluminium AA5754 en milieu 35 g/L NaCl.....	46
III.4.1.	Etat de réception.....	46
III.4.2.	Etat trempé.....	47
III.4.3.	Etat vieilli 12 heures.....	48
III.4.4.	Etat vieilli 24 heures.....	49
III.4.5.	Etat vieilli 72 heures.....	50
III.4.6.	Discussion des résultats des essais de polarisation.....	51
III.4.7.	Morphologie de la surface.....	54
III.5.	Essai d'immersion.....	57
	Conclusion générale	61
	Références bibliographiques	63

Introduction générale

Introduction générale

L'aluminium à l'état brut possède des faibles caractéristiques rendent le difficile à utiliser. L'ajout des éléments d'addition tels que : Cu, Mg, Zn, Si, Mn améliore leur propriétés et nous permis de classer l'aluminium en huit (08) familles : La série 1000, série 2000, série 3000, série 4000, série 5000, série 6000, série 7000 et la série 8000.

L'aluminium et ses alliages sont classés parmi les matériaux majoritaires qui peuvent être utilisés dans les différents secteurs : industrie automobile, aéronautique, bâtiments, construction marine, agro-alimentaire. Cela due à leur faible densité, bonne usinabilité et leur exilient propriétés mécanique, électrique. L'aluminium et ses alliages sont connue par une bonne tenue à la corrosion spécialement la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'un filme d'oxyde Al_2O_3 qui construit une couche protectrice ; cet état est appelé l'état de passivité. Ces propriétés sont affectées principalement par la microstructure qui changera au cours du temps.

L'alliage de notre étude est AA5754 (Al-Mg₃) de la série 5000 ; c'est une série non apte au traitement thermique. Elle présente une meilleure résistance à la corrosion. Cette série est utilisée couramment dans l'aérospatiale, la construction navale et l'agroalimentaire.

Notre travail a pour but d'étudier l'effet de temps de vieillissement sur le comportement électrochimique de l'alliage Al-Mg₃ dans une solution aqueuse de 3.5% NaCl.

Ce mémoire est organisé comme suit :

- Chapitre I: est destiné à l'étude bibliographique sur l'aluminium et ses alliages, la corrosion des alliages d'aluminium.
- Chapitre II: comporte une description du matériel et technique expérimentales utilisés dans notre étude.
- Chapitre III: comporte présentation et discussion des résultats obtenues.

En fin, nous terminons notre travail par une conclusion générale.

Chapitre I : Généralités sur l'aluminium et ses alliages

I. Introduction

L'aluminium a été découvert en 1854 par le chimiste français Sainte Claire. Il l'utilisait sous la forme de lingot obtenue par voie chimique. En 1886, Paul Héroult (France) et Charls Martin Hall (USA) inventaient du procédé d'électrolyse de l'aluminium. L'aluminium est extrait de la bauxite. La bauxite est obtenue par l'altération des roches granitique dans des conditions bien déterminées. Ensuite, l'aluminium est séparé de la minérale et purifié par un procédé électrolytique utilisé pour la première fois dans l'industrie de Hall Héroult.

L'aluminium est utilisé dans les traitements de surface et toutes méthodes de soudage. Il est utilisé aussi au chauffage car il présente une aptitude de plasticité . L'aluminium est un bon conducteur d'électricité non magnétique. Grace à une fine couche superficielle d'alumine Al_2O_3 , L'aluminium résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique.

I.1. L'aluminium

L'aluminium est un élément métallique, parmi les métaux les plus abondants dans la croûte terrestre, c'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev juste après le silicium et l'oxygène, dont le numéro atomique 13, la masse atomique 2698.7 kg/m³ et la structure cristalline de type cubique à faces centrées [1]. De masse volumique 2,7 g.cm⁻³ et de masse atomique égale à 26,27 g.mol⁻¹, il fond à 660 °C. C'est un bon conducteur d'électricité et de chaleur, il résiste bien à la corrosion grâce à la fine couche d'oxyde de structure amorphe couvrant sa surface extérieure [2].

I.1.1. Type des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium peuvent être rangés en trois familles : les alliages frittés obtenue à partir de frittage selon la méthode de métallurgie des poudres. Les alliages de moulage, obtenus directement par les différents procédés de fonderie. Les alliages corroyés, produits obtenus par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid tels que le filage, le laminage [3].

On différencie ces deux derniers types d'alliages par leur désignation donnée par l'Aluminium Association (A.A.) ([tableau I-1](#))

Tableau I.1. Désignation des alliages d'aluminium selon (A. A.)[4]			
Alliages de fonderie		Alliages corroyés	
Série	Alliage	série	Alliage
100.0	Al commercialement pur	1000.0	AlS99%
200.0	Al-Cu	2000.0	Al-Cu et Al-Cu-Mg
		3000.0	Al-Mn
400.0	Al-Si	4000.0	Al-Si
500.0	Al-Mg	5000.0	Al-Mg
		6000.0	Al-Mg-Si
700.0	Al-Sn	7000.01	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu

I.2.1. Alliages d'aluminium corroyés

Les alliages corroyés ont une désignation à quatre chiffres. Le premier chiffre permet d'identifier le principal élément ajouté. Le second chiffre indique une variante de l'alliage initial. Les deux derniers chiffres sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage sauf pour la série 1000 qui représente le pourcentage de pureté de l'aluminium (1050 est un alliage avec 99.50 % d'aluminium)

I.2.2. Alliages d'aluminium de fonderie (alliages moulés)

Les alliages de fonderie sont désignés par un système numérique à trois chiffres. Le premier chiffre indique le principal élément d'alliage ajouté. Les deux derniers chiffres sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage sauf pour la série 100.0 qui représente le pourcentage de pureté (ex : 180.0 est un alliage avec 99,80% d'aluminium). Le chiffre après le point détermine s'il s'agit d'une spécification de lingot ou de pièce:

- .0 signifie que c'est une spécification de pièce moulée,
- .1 signifie que c'est une spécification de lingot,

- .2 signifie que c'est une spécification de lingot ayant des tolérances de composition plus étroites que pour le lingot de spécification de type. 1 [4].

Types de traitements thermiques des alliages d'aluminium

Il existe :

La mise en solution : L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide homogène la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (e.g. Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice [5]. Généralement pratiqués sur les produits coulés avant leur transformation ou également sur les produits déjà corroyés ;

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, à température ordinaire et permet par déformation appropriée (forgeage, matriçage, laminage, filage...) d'obtenir des produits à la forme désirée. Il est défini par le rapport de corroyage S/s avec :

S : section avant déformation;

s : section après déformation;

Il ne faut pas confondre le corroyage avec l'écrouissage. L'écrouissage est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire (par fois à tiède). Il est défini par la réduction de section $[(S-s)/S] \times 100$.

Les traitements **de trempe structurale** comprenant [6]:

- **une mise en solution** ; 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
- **une trempe** ; refroidissement rapide dont l'état de la solution solide est sursaturé.
- **une maturation** ; Le terme vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume (l'usure, corrosion) avec un facteur physique environnant [1].

I.2.3. Désignation des états métallurgiques

F : État brut de fabrication.

O : État recuit.

H : Ecroui par déformation à froid (alliages de corroyage seulement) ; Le H est toujours suivi par deux chiffres;

– Le premier chiffre indique le moyen principal d'obtention du produit : (H1 par écrouissage, H2 par écrouissage suivi d'un recuit de restauration, H3 par écrouissage suivi d'une stabilisation) ;

- Exemple : H111, état obtenue à la suite d'un léger recuit après écrouissage.

– Le second chiffre indique le niveau de dureté du métal : (**2** : Etat 1/4 dur, **4** : Etat 1/2 dur, **6** : Etat 3/4 dur. **8** : Etat dur, **9** : Etat extra dur).

T : État durci par traitement thermique ;

- Le premier chiffre derrière le symbole T précise le type de traitement thermique appliqué:

T1 : Pas de mise en solution, maturation

T2 : Refroidi après mise en forme à chaud, écroui et muri

T3 : Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation

T4 : Mise en solution, trempe, maturation

T5 : Pas de mise en solution, revenu

T6 : Mise en solution, trempe, suivie d'un vieillissement artificiel

T7 : Mise en solution, trempe, sur revenu

T8 : Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu

T9 : Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage [10].

- Toutefois, certains chiffres supplémentaires ont une signification précise par exemple. Ils précisent des variantes ou des combinaisons des traitements avec une opération à froid (p. ex. T41, T61, T651) [5].

I.3. Alliages aluminium-magnésium de la série 5000

L'ajout du magnésium à la matrice de l'aluminium améliore la dureté, La soudabilité et la résistance de la corrosion favorable. Grâce à leur excellente résistance à la corrosion, les alliages constituant le magnésium comme un élément principal sont utilisés dans les coques de bateaux, les planches de passages et d'autres produits exposés aux milieux marins [7].

Les caractéristiques des alliages «aluminium-magnésium » sont énumérées comme suit:

Des caractéristiques mécaniques proportionnelles au taux de magnésium et d'écrouissage ;

- Bonne aptitude à la déformation à chaud et à froid, qui augmente avec la diminution du taux de magnésium ;

- Une très grande susceptibilité à la corrosion inter granulaire et la corrosion sous contrainte pour les forts pourcentages de magnésium et l'exposition à des températures supérieures à 60°C ;
- Un excellent comportement à la soudure ;
- Excellent comportement aux basses et très basses températures, d'où les applications en cryogénie [8].

Le diagramme de phases (fig. I.1) permet de prévoir les phases et leurs proportions respectives, à toute température et aux conditions d'équilibre. Il indique aussi l'évolution vers laquelle le système hors équilibre changera au cours du temps. Pour un système donné, le diagramme de phase ne représente que l'état dont l'énergie totale est la plus faible. L'état le plus stable du système n'est obtenu que par diffusion à l'état solide, et il ne peut guère être atteint que si le refroidissement est lent ou si le mélange est maintenu à haute température pendant un temps suffisant [7].

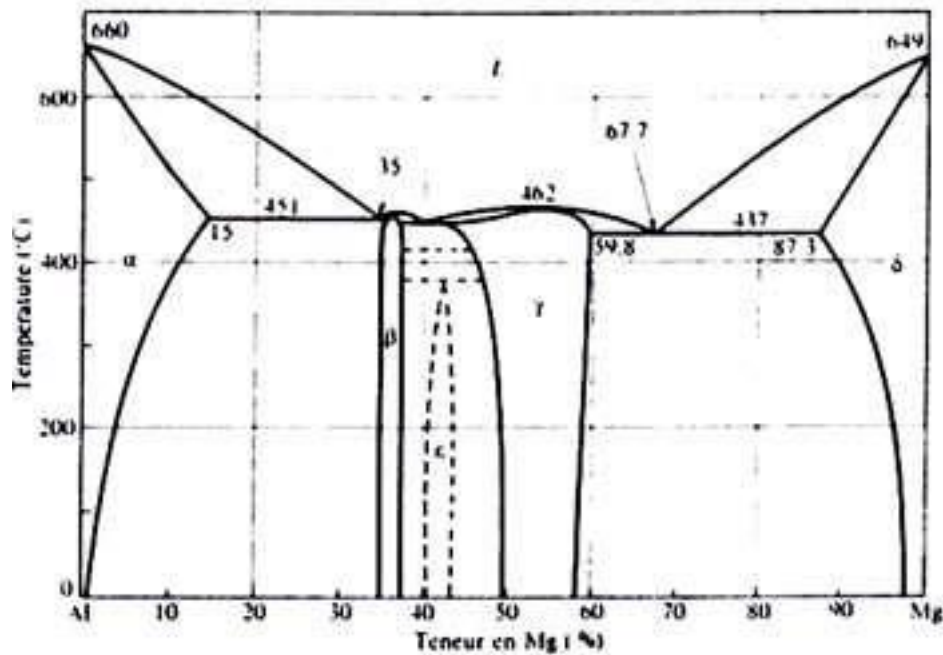


Figure I.1. Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium [9].

I.3.1. Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications

L'alliage **5005**, le moins chargé en magnésium, remplace l'aluminium non allié lorsqu'une légère augmentation des caractéristiques est nécessaire : domaine de l'emboutissage, du chaudronnage, de l'architecture (bardages), du mobilier métallique... [10].

L'alliage **5050, 5052, 5454, 5754** : ont l'avantage de combiner une bonne aptitude à la mise en forme, une bonne résistance à la fatigue et une très bonne résistance à la corrosion. Ses domaines d'application sont les plus divers, en particulier en chaudronnerie sous forme de réservoirs et tuyauteries pour l'industrie chimique, pétrolière, les transports maritimes et aéronautiques. Forme de produits filés (barres, fils, tubes) ou de tubes soudés pour l'irrigation [10].

Les alliages **5086** et **5083**, sont les plus performants parmi les différents alliages de la série 5000. Sont utilisés toutes les fois que l'on recherche, en plus des caractéristiques générales des alliages Al-Mg, une résistance mécanique élevée, ce qui est le cas des applications ci-après :

- transports terrestres : semi-remorques, citernes ;
- transports maritimes : superstructures de paquebots ;
- travaux publics : manutention, ponts roulants ;
- industrie mécanique : matériel ménager, machines textiles ;
- industries chimique et cryogénique : installations de liquéfaction, de gazéification, réservoirs de stockage de gaz liquéfiés, cuves de transports et de stockage du méthane liquide ; ces alliages sont, en particulier, les matériaux de choix pour les installations cryogéniques en raison de leur très bon comportement jusqu'aux très basses températures.

Leurs applications sont toutefois limitées en raison des risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension [10].

• La nuance **5283** est spécialement réservée à la fabrication des **bouteilles à gaz sous pression** appelées à travailler dans des conditions sévères : cas par exemple des bouteilles de plongée sous-marine [10].

- Propriétés et l'utilisation AA5754 :

T. Hausöl et al, présentent que la création de UFG "ultrafin-grain " jusqu'à 80nm dans l'alliage 5754, Ceci a influencée considérablement les propriétés mécaniques: l'augmentation considérable de la dureté, la limite d'élasticité, la résistance mécaniques, et diminué la ductilité,

cette dernière peut être récupérée par un court traitement thermique de 250°C, aussi que l'apparence de l'effet de "Portevin-Le Châtelier" au début de la courbe contrainte-déformation et évolué avec le taux de déformation appliquée [11].

I.3.2. Comportement physique et mécanique des alliages d'aluminium

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium diffèrent selon le type de traitement (thermique, chimique, mécanique). Les caractéristiques physico-chimiques des alliages d'aluminium sont optimisées après avoir subi un de ces traitements. Pour comprendre ce type d'optimisation, il faut étudier l'évolution des constituants de sa microstructure, sa texture et son état de contraintes internes [11].

L'étude structurelle prouve que les alliages d'aluminium sont composés d'une matrice d'aluminium avec une granulométrie définie dans laquelle sont repartis. Plusieurs types d'autres phases sous forme de particules intermétalliques, et des défauts de structures peuvent aussi être mis en évidence par microscopie, et de contraintes résiduelles internes dues à la quantité de défauts de structure existants dans le matériau qui peuvent être mis en évidence par diffraction (des rayons X et neutrons). Durant ces traitements, des changements dans la composition, la répartition et la forme des particules intermétalliques, la dimension et la forme des grains, de la texture, de l'état des contraintes internes résiduelles et des propriétés mécaniques ont lieu [11].

I.3.3. Comportement des alliages d'aluminium vis-à-vis de la corrosion

I.3.3.1. Rôle des éléments d'addition

Le couplage galvanique contrôle tous les types de corrosion localisée. Il va intervenir à la résistance d'un assemblage (millimétrique), la protection exercée par un revêtement (100 µm) ou du rôle des phases précipitées (inclusions, et autres phases) qui dans ce dernier cas sera directement relié à la microstructure qui imposera le facteur d'échelle (10 µm et en dessous). Sur le plan électrochimique, on peut décrire ce type de corrosion en se basant sur l'analyse du problème par une approche bimétallique des constituants des microstructures [11].

L'aluminium peut avoir le comportement électrochimique (caractère passivable, sensibilité à la corrosion localisée...). Mais quelques éléments chimiques peuvent affecter la résistance à la corrosion des alliages à base d'aluminium. La [Figure I.2](#) présente la baisse de la résistance à la corrosion des échantillons d'aluminium en milieu chloré en fonction de la série. Il est tout de même à noter que cet effet favorable s'accompagne de propriétés mécaniques accrues [11].

