



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences de la Matière

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière  
Filière de Physique  
Spécialité Physique des Matériaux  
Réf. : Entrez la référence du document

---

Présenté et soutenu par :  
**Rehoul Nacira**      **Hammoudi Farida**

Le : .../06/2021

## **Etude de la recristallisation dans un alliage d'aluminium-magnésium**

---

### **Jury :**

M.BELAMRI DJAMEL      M.C. «A » Université Med Khider- Biskra      Président  
Mme.ZERMANE SAMIRA      M.C. « B » Université Med Khider- Biskra      Rapporteur  
M.OUHABAB NOUREDDINE      M.A.« A » Université Med Khider-Biskra      Examineur

Année universitaire : 2020-2021

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*Mes très chers parents*

*Yacin. B*

*À mes frères et sœurs*

*À toute ma famille*

*À tous mes amis sans exception.*

*À tous MERCI*

*Rehouf Nacira*

# Dédicace

*À qui je dois la vie, mon père, Miloud Hammoudi, que  
Dieu ait pitié de lui, qui a été pour moi le meilleur soutien et  
aide*

*Et à ma mère « Mabroukah », la lumière de mon cœur,  
que Dieu prolonge sa vie*

*À mes frères et sœurs*

*À toute ma famille*

*À tous mes amis*

*Hammoudi Farida*

# Remerciements

*Nous remercions tout d'abord « Allah », notre créateur pour nous avoir donné la force pour accomplir ce travail.*

*Comme je tiens à remercier mon encadreur **zermane samira** Docteur à l'Université de Biskra pour m'avoir proposé le thème et dirigé mon travail, pour ses compétences scientifiques, sa rigueur et son soutien.*

*Mon remerciement s'adresse également, au membre des jurys qui ont acceptés de juger ce travail.*

*Je remercie également l'ensemble des professeurs du département de Science de la matière de l'Université Mohamed Khider Biskra.*

*Mes vifs remerciements vont aux membres de laboratoire d'analyse des rayons X et laboratoire de physique et de mécanique à l'université de Biskra, particulièrement Monsieur Ibrahim GUASMI et Monsieur ABD ALATIF et Madame Saïda SGHIROU, Madame HANAN, pour leurs apports lors de la réalisation des essais expérimentales (DRX, MO,MEB, et les mesures de la microdureté)*

*Je remercie également l'ensemble des professeurs du département de Génie Mécanique de l'Université Mohamed Khider Biskra.*

*Je remercie chaleureusement ma famille plus particulièrement mes parents, mes soeurs, mes frères qui m'ont toujours aidé et encouragé. Finalement je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# SOMMAIRE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

Abréviation symbole

Introduction générale..... 1

## Chapitre I: Etude bibliographique

I.1.Généralités sur l'aluminium .....	4
I.1.1.Historique.....	4
I.1.2.l'aluminium .....	4
I.1.3. Propriétés de l'aluminium pur .....	4
I.2. Généralité sur les alliages d'aluminium .....	5
I.2.1. Mise en forme des alliages d'aluminium .....	5
I.3.Classification des alliages d'aluminium .....	5
I.3.1. Désignation des alliages de fonderie .....	6
I.3.2 .Désignation des alliages corroyés .....	7
I.4.Utilisation d'aluminium et de ses alliages.....	7
I .5. Alliages aluminium-magnésium .....	7
I.6. Traitements thermiques des alliages d'aluminium .....	8
I.6.1. Définition .....	8
I.6.2.Types de traitements thermiques des alliages d'aluminium .....	9
I.6.2.a .Les traitements d'homogénéisation .....	9
I.6.2.b. Les traitements d'adoucissement .....	9
I.6.2.c. Traitement de trempe structurale .....	10
I.7. Déformation plastique des métaux .....	10
I.7.1. Généralités.....	10
I.7.2. Types de déformation.....	10
I.7.2.a. Déformation élastique .....	10
I.7.2.b. Déformation plastique.....	11
I.7.3. Mécanismes de la déformation plastique .....	11
I.8. Etapes de restauration et de recristallisation.....	13

I.8.1 Généralités.....	13
I.8.2.Restauration.....	14
I.8.3.Recrystallisation.....	15
I.8.3.a.Germination.....	16
I.8.3.b.Croissance.....	16
I.8.4.Loix de la recristallisation.....	17

## **Chapitre II: Matériau et Techniques expérimentales**

II.1.Introduction.....	19
II.2.Matériaux étudiés.....	19
II.2.1.Traitements thermiques.....	19
II.2.2.Déformation par compression.....	20
II.3.Préparation des échantillons.....	21
II.3.1.Polissage.....	21
II.3.2.Attaque chimique.....	22
II.4.Techniques de caractérisation structurale.....	22
II.4.1. Microscope optique.....	22
II.4.2. Diffraction des rayons x (DRX).....	23
II.4.3. La microdureté Vickers (Hv).....	25
II.4.4. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	27
II.4.4.a. Principe de fonctionnement du MEB.....	28
II.4.5. Calcul du paramètre de maille.....	29
II.4.6. Calcul de la taille des grains par la méthode planimétrique de Jefferie.....	29

## **Chapitre III: Résultats et discussion**

III.1. Introduction.....	32
III.2. Caractérisation métallographique.....	32
III.2.1. Caractérisation microscopique.....	32
III.2.2. Analyse par diffraction des rayons X.....	34
III.2.3. Mesures de la micro dureté de Vickers.....	39
Conclusion générale.....	42
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	44

**LISTE DES FIGURES**

<b>FIGURE I.1</b>	Maille élémentaire de l'aluminium	4
<b>FIGURE I.2</b>	DIAGRAMME D'EQUILIBRE ALUMINIUM–MAGNESIUM	7
<b>FIGURE I.3</b>	Le processus de recristallisation	10
<b>FIGURE I.4</b>	Représentation schématique d'une macle mécanique	12
<b>FIGURE I.5</b>	Représentation schématique de : a) état déformé, b) état restauré, c) état Partiellement recristallisé, d) état complètement recristallisé, e) croissance normale des grains et f) croissance anormale des grains	14
<b>FIGURE I.6</b>	Diférentes étapes de restauration d'un matériau déformé	15
<b>FIGURE I.7</b>	Schéma de la recristallisation	16
<b>Figure II.1</b>	Four programmable pour traitement thermique	20
<b>Figure II.2</b>	Machine utilisée pour la compression des échantillons type UNIVERSEL POUR LES ESSAIS MECANIQUES (Laboratoire de Génie Mécanique, univ -Biskra).	21
<b>Figure II.3</b>	Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260 (Laboratoire de physique, univ - Biskra)	22
<b>Figure II.4</b>	Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P310 (Laboratoire Génie Mécanique, univ -Biskra).	22
<b>Figure II.5</b>	Microscope optique de type UNITRON <sup>TM</sup>	23
<b>Figure II.6</b>	Observation des microstructures au microscope optique à réflexion d'une surface polie et attaquée chimiquement	23
<b>Figure II.7</b>	Famille de plans cristallins en condition de Bragg	24
<b>Figure II.8</b>	Diffraction des rayons X (DRX) (Laboratoire de Physique des Couches Minces et Applications univ-Biskra).	25
<b>Figure II.9</b>	Principe de la mesure de microdureté Vickers	25
<b>Figure II.10</b>	Microduremètre de type Indentec Zwick/Roell	27
<b>Figure II.11</b>	Microscope Electronique à Balayage (Laboratoire de Physique des Couches Minces et Application Univ-Biskra)	28
<b>Figure II.12</b>	Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau	29

	d'électrons et la surface d'un échantillon.	
<b>Figure II.13</b>	Micrographie d'une structure d'un polycristal (Grossissement mX)	30
<b>Figure III.1</b>	Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%)	32
<b>Figure III.2</b>	Image MEB de la microstructure de l'alliage Al-5%mass. Mg , après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%).	33
<b>Figure III.3</b>	Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (b) et 17 heures (b'), trempé à l'eau glacée, déformé suivie d'un recuit à 250°C pendant 30 minutes.	33
<b>Figure III.4</b>	Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (c)et17 heures (c'), trempé à l'eau glacé, déformé suivie d'un recuit à 300 °C pendant 30 minutes.	34
<b>Figure III.5</b>	Diffraction des RX de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%).	35
<b>Figure III.6</b>	Diffraction des RX de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures plus trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 300°C pendant 30 minutes (c) et homogénéisation de 430°C pendant 17 heures plus trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b').	37
<b>Figure III.7</b>	Variations des emplacements des pics de diffraction des rayons X suivant les traitements de vieillissement de l'alliage Al-5% mass. Mg.	38



une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') plus trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').

**Figure III.8** Comparaison entre la variation de la microdureté pour alliages Al- 5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') plus trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c'). 39

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau I.1</b>	Désignation des alliages d'aluminium selon l'Aluminium Association.	6
<b>Tableau I.2</b>	Les systèmes de maillage pour différentes structures	12
<b>Tableau II.1</b>	Composition chimique de l'alliage « Al-5% mass. Mg ».	19
<b>Tableau III.1</b>	Positions ( $2\theta$ ) des plans de diffraction de la matrice Al-5 % mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') plus trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c')	38
<b>Tableau III.2</b>	Paramètre de maille (alliage Al-5% mass. Mg)	38
<b>Tableau III.3</b>	Résultats de la microdureté alliages Al- 5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').	40

## Abréviation symbole

Symbol	Désignation	Unité
Al	Aluminium	-
Mg	Magnésium	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Oxyde d'aluminium	-
CFC	Cubique face centrée	-
°C	degré Celsius	-
$\rho$	résistivité électrique	$\mu\Omega$ cm
n	coefficient d'érouissage	
$\alpha$	La phase de solution solide sursaturée	-
Zones GP	Zones de Guinier et Preston	-
$\beta''$ , $\beta'$	des phases de transition métastables	-
$\beta$	la phase d'équilibre	-
hkl	Indices de Miller	-
a	Paramètre de maille	[Å°]
$\epsilon\%$	les taux des déformations	%
<i>Hv</i>	La microdureté <i>Vickers</i>	[MPa]
$\lambda$	longueur d'onde du faisceau de rayons X	[Å°]
d	distance de deux plans réticulaires	[Å°]
$\theta$	l'angle d'incidence des rayons X	[°]
MO	Microscopie optique	-
DRX	Diffractomètre des rayons X	-
MEB	Microscopie électronique à balayage	-

# *Introduction générale*

## Introduction générale

Les alliages d'aluminium jouent un rôle important dans l'industrie, ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Ces alliages sont plus utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique du fait de leur bon compromis densité et propriétés mécaniques (une faible densité d'aluminium et de très bonnes propriétés mécaniques) [1].

Il est à noter qu'il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui diffèrent par leurs éléments d'addition. Nous avons concentrés dans ce travail sur les alliages «aluminium-magnésium» (série 5000), qui ont des propriétés mécaniques intéressantes. Ces alliages ont des propriétés thermodynamiques remarquables. La déformation par compression entraîne une importante densité des dislocations dans le matériau, cette déformation produit des changements des propriétés mécaniques. Donc il est important de faire un traitement thermique (traitement de recristallisation) qui réforme le système mécanique et chimique de l'alliage.

L'objectif de ce travail est d'étudier la recristallisation dans d'un alliage «Al-5% mass. Ma», nous avons réalisé des traitements d'homogénéisation à 430°C pendant deux temps différents, suivis d'une trempe avant la déformation par compression. Puis on a procédé des recuits à deux températures afin de créer le phénomène de recristallisation dans cet alliage.

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

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

- Le premier chapitre s'intéresse à des notions générales sur les alliages d'aluminium et leurs domaines d'application, le traitement thermique spécifique appliqué à cet alliage, et la déformation ainsi que le phénomène de la restauration et de la recristallisation.
- Le deuxième chapitre présente le matériau étudié, les différentes étapes de préparation de la surface des échantillons, et les techniques expérimentales de caractérisation qui ont été utilisées.

- Le troisième et dernier chapitre comporte les résultats expérimentaux avec leurs discussions et interprétations.

En fin le travail est clôturé par une conclusion générale.

# **Chapitre I**

## ***Etude bibliographique***

## I.1. Généralités sur l'aluminium

### I.1.1. Historique

La première apparition de l'aluminium était 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte –Claire sous la forme de lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique .En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charls Martin Hall (USA) [2].

### I.1.2. l'aluminium

L'aluminium est un élément chimique de symbole **Al** et de numéro atomique 13. Il est extrait de la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Il peut également être extrait d'autres minéraux : néphéline, leucite, sillimanite, andalousite, muscovite. Il cristallise dans le réseau **C.F.C** (figure I.1), et son paramètre de maille  $a$  est de 0,404 nm comme indiqué dans la figure (I.1).

