

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

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF



جامعة الشاذلي بن جديد-الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

Thème

Synthèse et Etude de développement de structure
dans les Alliage Al-X% mass.Zn(X=10,15et20)
parFrittage convention

Présenté par :
HENCHIRI Zineb

Encadré par :
Dr. ADJMI Samah

Jury de soutenance :

Dr. HAFS Ali	Président	MCA	UCBT, El Tarf
Dr. DEBBOUB Salima	Examineur	MCB	UCBT, El Tarf
Dr. ADJMI Samah	Rapporteur	MCA	UCBT, El Tarf

Année Universitaire : 2021/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dédicace

Je dédie ce Mémoire

A Mes chers parents,

Pour le mérite d'être venu au monde, leurs soins et leurs instructions si précieux,

A mon cher frère ABD ELHAFID,

A mes sœurs ASMA, CHAIMA et AMINA les belles enseignants,

Et mes nièces WISSEL et GHOFRAN,

A Ma grande famille,

Et À toutes mes amies et mes chers collègues.

Remerciement

Premièrement je remercie ALLAH le tout puissant de m'avoir accordé la volonté et le courage pour réaliser mon mémoire de fin d'étude.

Un grand merci à madame Adjmi Samah, maitre de conférence classe A à l'université Chadli Bendjedid El- Tarf, de m'encadrer et pour sa disponibilité. Merci pour son soutien permanent et la confiance qu'elle m'a accordée.

J'ai un grand plaisir à remercier infiniment docteur Hafs Ali, maitre de conférence classe A à l'université Chadli Bendjedid El- Tarf, pour son aide et d'être président le jury de ce mémoire.

Je voudrais également remercier madame Debboub Salima, maitre de conférence classe B à l'université Chadli Bendjedid El- Tarf, qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à tous les enseignants qui nous ont Enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.

Enfin, je remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de

Ce travail.

Sommaire

Dédicace.....	I
Remerciement	II
Sommaire	III
Liste des figures.....	VI
Liste des tableaux	VIII
Résumé	VIII
Introduction générale.....	3

Chapitre I: Synthèse bibliographique

Introduction.....	6
I.1 Généralités sur les alliages à base d'aluminium	6
I.1.1. Historique.....	6
I.1.2. L'aluminium.....	6
I.1.3. Caractéristiques générales de l'aluminium et ses alliages	7
I.1.3.1. L'aluminium pur	7
I.1.3.2. Légèreté.....	7
I.1.3.2. Conductivité électrique et thermique	8
I.1.3.3. Tenue à la corrosion	8
I.1.3.4. Recyclage	8
I.1.4. Utilisation d'aluminium et de ses alliages	8
I.1.5. Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium	8
I.1.5. 1. Effet spécifique du cuivre (Cu).....	8
I.1.5. 2. Effet spécifique du magnésium (Mg).....	9
I.1.5. 3. Effet spécifique du zinc (Zn)	9
I.1. 6. Les alliages de l'aluminium	9
I.1. 6.1. Diversité des alliages d'aluminium.....	9
I.1. 6.2. Caractéristiques générales des alliages d'aluminium.....	10
I.1. 6.3. Alliages Al-Cu.....	10
I.1. 6.4. Alliages Al-Cu-Zn	10

I.1. 6.5. Alliages Al-Zn	11
I.1.7.Les solutions solides	11
I.2. Synthèse l'alliage Al-Zn par frittage.....	12
I.2.1. Définition et généralités sur le frittage	12
I.2.2. Types de frittage de point de vue physico-chimique.....	13
I.2.2.1. Frittage en phase solide	13
II.2.2.2 Frittage en phase liquide.....	15
II.2.3. Différentes techniques de frittage	17
II.2.3.1. Frittage naturel	17
II.2.3.2. Frittage sous charge.....	17
II.2.3.3. Le frittage en présence des réactions.....	18
I.2.4. Conditionnement de l'opération de frittage	18
I.2.4.1. Température	18
I.2.4.2. Durée de frittage	19
I.2.4.3. Compression.....	19
I.2.4.4. Atmosphère de frittage	19
I.2.4.5. Grosseurs des grains	19
I.2.5. Les stades du frittage	20
I.3. Le Systèmes étudiés de l'alliage Al-Zn	21
I.3.1. Étude des différentes propriétés des systèmes étudiés	21
I.3.1.1. Aluminium	21
I.3.1.2. Zinc	21
I.3 .2. Diagramme d'équilibre du système Al-Zn	22
I.4. Conclusion du chapitre	24