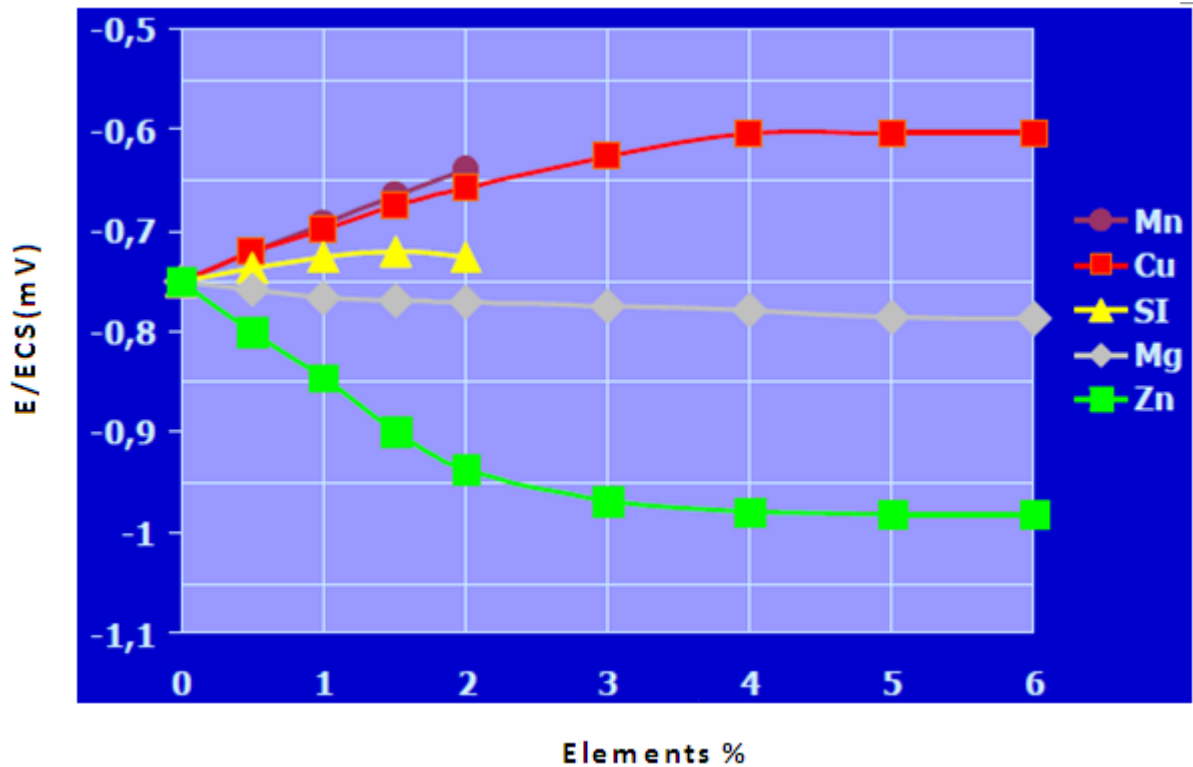


Figure I.2. Effet des éléments d'addition sur la résistance à la corrosion des alliages d'aluminium [11].

I.3.3.2 Effet des éléments chimiques sur la corrosion des alliages d'aluminium

Les éléments d'alliage existent sous deux formes dans l'aluminium :

- En précipités intermétalliques avec les autres éléments qui existent dans la matrice;
- En solution solide suivant leurs solubilités dans le métal.

Nombreuses études ne portent que l'influence de la plupart des éléments chimiques sur les propriétés de l'aluminium. Elles ont permis d'établir un classement qualitatif de la résistance à la corrosion en fonction de la nature de l'alliage [Tableau I.2](#) [11].

Tableau I.2. Classement des alliages d'aluminium en fonction de leur résistance à la corrosion et formes de corrosion généralement observées [11].			
Série	Eléments d'alliage	Particules intermétalliques ou seconds phases	Formes de corrosion généralement observées
5000	Mg	Al_3Mg_2 , Al_8Mg_5	Piqûres généralisée, sous contrainte (pour les forts taux de magnésium)
1000	Aucun	Al_3Fe , Al_6Fe , $Al_{12}Fe_3Si_2$	Piqûres, généralisée dépend de la quantité de secondes phases
6000	Si, Mg	$FeSiAl_3$, Fe_2SiAl_8	Piqûres, généralisée
3000	Mn	Al_6Mn , Al_6MnFe	Piqûres, généralisée
4000	Si	Si	
7000	Zn, Mg, ajout de Cu	$MgZn_2$	Piqûres généralisée, sous contrainte. feuilletant, inter granulaire (avec Cu)
2000	Cu	$CuFeMnAl_6$, Al_2Cu , Al_2CuMg	Piqûres généralisée, sous contrainte. (sans traitement thermique) inter granulaire, Feuilletant

Pour propriétés électrochimiques bénéfiques, il peut être retenu d'une manière générale que les éléments Cr, Mg, Mn apportent un effet bénéfique, pendant que les éléments, Cu, Fe, Ni, Sn, Co sont néfastes et que les éléments Si, Ti, Zn, Sb, Cd, Zr sont sans effet [11].

I.4. Corrosion de l'aluminium et ses alliages

I.4.1. Définition de la corrosion

La corrosion est définie généralement comme un processus de dégradation ou de détérioration des propriétés du métal ou l'alliage, sous l'effet des actions chimiques, électrochimiques ou biologiques [12].

I.4.1.2. Classification de la corrosion

La corrosion se développe selon deux processus:

1. La corrosion sèche.
2. La corrosion humide.

I.4.1.2.1. La corrosion sèche

La corrosion sèche est la dégradation des matériaux dans l'absence d'humidité. Elle est faite en contact avec des gaz à des températures. Elle joue un rôle très important dans les appareils qui fonctionnent à haute température.

I.4.1.2.2. La corrosion humide

Elle se manifeste dans le couple métal ou fluide par exemple: la dégradation du matériau organique et du béton.

I.4.1.3. Les différents modes de corrosion

Il existe plusieurs modes d'agressivité parmi lesquels on distingue:

1. La corrosion chimique
2. La corrosion électrochimique
3. La corrosion biochimique (la bio corrosion)
4. La corrosion en présence d'une sollicitation mécanique.

I.4.2. Corrosion de l'aluminium

Les alliages d'aluminium ayant une bonne tenue dans plusieurs milieux corrosifs, grâce à la formation d'une couche d'oxyde (Al_2O_3) à la surface. La nature amphotère de l'aluminium le rend stable qu'en milieu neutre ($4 < pH < 9$).

Le mécanisme de corrosion de l'aluminium et ses alliages (La corrosion de l'aluminium est un phénomène naturel, qui a la tendance, sous certaines conditions, à retourner à son état d'énergie la plus bas, c'est-à-dire sous forme oxydée) dans des solutions neutres est basé sur la dissolution des atomes d'aluminium dans les sites actifs où dans les régions dont l'oxyde naturel est obstrué.

Tandis que sur les sites cathodiques deux réactions sont possibles. La réaction anodique correspond à la dissolution du métal et la contre réaction cathodique où la réduction des

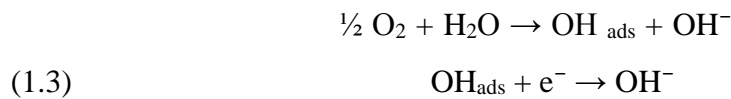
molécules d'eau ou de l'oxygène dissout, correspond à la fabrication des ions OH⁻. Ces réactions sont basées sur le processus cathodique suivant :



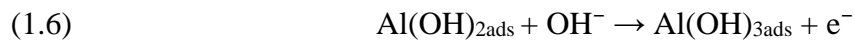
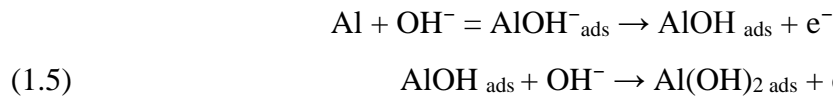
Ou



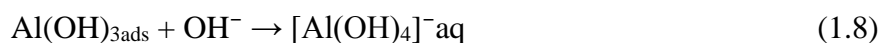
Dans les solutions naturellement aérées ou saturées en oxygène, la réaction cathodique aura lieu avec la réduction de l'oxygène selon les équations (1.3 et 1.4)



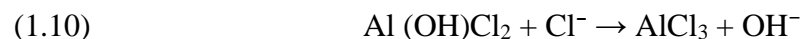
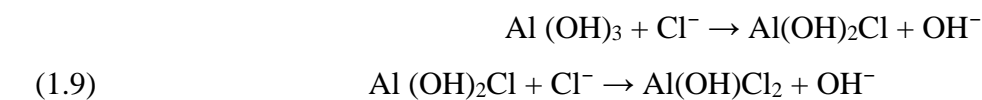
Les réactions anodiques ci-dessous auront lieu à la surface de l'électrode (1.5 – 1.7) :



La formation de l'hydroxyde d'aluminium adsorbé Al(OH)₃, ce dernier se transforme en Al₂O₃.3H₂O dans le milieu neutre. Les ions OH⁻ vont induire la dissolution de l'aluminium avec la germination de l'aluminate [Al(OH)₄]⁻ suivant la réaction (1.8) :



La présence des ions Cl⁻ dans la solution neutre induit la formation des composés transitoires Al(OH)₂Cl, Al(OH)Cl₂ et AlCl₃ suivant les réactions (1.9 - 11) :



I.5. Potentiel de dissolution de l'aluminium et ses alliages

La mesure du potentiel de l'aluminium est faite sur une surface toujours recouverte d'un film d'oxyde naturel Al₂O₃. Elle est partagée très inégalement en trois types : les pores (0.5%)

de la surface totale, qui sont anodiques, le film barrière qui est cathodique, et les zones de film plus épais qui sont neutre. Tous les paramètres qui modifient les propriétés de la couche d'oxyde modifient plus ou moins le potentiel de dissolution de l'aluminium. Les résultats de mesures dépendent des conditions expérimentales : nature de la solution, nature de l'alliage, état de surface du métal [13].

I.5.1. Diagramme potentiel - pH (Pourbaix)

Le diagramme E – pH de l'aluminium [figure I.3](#) 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 possibles :

- Solubilité : $C > 10^{-6}$ M (ou corrosion : c'est la concentration à partir de laquelle on peut considérer qu'il y'a corrosion du métal, soit 0.027 mg/l pour l'aluminium) [13].
- Passivation : si le métal peut se recouvrir d'un oxyde ou hydroxyde insoluble.
- Immunité : $C < 10^{-6}$ M.

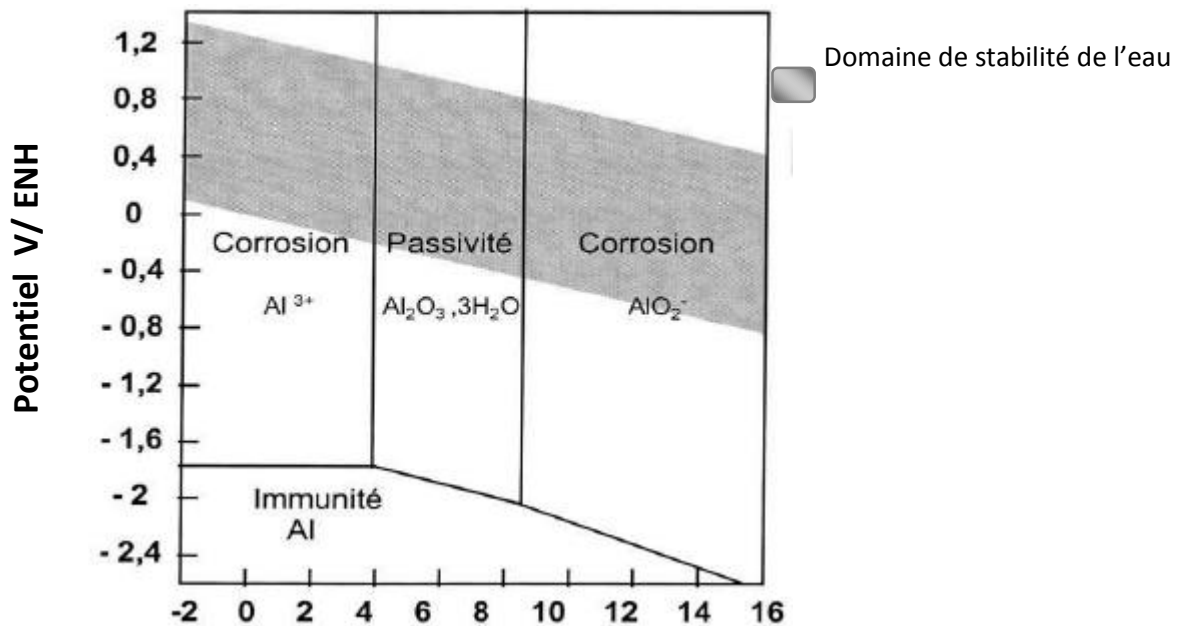
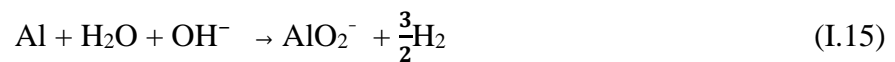
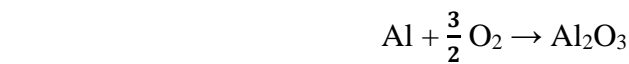


Figure I.3. Diagramme E-pH du système Al-H₂O à 25°C (M. POURBAIX) [15].

I.5.2. Passivation de l'aluminium

L'aluminium s'oxyde rapidement au contact de l'atmosphère en s'alliant aux atomes d'oxygène pour former l'oxyde d'aluminium ou l'alumine Al_2O_3 . Cette dernière forme une barrière protectrice et rend le métal passif. La passivation de l'aluminium se produit dans le domaine de pH compris entre 4 et 9. Dans ce domaine, les faibles teneurs en H^+ et OH^- ne permettent plus d'obtenir les réactions **I.13** et **I.14**.

La réaction **I.15**, qui correspond à la formation d'un film de passivité à la surface du matériau, est désormais la réaction prépondérante [16].



I.6. Comportement électrochimique d'aluminium

Le comportement électrochimique de l'aluminium est influencé par le film d'oxyde naturel qui régit la tenue à la corrosion du métal. Le potentiel qu'on mesure sur l'aluminium n'est pas celui du métal, mais un potentiel mixte entre le film d'oxyde et le métal. Il n'est pas possible de mesurer celui du métal du fait que le film d'oxyde se forme instantanément en milieu oxydant, dans l'eau, fraction de seconde, le millième et même moins. Sur l'aluminium la corrosion se propage sous forme de piqûres dans les milieux proches de la neutralité [11].

I.7. Type de corrosions électrochimique de l'aluminium

La corrosion d'aluminium peut se manifester sous plusieurs formes plus ou moins visibles à l'oeil nu : corrosion généralisée ou uniforme, corrosion par piqûres, corrosion sous contrainte..., la prédominance d'une forme de corrosion dépendra d'un certain nombre de facteurs inhérents au métal, au milieu et aux conditions d'emploi. Il n'y a pas de forme de corrosion spécifique de l'aluminium et de ses alliages [2].

I.7.1. Corrosion uniforme ou généralisée

La corrosion uniforme se développe à travers de petites piqûres, de petit diamètre de l'ordre de micromètre. La corrosion généralisée se caractérise par une diminution d'épaisseur uniforme sur toute la surface du métal : la couche d'oxyde étant dissoute d'une façon régulière par l'agent corrosif.

Ce type de corrosion est observé dans des milieux acides ou alcalins de PH inférieur à 4 ou supérieur à 9. Dans ces milieux, la dissolution de la couche d'oxyde naturel est assez élevée, comparativement à la formation de la couche d'oxyde ou l'hydroxyde d'aluminium [2].

I.7.2. Corrosion caverneuse

Elle est l'une des formes de la corrosion généralisée, et elle s'initie dans des coins d'assemblage par des rivets, boulons et des joints de soudure et sous d'autres impuretés accrochées sur la surface du métal. Sous ces zones confinées, qui forment des micropiles, il y aura réaction électrochimique entre le métal et l'eau contenu dans ces zones, donnant lieu à l'oxydation de l'aluminium en cations Al^{3+} et la réduction de l'oxygène en ions OH^- . L'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ se dissout dans l'eau où le pH devient fortement acide (pH = 2 à 3) à cause du volume de la crevasse, illustrée sur la figure 1.4.

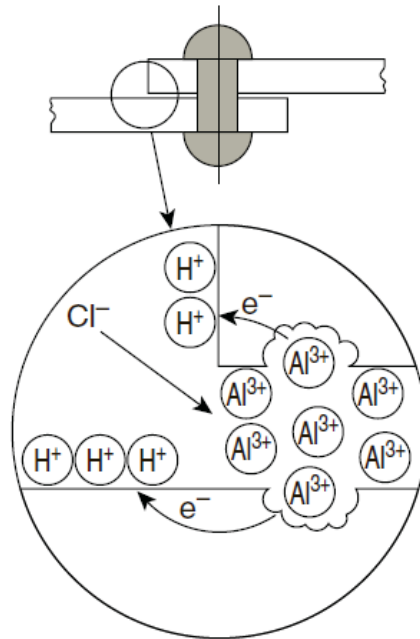


Figure I.4. Mécanisme de la corrosion caverneuse [3].

I.7.3. Corrosion filiforme

La corrosion filiforme figure I.5 s'initie aux défauts du revêtement (découpe transversale des profilés, rayures...) puis se propage à l'interface métal peinture formant de fins filaments ($\approx 0,1$ mm) de large et quelques mm de long. Ce phénomène se produit dans des atmosphères marines très humides [6].