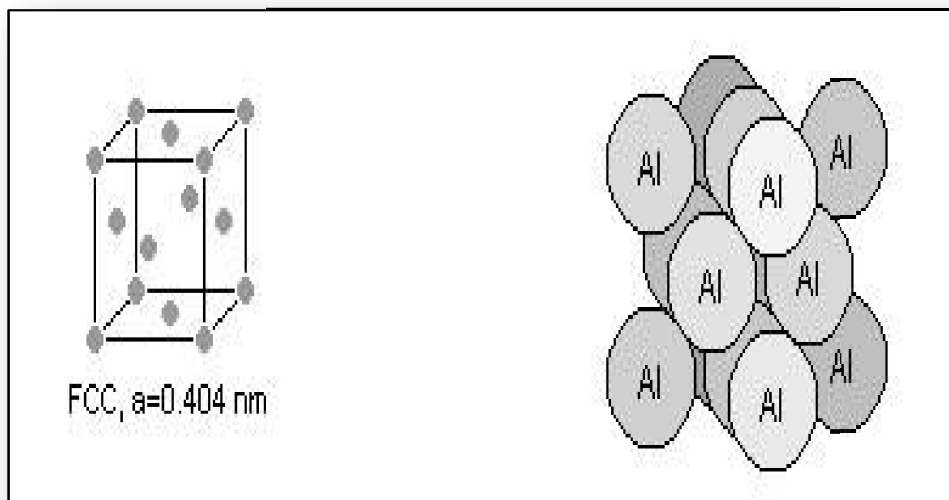


Figure I.1 : Maille élémentaire de l'aluminium [3].

### I.1.3. Propriétés de l'aluminium pur :

- paramètre de maille : 0.405 nm à 298 K ;
- masse volumique à 25°C : 2698.7 kg/m<sup>3</sup> ;
- point de fusion : 660°C ;



- coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300 °C :  $2.55 \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$  ;
- retrait volumique : 5.6% en cours de solidification ;
- capacité thermique massique à 20 °C :  $c = 950 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  ;
- conductivité thermique à 20 °C :  $\lambda = 217.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  ;
- résistivité électrique à 20 °C :  $\rho = 2.63 \mu\Omega \text{ cm}$  [4].

## I.2. Généralité sur les alliages d'aluminium

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

Dans ses principales applications, l'aluminium est utilisé sous forme d'alliages, l'ajout des éléments d'additions augmente sa résistance mécanique, mais souvent en détriment d'autres propriétés. Pour trouver le meilleur compromis entre les propriétés pur usage donné les métallurgistes n'agissent pas uniquement sur la composition de l'alliage, mais aussi sur les traitements thermiques ou thermomécaniques auxquels le matériau est soumis lors de sa mise en forme et son utilisation [5].

Les éléments d'alliages les plus courants sont le Magnésium, le Silicium, le Cuivre, le Manganèse et Zinc, seuls ou en combinaison, les teneurs sont en général de l'ordre de quelques pourcents [6].

### I.2.1. Mise en forme des alliages d'aluminium

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

Le chaudronnage et le repoussage est aisé. Un point particulier est le filage à chaud qui est très approprié : pour la série 5000 (Al-Mg) plusieurs dizaines de mètres par seconde peuvent être atteints en sortie de filière [7].

### I.3. Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium se classent en deux grandes familles : les alliages corroyés et les alliages de fonderie. Les alliages corroyés sont mis en forme mécaniquement par des procédés tels que le laminage, l'extrusion, le forgeage, l'étirage ou le tréfilage. Les alliages de fonderie sont quant à eux coulés par différents procédés comme le moulage sous

pression, le moule permanent, le moule au sable à vert, le moule au sable lié chimiquement, la cire perdue, le moule au plâtre, par coulée centrifuge, le moule sous vide ou à basse pression. On différencie ces deux types d'alliages par leur désignation donnée par l'Aluminium Association (tableau I.1).

**Tableau I.1** : Désignation des alliages d'aluminium selon l'Aluminium Association.

Alliages de fonderie		Alliages corroyés	
Série	Alliage	Série	Alliage
100.0	Al commercialement pur	1000.0	Al > 99%
200.0	Al- Cu	2000.0	Al-Cu et Al- Cu-Mg
300.0	Al-Si-Mg et Al- Si-Cu	3000.0	Al-Mn
400.0	Al-Si	4000.0	Al-Si
500.0	Al-Mg	5000.0	Al-Mg
700.0	Al-Zn	6000.0	Al-Mg-Si
800.0	Al-Sn	7000.01	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu
900.0	Al et autres éléments	8000.0	Al et autres éléments

### I.3.1. Désignation des alliages de fonderie

Les alliages de fonderie n'ont pas encore adopté un système de désignation numérique internationale. Chaque pays utilise sa norme de désignation nationale. Les alliages de fonderie ont selon la désignation américaine, un système à trois chiffres. Le premier chiffre permet d'identifier l'élément chimique ajouté à l'alliage. Les deux derniers chiffres représentent le numéro de l'alliage de la série excepté pour l'alliage 1XX.X où les deux derniers chiffres représentent, comme dans l'alliage corroyé, le centième pourcent de pureté de l'alliage (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.

### I.3.2. Désignation des alliages corroyés

Les alliages corroyés ont un code à quatre chiffres. Le premier chiffre permet d'identifier l'élément chimique ajouté à l'alliage. Le deuxième chiffre permet d'identifier la version de l'alliage (première modification). Les deux derniers chiffres indiquent le numéro de l'alliage excepté pour l'alliage 1XXX où les deux derniers chiffres représentent les centièmes de pourcent de la pureté de l'aluminium (ex : 1050 est un alliage avec 99,50% d'aluminium) [8].

### I.4. Utilisation d'aluminium et de ses alliages

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines que ce soit industriel ou dans l'usage quotidien : construction aéronautique ,automobile ,ferroviaire et navale(superstructures et équipements ), dans le bâtiments (toitures ,façade ,aménagement intérieur) ,dans l'industrie électrique (câble et appareillage) pour la fabrication des appareils ménagers , emballage , la décoration.

L'aluminium est peu utilisé à l'état brut sauf miroiterie du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 Kg/mm<sup>2</sup>), d'où son utilisation sous forme d'alliages. En effet l'addition contrôlé des éléments d'alliages tels que, le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc et le cobalt améliore les propriétés mécaniques [9].

### I.5. Alliages aluminium-magnésium

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

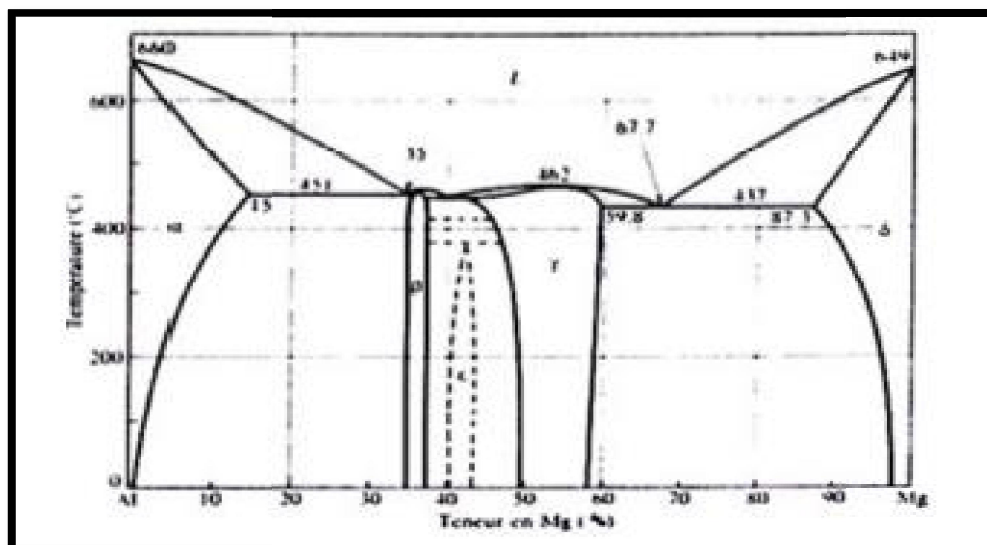


Figure I.2: Diagramme d'équilibre Aluminium –Magnésium [10].

Le diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium est représenté sur la figure(I.2), ou on peut constater que la solubilité du Magnésium dans la phase mère  $\alpha$  est environs de 17% en mass à une température de 450 °C, cette concentration diminue avec l'abaissement de la température pour atteindre la valeur de 1.4% à la température ambiante, la séquence de formation de la seconde phase se produit comme suivant:

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

$\alpha$ : est la solution solide sursaturée.

$\beta''$ ,  $\beta'$ : sont des phases de transition métastable.

$\beta$ : est la phase d'équilibre [11].

Les zones GP sont des zones cohérentes avec la matrice et conservent la structure cristalline, se produisent à la température ambiante. Certains auteurs estiment qu'il faut qu'au moins 5% en atomes de magnésium soient dissous dans la matrice Al-Mg [12]. Pour des durées de vieillissement assez longues, les zones GP se transforment en particules sphériques  $\beta''$  cohérentes de composition  $\text{Al}_3\text{Mg}$  ayant une structure de type L12 [13]. En outre, une élévation de la température jusqu'aux environs de 100 °C [14], conduit à dissolution des zones GP et des particules  $\beta''$ , permettant ainsi la formation de la phase intermédiaire également métastable  $\beta'$  semi cohérente, de composition  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  et de structure hexagonale.

Les précipités de la phase  $\beta'$  se forment par germination et croissance sur les hétérogénéités structurales de la matrice. La croissance des particules  $\beta'$  mène à une perte totale de la cohérence et par suite à la formation de la phase stable  $\beta$  de même composition que la phase  $\beta'$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) et de structure cubique à face centrée [15].

## I.6. Traitements thermiques des alliages d'aluminium

### I.6.1. Définition

Les traitements thermiques des métaux sont des opérations de chauffage suivi de refroidissement qui ont pour but de donner à une pièce métallique les propriétés les plus convenables pour son emploi ou sa mise en forme. Ils permettent d'améliorer dans une large mesure les caractéristiques mécaniques d'un métal de composition déterminée, les buts principalement recherchés étant l'augmentation de la limite élastique et la diminution de la fragilité [16].

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques des matériaux [17].

## I.6.2. Types de traitements thermiques des alliages d'aluminium

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

### I.6.2.a. Les traitements d'homogénéisation

Ce sont des traitements comportent un chauffage à des températures relativement élevées appliqués à certains produits de fonderie ou corroyés, et destinés plus souvent pour faciliter la transformation à chaud au à froid (filage, forgeage, laminage...etc.). Ils consistent en général en maintiens de 6h à 48h à des températures allant de 450°C à 610°C, qui ont pour but dissoudre les phases métalliques et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide [18].

### I.6.2.b. Les traitements d'adoucissement

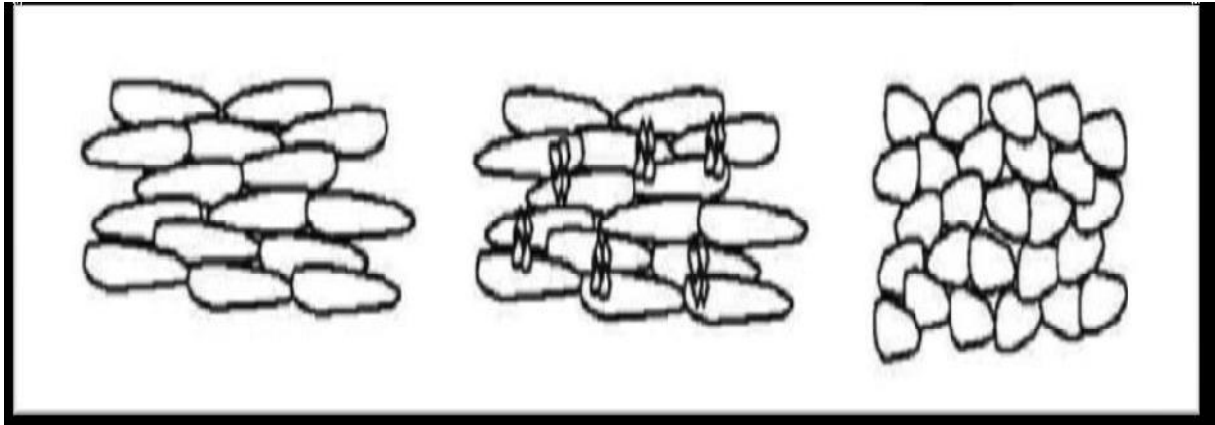
Ces traitements ont parfois pour but d'abaisser les caractéristiques mécaniques et plus souvent de redonner de la ductilité au métal en éliminant des dislocations apparues soit au cours d'une trempe martensitique, soit au cours d'une opération d'écrouissage à froid. Ils opèrent soit par restauration de la structure, soit par recristallisation, soit par grossissement de grain, soit par transformation de phase [19].