Chapitre II: Procédure expérimentale

Introduction.....	26
II.1. Elaboration des échantillons	26
II.1.1 Caractéristiques des réactifs de départ	26
II.1.2 Pesée des poudres.....	26
II.1.3. La mise en forme.....	27
II.1.4 Frittage.....	28

II.2 Techniques de caractérisation des échantillons	30
II.2.1 Etude structurale par diffractomètre des rayons X (DRX)	30
II. 2. 2. Principe de diffraction des rayons X.	31
II.2.3. Détermination des paramètres de la maille	32
II.2.4. Détermination de la taille des grains (Méthode de Scherrer)	32
II.2.5. Description de diffractomètre équipé d'une anticathode de Cuivre	33
II.3 Conclusion du chapitre	36

Chapitre III: Résultats et Discussions

Introduction	38
III .1 Caractérisation structurale par diffraction des rayons X (DRX)	39
III.1.1. Taille moyenne des cristallites	39
III.1.1.1. Détermination des paramètres cristallins	39
III.1.1.2. Variations de la taille moyenne des cristallites	41
III.1.2. Taille des grains	42
III.1.2.1. Détermination de la taille des grains.....	43
III.1.2.2. Variations de la taille des grains.....	43
III.2. Propriétés mécaniques	44
III.2.1 Essais de dureté.....	44
III.3 Conclusion du chapitre.....	47
Conclusion générale	48
Références bibliographiques	50

Liste des figures

Figure I.1 : Solution solide (a) de substitution (b) d'insertion.....	11
Figure I.2 : Représentation schématique de deux particules voisines au début du frittage.....	12
Figure I.3 : Frittage associé à une densification du matériau (l_0 =longueur initiale du compac ; = retrait absolu dans la direction considérée, après chauffage).....	13
Figure I.4 : Chemins de diffusion entre la surface des grains et le pont de raccordement au cours du frittage de deux sphères	14
Figure I-5 : Les différentes sources de matières et chemins de diffusion possibles au cours du frittage de deux sphères	15
Figure I.6 : Représentation schématique des transferts chimiques intervenant après l'étape de réarrangement dans un pont liquide entre deux grains	16
Figure I.7 : Les différentes techniques de frittage.....	17
Figure I.8 : Evolution de la densité relative au cours des différentes étapes de frittage.....	20
Figure I.9 : Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des trois stades de frittage.....	21
Figure I.10 : Diagramme d'équilibre des phases du système Al Zn.....	23
<hr/>	
Figure II.1 : Balance.....	27
Figure II.2 : Presse hydrostatique utilisée pour la préparation des pastilles.....	28
Figure II.3 : Pastilles cylindrique après pressage uni-axial	28
Figure II. 4 : Four de frittage	29
Figure II.5 : Cycle de traitement de.....	29
Figure II.6 : pastilles frittées à 200°C pour différents alliages (a) Al-10%Zn (b) Al-15%Zn (c) Al-20%Zn, (en masse)	29
Figure II.7 : Diffractomètre Bruker D8 Advance.....	30
Figure II.8 : Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.....	31
Figure II.9 : Illustration d'un pic de DRX.	33
Figure II.10 : Configuration du goniomètre en mode θ - θ	34
Figure II .11 : Schéma représentatif du montage de Bragg-Brentano θ - θ	34
<hr/>	

Figure III.1 : Diagramme de diffraction des rayons X des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) frittés à 200°C	39
Figure III. 2 : Evolution du paramètre de maille a (Å) des alliages Al-X % mass. Zn(X=10,15, 20) en fonction du pourcentage de Zn synthétisés par frittage à 200°C.....	41
Figure III.3 : Evolution de la taille des grains en fonction du pourcentage Zn	44
Figure III.4 : Les empreintes Vikers à base carrée sous l'effet d'une charge de 200 g (0,2 kgf) pour les alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) sous forme pastille frittée à 200°C observé en microscope optique.....	45
Figure III.5 : Courbe de charge-HV obtenue par essais de dureté pour les alliages Al-10 % mass. Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn fritté à 200°C	46

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Mécanismes de frittage	14
Tableau I.2 : Quelques caractéristiques Al et Zn.....	22
<hr/>	
Tableau II.1 : Caractéristiques des poudres de départ.....	26
<hr/>	
Tableau III.1 : Paramètres cristallins d'alliage Al-10% mass. Zn	40
Tableau III.2 : Paramètres cristallins d'alliage Al-15% mass. Zn	40
Tableau III.3 : Paramètres cristallins d'alliage Al-20% mass. Zn	40
Tableau III.4 : Taille des grains d'alliage Al-10% mass. Zn.....	42
Tableau III.5 : Taille des grains d'alliage Al-15% mass. Zn.....	43
Tableau III.6 : Taille des grains d'alliage Al-20% mass. Zn.....	43

Résumé

Le frittage est un processus de consolidation des particules permet de consolider par chauffage à une température qui reste toujours inférieure à celle du point de fusion.