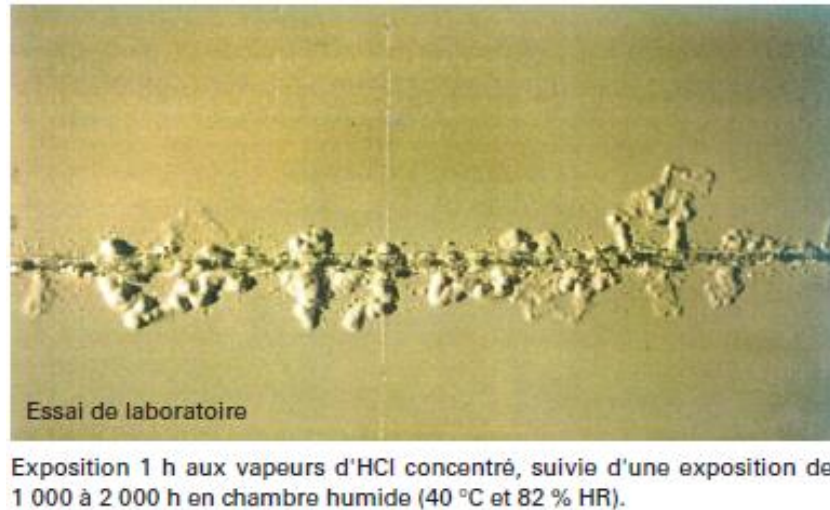


Figure I.5. Corrosion filiforme de l'aluminium peint [6].

I.7.4. Corrosions structurales

Les corrosions structurales sont plus particulièrement concernées par le mode de pénétration de la corrosion dans le métal qui peut être particulière dans certains métaux. On les appelle structurales parce qu'elles sont directement liées à la structure métallurgique du métal. La distribution hétérogène des éléments d'addition et/ou des précipités est à l'origine de ces formes particulières de propagation de la corrosion. Pour l'aluminium, les corrosions structurales ne concernent que les alliages d'aluminium à hautes caractéristiques mécaniques : 2xxx, 6xxx, 7xxx, auxquels, il faut ajouter les alliages de la série 5xxx à hautes teneurs en magnésium ($Mg > 3,5 \%$). Elles diffèrent des autres formes de corrosion étudiées habituellement par le mode de pénétration dans le métal. La pénétration des corrosions structurales est souvent intergranulaire.

Pour les alliages d'aluminium trois formes particulières de corrosion structurale peuvent être rencontrées :

- La corrosion intergranulaire ;
- La corrosion feuilletante ou exfoliante ;
- La corrosion sous contrainte.

I.7.4.1. Corrosion intergranulaire

La corrosion intergranulaire que l'on rencontre sur différents métaux et certains alliages d'aluminium est une corrosion qui se propage dans le métal en consommant uniquement les joints de grain [figure I.6](#). De nature électrochimique, elle résulte de la présence aux joints des grains d'une zone continue et anodique par rapport à l'intérieur des grains.

Pour les alliages d'aluminium, cette zone anodique a deux origines :

- soit la précipitation directe aux joints de grains de phases anodiques par rapport à l'intérieur des grains :
 - cas des phases Al_3Mg_2 dans les alliages série 5000 ;
 - cas des phases Mg_2Si dans les alliages série 6000 ;
 - cas des phases MgZn_2 , Al-Zn-Mg dans les alliages série 7000.
- soit la constitution aux joints de grain d'une zone anodique appauvrie en éléments nobles.

Dans les alliages de la série 2000 en particulier, la précipitation intergranulaire de phases du type Al_2Cu , Al-Cu-Mg ($\text{Al}_2\text{-Cu-Mg}$) peut entraîner une diminution de la teneur en cuivre dans la zone adjacente aux joints de grains et donc un couplage galvanique entre cette zone et le reste du grain.

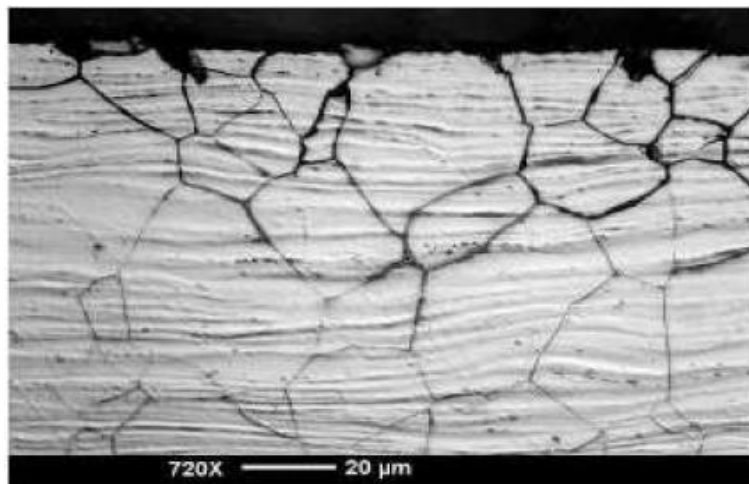


Figure I.6. Corrosion intergranulaire [13].

I.7.4.2. Corrosion feuilletante (ou exfoliante)

La corrosion feuilletante est une forme de corrosion de certains alliages d'aluminium qui se propage suivant une multitude de plans parallèles à la direction de transformation (par laminage en particulier), plans qui correspondent généralement aux frontières de grains

(corrosion intergranulaire) ou aux alignements de constituants insolubles. Le gonflement par les produits de corrosion fait écarter les feuillets de métal inattaqué qui s'écartent de la surface du métal comme les feuillets d'un livre, d'où le nom de corrosion feuilletante (Fig. I.7) [13].

La corrosion feuilletante se produit sur du **métal très écroui**, ayant des grains très aplatis du fait du laminage ou du filage. C'est un **risque mineur** pour les alliages de la famille 5000, qui dépend des conditions de transformation [3].

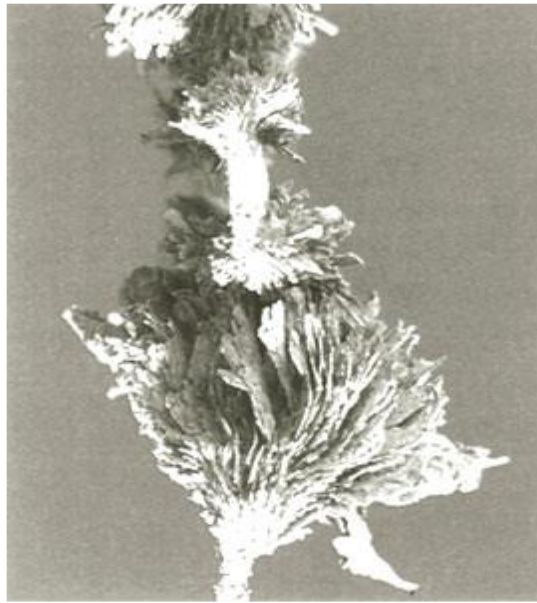


Figure I.7. Corrosion feuilletante Tirée de l'aluminium dans les véhicules industriels, Pechiney/Rhénalu [3].

I.7.4.3. Corrosion sous tension (ou sous contrainte)

La corrosion sous contrainte est définie comme la fissuration spontanée sous l'effet de la corrosion d'un matériau soumis à des contraintes [figure I.8](#).

Le mécanisme de la corrosion sous contrainte (CSC) est complexe et implique plusieurs paramètres métallurgiques, mécaniques et environnementaux. Les principaux facteurs qui influencent la CSC sont l'amplitude et la durée des contraintes (suite à une trempe, soudure) la structure des grains, la direction des contraintes, la composition du milieu.

La corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium de haute résistance mécanique (comme les alliages 2024, 7075 et 7079) est favorisée par les contraintes résiduelles [2].

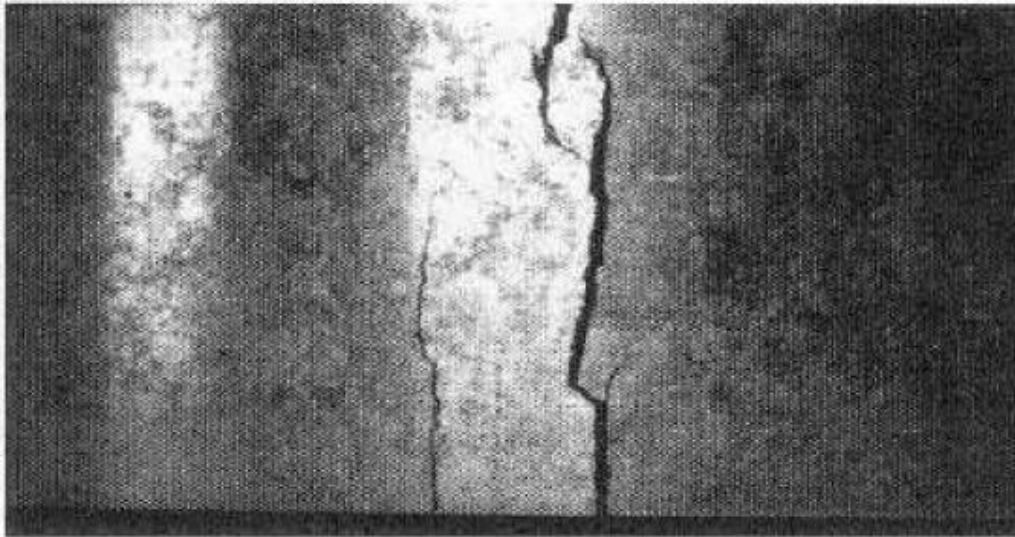


Figure I.8. Fissure de corrosion sous contrainte propagation électrochimique [13].

I.7.5. Corrosion galvanique

Est une forme de corrosion localisée dans la zone de contact entre deux matériaux de potentiels électrochimiques différents [figure I.9](#) dans un milieu corrosif, ils forment une pile qui produit du courant en consommant le métal le plus électronégatif qui constitue l'anode. L'aluminium est anodique par rapport à la plupart des métaux (à l'exception du zinc et du magnésium). L'aluminium sera donc souvent la victime des assemblages mixtes en contact avec de l'eau ou un liquide qui constituera l'électrolyte de la pile. En fait, la vitesse d'attaque de l'aluminium dépend :

- De la différence de potentiel entre les deux métaux en présence ;
- De la résistance électrique entre les deux métaux ;
- Du rapport des surfaces cathode et anode ;
- Du milieu corrosif et plus particulièrement de sa conductivité : l'eau de mer, de très faible résistivité (quelques Ohms / cm²) est particulièrement agressive à cet égard.

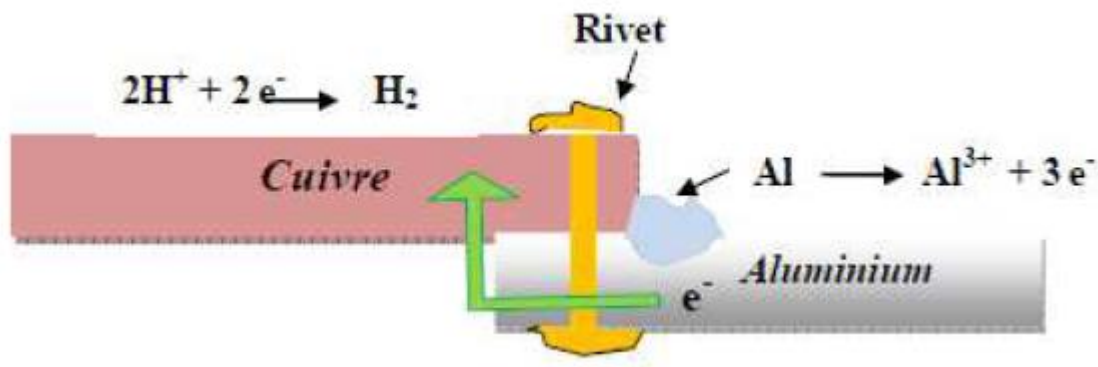


Figure I.9. Corrosion galvanique [12].

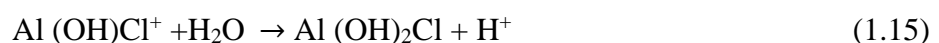
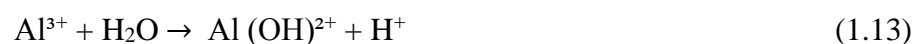
I.7.6. Corrosion par piqûres

La corrosion par piqûre se développe dans tous les milieux naturels, sous forme de cavités de profondeurs variables.

L'aluminium, comme tout métal recouvert d'un film passif, est sensible à la corrosion par piqûres. Elle se produit quand le matériau est mis en contact avec un milieu aqueux (pour un pH voisin de la neutralité) contenant les halogénures :

F⁻, Cl⁻, Br⁻, I⁻. Les solutions contenant des ions Cl⁻ (faible diamètre, caractère polaire) demeurent les plus agressives vis-à-vis de l'aluminium.

Les piqûres stables se propagent suivant une série de réactions électrochimiques. Il faut distinguer deux parties : l'intérieur de la cavité à caractère anodique et l'extérieur de la cavité à caractère cathodique. Au fond de la cavité, l'aluminium s'oxyde, Les ions Al³⁺ formés s'hydrolysent au contact de l'eau selon la réaction (1.12). La présence des ions Al³⁺ crée un champ électrique qui déplace vers le fond de la piqûre les ions Cl⁻ pour neutraliser chimiquement la solution. Ces ions présents en grande quantité dans la cavité réagissent avec l'hydroxyde d'aluminium selon la réaction (1.13). Enfin, le milieu s'acidifie (pH<3) selon la réaction (I.14) et provoque l'auto-propagation de la piqûre [14]. Le principe de l'évolution de la piqûre est illustré sur la figure I.10.



A la surface de la piqûre, les réactions cathodiques ont lieu :



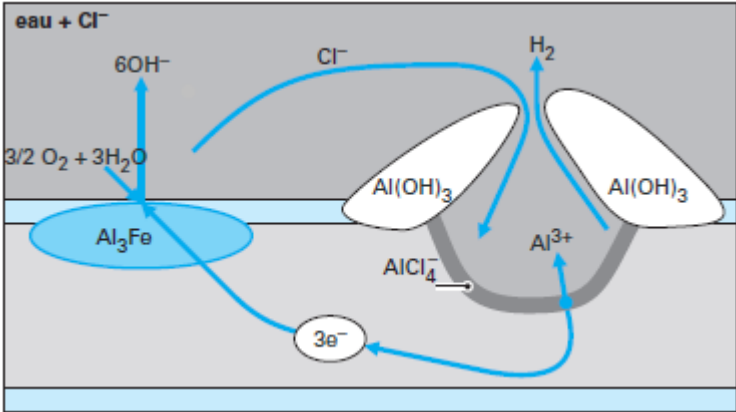


Figure I.10. Evolution de la piqûre [16].

Chapitre II : Matériau et technique expérimentales

II. 1. Introduction

Dans ce chapitre nous présentons le cadre du projet, dans lequel nous allons présenter le matériel et méthodes utilisés. On commence par la présentation du matériau étudié ainsi que le mode opératoire adopté à son préparation; puis on présente les différentes méthodes de caractérisation structurale appliquées: dispositif expérimentale, principe de fonctionnement, et mesures réalisées.

II.2. Matériel et méthodes utilisées

II.2.1. Matériau étudié

Afin de déterminer les éléments présents dans l'alliage d'étude ainsi que leur teneur, nous avons effectué une analyse quantitative à l'aide d'un spectromètre à fluorescence X. La technique de fluorescence X permet d'effectuer une analyse qualitative des éléments présents dans l'alliage faisant l'objet de notre étude. L'appareil utilisé est de type SPECTROMAXx MX6M BT sous un logiciel de traitement des données **SPARK ANALYZER**, avec une alimentation de 220 V AC 50 HZ. Un tel appareil est représenté sur la [figure II.1](#).



Figure II.1. Appareil d'analyse chimique de type SPECTROMAXx MX6M BT

II.3. Traitement thermique appliqués et préparation des échantillons

Avant d'entamer les traitements thermiques, la première opération fut est le découpage de la tôle en échantillons de forme cylindrique de diamètre $\varnothing = 14$ mm et épaisseur $e = 5$ mm, puis, les échantillons obtenus ont étaient traités dans un four programmable de type NABERTHERM. Ce four est placé dans le Hall de la technologie de l'université de Biskra (Fig. II.2).



Figure II.2. Le four des traitements thermique NABERTHERM.

Les traitements ont effectué comme suite :

1. Traitement d'homogénéisation à 420 °C pendant 24 heures pour une structure homogène de nos échantillons ;
2. Trempe à l'eau glacée des échantillons homogénéisés afin d'obtenir une solution solide sursaturé à température ambiante ;
3. Vieillissements artificiels des échantillons pendant des temps de maintien différents (12, 24, 72) heures à 200 C°.

Le cycle des traitements thermiques effectués est représenté sur la [Figure II.3](#).