#### ❖ Le traitement de restauration

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

#### ❖ Le traitement de recristallisation

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



**Figure I.3** : *Le processus de recristallisation* [20].

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

### **I .6.2.c. Traitement de trempe structurale :**

❖ **Principe** : Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend

- 1- Une mise en solution solide suivie d'un :
- 2- refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la Solution solide existant à des températures plus élevées.
- 3- d'un traitement de revenu ultérieur à l'ambiante (maturation) ou à une température Supérieure qui conduit à un durcissement de l'alliage [21].

## **I.7. Déformation plastique des métaux**

### **I.7.1. Généralités**

La déformation c'est la modification des dimensions et la forme d'une substance sous l'action des forces appliquées.

La déformation est provoquée par l'application des forces extérieures ou par des processus physiques et mécaniques variés, dont le corps est le siège (par exemple, modification du volume des cristaux isolés sous l'effet de transformation de phase ou du gradient thermique) [22].

### **I.7.2. Types de déformation**

#### **I.7.2.a. Déformation élastique**

La déformation élastique ne provoque pas de modification permanente perceptible de structure et de propriétés du métal, la charge appliquée ne produit qu'un

déplacement relatif et parfaitement réversible des atomes ou le pivotement des blocs de cristal.

En traction d'un monocristal, les atomes s'éloignent l'un de l'autre, et en compression, ils se rapprochent. Un tel écart à partir d'un état d'équilibre compromet le bilan des forces d'attraction et de répulsion électrostatique. C'est pourquoi après la suppression de la charge, les forces d'attraction et de répulsion remettent les atomes déplacés à l'état d'équilibre de départ et les cristaux reprennent leur forme et leurs dimensions initiales.

### **I.7.2.b. Déformation plastique**

La déformation plastique des corps cristallins peut se produire grâce aux mouvements de défauts (lacunes et dislocations).

Ces perturbations unidimensionnelles de l'arrangement des atomes permettent le glissement de plans cristallins. Un tel déplacement n'implique en effet à chaque étape que peu de liaisons interatomiques et nécessite donc moins d'effort qu'un glissement instantané et rigide d'une moitié du cristal sur l'autre [23].

Lorsque les contraintes tangentielles dépassent une certaine valeur (limite d'élasticité), la déformation devient irréversible.

Dans les cristaux, la déformation plastique peut se produire par glissement ou maclage. Le glissement des parties isolées d'un cristal l'une par rapport l'autre se produit sous l'effet des contraintes tangentielles, lorsque ces contraintes atteignent une valeur critique déterminée [24].

### **I.7.3. Mécanismes de la déformation plastique**

Lorsqu'un matériau poly cristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis ou par un maclage mécanique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend du matériau et les conditions expérimentales de la déformation.

- **Déformation par glissement**

Le glissement des dislocations est en général caractérisé par un plan  $\{hkl\}$  et une direction contenue dans ce plan donnant la direction du vecteur de Burgers (c'est-à-dire la plus petite période du réseau). Plusieurs systèmes de glissement sont généralement observés.

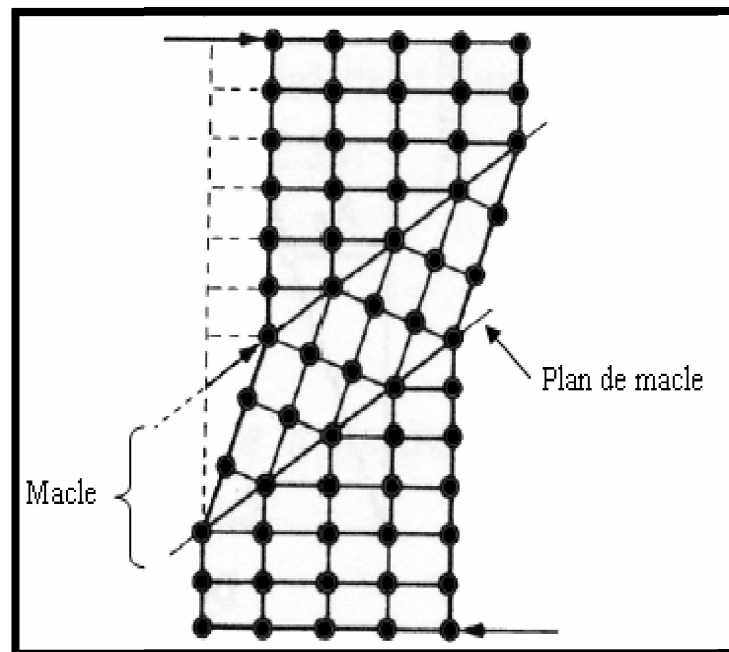
Les systèmes activés traduisent la plupart du temps un glissement dans les plans

cristallographiques simples pour lesquels le frottement du réseau est faible (ce qui correspond généralement aux plans de plus grande compacité) et dans les directions également simples (directions denses) [25].

- **Déformation par maclage**

Le maclage est l'opération qui amène une partie du cristal à être cisailée entre deux plans (qui vont former les interfaces avec la partie non déformée (Figure I.4) [26]. Lors de la déformation par maclage les atomes subissent donc une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage (tableau I.2) telle que le réseau maclé soit symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle.

Dans les cristaux cubiques, qui possèdent de nombreux systèmes de glissement pour répondre à la sollicitation mécanique, le maclage apparaît comme un mode de déformation complémentaire du glissement, il est fréquent dans les métaux CC (Fe- $\alpha$  à température inférieure à la température ordinaire); dans les métaux CFC, il est favorisé par les basses températures ou de fortes vitesses de déformation, ainsi que par une faible énergie de défauts d'empilement.



**Figure I.4:** Représentation schématique d'une macle mécanique [27].



**Tableau I.2 :** Les systèmes de maillage pour différentes structures.

Structure	Direction de maclé	Plan de maclé
CFC	$\langle 112 \rangle$	$\{111\}$
CC	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	$\{112\}$
HC	$\langle 10\bar{1} \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$

On doit noter que la déformation par glissement conserve l'orientation du cristal, par contre la déformation par maillage change l'orientation ce qui explique que ce mode de déformation produise des textures de déformation extrêmement maquées.

## I.8. Etapes de restauration et de recristallisation

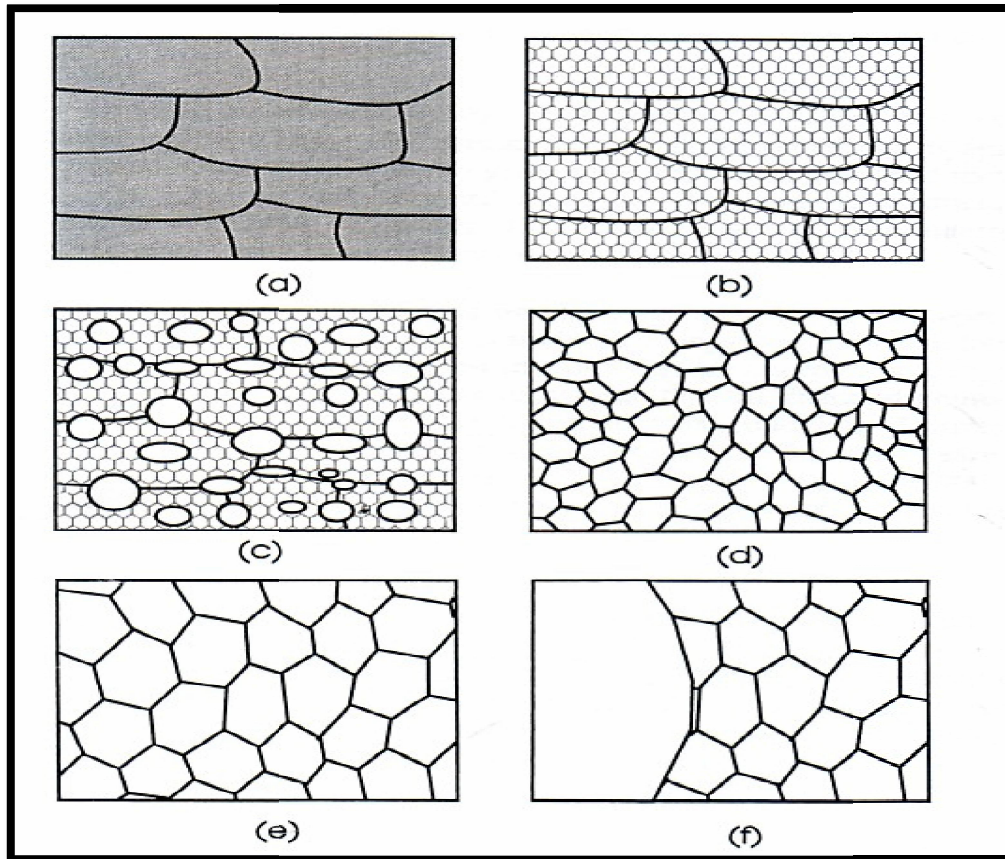
### I.8.1. Généralités

L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de nombreux défauts cristallins. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation.

Comme son nom l'indique la recristallisation se traduit par la formation de nouveaux grains aux dépens de la structure écrouie (Figure I.5.c), alors la restauration permet un adoucissement du matériau par le réarrangement et l'annihilation partiellement des défauts cristallins (Figure I.5.b).

On distingue encore :

- La croissance normale des grains, (recristallisation primaire) lorsque tout le métal écroui a été consommé, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains (Figure I.5.e).



**Figure I.5:** Représentation schématique de : a) état déformé, b) état restauré, c) état partiellement recristallisé, d) état complètement recristallisé, e) croissance normale des grains et f) croissance anormale des grains [28].

dimension moyenne des grains (Figure I.5.e).

La croissance anormale, ou recristallisation secondaire, au cours de laquelle un petit nombre de grains croissent aux dépens des autres (déjà recristallisés) (Figure I.5.f). On doit noter que les phénomènes de restauration et recristallisation sont statiques lorsqu'ils se produisent durant le recuit d'un matériau déformé. Si la déformation a lieu à une température suffisamment élevée, les processus de restauration opèrent simultanément à la déformation et sont appelés restauration dynamique et recristallisation dynamique.

### I.8.2. Restauration

La restauration est définie comme étant un processus thermique, qui se produit dans le matériau déformé, sans migration des joints à grand angle. Au cours de cette étape, on n'a pas de création de nouveaux grains, mais seulement une réduction du nombre de défauts atomique, lacunes et dislocations et réarrangements de ceux-ci en nouvelles

configurations plus stables. La restauration permet un rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques du matériau écroui [29].

La restauration se déroule en plusieurs étapes (Figure I.6). Dans un premier temps les dislocations se regroupent et se condensent dans les parois délimitant des cellules dans lesquelles la densité de dislocations est plus faible. Dans un second temps, il y a réduction du nombre de dislocations de signes opposés dans les parois par annihilation et réorganisation de ces dislocations en réseaux bidimensionnels formant des sous joints, c'est l'étape de polygonisation. Enfin certains de ces sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain.

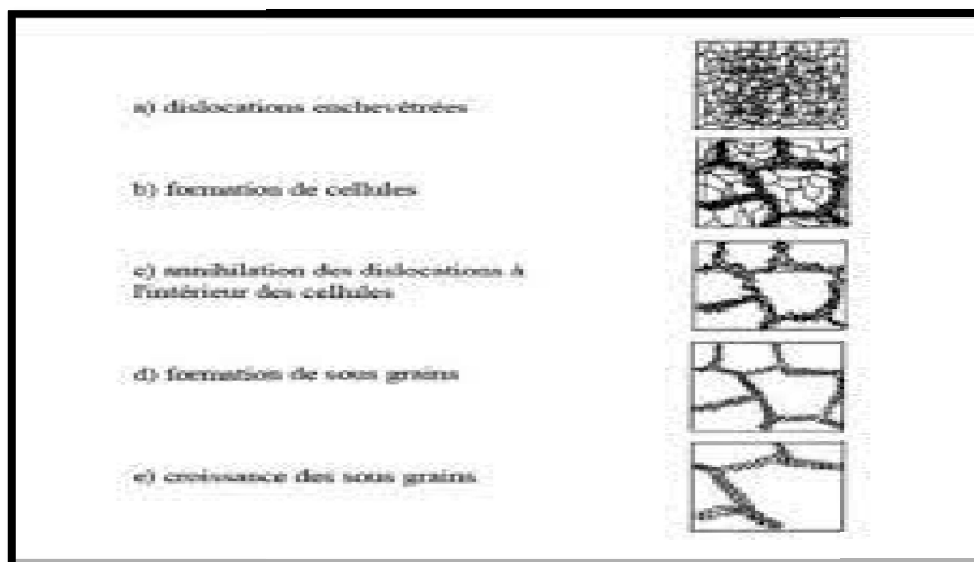


Figure I.6 : Différentes étapes de restauration d'un matériau déformé [30].