L'intérêt de ce mémoire est d'étudier l'influence de zinc sur la structure, la taille des grains et les propriétés mécaniques par les mesures de dureté dans des alliages de différentes compositions binaires Al X wt.%Zn (X = 10, 15, et 20) synthétisés par frittage à température 200°C pendant 2 heures de maintien à l'air libre.

L'utilisation de différentes méthodes de caractérisation telles que l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) et les mesures de dureté par indentation Vickers a permis de décrire clairement les propriétés de microstructure et de dureté dans ces alliages.

L'analyse par DRX a permis d'identifier les phases en présence pour chaque composition et de déterminer l'évolution du paramètre cristallin et la taille des grains de la phase α Al(Zn) de structure cubique face centré (cfc) dans ces alliages. L'addition du zinc à l'aluminium dans les alliages binaires Al-Zn augmente sa dureté et que le renforcement mécanique observé est essentiellement due à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al.

Mots clés :

Al- Zn ; Frittage ; DRX ; Structurale ; Microstructure ; Dureté.

Abstract

Sintering is a process of consolidating the particles to consolidate by heating to a temperature that remains always lower than that of the melting point.

The interest of this memory is to study the influence of zinc on the structure, grain size and mechanical properties by hardness measurements in alloys of different binary compositions Al X wt.%Zn (X = 10, 15, and 20) synthesized by sintering at a temperature of 200° C for 2 hours in the open air.

Varied characterization methods such as X-Ray diffraction (XRD) analysis and Vickers hardness indentation measurements allowed to clearly describe the microstructure and hardness properties as well as the phase transformations occurred in these alloys.

DRX analysis permit to identify the present phases in each composition alloy and determine the evolution of the lattice parameter and the grain size of the grains of the α Al(Zn) phase of face-centered cubic (fcc) structure in these alloys. The addition of zinc to aluminum in binary Al-Zn alloys increases its hardness and the observed mechanical reinforcement is essentially due to the difference in size between the solvent Al and solute Zn atoms.

Keywords:

Al- Zn; Sintering; Structural; Microstructure; X-ray diffraction; Hardness.

ملخص

التلبيد هو عملية دمج الجزيئات المستخدمة للاندماج بالتسخين إلى درجة حرارة تظل دائمًا أقل من درجة الانصهار. يتمثل اهتمام هذه المذكرة في دراسة تأثير الزنك على التركيب وحجم الحبيبات والخصائص الميكانيكية من خلال $Al\ X\ wt.\%Zn$ ($X = 10, 15, \text{ et } 20$) قياسات الصلابة في السبائك ذات التركيبات الثنائية المختلفة. تم تصنيعه عن طريق التلبيد عند درجة حرارة 200 درجة مئوية لمدة ساعتين في الهواء الطلق من تحديد المراحل الموجودة لكل تكوين و كذا تطور المعلمة البلورية و حجم DRX مكنت تحليل الأشعة السينية للهيكل المكعب المتمركز على الوجه في هذه السبائك. تؤدي إضافة الزنك إلى الألمنيوم في $\alpha-Al(Zn)$ حبيبات طور سبائك الزنك الثنائية إلى صلابته ، ضف الى ذلك أن التعزيز الميكانيكي المُلاحظ يرجع اساسا الى الاختلاف في ".الحجم بين ذرات المذاب "الزنك" و ذرات المذيب "الألمنيوم

:الكلمات المفتاحية

ألمنيوم-زنك ، تلبيد ، الأشعة السينية ، هيكلي ، مجهرية ، الصلابة

Introduction

Générale

Introduction générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important pour tout développement industriel ou progrès technologique. L'utilisation des matériaux est tributaire non seulement par leur disponibilité, mais aussi par leur cout qui est du à la facilité de leur mise en forme, et de leur compatibilité avec l'environnement, (par l'intermédiaire de leur propriétés mécaniques et chimiques).