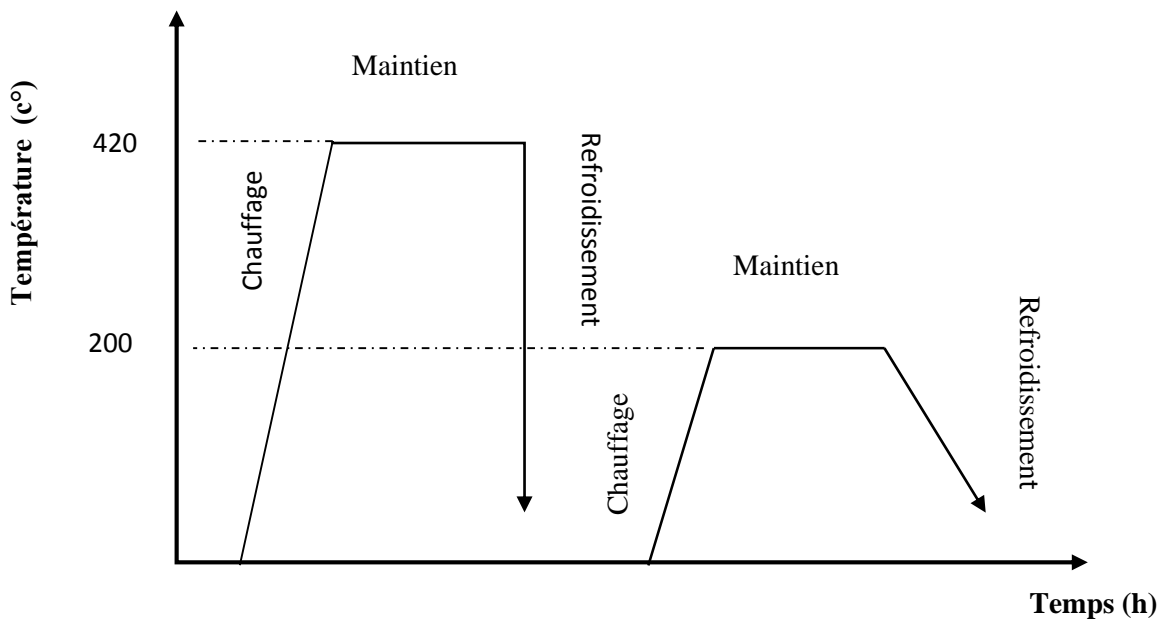


Figure II.3. Cycle de traitement thermique appliqué sur l'aluminium AA5754.

Pour les observations au microscope optique, les échantillons ont été polis sur une polisseuse mécanique du laboratoire de la métallurgie de type PHOENIX ALPHA ([Fig. II.4](#)) avec papier abrasifs de différentes granulométries (120, 240, 600, 800, 1000, 1200) en présence de l'eau pour éviter toute sorte de réchauffement de l'échantillon, ensuite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée (de granulométrie 3 μm). Après chaque polissage les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par le réactif KILLER de composition suivante :

- 2 ml d'acide fluorhydrique (HF);
- 3 ml d'acide chlorhydrique (HCl) ;
- 5 ml d'acide nitrique (NHO_3) ;
- Et 180 ml d'eau distillée (H_2O).



Figure II.4. Polisseuse mécanique (PHOENIX ALPHA).

II.4. Techniques de caractérisation structurale

II.4.1. Caractérisation métallographique

II.4.1.1. Microscopie optique (MO)

Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de déterminer où observer l'échantillon microscopique (forme des grains, des précipités, etc.). Il permet aussi de tracer l'évolution de la structure microscopique des alliages après traitement thermique. Le traitement mécanique, thermique et chimique peut modifier la structure du métal.

Pour l'étude métallographique; l'observation microscopique est réalisée au Laboratoire de Génie Énergétique et Matériaux – LGEM, Université de Biskra, les échantillons sont observés avec un microscope optique de type OPTIKA équipé d'une caméra relié à un ordinateur, Ce microscope optique muni de lentilles qui permettent des grossissements différents (20, 50, 100, 1000) (Fig. II.5).

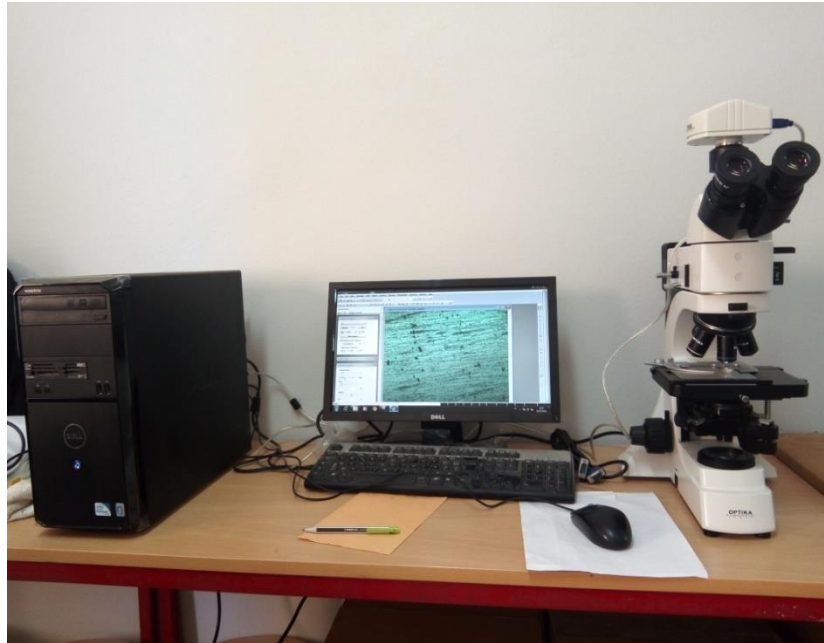


Figure II.5. Microscope optique de type OPTIKA.

II.4.1.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une méthode de technique d'observation permettant de produire des images. La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique permettant de produire des images en haute résolution de la surface ou de la tranche d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électron-matière. Le principe de fonctionnement est le suivant : dans une enceinte sous vide, un faisceau d'électrons accélérés par un champ électrique et focalisés à l'aide des lentilles magnétiques balaye la surface de l'échantillon qui, en réponse, réémet, des électrons secondaires, rétrodiffusés, Auger et des rayons X. Pour notre étude le microscope électronique à balayage utilisé est de type TESCAN VEGA3 (Fig. II.6), ce MEB est placé dans le laboratoire de physique des couches minces et applications (LPCMA) - Université de Biskra.



Figure II.6. Microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3.

II.4.1.3. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons x (DRX) est une méthode utilisée pour identifier la structure cristalline des phases présentes dans le matériau, de mesurer la composition des phases et de définir l'orientation des plans atomiques. Cette technique consiste à soumettre l'échantillon à un faisceau de rayons X, et à récupérer le signal diffracté par les atomes des plans réticulaires (hkl). La condition de diffraction des rayons incidents par les plans du cristal de distance réticulaire d_{hkl} donnée par la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

Pour déterminer la nature des composés formés après les tests de corrosion (test de polarisation et le test d'immersion), nous avons utilisé un diffractomètre de type Rigaku (*MiniFlex600*) de laboratoire LPCMA (fig. II.7).



Figure II.7. Diffractomètre de type Rigaku (*MiniFlex600*).

II.4.2. Essai de dureté

Dans notre étude nous avons utilisé l'essai Vickers; en général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa 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 à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté [9]

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

Nous avons utilisé un micro-duremètre Vickers de type **Zwick Roell** du laboratoire *LPCMA*, de l'Université Biskra équipé d'un oculaire pour permettre de positionner l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir d'un double clic sur le bouton de HV de l'appareil (Fig. II.8). Les mesures ont été effectuées en trois endroits différents de l'échantillon et sous une charge de **300 g** pendant **10 seconds**.

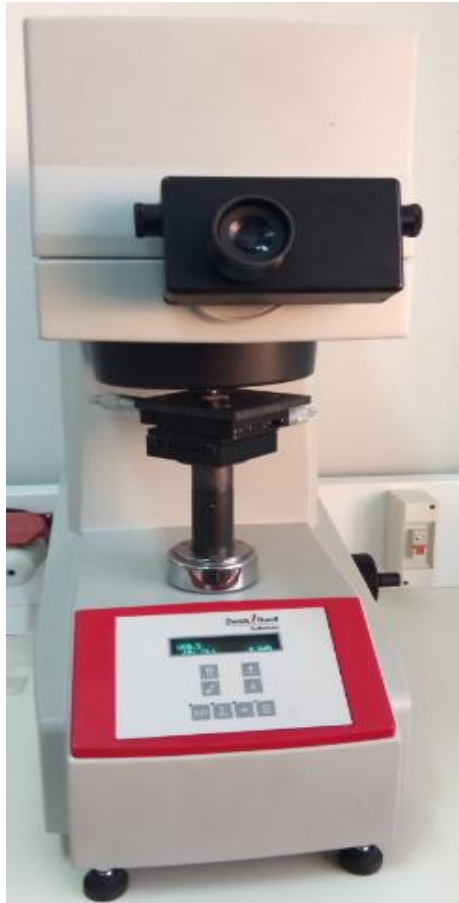


Figure II.8. Microduromètre de type **Zwick Roell**.

II.5. Techniques de caractérisation électrochimique

Les essais électrochimiques ont été réalisés à l'unité de recherche en matériaux émergents, université de Setif. Les techniques électrochimiques permettent aussi d'obtenir des renseignements sur quelques paramètres de corrosion et des réactions militantes des phénomènes : diffusion, transfert de charge, formation d'un film protecteur...

II.5.1. Dispositif de mesure

Les essais électrochimiques ont été effectués à l'aide d'un potentiostat/galvanostat Autolab type PGSTAT 128N, pilotée par ordinateur doté d'un logiciel de commande et d'acquisition NOVA, Version 1.1 dans une cellule en plexiglass à trois électrodes (fig. II.9).

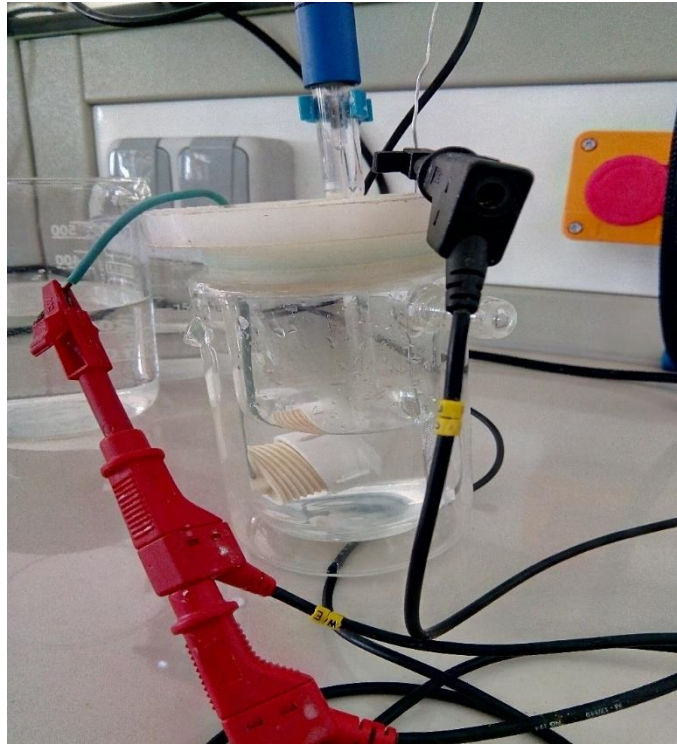


Figure II.9. La cellule électrochimique.

II.5.1.1. Les électrodes

- Une électrode de travail c'est-à-dire le matériau à étudier sous forme des pastilles en alliage Al-Mg₃ avec un diamètre de 14 mm (**Fig. II.10.a**) ;
- Une électrode de référence au Ag/AgCl avec $C_{KCl} = 3 \text{ mol/L}$ (**fig. II.10.b**);
- Une contre-électrode inerte chimiquement (en platine) (**fig. II.10.c**).

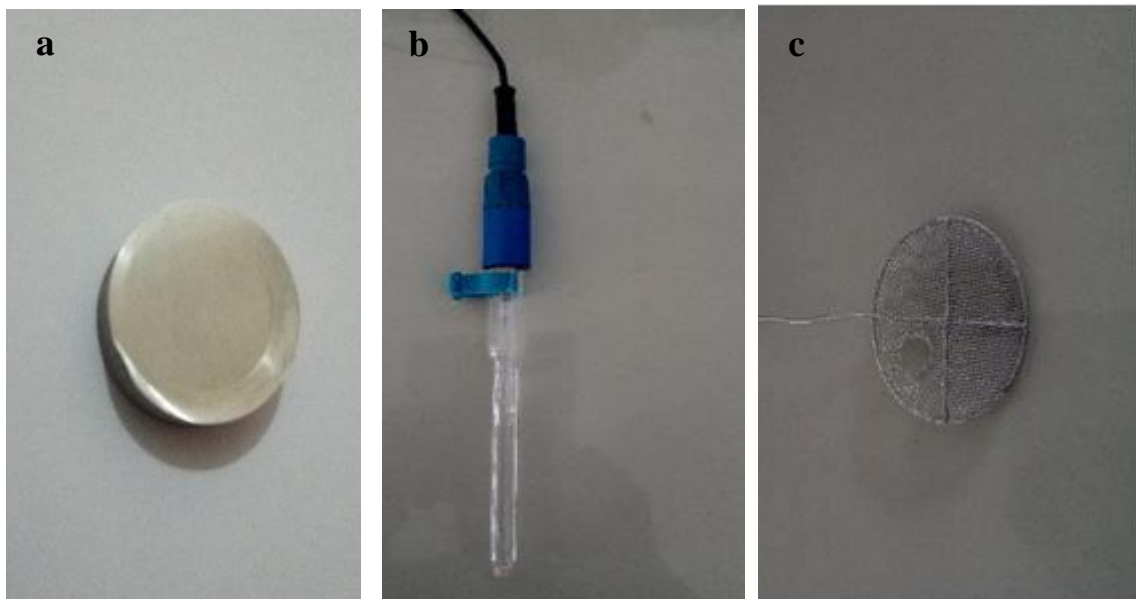


Figure II.10. Les électrodes constituant de la cellule : **a)** électrode de travail, **b)** électrode de référence, **c)** contre électrode.

II. 6. Courbes intensité-potentiel

Les courbes intensité-potentiel ($I=f(E)$) représentent l'évolution de l'intensité de courant de l'électrode de travail soumise à une différence de potentiel. Cette courbe donne des informations sur la vitesse de la réaction électrochimique (vitesse de corrosion I_{corr}) et sur les éventuelles modifications de la surface de l'électrode étudiée. Nous imposons, grâce au potentiostat, une différence de potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence et on mesure la densité de courant traversant l'électrode de travail et la contre électrode.

II.7. Condition de travail

Avant chaque expérience, la cellule a été nettoyée à l'eau distillée. Tous le système est connecté à un ordinateur. Avant de réaliser les essais électrochimiques, l'électrode de travail est plongée dans l'électrolyte au potentiel en circuit ouvert pendant 30 minutes pour atteindre un état stable.

Dans cette étude, on a réalisé des mesures potentiodynamiques avec une variation du potentiel de -1200 mV à -400 mV par rapport au potentiel de corrosion, à une vitesse de balayage de 2 mV/s et nous mesurons la densité de courant en fonction du potentiel.

Pour tracer les courbes, traiter et analyser les mesures électrochimiques, tous les résultats sont transférés du logiciel NOVA 1.1 à ORIGINE 6.0 (logiciel de traitement et d'analyse de données scientifiques).

La solution représentant l'électrolyte est préparée à partir de Chlorure de sodium solide ($35\text{g NaCl}/1\text{L H}_2\text{O}$).

Pour déterminer expérimentalement ces paramètres électrochimiques, une présentation logarithmique de la densité de courant est en général préférable, car elle met en évidence la relation linéaire entre le logarithme de la densité de courant et le potentiel.

La vitesse de corrosion est déterminée à partir des droites de Tafel et de la loi de Faraday. Sa formule est la suivante :

$$V = \frac{M \cdot I_{\text{corr}} \cdot 24.365}{n \cdot F \cdot \rho \cdot S \cdot 100}$$

Elle s'exprime en fonction des paramètres de l'aluminium.

V : Vitesse de corrosion en **mm/an**.

M : Masse molaire de l'aluminium en **g/mol**.

I_{corr} : Intensité de courant de corrosion mesurée expérimentalement en mA/cm^2 .

n : Nombre d'électrons échangés pour former l'ion le plus stable.

F : Constante de Faraday = **26,8 A. h/mol.**

ρ : Masse volumique pour l'aluminium en présence en g/cm^3 .

S : Surface de l'aluminium en contact avec l'électrolyte ; $S= 0,5 \text{ cm}^2$.

II.8. Essai d'immersion

Pour étudier l'effet du temps de vieillissement sur le comportement à la corrosion de notre alliage AlMg3, nous avons réalisé des essais d'immersion dans une solution de 3.5% NaCl pendant sept jours (fig. II.11). Après les essais d'immersion, les surfaces des échantillons sont observées par microscope optique (MO) et microscope électronique à balayage MEB.



Figure II.11. Essai d'immersion.

Chapitre III : Résultat et interprétation

III. Introduction

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de vieillissement naturel et artificiel sur l'évolution microstructural et le comportement électrochimique de l'alliage AA 5754 (AlMg₃) dans un milieu de 3,5% NaCl. Dans ce chapitre nous allons présenter et discuter les résultats expérimentaux obtenus à l'aide des différentes techniques de caractérisation (microscopie optique, la microdureté, microscope électronique à balayage et les tests de polarisation électrochimique).