### I.8.3.Recrystallisation

La recristallisation se caractérise par le développement de nouveaux grains, très pauvres en dislocations, aux dépens des grains écrouis. L'énergie motrice de cette transformation structurale est l'énergie d'érouissage.

La recristallisation est habituellement divisée en deux stades: la germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie.

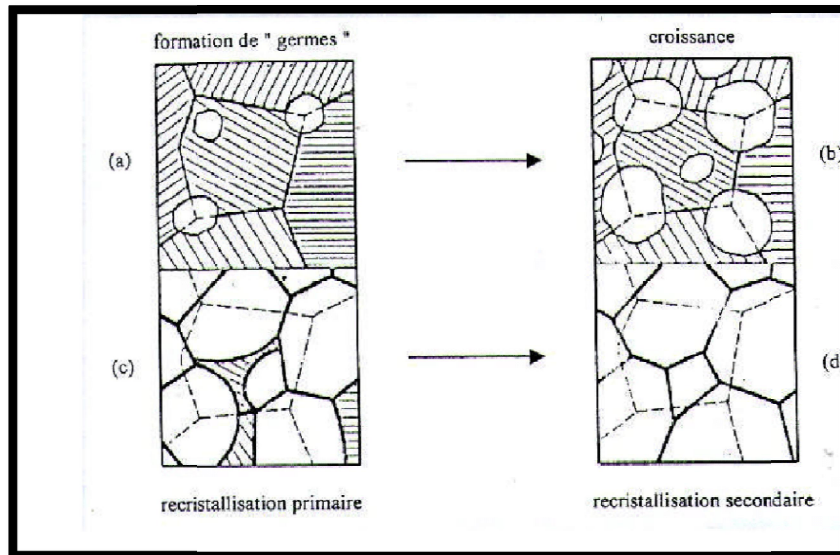


Figure I.7 : Schéma de la recristallisation [31].

**I.8.3.a. Germination**

Les premier germes apparaissent préférentiellement dans les régions de forte déformation, tels que les croisements de bandes de glissement ou de bandes de déformation, les joints de grains, les inclusions, etc. Plusieurs modèles ont été proposés pour expliquer l'apparition des germes au sein de la structure déformée. Actuellement, on n'admet que les mécanismes basés sur l'existence de germes de forte désorientation au sein même de la matrice déformée sont les plus probables; de multiples observations expérimentales viennent confirmer cette hypothèse. Les germes qui auront atteint une taille critique vont se développer au sein du réseau hors d'équilibre avec une cinétique contrôlée par ma migration des joints de grains [32].

**I.8 .3.b. Croissance :**

Les germes étant formés, le processus de recristallisation se poursuit par une migration des joints au travers de la matrice déformée, induite par l'énergie libre volumique (balayée lors du déplacement du joint) et l'énergie de joint de grains. La vitesse V d'un joint de grains lors de l'étape de croissance est donnée par l'équation :

$$V = M.P \dots\dots\dots (I.1)$$

Où **M** représente la mobilité du joint de grains et **P** la pression exercée sur le joint. La majeure partie de la force motrice dérive des interactions entre les joints de grains et les dislocations incorporées dans le joint, puis détruites. Les impuretés peuvent affecter la

mobilité des joints de grains, apportant au niveau atomique un désordre non-favorable [33].

#### **I.8.4. Lois de la recristallisation**

Les lois de recristallisation peuvent être résumées comme suit [34] :

- a) La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique.
- b) Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée : la température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné.
- c) La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation).
- d) La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente ou lorsque la température de recuit décroît.
- e) Plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- f) Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- g) A une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croit et passe par un maximum : d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation, qui commencent par une "période d'incubation".
- h) La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

# **Chapitre II**

*Matériau et Techniques expérimentales*

## II.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'alliage d'aluminium-magnésium utilisés dans cette étude, de plus nous montrons le protocole de travail qui a été réalisé.

On a également décrit les techniques d'analyse utilisée pour la caractérisation des échantillons telle que le microscope optique et le diffractomètre des rayons X, microdureté et La microscopie électronique à balayage (MEB).

## II.2. Matériaux étudiés

Le matériau utilisé dans cette étude est un alliage d'aluminium-5% magnésium (**série 5000**) (de corroyage sous forme d'une Tôle) provenant de l'industrie de *SONACOM* d'Ain Smara, Constantine. Sa composition chimique est également présentée sur le tableau II.1.

**Tableau II.1** : Composition chimique de l'alliage « Al-5% mass. Mg ».

Elément	Al	Mg	Fe	Mn	Ca	Si	Zn	Cu	autre
mass %	89.97	4.95	1.56	0.4	0.08	2.64	0.04	0.07	0.29

### II.2.1. Traitements thermiques

Le traitement thermiques a été réalisé dans un four à résistance électrique de type «**NABERTHERM**» à température maximale 1100°C (figure II.1) ce traitement thermique est comme suivant:

- Homogénéisation à 430°C pendant deux temps différents (2 et 17 heures) duquel d'avoir une solution homogène. Cette température est choisie à partir du diagramme d'équilibre du système Al-Mg.

Suivie d'une trempe à l'eau glacée, où on obtient une solution solide sursaturée la température ambiante (solution solide avec une forte densité des lacunes).

- Après avoir déformé ces échantillons, nous avons réalisé des recuits à 250 °C et 300 °C pendant 30 minutes.



**Figure II.1:** Four programmable pour traitement thermique (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

### II.2.2. Déformation par compression

Lorsqu'il est mis sous compression, tout matériau souffre d'une certaine déformation, même imperceptible, qui provoque la modification des positions moyennes relatives des atomes et des molécules. La déformation peut être permanente, ou peut être inversée lorsque les forces de compression disparaissent.

L'essai de compression uniaxiale ou de compression simple consiste à comprimer un échantillon entre deux plateaux parallèles d'une presse rigide [35].

Nous avons utilisé une machine de compression de type UNIVERSEL POUR LES ESSAIS MECANIQUES de force maximale de 5kN, celle-ci est représentée par la (Figure II.2), La force qui a été appliquée  $F=1.38$  KN, avec une vitesse= $0.5$ mm/min, afin de créer des faibles déformations avec des taux de déformation 5%.

L'équation utilisée pour calculer les taux des déformations est [36]:

$$\epsilon \% = \frac{e_0 - e}{e_0} \times 100\% \dots\dots\dots (II.1)$$

Où  $e_0$  et  $e$  sont les épaisseurs initiale et finale respectivement.





**Figure II.2:** Machine utilisée pour la compression des échantillons type UNIVERSEL POUR LES ESSAIS MECANIKES (Laboratoire de Génie Mécanique, univ -Biskra).

## II.3. Préparation des échantillons

### II.3.1. Polissage

Pour les observations au microscope optique, et pour obtenir une surface plane et la qualité de surface miroir. Nos échantillons ont été polis mécaniquement, cette opération de polissage est effectuée à l'aide de deux polisseuses:

- La première à deux disques de type : PRESI MECATECH P260 (Figure II.3). Avec papiers abrasifs de différentes granulométries de plus en plus fins (400, 600, 800, 1000et 1200), placés sur un disque rotatif.
- La deuxième à un seul disque de type PRESI MECATECH P310 (Figure II.4) a été utilisée pour réaliser les polissages de finition, en suite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et des pattes diamantées de 1 et 3 microns. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et l'éthanol puis séchés à l'air comprimé.



**Figure II.3:** Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260 (Laboratoire de physique, univ -Biskra).



**Figure II.4:** Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P310 (Laboratoire de Génie Mécanique, univ -Biskra).

### II.3.2. Attaque chimique

L'observation des échantillons au microscope optique nécessite une attaque chimique pour révéler sa structure, on utilise un réactif de *Keller* dont la composition est la suivante :

1. Acide fluorhydrique (HF): 01 ml,
2. Acide chlorhydrique (HCl): 1.5 ml,
3. Acide nitrique (NHO<sub>3</sub>) : 2.5 ml,
4. Eau distillée (H<sub>2</sub>O) : 95ml.

Les échantillons sont plongés environ 15 à 30 secondes dans cette solution, puis sont à nouveau nettoyés avec l'eau et l'éthanol et sèche avec de l'air comprimé [11].

## II.4. Techniques de caractérisation structurale

### II.4.1. Microscope optique

Le microscope optique est une technique de base pour les études structurale observation de microstructure de l'échantillon (taille des grains, forme des grains ainsi que celles des précipites,...etc.).

Nous avons utilisé un microscope optique de type **UNITRON™** équipé d'un appareil photo numérique nous avons utilisé le grandissement **X40** (Figure II.5).

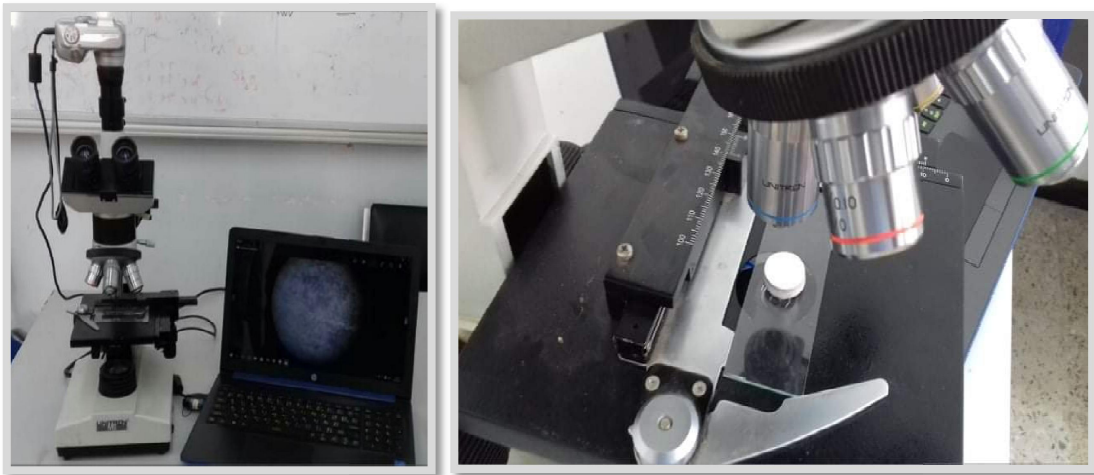


Figure II.5: Microscope optique de type **UNITRON™**.

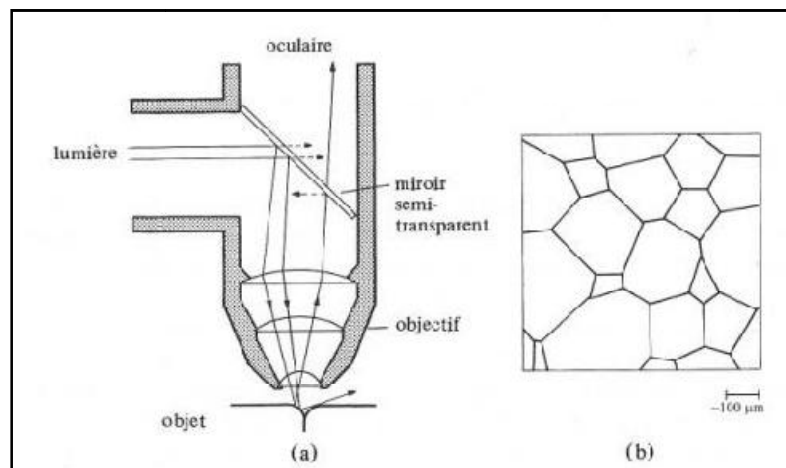


Figure II.6: Observation des microstructures au microscope optique à réflexion d'une surface polie et attaquée chimiquement [37].

#### II.4.2. Diffraction des rayons x (DRX)

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus puissantes utilisées pour la caractérisation des matériaux. Elle permet, en particulier, l'identification des phases présentes dans le matériau ainsi que l'étude de la formation des différentes textures lors d'une déformation plastique ou un traitement thermique de recristallisation.