Aujourd'hui, les matériaux sont déterminant dans toutes les mutations technologiques, dans la plupart des cas les métaux sont utilisés sous forme d'alliages dont les propriétés mécaniques, dépendent de la microstructure déterminée par les caractéristiques des grains et des particules (nature, composition et arrangement atomique, quantité relative, morphologie et taille de grain, disposition et orientation ...).

Les alliages d'aluminium forment le centre d'intérêt de plusieurs travaux de recherche en sciences des matériaux voir leur grande utilisation dans l'industrie et leur caractérisation mécaniques et thermiques.

Ces dernières années, nombreuses études expérimentales des alliages binaire à base aluminium, notamment le système de type Al-Zn obtenu par diverses méthodes d'élaboration, attirent l'attention de beaucoup de chercheurs grâce aux propriétés physiques particulières. De ce fait, nous avons, dans le présent travail, étudié l'effet du zinc sur les propriétés de structures et des transformations de phases dans les alliages Al-X % mass. Zn ($X=10,15, 20$) à la synthèse de la phase $\alpha\text{Al}(\text{Zn})$ par la méthode conventionnelle (frittage). Les poudres compactées et frittées à températures de 200°C pendant 2 h à l'air libre ont été étudiées par diffraction des rayons X (DRX).

Le manuscrit est constitué d'une introduction générale, une conclusion générale et trois chapitres. Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique d'une part les notions générales sur les alliages à base d'aluminium, d'autre part la méthode de synthèse en l'occurrence le frittage et les mécanismes supposés impliqués dans ce type de processus et enfin le diagramme d'équilibre du système Al-Zn est bien détaillé.

Introduction générale

Le second chapitre décrit la méthode d'élaboration par frittage et aussi la technique de caractérisation par diffraction des rayons X est présentée pendant ce travail.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Introduction

L'Aluminium est l'un des métaux les plus utilisés. L'aluminium et les alliages d'aluminium représentent une importante catégorie de matériaux due à leur haute valeur technologique et leur large application spécialement dans le domaine aérospatial, les véhicules motorisés et l'industrie ménagère. Des traitements thermiques et mécaniques permettent d'obtenir une microstructure adéquate en vue d'une utilisation optimale des alliages. Ces traitements provoquent des transformations de phases à l'état solide responsable de la formation de composés et introduisent des défauts linéaires conduisant à la formation de nouveaux grains.

Dans ce premier chapitre, nous présentons une étude bibliographique dans laquelle nous regroupons : (i) quelques notions de base sur l'aluminium et ses alliages (ii) le frittage, utilisée pour la fabrication de nos propres échantillons fait également l'objet d'une attention particulière. Enfin, un état de l'art sur les propriétés physiques de l'alliage binaire Al-Zn fait l'objet du présent travail.

I.1 Généralités sur les alliages à base d'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) [1].

I.1.2.l'Aluminium

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [2].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2,7g/cm³, ses températures de fusion et d'ébullition sont 660°C.

La bauxite est le minéral le plus utilisé dans l'obtention de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium, elle est formée par l'altération rapide des roches granitique en climat chaud et humide. Cependant la séparation de l'aluminium du minéral est un procédé délicat. Le procédé utilisé dans l'industrie «Hall

Hérault » est un procédé de purification électrolytique. L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et a toutes modalités de soudage. Au chauffage il présente une aptitude au grossissement du grain, ce qui altère sa plasticité

L'aluminium s'avère comme un bon conducteur d'électricité non magnétique, il résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine Al_2O_3 qui le protège contre les ravages de l'air, de la température de l'humidité et des attaques chimiques l'alumine est un composé très dur, mais à température ambiante l'alumine devient insoluble dans tous ses composés chimiques courants et mauvais conducteurs d'électricités.

I.1.3. Caractéristiques générales de l'aluminium et ses alliages

L'utilisation de l'aluminium est en plein devenir grâce à ses nombreuses caractéristiques :

I.1.3.1. L'aluminium pur

L'aluminium représente environ 8% de la masse de la croûte terrestre, après l'oxygène (46,71%) et le silicium (27,69%), et devant le fer (5,05%).

L'aluminium pur fond à $659^{\circ}C$, sa masse volumique est de $2,7 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$ à $20^{\circ}C$. L'aluminium se trouve à l'état naturel sous différentes formes d'oxyde, comme les silicates d'aluminium qui sont le constituant de base des terres glaises.

La production au niveau industriel de l'aluminium commence à partir de la bauxite, dont le principal constituant est l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$. C'est une roche rouge foncé dont la couleur rouge est due à sa teneur en fer contenu dans le minerai.