III.1. composition chimique

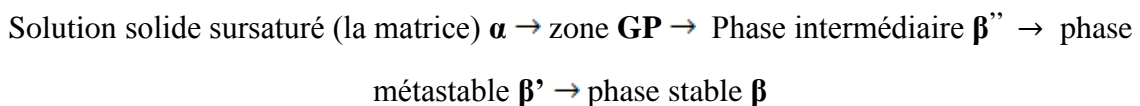
Le **Tableau III.1** présente la composition chimique de l'alliage Al-Mg₃ (AA 5754) obtenue par l'analyse chimique dont on observe que l'élément d'adition principale est le magnésium qui confirme que cet alliage appartient à la famille des alliages Aluminium-Magnésium.

Tableau III.1. Composition chimique de l'alliage Al-Mg ₃ (AA 5754).								
Elément	Mg	Fe	Si	Mn	Cu	Cr	Ti	Al
Masse %	2.852	0.259	0.081	0,211	0,035	0,046	0,005	Reste

III.2. Etude métallographique

III.2.1. Effet de traitement de vieillissement sur la microstructure

Pendant le vieillissement des alliages Al-Mg, les atomes de Mg se diffusent préférentiellement dans les joints de grains de la matrice et entraînent la précipitation de la phase β (Al₃Mg₂). Le phénomène de précipitation dans les alliages Al-Mg a été l'objet de nombreuses études de recherche, ces études ont concentrées sur la manière dont les phases (β' et β'') stables et métastables se précipitent et se développent à partir d'une solution solide sursaturée [17,18]. Il est généralement suggéré que la précipitation de la phase β dans les alliages binaires Al-Mg se forme d'après la réaction :



III.2.2. Microscopie optique

La figure III.1 montre la microstructure de l'alliage d'étude AA5754 à l'état brut, dont on observe une hétérogénéité de la taille des grains, des particules de différentes tailles sont distribués à l'intérieur des grains et aux joint des grains. On peut remarquer aussi, que cette distribution est aléatoire dans la matrice.

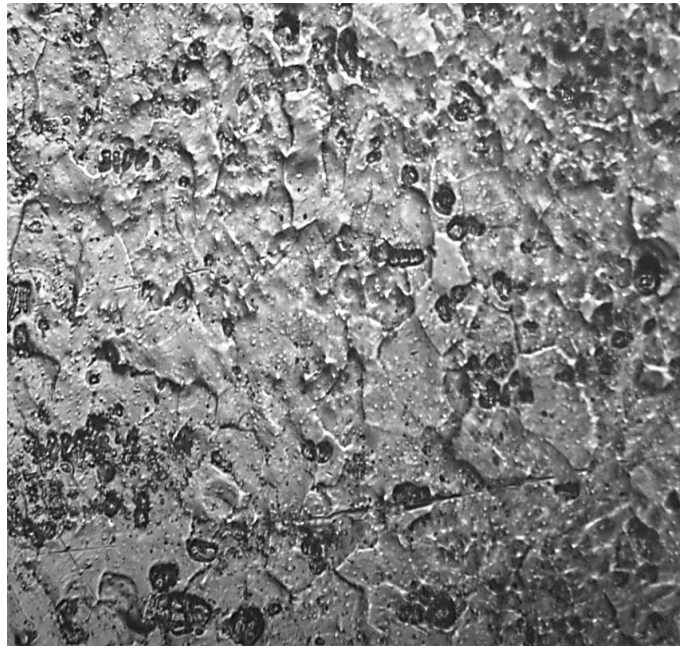


Figure III.1. Observation par microscope optique d'un échantillon AA5754 à l'état brut x500.

L'analyse par diffraction des rayons-X de l'état de réception (fig.III.2) montre que ces particules sont des précipités de type Al_3Mg_2 (précipité stable) et Mg_2Si dispersées dans une matrice de la phase α (aluminium).

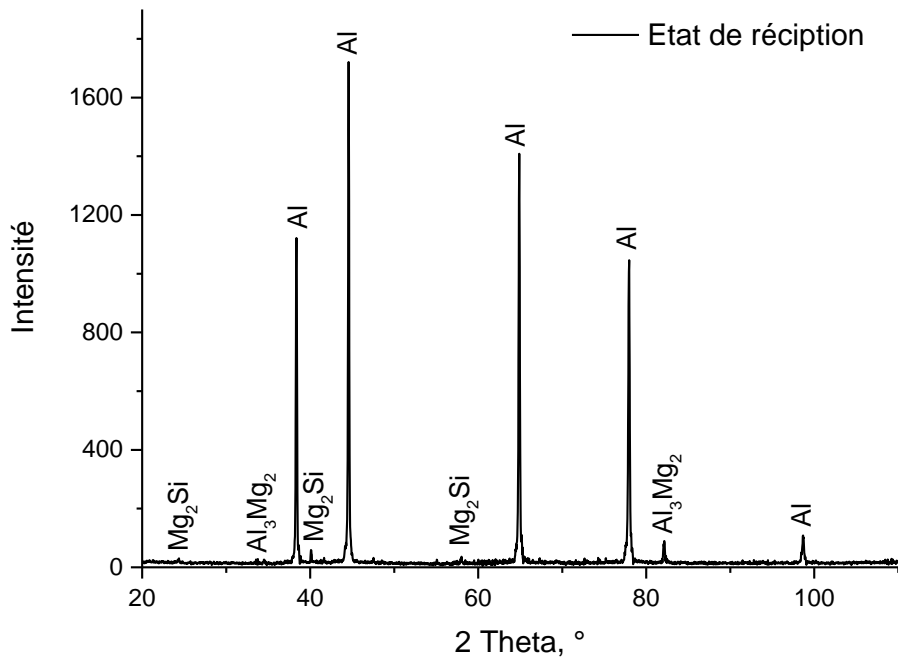


Figure III.2. Diffractogramme des rayons-X de l'alliage d'étude à l'état de réception.

La figure III.3 montre la microstructure de l'alliage AA5754 à l'état trempé ; après homogénéisation à 420 C° pendant 24 heures et trempé à l'eau glacé. Cette micrographie possède une structure homogène avec des grains généralement équiaxes. Cette structure est riche en précipités et en phases intermétallique qui ont distribué fortement aux joints des grains. Ces précipités, d'après les microstructures, sont plus fins que les précipités existants dans l'état de réception.

On note aussi, que cette structure est plus stable est plus relaxée, car l'effet de l'érouissage (généralisé par le procédé de mise en forme) est supprimé par le traitement thermique de mise en solution des échantillons.

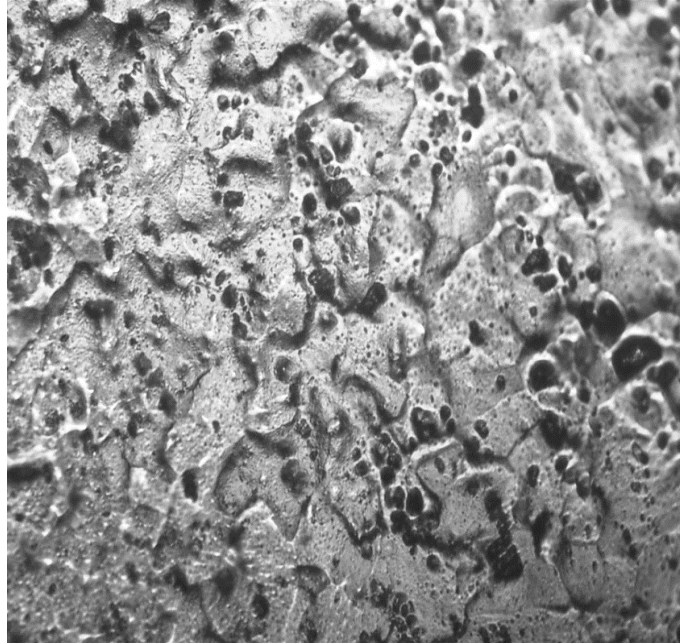


Figure III.3. Microstructure de l'alliage AA5754 à l'état trempé, X 500

L'analyse par diffraction des rayons X de l'état trempé (fig.III.4) confirme que les phases en présence sont Al_3Mg_2 et Mg_2Si . On remarque aussi que la DRX révèle l'existence d'un oxyde complexe des éléments : Mg et Si ($MgSiO_3$).

Lorsqu'on compare les intensités pics représentant la phase d'aluminium pour les deux cas (état de réception et trempé) on observe que l'intensité augmente ce qui confirme que le pourcentage de la phase α augmente et le pourcentage des précipités diminue.

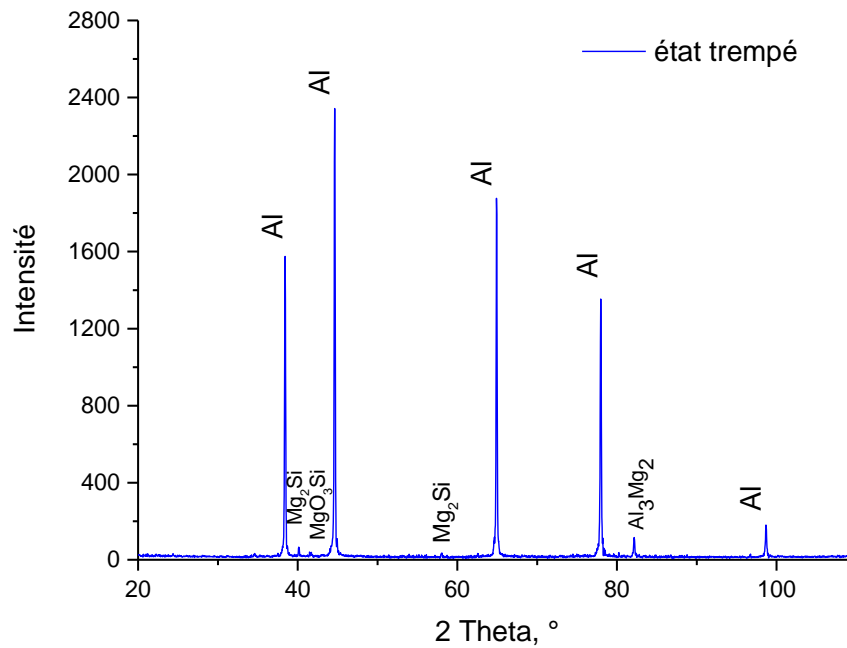


Figure III.4. Diffractogramme de l'alliage d'étude à l'état trempé.

La figure III.5 présente les micrographies des échantillons vieillis pendant 12 heures, 24 heures et 72 heures ; d'après ces micrographies nous remarquons que la taille des grains moyenne des différents échantillons augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement. Cependant, cet examen microstructural a permis de déceler des différences dans la densité et la répartition des précipités formés lors de la précipitation par vieillissement artificiel pour les différents temps de maintiens. Les précipités sont répartis aléatoirement à l'intérieur des grains, et aux joints de grains.

La figure III.6 représente le diffractogramme de l'échantillon subi un vieillissement pendant 72 heures, on peut constater qu'il y a une légère différence dans le degré de précipitation des précipités entre l'état trempé et l'état vieillis.

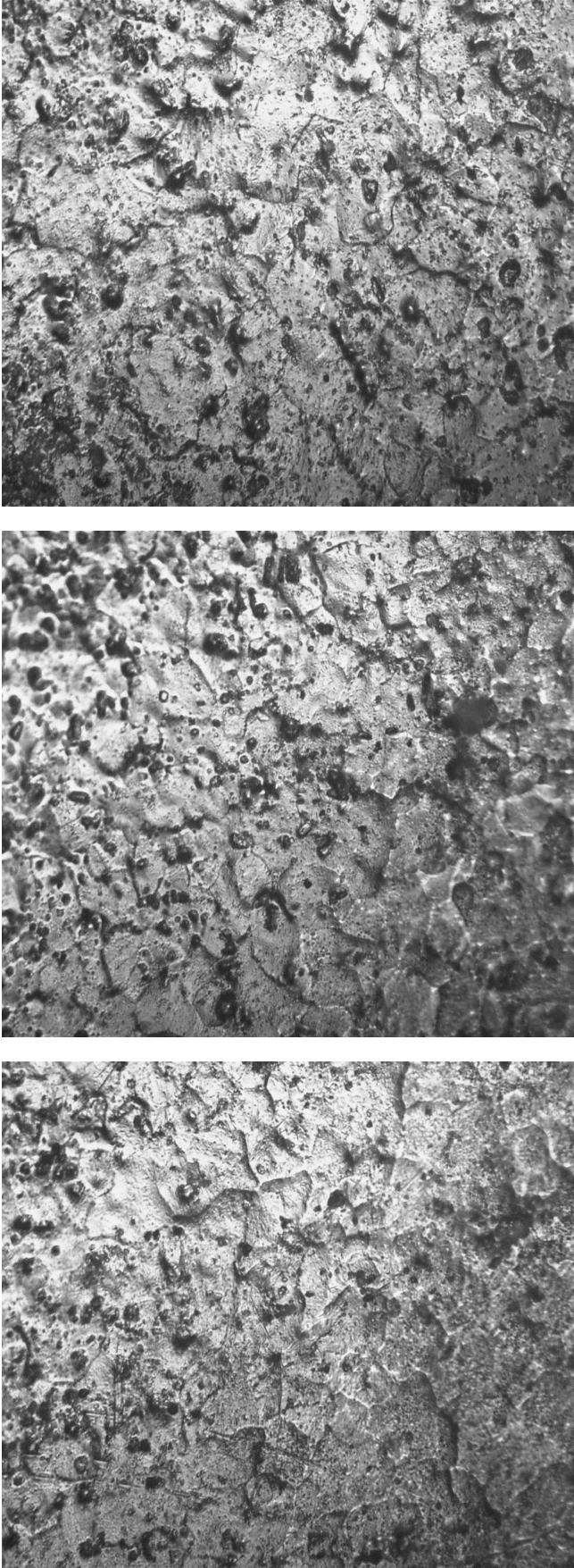


Figure III.5. Microstructure de l’alliage AA5754 vieilli à :a) 12 h, b) 24 h, c) 72 h.

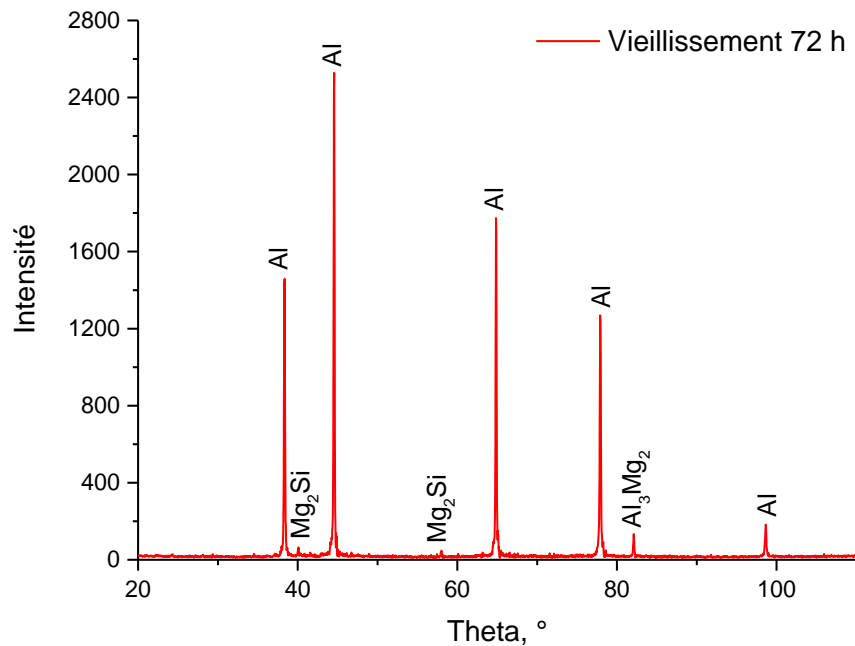


Figure III.6. Diffractogramme de l'alliage d'étude vieilli pendant 72 heures.

III. 2.3. Microanalyse EDS de l'échantillon vieilli pendant 72 heures

Le microscope électronique à balayage utilisé est équipé par un système d'analyse EDS. Ce dernier permet de connaître la composition chimique de volume analysé. Pour effectuer cette technique, l'échantillon nécessite d'abord l'acquisition par l'image MEB sur le volume lequel doivent apparaître tout les détails que l'on veut analyser [5].

La micrographie de l'alliage AA5754 vieilli pendant 72 heures montre la présence des particules de différentes formes et de différentes taille, ces particules apparaissent sombres et d'autres sont claires (fig. III.7).

D'après les analyses effectuées par EDS sur les deux types des précipités montre que les précipités allongées sont formées essentiellement par les éléments : Al, Mg et Si. Alors que les précipités globulaires sont formés essentiellement par les éléments : Mg et Si. La composition chimique des deux particules est donnée dans le [tableau III.2](#).