L'identification est rendue possible par l'obtention d'un diagramme de diffraction des rayons X. Un diagramme de diffraction des rayons X est caractéristique d'un matériau ou

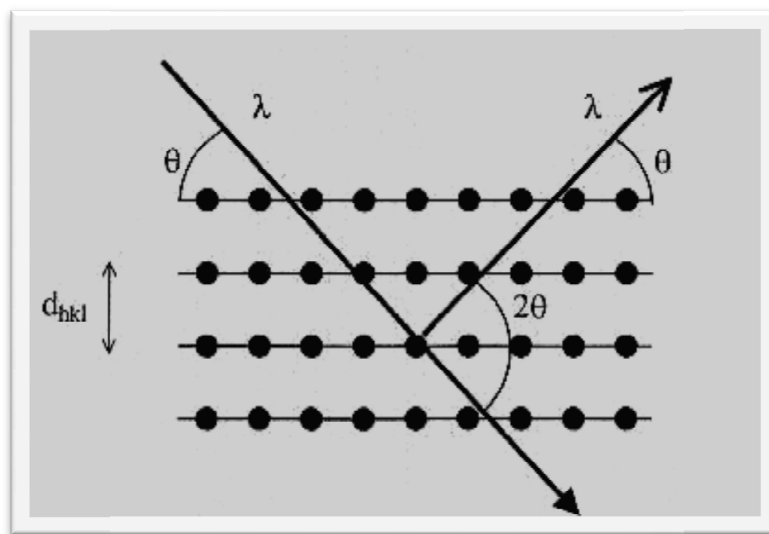
d'un composé donné. La position angulaire  $\theta$  des raies de diffraction obéit à la relation de Bragg:

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \dots\dots\dots (II.2)$$

$\lambda$ : Longueur d'onde du rayonnement incident.

$d_{hkl}$ : représente la distance interréticulaire des plans d'indices hkl.

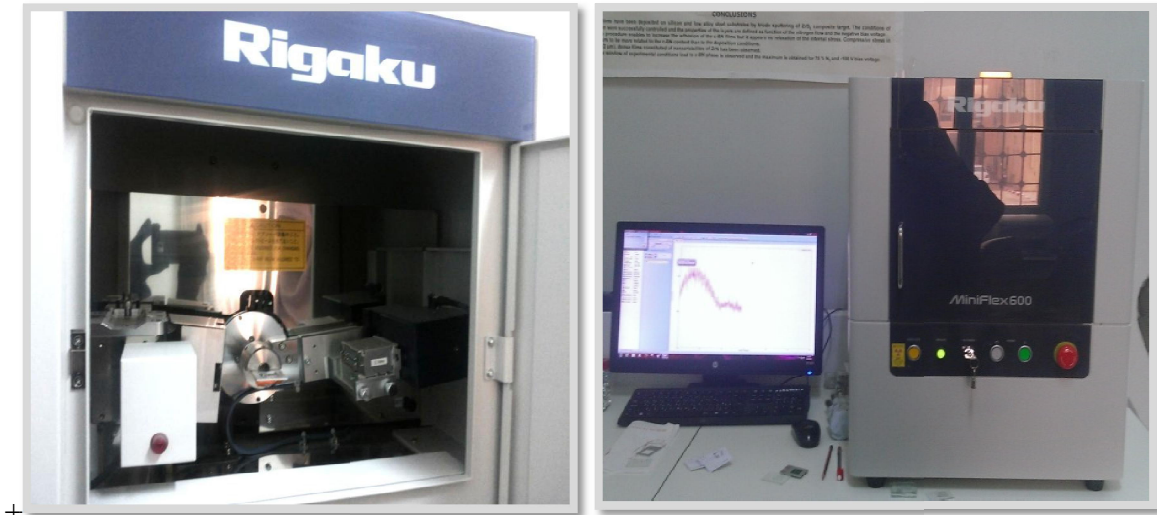
$\theta$ : Angle d'incidence des rayons X.



**Figure II.7:** Famille de plans cristallins en condition de Bragg .

Dans ce travail, Le diffractomètre utilisé est de marque Rigaku-MiniFlex 600 (figure II.8). Les spectres de diffractions des rayons X ont été enregistrés avec les conditions suivantes:

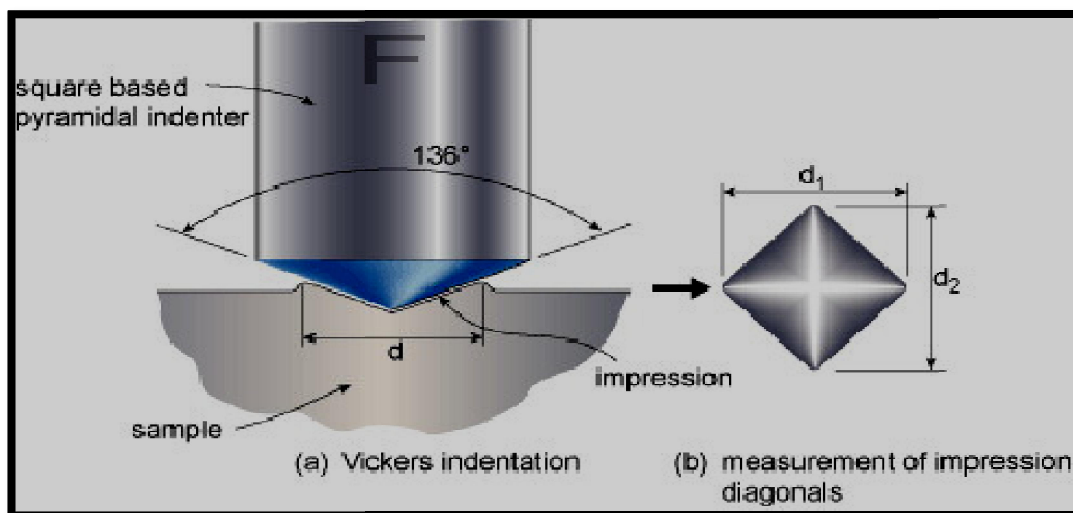
une cathode de cuivre :  $\text{Cu}(k\alpha) = 0.15405 \text{ nm}$  ,  $I = 15 \text{ mA}$  et  $V = 40 \text{ KV}$ , le balayage a été fait pas par pas, entre  $20^\circ$  et  $90^\circ$ .



**Figure II.8:** Diffraction des rayons X (DRX) (Laboratoire de Physique des Couches Minces et Applications univ-Biskra).

### II.4.3. La microdureté Vickers (Hv)

La dureté est définie comme étant la résistance qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Pour fixer les conditions de cette pénétration, il est possible par des essais préalables, de déterminer la nature et la forme des pénétrateurs à utiliser. La méthode Vickers a été retenue pour cette étude. Le pénétrateur est constitué d'une pointe pyramidale en diamant à base carrée et d'angle au sommet entre faces égale à  $136^\circ$ .



**Figure II.9:** Principe de la mesure de microdureté Vickers.

La dureté Vickers est alors définie par le rapport:

$$H_v = \frac{F}{s} \dots\dots\dots (II.3)$$

avec,

**F** : la charge appliquée (en Kg) par le pénétrateur

**S** : la surface latérale (en mm<sup>2</sup>) de l'empreinte pyramidale, définie par :

$$S = \frac{1}{2} \times \frac{d^2}{\sin \frac{136}{2}} \dots\dots\dots (II.4)$$

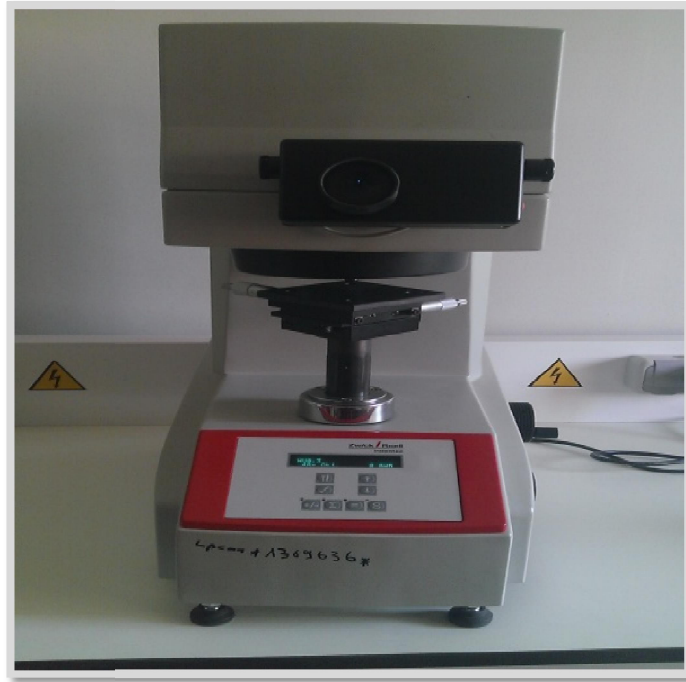
A partir de deux relations (II.3) et (II.4) on obtient l'expression habituellement utilisée pour le calcul de la microdureté Vickers :

$$H_v = 1.8544 \times \frac{F}{d^2} \dots\dots\dots (II.5)$$

Le microduromètre utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli, le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer les deux diagonales **d1** et **d2** du carré d'empreinte. On obtient la valeur de la grandeur **d** de la relation précédente en effectuant la moyenne arithmétique de **d1** et **d2**.

Les mesures de microdureté ont été effectuées grâce à un microduromètre automatique de type **Indentec Zwick/Roell**, à pénétration Vickers, avec une charge de **300 g** avec un temps de maintien de la charge de 15 s.

Pour chaque échantillon on applique **3** mesures prise en différents endroits de la surface de l'échantillon [1].



**Figure II.10:** Microduremètre de type Indentec Zwick/Roell.

#### **II.4.4. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Le microscope Electronique à Balayage (**MEB** en français ou **SEM** en anglais pour Scanning Electron Microscope) est une technique permettant de réaliser différents types d'observations et de caractérisations selon la nature des interactions d'électrons matière considérées [38]. Pour l'observation détaillée des surfaces du matériau, des défauts de structure et taille des grains, Nous avons utilisé un MEB de type VEGA3–TESCAN (**Figure II.11**).

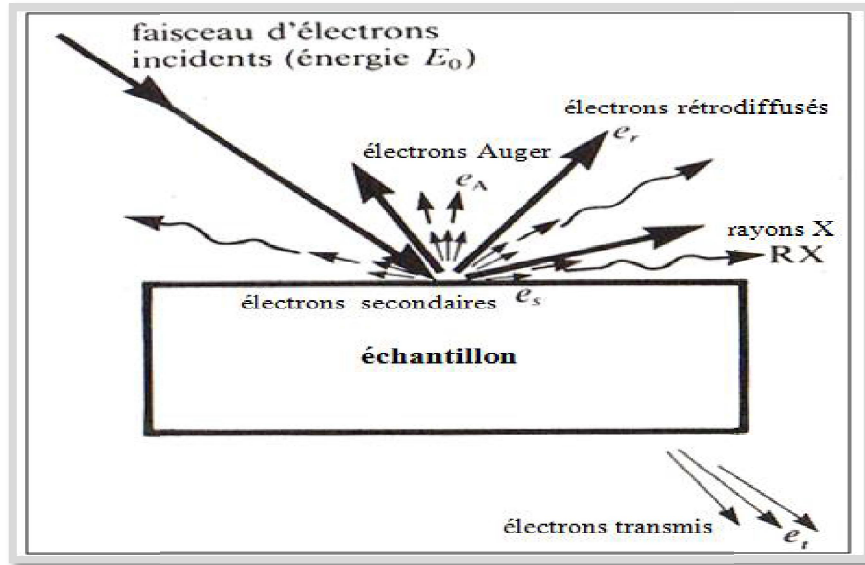


**Figure II.11:** Microscope électronique à balayage  
(Laboratoire de Physique des Couches Minces et Application Univ-Biskra)

#### II.4.4.a. Principe de fonctionnement du MEB

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image de microscope électronique à balayage (MEB) sont entièrement différents de ceux du MO. Le principe du microscope électronique à balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident [39]. Le fonctionnement d'un MEB repose sur l'interaction électron/matière (**Figure II.12**). L'observation de la surface s'effectue par bombardement de la surface avec un faisceau d'électrons formé dans un canon, un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques. Il permet d'accéder à des échelles très différentes. Les observations réalisées par le MEB sont les plus précises qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.





**Figure II.12:** Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon [40].

**II.4.5. Calcul du paramètre de maille**

À chaque pic correspond un angle de diffraction, donc une distance inter-plans *d* dans l'espace réciproque. Ces plans parallèles sont indexés par trois coordonnées (*h, k, l*) dans l'espace défini par les axes cristallographiques. Pour les symétries cubiques, on peut ainsi calculer le paramètre de maille par l'équation II.6. [41]

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \dots\dots\dots (II.6)$$

**II.4.6. Calcul de la taille des grains par la méthode planimétrique de Jefferie**

Cette méthode consiste à tracer un cercle sur la figure d'une microstructure qui contient un certain nombre de grains (Figure II.13) .Puis, on compte le nombre des grains traversés par la circonférence du cercle. Ce nombre est appelé : *n<sub>c</sub>*

Après, on compte seulement le nombre des grains à l'intérieur du cercle. Ce nombre est appelé : *n<sub>i</sub>*

La somme de la moitié du nombre des grains traversé par la circonférence du cercle (*n<sub>c</sub> / 2*) et du nombre des grains à l'intérieure du cercle (*n<sub>i</sub>*), donne le nombre total des grains que peut contenir ce cercle et qui est désigné par *n<sub>eq</sub>* (*n'équivalent*).

D'où 
$$n_{eq} = n_c / 2 + n_i \dots\dots\dots (II.7)$$

Mais, le nombre des grains par unité d'aire est  $N_A$  qui s'écrit sous la forme suivante :

$$N_A = n_{eq} / A \dots\dots\dots (II.8)$$

avec  $A$  est la surface du cercle tracé.

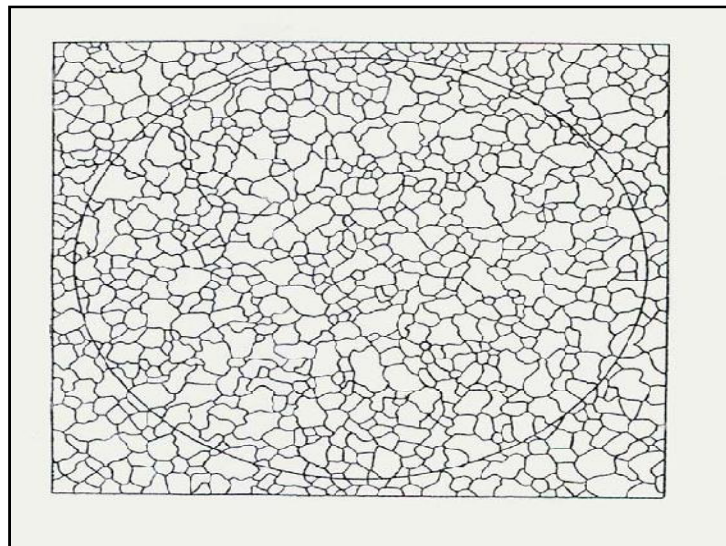
Si la micrographie est prise par un grossissement de  $m$  fois, alors:

$$A = \text{l'aire du cercle observé sur la micrographie} / m^2.$$

$$\text{Enfin: } N_A = (n_{eq} / \text{aire du cercle observée}) \cdot m^2$$

$$\text{Ou: } N_A = ((n_c / 2) + n_i) / A \dots\dots\dots (II.9)$$

$$\text{Ou : aire moyenne des grains : } G_m = (A / (0.67 n_c + n_i)) \cdot m^2 \dots\dots\dots (II.10)$$



**Figure II.13:** Micrographie d'une structure d'un polycristal (Grossissement  $mX$ ) [42].

## **Chapitre III**

### ***Résultats et discussion***

### III.1. Introduction

Nous présentons dans ce chapitre les résultats qui ont été obtenus de différentes techniques expérimentales, après avoir suivie un plan de travail qui a été détaillé dans le chapitre 2, ainsi que leurs interprétations.

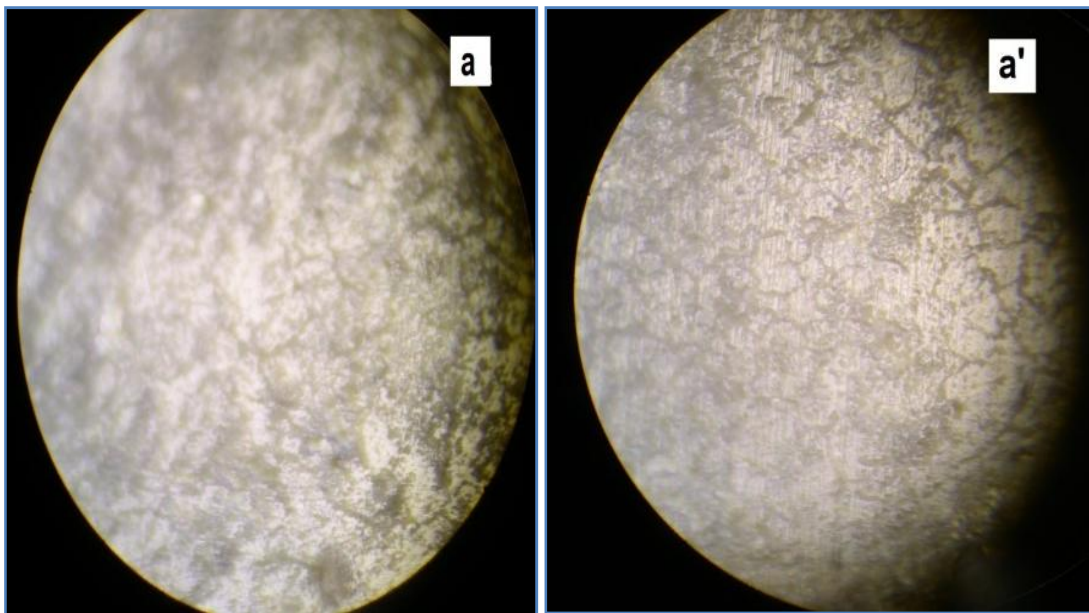
### III.2. Caractérisation métallographique

#### III.2.1. Caractérisation microscopique

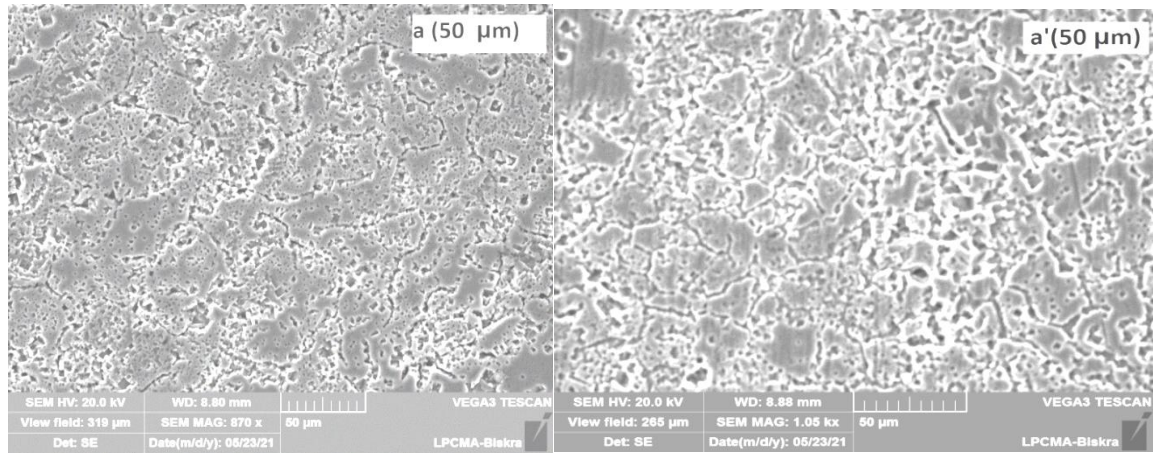
La Figure III.1 montre la visualisation par microscope optique des échantillons (alliage Al-5 %mass. Mg) considérés à des différentes conditions de traitement.

La figure (III.1, (a), (a')) nous montre la surface de cet alliage qui a subi un traitement d'homogénéisation à 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%).

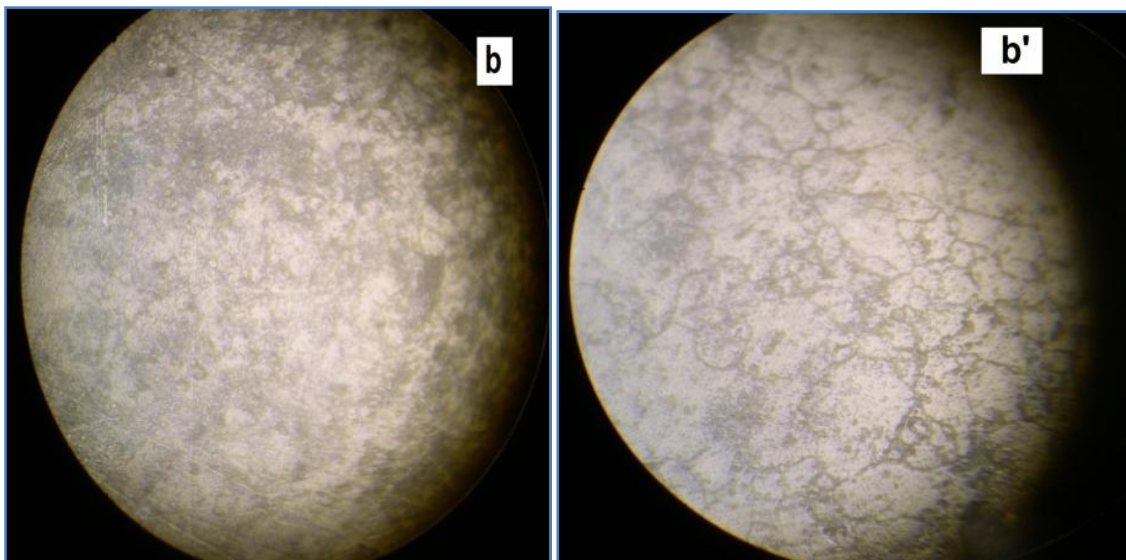
La même morphologie est visualisée par le microscope électronique à balayage (figure III.2).



**Figure III.1 :** Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg , après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%).

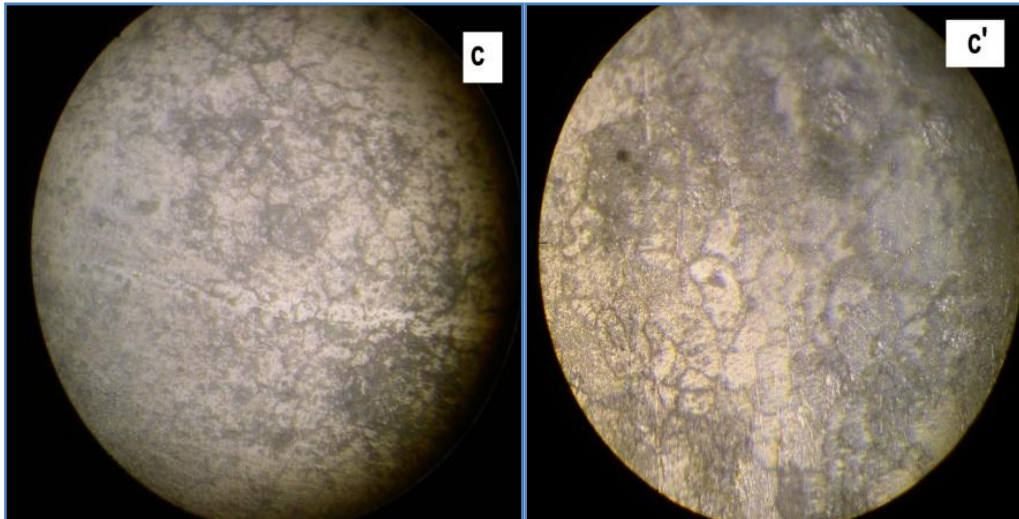


**Figure III.2:** Image MEB de la microstructure de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacé. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%).



**Figure III.3:** Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (b) et 17 heures (b'), trempé à l'eau glacée, déformé suivie d'un recuit à 250°C pendant 30 minutes.

D'après la visualisation de deux échantillons qui ont subi un recuit à 250 °C après l'homogénéisation, trempe et déformation, il existe des grains de nombre important et de tailles différentes, donc on peut dire que cette nouvelle morphologie de deux échantillons (Figure III.3) avec quelques nouveaux grains, peut être due de la recristallisation qui a été produit selon le traitement de recuit.