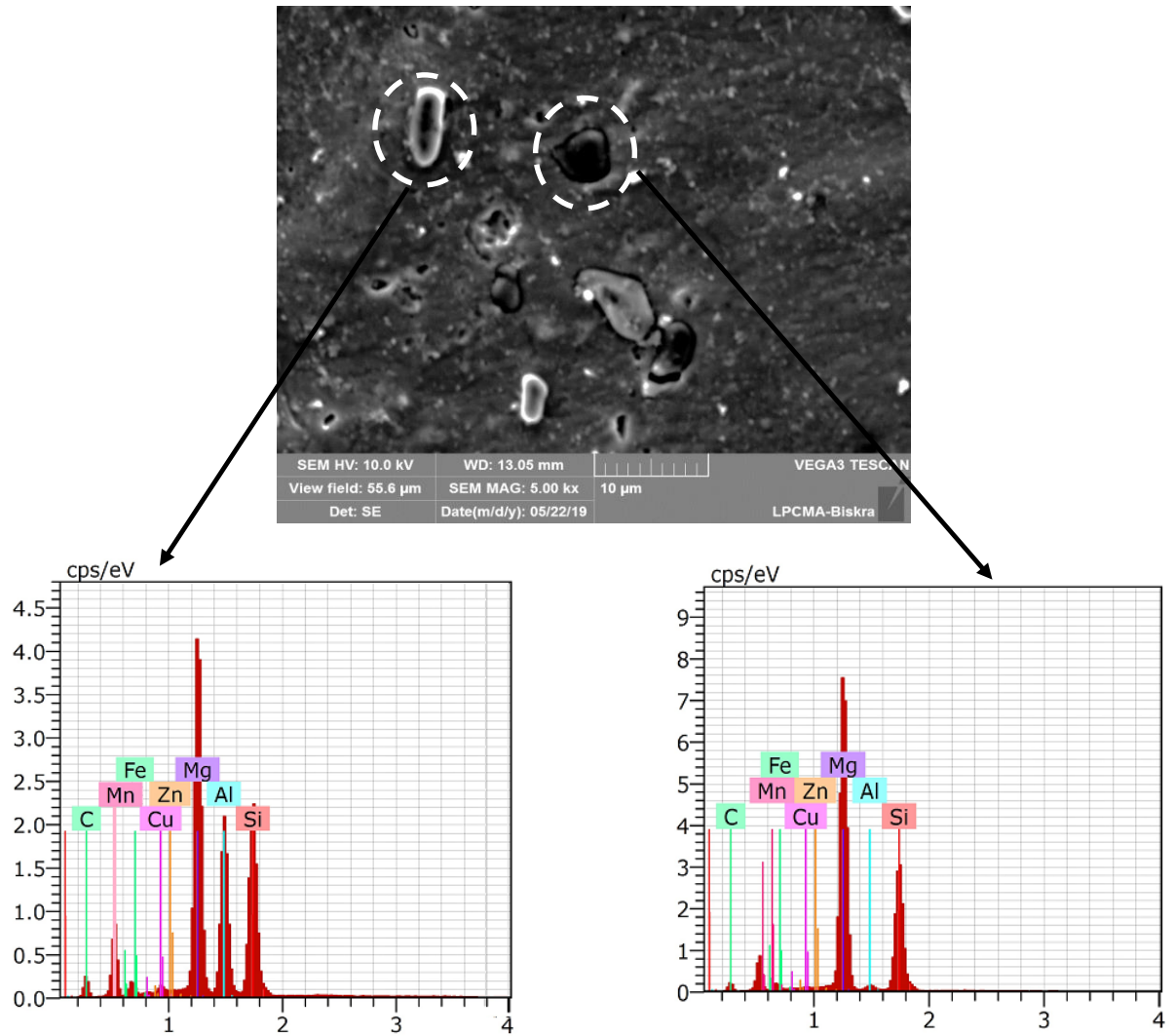


Figure III.7. Analyse par EDS des précipités de l’alliage AA5754 vieilli pendant 72 h ;

	éléments	% Wt	% atm
Précipité Allongée	Mg	33,45	28,94
	Si	30,76	27,24
	Al	19,78	16,77
	Cu	1,52	0,55
	Zn	0,49	0,17
	Fe	0,21	0,09
	C	13,78	26,24
Précipité globulaire	Mg	47,65	45,53
	Si	38,36	31,72
	Al	1,12	0,96
	Cu	1,01	0,37
	Zn	0,64	0,23
	Fe	0,21	0,09
	Mn	0,14	0,06
	C	10,88	21,05

Tableau III.2. La composition chimique de deux particules existant dans l’alliage vieilli 72 h.

III. 3. Essai de dureté

Représente le **tableau. III.3.** les résultats du test de la microdureté Vickers effectuée sur l'alliage d'étude. On remarque que l'alliage présente une bonne dureté avant d'être traité (état de réception) ; ceci est due au mode de fabrication de l'alliage à l'état H111 qui est la déformation par écrouissage (laminage) suivi d'un recuit léger pour éliminer partiellement les contraintes résiduelle ; L'écrouissage crée de nombreux défauts cristallins, sources d'une **énergie interne stockée** hors d'équilibre, et qui peuvent éventuellement être annihilés par des traitements thermiques.

La valeur de dureté diminue après trempe, ceci est expliqué par le réarrangement et l'annihilation partiel des défauts cristallins engendrés par l'écrouissage (essentiellement les dislocations d'où leurs densité diminuée). Ces valeurs restent stables après les différents temps de vieillissement. Ce qui nous confirme que notre alliage est un alliage de durcissement par écrouissage et que les traitements thermiques effectués n'ont aucune influence sur le degré de la microdureté.

Tableau III.3. Données des essais de dureté Vickers sur l'aluminium AA5754					
Traitements	Etat brut	Etat trempé	Vieillissement 12 h	Vieillissement 24 h	Vieillissement 72 h
HV_{0,3}	73	61	62	63	62

III. 4. Etude de la corrosion de l'aluminium AA5754 en milieu 35 g / L NaCl

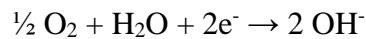
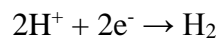
III. 4.1. Etat de réception

La courbe de polarisation pour l'aluminium AA5754 à l'état brut dans une solution aqueuse 35 g/L NaCl (fig. III.8), cette courbe se compose de deux branches branche anodique, branche cathodique et un domaine de passivation ; a été obtenue par un balayage de potentiel entre [-1300 mV, -400 mV] à la vitesse de balayage de 2 mV/s. Le potentiel de corrosion $E_{\text{corr}} = -1023.708 \text{ mV}$, le courant de corrosion $I_{\text{corr}} = 1.713 \text{ mA}$. La vitesse de corrosion trouvée est : $V_{\text{corr}} = 0,112 099 \text{ mm / an}$.

Nous remarquons une stabilité de courant dans l'intervalle -900 mV à -750mV qui représente le domaine de passivation de l'alliage. Avec la polarisation de l'alliage nous observons une augmentation rapide de la densité de courant à une valeur positif (0.713 mA), cette augmentation est due au déclenchement du phénomène de piqûration. En fin, l'alliage a tendance de se repassiver de nouveau.

La courbe de polarisation obtenue montre deux domaines de potentiel :

- un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction d'hydrogène contrôle le processus cathodique et masque la réaction de réduction de l'oxygène :



- un domaine d'activation anodique dû à l'oxydation de l'aluminium :



Les ions Al^{3+} générés aux sites anodiques actifs vont s'hydrolyser dans le milieu neutre, ce qui consomme des ions OH^- et acidifie la solution à l'intérieur de la piqûre, puis précipitent dans le milieu neutre extérieur en formant un volumineux chapeau d'alumine au dessus de la piqûre ; les piqûres chargées positivement attirent les ions négatifs de Cl^- .

- Et le domaine de passivation où le métal se recouvre d'une couche d'oxyde

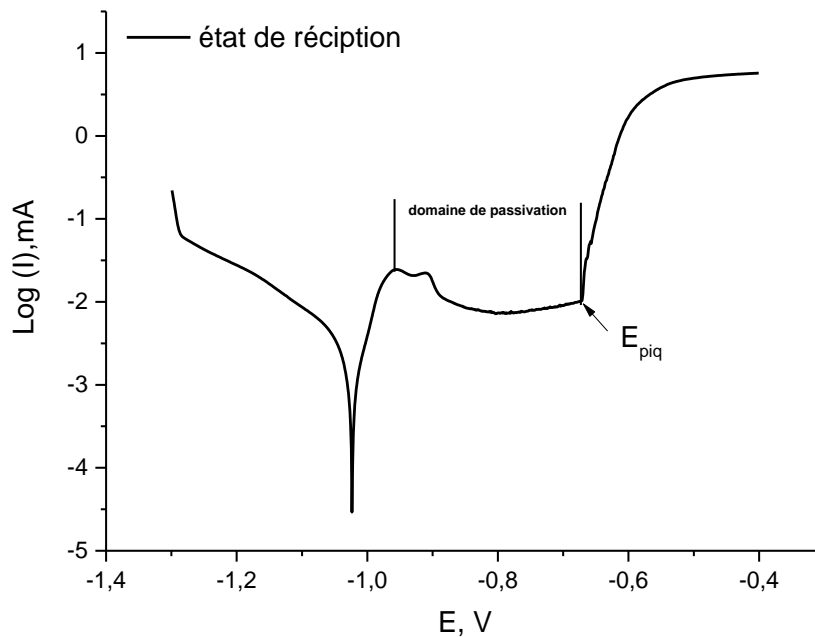


Figure III.8. Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 à l'état brut.

III. 4.2. Etat trempé

La [figure III.9](#) représente la courbe de polarisation pour l'aluminium AA5754 à l'état trempé dans une solution aqueuse 35 g/L NaCl, cette courbe se compose de deux branches : branche anodique, branche cathodique ; la courbe a été obtenue par un balayage de potentiel entre [-1200 mV, -400 mV] à la vitesse de balayage de 2 mV/s, Le potentiel de corrosion de l'aluminium $E_{\text{corr}} = -728,964$ mV, le potentiel de corrosion $E_{\text{cor}} = -700$ mV, le courant de corrosion $I_{\text{corr}} = 1.505$ mA. La vitesse de corrosion trouvée est : $V_{\text{corr}} = 0,098\ 487$ mm / an.

La courbe de polarisation obtenue montre deux domaines de potentiel :

- un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction d'hydrogène contrôle le processus cathodique et masque la réaction de réduction de l'oxygène.
- un domaine d'activation anodique dû à l'oxydation de l'aluminium.
- Avec la polarisation de l'alliage nous observons une augmentation rapide de la densité de courant à une valeur positif (0.713 mA). Dans ce cas on observe l'absence du domaine de passivation sur la courbe de polarisation. Par contre on remarque qu'une série des pics apparaissent sur la courbe avant le domaine de repassivation.

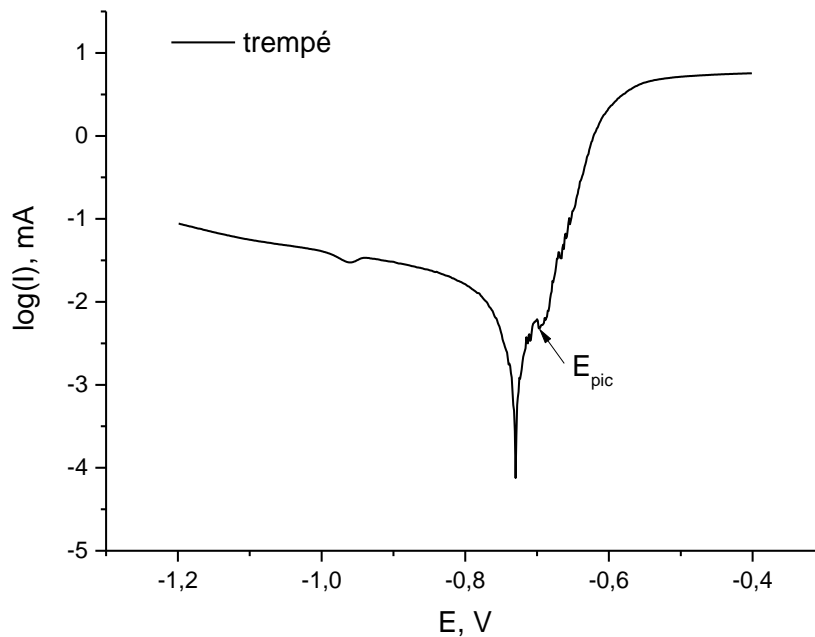


Figure III.9. Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 état trempé.

III. 4.3. Etat vieilli 12 heures

La [figure III.10](#) représente la courbe de polarisation pour l'aluminium AA5754 état vieilli 12 heures dans une solution aqueuse 35 g/L NaCl, cette courbe se compose de deux branches branche anodique, branche cathodique et un domaine de passivation ; la courbe a été obtenue par un balayage de potentiel entre [-1200 mV, -400 mV] à la vitesse de balayage de 2 mV/s. Le potentiel de corrosion de l'aluminium $E_{\text{corr}} = -845.918 \text{ mV}$, le courant de corrosion $I_{\text{corr}} = 2.794 \text{ mA}$, et la vitesse de corrosion trouvée est : $V_{\text{corr}} = 0,182 \text{ 839 mm / an}$.

La courbe de polarisation obtenue montre deux domaines de potentiel :

- un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction d'hydrogène contrôle le processus cathodique et masque la réaction de réduction de l'oxygène.
- un domaine d'activation anodique dû à l'oxydation de l'aluminium.

Nous remarquons une courte stabilité du courant entre [-750 mV, -650 mV], qui représente un domaine de passivation étroite par rapport au domaine formé par l'échantillon de l'état de réception. On observe aussi, une augmentation rapide de la densité de courant à une valeur positif (0.713 mA), puis l'alliage se repassive encore une fois.

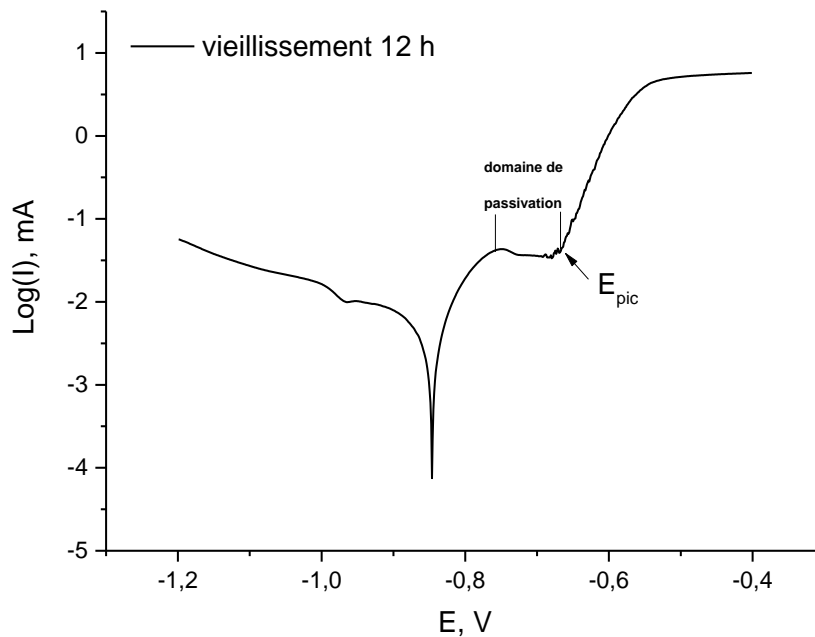


Figure III.10. Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 état vieilli 12 heures.

III. 4.4. État vieilli 24 heures

La figure III.11. Représente la courbe de polarisation pour l'aluminium AA5754 à l'état vieilli 24 heures dans une solution aqueuse 35 g/L NaCl, cette courbe se compose de deux branches branche anodique, branche cathodique et un domaine de passivation ; a été obtenue par un balayage de potentiel entre [-1200 mV, -400 mV] à la vitesse de balayage de 2 mV/s. Le potentiel de corrosion de l'aluminium $E_{\text{corr}} = -790.522 \text{ mV}$, le courant de corrosion $I_{\text{corr}} = 3.941 \text{ mA}$. La vitesse de corrosion trouvée est : $V_{\text{corr}} = 0.257 \text{ 899 mm / an}$.

La courbe de polarisation obtenue montre deux domaines de potentiel :

- un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction d'hydrogène contrôle le processus cathodique et masque la réaction de réduction de l'oxygène.
- un domaine d'activation anodique dû à l'oxydation de l'aluminium.

On observe aussi pour cette essai la formation d'un domaine de passivation entre [-750 mV et -650mV] semblable à celui du courbe précédente. Après ce domaine la densité de courant augment rapidement vers les mêmes valeurs positives dans le stade de piqûration. Après piqûration une couche de passivation se forme pour la deuxième fois.

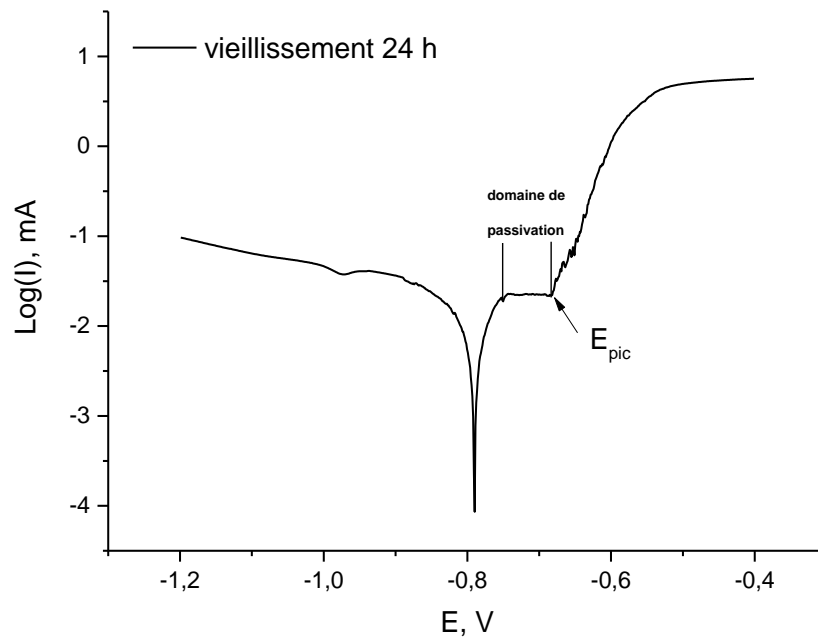


Figure III.11. Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 vieilli 24 heures.

III. 4.5. Etat vieilli 72 heures

La [figure III.12](#) représente la courbe de polarisation pour l'aluminium AA5754 état vieilli 72 heures dans une solution aqueuse 35 g/L NaCl, cette courbe se compose de deux branches branche anodique et branche cathodique ; a été obtenue par un balayage de potentiel entre [-1200 mV, -400 mV] à la vitesse de balayage de 2 mV/s. Le potentiel de corrosion de l'aluminium $E_{\text{corr}} = -780.744 \text{ mV}$, le courant de corrosion $I_{\text{corr}} = 4.315 \text{ mA}$. La vitesse de corrosion trouvée est : $V_{\text{corr}} = 0.282 \text{ 374 mm / an}$.

La courbe de polarisation obtenue montre deux domaines de potentiel :

- un domaine d'activation cathodique, où la réaction de réduction d'hydrogène contrôle le processus cathodique et masque la réaction de réduction de l'oxygène.
- un domaine d'activation anodique dû à l'oxydation de l'aluminium.

La même chose a été observée dans ce cas, une couche de passivation est formée pour un court intervalle de courant avant que la piqûration se déclenche. La densité de courant augmentation à une valeur positive (0.713 mA) passivation. Le début du domaine de repassivation a été observé.

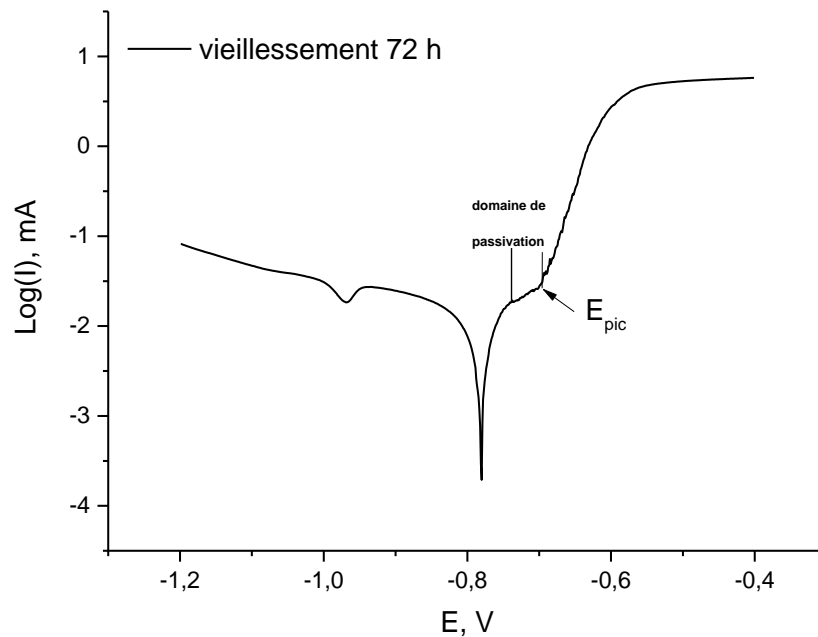


Figure III.12. Courbe de polarisation de l'aluminium AA5754 vieilli 72 heures.

III. 4.6. Discussion des résultats des essais de polarisation :

La [figure III.13](#) illustre les courbes de polarisation de l'alliage AA5754 pour : état de réception, trempé, vieillissement 12 h, vieillissement 24 h et vieillissement 72 h dans le milieu 3.5% NaCl. Ces courbes explicitent l'effet de temps de vieillissement sur la tenue à la corrosion.

D'après les courbes nous observons que les domaines cathodique pour les différents cas ont la même allure qui est toujours lié à la réduction de l'eau dans la solution NaCl, par contre le domaine anodique est différent d'un traitement à l'autre.

- On peut constater que la branche cathodique est typique pour tous les temps de vieillissement, elle est accordée à la réduction de l'eau dans une solution de NaCl aérée. Cette réaction entraîne un enrichissement de la solution en ions OH^- , qui provoquent une augmentation locale du pH [19].
- Dans tous les cas on remarque que le potentiel de corrosion révèle une augmentation importante de la densité de courant due à l'existence de la phase intermétallique (Al_3Mg_2) qui a un caractère anodique par rapport à l'intérieur des grains (la matrice). A

l'état brut la branche anodique présente deux domaines ; le premier domaine se caractérise par une augmentation de la densité de courant par ailleurs le deuxième domaine montre une légère diminution de la densité de courant puis se stabilise, cette zone appelée « palier de passivation défectueuse » selon [15] pourrait être liée à l'hétérogénéité de la surface, la présence des défauts dans le film passive. Puis nous observons une augmentation brutale de la densité du courant, la branche anodique se termine par un domaine de repassivation qui nous informe sur la formation d'une couche d'oxyde encore une fois.

- Pour l'état trempé on remarque l'absence du domaine de passivation et l'apparition des pics juste après la branche anodique. L'apparition de ces pics est due à l'activation des sites cathodiques (précipités métalliques) qui provoque la rupture de la couche passive aux points faibles. L'oxydation rapide de l'aluminium mis à nu aux niveaux de ces sites régénère la couche protectrice, ce qui se traduit par la chute de la densité du courant, donc il y a une série des réactions de piqûration et de passivation.
- D'autre part, pour les temps de vieillissement (12 h, 24 h et 72 h) on constate que le domaine de passivation est étroit, en le comparant avec celui de l'état de réception, ceci peut être dû à la différence entre les états microstructuraux (la taille et la répartition des particules, l'influence de la déformation de mise en forme).
- Le vieillissement pendant 72 heures favorise la formation d'un grand nombre des phases (Al_3Mg_2) qui ont un caractère anodique par rapport à la matrice, cela conduit à la production des micro piles qui mènent ensuite à une corrosion par piqûres.
- Dans toutes les courbes on remarque que les essais de polarisation se terminent avec un domaine de repassivation des sites actifs. Ce domaine est caractérisé, en général, par le même potentiel. Ce qui prouve que la repassivation de ces sites n'est pas affecté par type de traitement thermique.

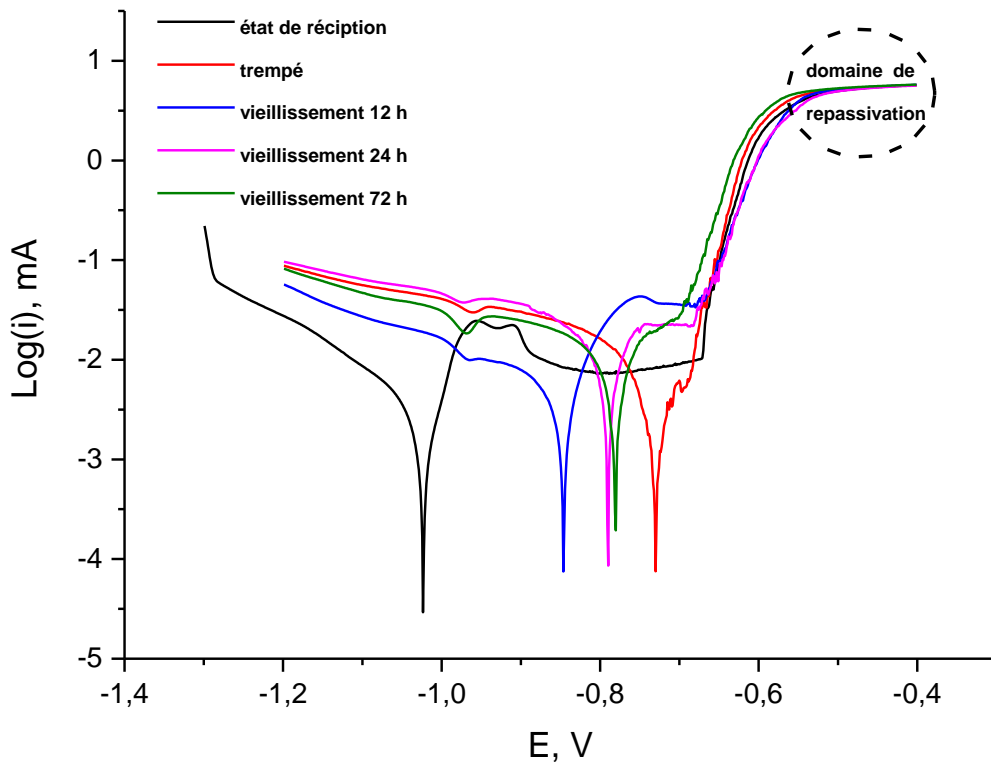


Figure III.13. Courbes de polarisation de l'aluminium AA5754 dans le milieu 35 g/L à différentes temps de vieillissement.

Les résultats obtenus par les courbes de polarisation sont résumés dans le [tableau III.4](#). D'où on peut remarquer que :

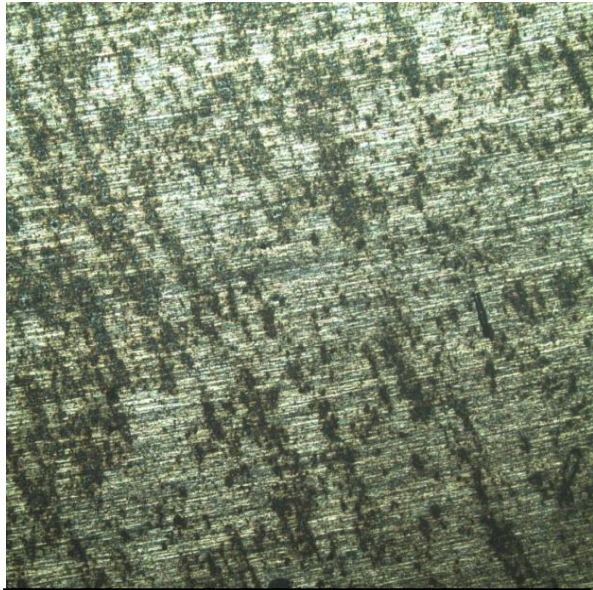
- Le potentiel de corrosion (E_{corr}) est plus négatif pour l'état brut tandis que moins actif dans le cas de traitement de trempe et les traitements de vieillissement (12h, 24h, 72h) est due à l'initiation et la propagation des piqûres.
- Une augmentation de la densité de courant de corrosion (I_{corr}) en parallèle avec la durée du vieillissement où la plus grande valeur est observée pour 72 heures de vieillissement, en revanche la plus petite valeur est celle de l'état trempé (1.505), ce qui influe directement sur la vitesse de corrosion.
- Les pentes de Tafel anodique (B_a) et cathodique (B_c) sont différentes dans tous les traitements ce qui indique que la cinétique de dissolution de l'alliage AA5754 n'est pas la même dans tous les cas de traitement thermique.

Tableau III.4. paramètre électrochimiques de différents traitements de l'alliage AA5754					
Traitement thermique	E_{corr} (mV)	I_{corr} (mA)	B_a (mV)	B_c (mV)	V_{corr} (mm/an)
Etat brut	-1023.708	1.713	47.3	83.4	0.112 099
Etat trempé	-728.964	1.505	47.5	46.2	0.098 487
Vieillessement 12 h	-845.918	2.794	51.6	106.9	0.182 839
Vieillessement 24 h	-790.522	3.941	44.8	47.9	0.257 899
Vieillessement 72 h	-780.744	4.315	55.4	73.9	0.282374

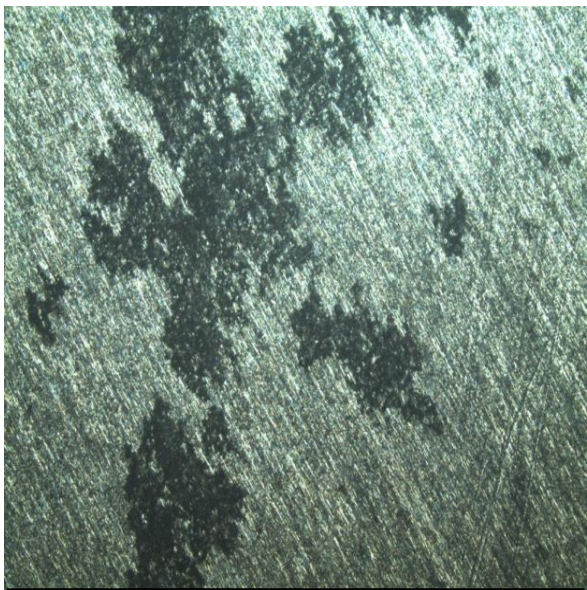
III. 4.7. Morphologie de la surface

La [figure III.14](#). Représente les photographies obtenues par le microscope optique des échantillons polarisés.

L'observation de la surface de l'alliage AA5754 de différentes traitement thermique dans le milieu 35 g/L NaCl confirme que le mode de corrosion est la corrosion par pique. On constate aussi que le nombre et la taille des piques formés à la surface de AA5754 est élevé dans le cas de traitement de vieillissement 72 heures, par contre dans le cas de l'état brut et de traitement de trempé les piques sont moins nombreux. Donc, on peut conclure que la taille, la profondeur et le nombre de la pique augmente avec l'augmentation de la durée du vieillissement.



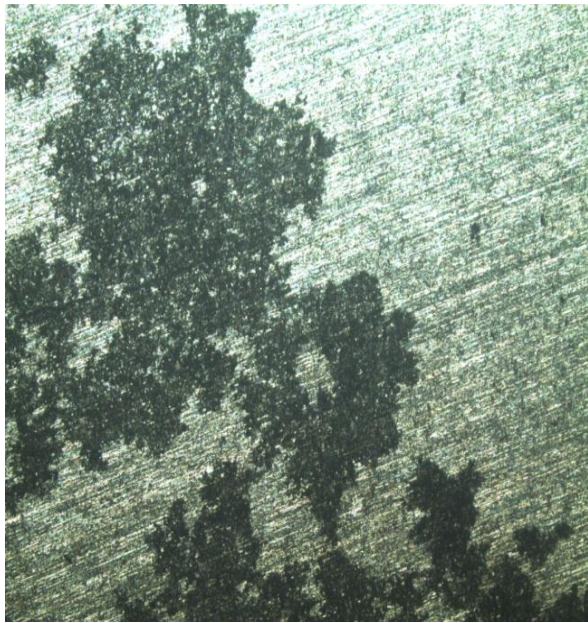
(a) 500x



(b) 500x



(c) 500x



(d) 500x

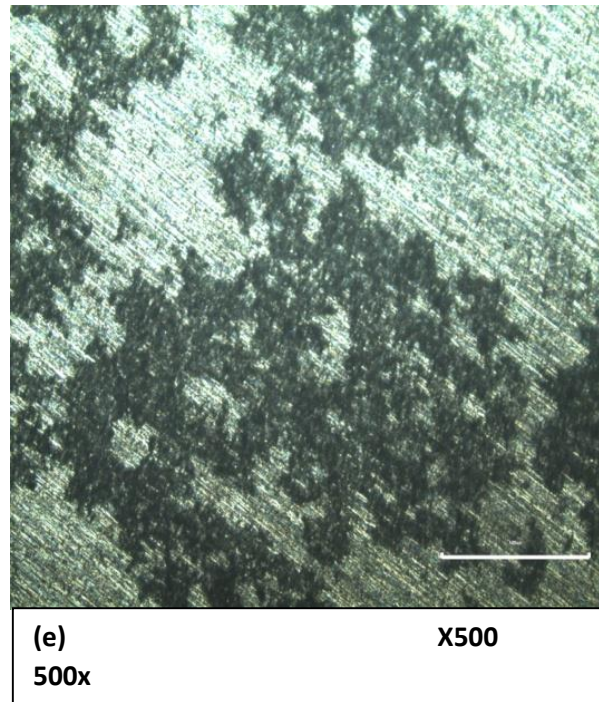


Figure III. 14. La morphologie de produit de corrosion de l'aluminium AA5754 par le microscope optique (x500), dans 35 g/L NaCl ; **(a)** état brut, **(b)** état trempé, **(c)** vieillissement 12 h, **(d)** vieillissement 24 h, **(e)** vieillissement 72h.