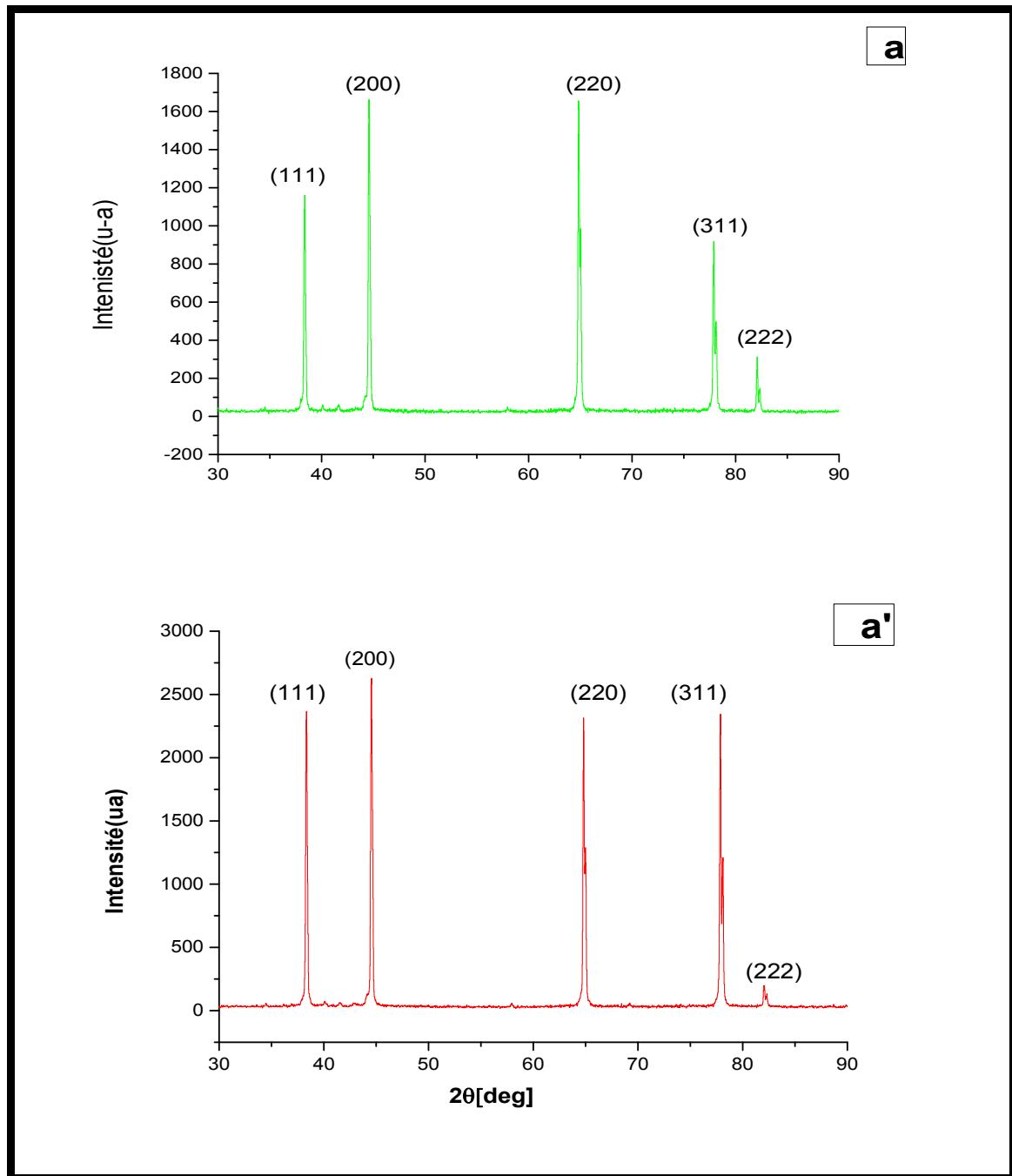


**Figure III.4:** Visualisation par microscopie optique de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (c) et 17 heures (c'), trempé à l'eau glacée, déformé suivie d'un recuit à 300 °C pendant 30 minutes.

La Figure III.4 indique que le recuit à 300 °C pendant 30 minutes a permis de former d'autres grains dans des zones (Figure III.4), alors que dans d'autres zones il y a un accroissement des grains.

### III.2.2. Analyse par diffraction des rayons X

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



**Figure III.5:** Diffraction des RX de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%).

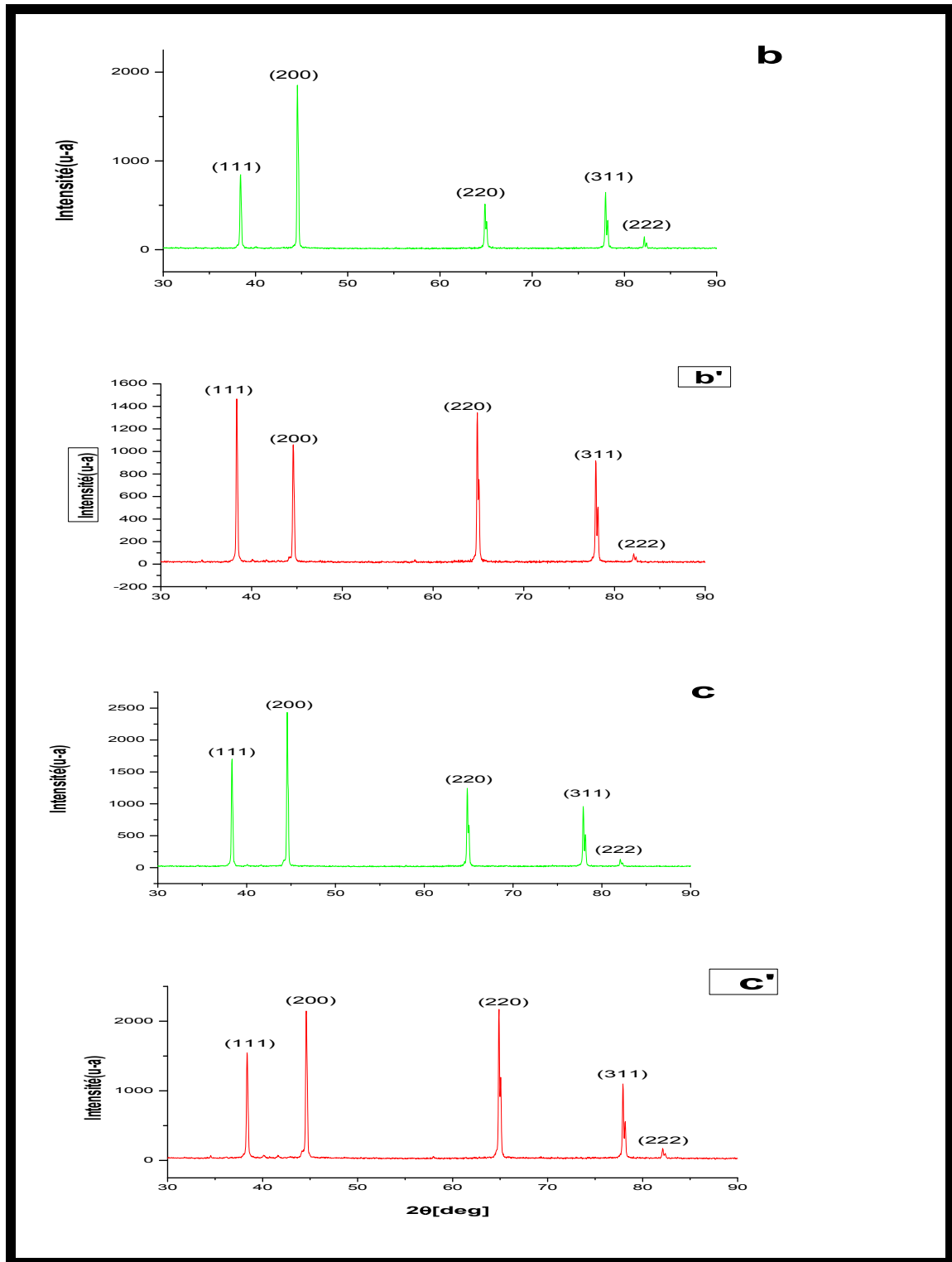
D'après ces diagrammes de diffraction (Figure III.5.) les pics qui sont présentés sur le diagramme de diffraction se sont les pics de la matrice d'aluminium (C.F.C). Nous constatons qu'il y a une orientation privilégié suivant les plans (200), cette orientation existe déjà dans cet alliage [11]. Donc la déformation n'a pas changé cette orientation.

Les spectres de diffraction présentés sur la figure III.6 présentent des différentes variations des intensités, quelques pics s'augmentent, et d'autres diminuent ce qui nous informe sur un changement de la structure morphologique à cause du phénomène de recristallisation qui est visualisé sur les figures du microscope optique.

Le recuit à 250 °C dans le cas homogénéisé à 430 °C pendant 17 heures, a permis de changer l'orientation privilégiée ce qui informe peut être sur une restauration où peut être une recristallisation.

Comme on peut constater qu'il y a une variation dans les positions des pics, un déplacement vers les faibles angles, on peut dire peut être que le recuit a réduit la densité des dislocations, avec le recuit la compression dans la matrice a diminué, donc il y a un changement de la structure morphologique qui peut être une recristallisation visualisée par microscope optique.

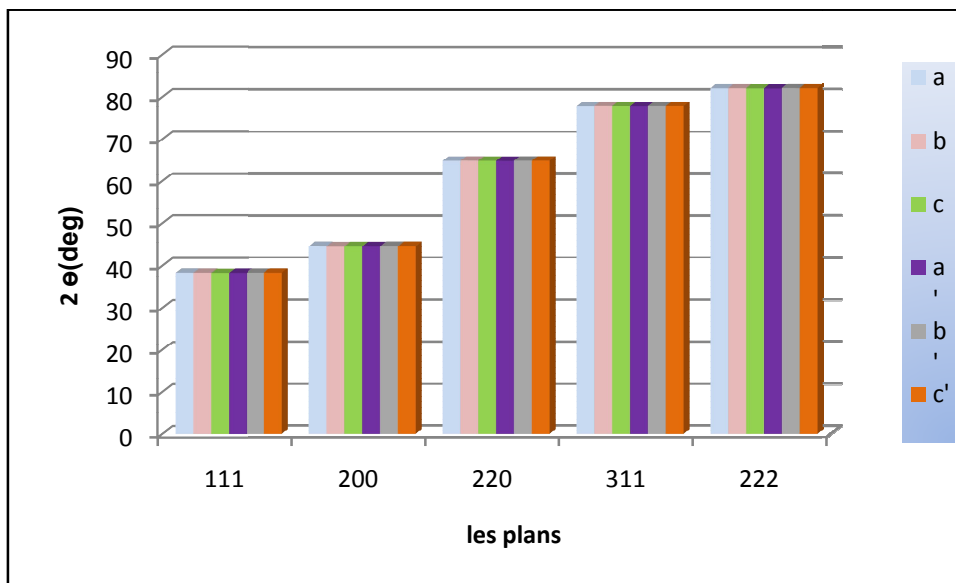




**Figure III.6:** Diffraction des RX de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures plus trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 300°C pendant 30 minutes (c) et homogénéisation de 430°C pendant 17 heures plus trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b').

**Tableau III.1:** Positions ( $2\theta$ ) des plans de diffraction de la matrice Al-5 % mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') plus trempé à l'eau glacée. Suivi d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').

(hkl)	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
<b>a</b>	38.3858	44.5843	64.8464	77.8997	82.1029
<b>b</b>	38.3677	44.5354	64.8750	77.9554	82.1508
<b>c</b>	38.3328	44.5626	64.8427	77.9188	82.0751
<b>a'</b>	38.3412	44.5448	64.8171	77.8874	82.0583
<b>b'</b>	38.3537	44.5777	64.8714	77.9382	82.1447
<b>c'</b>	38.3633	44.5792	64.8725	77.9298	82.1116



**Figure III.7:** Variations des emplacements des pics de diffraction des rayons X suivant les traitements de vieillissement de l'alliage Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250 °C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').

**Tableau III.2 :** Paramètre de maille (alliage Al-5% mass. Mg).

Traitement	a	b	c	a'	b'	c'
<b>Paramètre de maille</b>	4.06351	4.06898	4.06167	4.06816	4.06501	4.06207

Le calcul du paramètre de maille présente des variations suivant les différents cas, donc il y a une morphologie structurale qui change avec les différents traitements appliqués.