La [figure III.15](#) présente une micrographie obtenue à l'aide d'un MEB d'un échantillon à l'état trempé après polarisation, dont on observe la formation d'un produit de corrosion de couleur blanc brillant appelé l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ [20], selon la réaction :

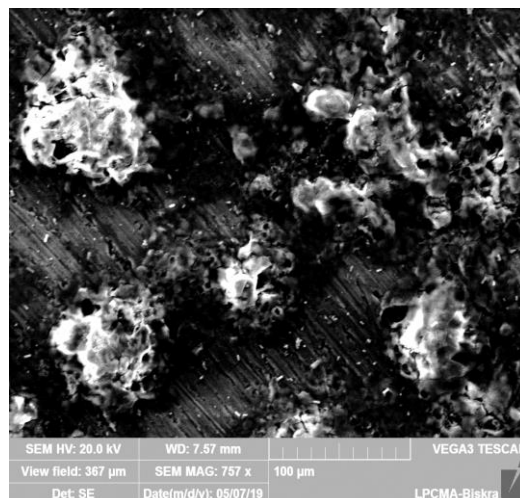
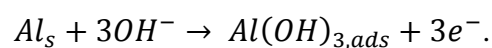
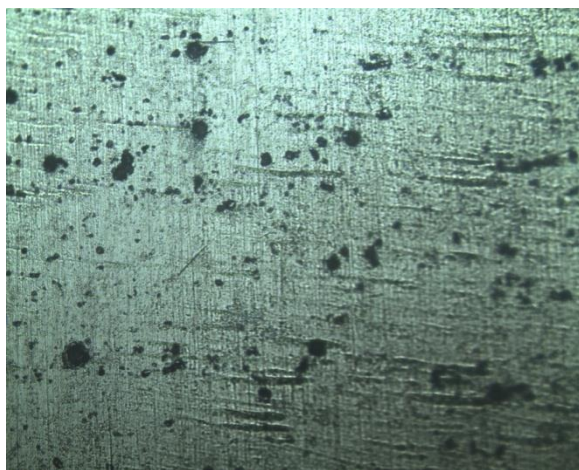


Figure III.15. Micrographie MEB d'un échantillon à l'état trempé après polarisation.

III. 5. Essai d'immersion

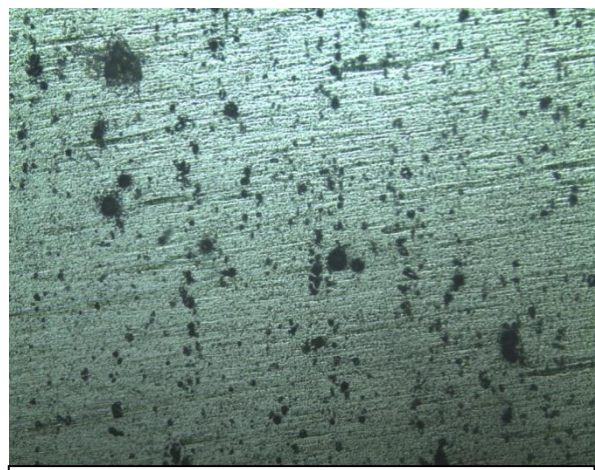
Pour étudier l'évolution de la surface de l'aluminium AA5754, nous avons immergé les échantillons dans une solution de 35 g/L NaCl pendant **sept (07) jours**. La [figure III.16](#) présente les résultats obtenus en microscope optique, d'après ces micrographies on constate :

L'observation de la surface de l'aluminium AA5754 de différents traitements thermiques montre que le mode de corrosion est toujours la corrosion par piqure. Les piqûres sont de tailles et de formes variables et leur nombre augmente avec l'augmentation de la durée de vieillissement, par ailleurs la densité des piqûres est très faible à l'état trempé est due à l'homogénéité de la structure, et distribution modérée à l'état brut. Pour les deux temps de vieillissement (24 et 72 heures) on remarque l'existence des piqûres avec des tailles plus larges, ceci peut être attribué à la dissolution des précipités coalescés.



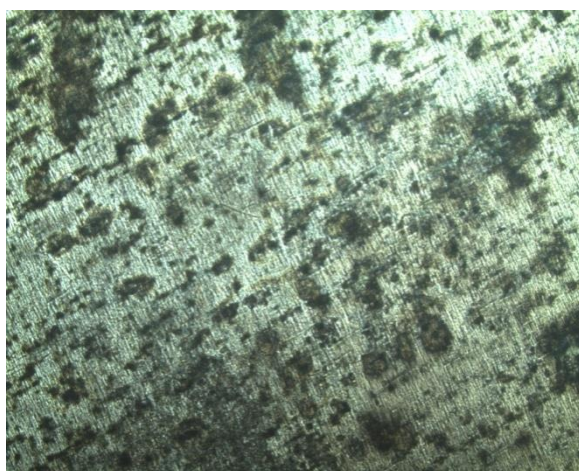
(a)

X200



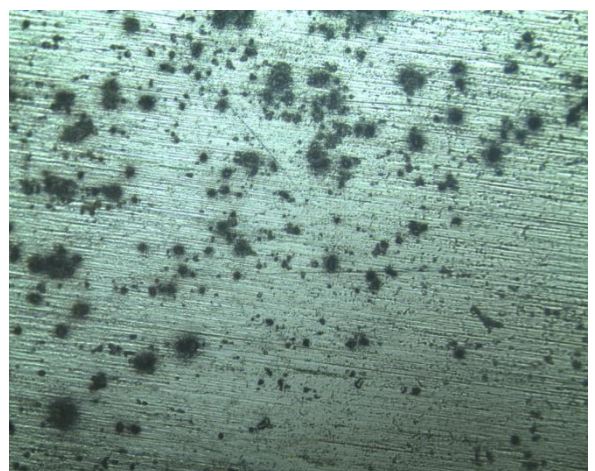
(b)

x200



(c)

X200



(d)

X200

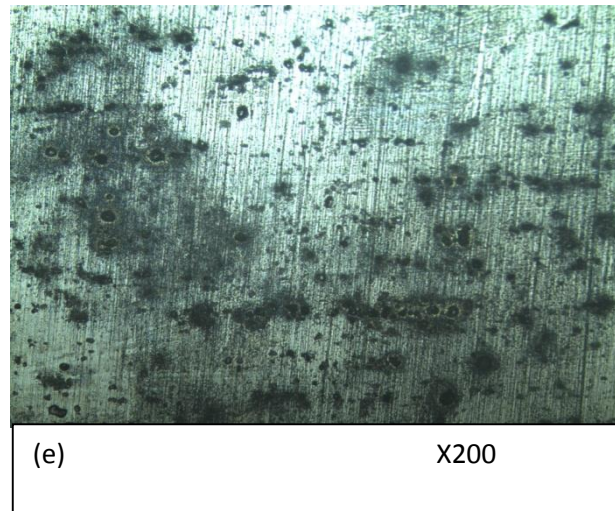


Figure III.16. Évolution de l'état de surface de l'alliage AA5754 immergé dans une solution 35 g/L NaCl pendant sept jours par microscope optique; **(a)** état brut, **(b)** état trempé, **(c)** vieillissement 12 h, **(d)** vieillissement 24 h, **(e)** vieillissement 72 h.

La [figure III.17](#) présente les micrographies obtenues par microscope électronique à balayage après le test d'immersion, à travers ces observations on remarque que c'est une micrographie poreuse avec la présence des micro-piqûres de corrosion dans l'alliage AA5754 à des densités différentes d'où est élevé dans le cas de vieillissement 72 heures, cela est due à la concentration forte des précipités Al_3Mg_2 , l'hétérogénéité de la morphologie de ces piqûres résulte de fait que l'amorçage n'est pas démarré en même temps.

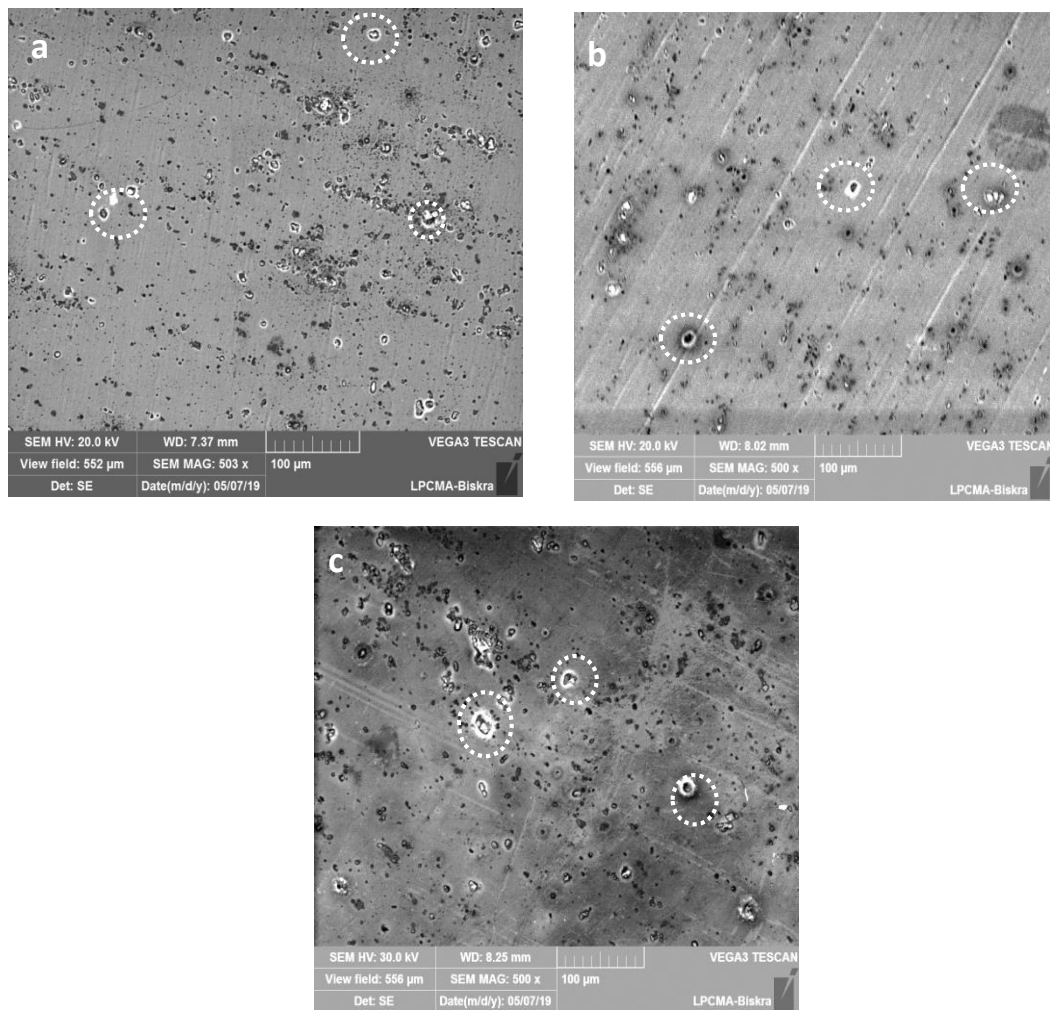


Figure III.17. Évolution de l'état de surface de l'alliage AA5754 immergé pendant sept jours dans une solution 35 g/L NaCl par microscope électronique à balayage ; (a) état trempé, (b) vieillissement 24 h, (c) vieillissement 72 h.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le cadre de ce mémoire, notre travail a pour objectif d'étudier l'effet de temps de vieillissement sur le comportement électrochimique de l'alliage $AlMg_3$ dans le milieu 3.5% NaCl.

Pour cela nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales tels que ; la microscopie optique, le microscope électronique à balayage, la diffraction des rayons-X, la microdureté, tests de polarisation et essai d'immersion.

D'après les résultats obtenus nous concluons que :

- ✚ L'observation par microscope optique de l'état brut montre une hétérogénéité de la taille des grains et la distribution aléatoire des précipités Al_3Mg_2 et Mg_2Si dans la matrice et au joints des grains. Par ailleurs, après la trempe à l'eau glacée la microstructure devient homogène riche en précipité, ces précipités sont plus fines. L'analyse par DRX confirme ces observations dont on observe l'augmentation de l'intensité des pics à l'état trempé par rapport à celle de l'état brut.
- ✚ Les micrographies des échantillons vieillis pendant 12 heures, 24 heures et 72 heures montrent que la taille des grains augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement et aussi une distribution aléatoire des précipités au joint de grains et à l'intérieur des grains.
- ✚ La microstructure MEB de l'échantillon vieilli pendant 72 heures et l'analyse EDS des précipités montrent que les précipités allongés sont formés essentiellement par les éléments : Al, Mg et Si et les précipités globulaires sont formés essentiellement par les éléments : Mg et Si.
- ✚ Après l'essai de la microdureté, l'alliage présente une bonne dureté à l'état de réception et cette valeur diminue après la trempe et reste stable pour les différents temps de vieillissement ; ce qui nous informe que l'alliage AA5754 est un alliage de durcissement par écrouissage et que le traitement thermique n'influe pas sur le degré de la microdureté.
- ✚ Le potentiel de corrosion révèle une augmentation importante de la densité de courant due à l'existence de la phase intermétallique Al_3Mg_2 .
- ✚ A l'état trempé ; l'absence du domaine de passivation et l'apparition des pics juste après la branche anodique est due à l'activation des sites cathodiques (précipités intermétalliques).
- ✚ Les valeurs de la vitesse de corrosion calculées montrent que l'état trempé possède la meilleure résistance à la corrosion.

Conclusion générale

- ✚ La morphologie de la surface après le test de polarisation nous informons que le mode de corrosion est la corrosion par piqure dont la taille de ces piqûres augmente par l'augmentation du temps de vieillissement.
- ✚ Nous avons remarqué la formation d'un produit de corrosion l'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ formé sur la surface des échantillons après le test de polarisation.
- ✚ Après le test d'immersion de l'alliage AA5754 une micrographie poreuse avec la présence des micro-piqûres de corrosion à des densités différentes d'où est élevé dans le cas de vieillissement 72 heures, cela est due à la concentration forte des précipités Al_3Mg_2 , l'hétérogénéité de la morphologie de ces piqûres résulte de fait que l'amorçage n'est pas démarrer en même temps.

Références bibliographiques

- [1] Y. Aouabdia ; « *Etudes de la décomposition et de la précipitation dans des toles des alliages Al-Mg-Si* ». Thèse de doctorat, université Mentouri Constantine-Algerie.
- [2] M. IFIRES ; « Etude du comportement électrochimique de l'alliage AA6061 dans le milieu NaCl en présence d'inhibiteur de corrosion ». Mémoire de magister, université Saad Dahleb Blida –Algerie (2012).
- [3] Michle colombié et coll « Matériaux métallique » 2eme ed; Dunod; P 348
- [4] CH. BOUREMEL; « Etude du Joint soudé d'un Alliage d'Aluminium ». Thèse de doctorat université Mohamed Khider-Biskra Algerie (2015).
- [5] I. HAMDI; « Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000) ». Thèse de doctorat, université Mohamed Khider-Biskra Algerie (2014).
- [6] R. DEVELAY, Technique d'ingénieur, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, M1290.
- [7] A.DEBIH ; « Contribution à l'Etude de la Fatigue des Alliages Légers ». Thèse de doctorat Université Farhat Abbas-Setif-1 Algerie (2018).
- [8] R. DEVELAY, Technique d'ingénieur, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés, M440.
- [9] F. Z. LEMMADI; « Caractérisations des alliages à base d'aluminium et étude de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et la taille des grains ». Thèse de doctorat, université Mohamed Khider-Biskra Algerie (2014).
- [10] Michel Colombié et coll, « Matériaux métallique » 2eme ed; Dunod ; P 371.
- [11] 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 Algérie (2011).
- [12] 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 Algérie (2015).

- [13] C. E .RAMOUL; « *Elaboration et caractérisation électrochimique des alliages d'aluminium de fonderie (solution aqueuse à 3.2%NaCl)* ». Mémoire de magister, Université Badji Mokhtar Annaba-Algerie (2013).
- [14] M. L. DE BONFILS, « Endommagement en corrosion intergranulaire de l'alliage d'aluminium 2024: mécanismes et cinétiques de propagation ». Thèse de doctorat; Université de Toulouse-France (2017).
- [15] S. TIERCE « Etude de la corrosion des alliages d'aluminium brases constituant les échangeurs thermiques utilisés dans les véhicules automobiles ». Thèse de doctorat ; Université de Toulouse-France (2006).
- [16] M. REBOUL, Corrosion des alliages d'aluminium, Technique d'ingénieur corrosion d'aluminium, COR325.
- [17] Starink, M. & Zahra, A.-M. Low-temperature decomposition of Al-Mg alloys: Guinier-Preston zones and L12 ordered precipitates. *Philos. Mag.* A76, 701–714 (1997).
- [18] Yassar, R. S., Field, D. P. & Weiland, H. The effect of predeformation on the β'' and β' precipitates and the role of Q' phase in an Al–Mg–Si alloy; AA6022. *Scr. Mater.* 53, (2005). pp 299–303.
- [19] S. Khireche, D. Boughrara, A. Kadri, L. Hamadou, N. Benbrahim: *Corrosion Science*, Vol. 87,2014, pp.504–516.
- [20] H. Ezuber et al, *Materials and Design* 29 (2008), pp 801-805.