### III.2.3. Mesures de la micro dureté de Vickers

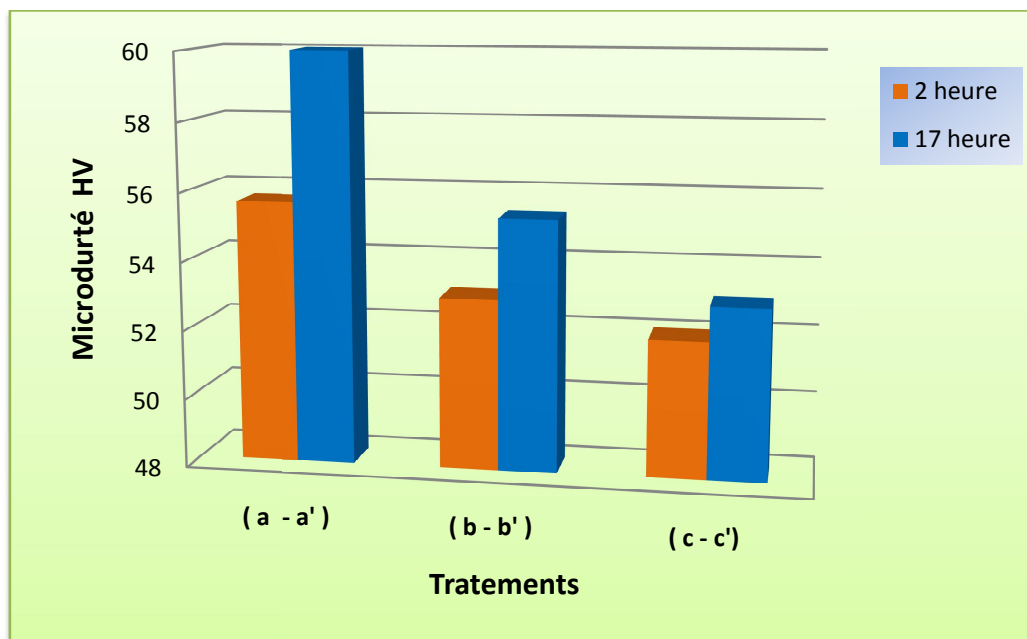
La figure (III.8) montre les résultats des tests de la microdureté Vickers effectués sur plusieurs échantillons de l'alliage (aluminium-magnésium) étudiés, les résultats sont résumés sur le tableau (III.3).

On peut remarquer que la valeur de la dureté des échantillons (a, a'), est plus grande en comparant avec les deux autres cas (b, b') et (c, c'). On constate que la dureté augmente avec la déformation avant le recuit. La déformation par compression produit une augmentation de la densité des dislocations dans la matrice [43].

Une faible diminution de la micro dureté a été constaté après le recuit résulte sans doute d'un mécanisme de restauration, une élimination partielle des dislocations en excès.

Le recuit à 250 °C a donné des valeurs de la dureté plus grandes que le recuit à 300 °C

Le recuit à 300 °C a diminué les valeurs de la dureté, c'est peut être à cause du grossissement des grains.



**Figure III.8:** Comparaison entre la variation de la microdureté pour alliages Al-5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').

**Tableau III.3:** Résultats de la microdureté alliages Al- 5% mass. Mg, après une homogénéisation de 430°C pendant 2 heures (a) et 17 heures (a') puis trempé à l'eau glacée. Suivie d'une déformation plastique par compression (5%), puis recuit à 250°C pendant 30 minutes (b, b') et recuit à 300°C pendant 30 minutes (c, c').

<b>2 heures</b>			
<b>Traitement de vieillissement</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	<b>c</b>
<b>La microdureté (Hv)</b>	<b>55.66</b>	<b>54.16</b>	<b>52</b>
<b>17 heures</b>			
<b>Traitement de vieillissement</b>	<b>a'</b>	<b>b'</b>	<b>c'</b>
<b>La microdureté (Hv)</b>	<b>60</b>	<b>55.33</b>	<b>53</b>

## *Conclusion générale*

## **Conclusion générale**

Dans ce travail de recherche, nous avons étudié le phénomène de la recristallisation dans l'alliage Al-5% mass. Mg, un traitement thermique d'homogénéisation suivie d'un refroidissement rapide (trempe) a été réalisé, la déformation par compression a été suivie par le recuit à des différentes températures (250°C et 300°C) pendant 30 minutes. Les propriétés métallographiques et mécaniques ont été étudiées pour voir l'effet de ce traitement thermomécanique sur cet alliage.

Les résultats obtenus sont énumérés comme suit:

- Un traitement d'homogénéisation (430°C) pendant 17 heures, donne une bonne dureté de l'alliage mieux que le traitement homogénéisation (430°C) pendant 2 heures.
- un traitement d'homogénéisation (430°C) pendant 17 heures, donne des bonnes valeurs de la dureté après la déformation et le recuit.
- Le DRX a montré qu'il existe un décalage dans les positions des pics de la matrice d'aluminium, ce qui informe sur l'existence des contraintes internes. Le calcul du paramètre de maille montre qu'il y a une dilatation de la matrice, conséquence de la forte densité des lacunes et les défauts à cause de la déformation.
- Le DRX a montré qu'il existe différence dans l'intensité des pics, aussi qu'il n'y a pas de nouveau pics.

***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] H. Nemour, Etude des cinétiques de précipitation, de recristallisation et du durcissement structural dans un alliage Al-Mg-Si sévèrement déformé par laminage à froid , thèse de doctorat ,UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA,2016.
- [2] F. 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 ,(2014).
- [3] S. Thibault, Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés , thèse de doctorat ,Université De Caen/Basse-Normandie ,France(2006).
- [4] B. Barlas , Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie, thèse de doctorat , Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris,France (2004).
- [5] L. DIN-STIRBU, Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium dans l'industrie automobiles pour la fabrication de radiateur de chauffage, Thèse de doctorat, université de Pitesti Roumanie,(2005).
- [6] C. Vargle, Corrosion d'aluminium, Ed. dunod, (1999).
- [7] C. BOUREMEL, Etude du Joint soudé d'un Alliage d'Aluminium, thèse de doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra, (2015).
- [8] C.Derradji , R. Laouar, Identification des phases d'un alliage d'aluminium AlSi12(Cu), thèse de MASTER , UNIVERSITE LARBI BEN M'HIDI DE OUM EL BOUAGHI,(2013).
- [9] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie, Communications actives 5eme édition (Paris, 1975), pp. 11-14 .
- [10] Y. Souilah, Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al- Mg et Al-Cu-Mg, Thèse de Doctorat. Université Badji Mokhtar- Annaba, (2017)
- [11] S. Zermane, Décomposition de la solution solide Al-Mg et son comportement à la corrosion électrochimique, Thèse de Doctorat ,Université Mohamed Khider – Biskra, (2018).
- [12] R. Nozato et S.Ishihara ;Trans.Japan Inst.Metals, 21, 9,p.580,(1980).



- [13] Y. Kojima, T. Takahashi, M. Kuboet, T. Morinaga ;Métal.Trans.A ; 12, p 1113,(1981).
- [14] W.A. Polard ,J. Inst.Metals, 93,339,(1964).
- [15] M. Bernole,J.Raynal et R.Graf ;J.Microsc,8, p831,(1969).
- [16] C. Chaussin et G.Hilly ,Métallurgie : tome I alliages métalliques ,10<sup>ème</sup> ed., Dunod Paris, France (1976).
- [17] C. chaussin et G. Hilly, Métallurgie alliages métalliques, tome 1 ,2me ed, Dunod Paris,France (1976).
- [18] R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, M1290, (2001).
- [19] H, Sassoulas. Traitements thermiques des aciers inoxydables. Ed. Techniques Ingénieur, (1997).
- [20] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55.
- [21] Villeneuve Collaboration Maurice Duval. Les traitements thermiques des alliages d'aluminium. Centre québécois de recherche et de développement de l'aluminium.
- [22] A. E.LAOUINI, *Réalisation d'un appareil de fluage des métaux*, Mémoire de Magister, Université Mohamed Khider Biskra ,(2012).
- [23] T. RICHTON, Dynamique et complexité de la déformation plastique, Thèse de doctorat, Institut polytechnique de Grenoble, France, (2006).
- [24] S.POMMIER, Polycopié de cours sciences des matériaux L3, Université Paris VI, 2005-(2006).
- [25] G. Benchabane, Thèse de Doctorat, Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers, Université Mohamed Khider – Biskra, (2009).
- [26] I. ABDOU, O. FARHAT, Etude de l'évolution des propriétés des fils tréfilés de l'ENICAB Biskra, mémoire de master, Université Mohamed Khider – Biskra ,(2020).
- [27] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, *Métallurgie de minerai au matériau*, Ed. Masson, Paris (1998).
- [28] F.J.Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Pergamon Press, Oxford (1995).
- [29] K.E. MACKAY, G.A. SMITH, Influence of Oxygen Content on the Static Recrystallization of ETP Copper, Trans Inst Min Metall.Vol.75, P. 269, (1966).

- [30] A. BERIBECHE, Comportement des fils métalliques lors d'un essai de fluage, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, (2014).
- [31] F.ABDELLIOAUA, Influence de la Déformation Plastique sur la Dilatation thermique des alliages à base de cuivre, Mémoire magister, Université Mohamed Khider Biskra, P.53, (2002).
- [32] Z.BENCHAREF, les mécanismes de mobilité du joint de grains lors des réactions de recristallisation et de précipitation discontinue dans l'alliage mg 8% mass Al , mémoire de magister, Université Mohamed Khider Biskra,(2006).
- [33] P. GERBER, Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation Application au cuivre et ses alliages, Thèse de doctorat, Université Paris13, France, (2002).
- [34] J.BENAR, MICHEL, A., PHILIBERT, J. TALBOT, Métallurgie générale, Edition Masson, 2ème édition, Paris, (1991).
- [35] [https://fr.wikipedia.org/wiki/Compression\\_\(physique\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/Compression_(physique)).
- [36] I. Abdou, O. Farhat, Etude de l'évolution des propriétés des fils tréfilés de l'ENICAB Biskra, Thèse de Master, Université Mohamed Khider – Biskra, (2019).
- [37] M. Bayarassou , Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB, thèse de Doctorat , Université Mohamed Khider-BISKRA,(2018).
- [38] M. Yakoubi, Effet des petites déformations par compression Sur le comportement à la corrosion de l'alliage d'aluminium de fonderie Al 4%Cu, thèse de Magister, UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU, (2015).
- [39] D .William, Jr.Callister, Science et génie des matériaux2002.
- [40] J-P.Baïlon, J.-M. Dorlot, J. Masounave, Des Matériaux. 2ème édition école polytechnique de montréal, (1986).
- [41] L. Bessais, Thèse de Doctorat, Etude et caractérisation de la réaction de recristallisation des fils d'aluminium tréfilés industriellement à E.N.I.CA.BISKRA, Université Mohamed Khider – Biskra, (2017).

- [42] E.C sobboro, D.Chakeavorty, M.F Merriam, V.Raghavan,L.K Singhal  
Experiments In Materials Sciences Ed.Mc Graw Hill BookCompany Library of  
congress catalog cond number 79-1507837.
- [43] L. Boussouf, Mémoire de Magister, Synthèse et Caractérisations d'une  
Céramique Electrotechnique du type :  $CAO Al_2O_3 6SiO_2 - Al_2O_3 2SiO_2.H_2O -$   
 $SiO_2$ , Université Badji Mokhtar- Annaba, (2009).

## **Résumé :**

L'objectif de ce travail est d'étudier la recristallisation dans d'un alliage « aluminium-magnésium 5% mass », qui a subi un traitement thermique d'homogénéisation suivie d'une trempe et déformation par compression, puis un recuit pour déclencher le phénomène de la recristallisation. Les techniques d'analyses utilisées sont: la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction de rayons X (DRX), la microdureté (Vickers). D'après les résultats obtenus, le phénomène de recristallisation dépend du temps d'homogénéisation et la température de recuit. La microdureté diminue avec le processus de recristallisation.

**Mots clés :** Alliage Al-Mg; recristallisation; traitement thermique; microstructure.

## **Abstract :**

The main aim of this work is the study of the recrystallization in «aluminum-magnesium 5% mass ». The heat treatments (homogenization) followed cooling, deformation by pressure and then annealing in order to causing the recrystallization phenomenon. The techniques of analysis used are: optical microscopy, scanning electronic microscopy (SEM), X rays diffraction XRD, the microhardness (Vickers). According to results obtained, the reaction of recrystallization depends of time and treatments homogenized and temperature of annealing. Finally the microhardness decreased with the process of recrystallization.

**Keywords:** Al-Mg alloy; recrystallization ; heat treatment; microstructure.

## **ملخص:**

الهدف من هذا العمل هو دراسة إعادة التبلور لسبائك «الألومنيوم -مغنيزيوم ذات التركيز الكتلي 5%» عن طريق المعالجة الحرارية المتجانسة يليها تبريد و تشويه بالضغط ثم التلدين بهدف أن يسبب ظاهرة إعادة التبلور. تقنيات التحليل المستعملة في هذه الدراسة: المجهر الضوئي (MO)، المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)، انعراج الأشعة السينية (DRX)، جهاز قياس الصلادة (Vickers). من خلال النتائج المحصل عليها تتعلق ظاهرة إعادة التبلور بالزمن والمعالجة المتجانسة و حرارة التلدين . في النهاية الصلادة تنقص مع تطور ظاهرة إعادة التبلور.

**الكلمات المفتاحية :** سبيكة Al-Mg ; إعادة التبلور ;المعالجة الحرارية ;البنية المجهرية .