I.1.3.2. Légèreté

L'aluminium est léger et de plus présente des caractéristiques mécaniques très élevées. Il constitue de ce fait 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans les transports terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile. Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, ce métal (et les alliages qui en dérivent) arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'expérience montre que l'allègement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par

rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable.

I.1.3.2. Conductivité électrique et thermique

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension. A l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple sa présence dans les dispositifs de refroidissements [3].

I.1.3.3. Tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, industriel allié à sa faible densité ($2,7 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$) [3].

I.1.3.4. Recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. La refusions de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai. L'expérience montre que les déchets d'aluminium ont toujours une valeur marchande [4].

I.1.4. 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 les bâtiments (toitures, façade, aménagements 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 $20\text{Kg}/\text{mm}^2$), 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.

I.1.5. Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium

I.1.5. 1. Effet spécifique du cuivre (Cu)

Le cuivre (Cu) est l'un des principaux éléments alliés de l'aluminium de fonderie, et il contribue de façon marquée à améliorer la résistance mécanique et la dureté des alliages soumis à des traitements thermiques [5 ,6].

I.1.5. 2. Effet spécifique du magnésium (Mg)

Le magnésium (Mg) est le principal agent d'amélioration des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium. Il est présent, en proportions plus ou moins importantes, dans de nombreux alliages.

I.1.5. 3. Effet spécifique du zinc (Zn)

Le zinc augmente les caractéristiques mécaniques de l'alliage. Dans une nettement moindre mesure que le cuivre, le zinc diminue un peu la tenue à la corrosion.

I.1.6. Les alliages de l'aluminium

I.1.6.1. Diversité des alliages d'aluminium

Les progrès permanents de la métallurgie de l'aluminium ont abouti à proposer une gamme étendue de nuances, bien adaptée aux utilisations envisagées. Tellement nombreux, les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature. Les principaux éléments additionnés à l'aluminium sont : Cu, Mg, Si et à un moindre degré : Mn, Ni, Cr, Zn, Fe [3]. Les alliages d'aluminium sont basés sur quelques systèmes seulement : Al-Cu, Al-Mn, Al-Mg, Al-Si, Al-Zn.

Suivant les formes générales des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium obtenues suite à des transformations mécaniques et/ou thermiques, on distingue pour les alliages d'aluminium de corroyage :

- Les alliages à durcissement structural
- Les alliages non susceptibles au durcissement structural

Il existe 7 familles d'alliages d'aluminium appelées séries où le métal pur non allié constitue la série : 1000 et les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal. 2000 pour le cuivre (AlCu), 3000 pour le manganèse (AlMn), 4000 pour le silicium (AlSi), 5000 pour le magnésium (AlMg), 6000 pour le magnésium et le silicium (AlMgSi) et 7000 pour le zinc (AlZnMg) [3].

I.1.6.2. Caractéristiques générales des alliages d'aluminium

D'une famille d'alliages d'aluminium à une autre, les propriétés caractéristiques générales sont très variables. Les alliages de la série 1000 sont principalement utilisés pour leur capacité à être déformés à froid. Ils sont largement utilisés pour les produits de la vie quotidienne tels que les emballages sous leurs formes diverses. Les alliages de haute pureté (99.99%) sont utilisés dans les domaines de l'électronique et de l'optique.

Enfin, en tant que métal pur, l'aluminium est très malléable et ductile. L'addition d'autres éléments d'alliage peut augmenter considérablement sa résistance à la traction, mais modifie bien d'autres propriétés. Ainsi, un large éventail d'alliages à base d'aluminium a été développé.

Les alliages de la famille 5000 (AlMg) sont soudables résistants à la corrosion tandis que ceux de la famille 2000 (AlCu) ont des caractéristiques mécaniques plus élevées, mais sans possibilité de soudage par les procédés classiques, et avec une sensibilité marquée à la corrosion atmosphérique [7].

Les alliages de la série 3000 (AlMn) (composant du radiateur de chauffage automobile) se caractérisent par [8] : une résistance mécanique faible mais qui peut être augmentée par écrouissage, ou addition de magnésium, une bonne aptitude à la mise en forme, au soudage et au brasage, une excellente résistance à la corrosion dans des conditions normales d'utilisation.

Les alliages de la série 7000 (AlZnMg) sont des alliages à durcissement structural et présentent donc de très bonnes propriétés mécaniques. Ceux de la série 6000 (AlMgSi) ont de très bonnes capacités de formage, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion : ils sont donc plutôt utilisés pour la conception de conducteurs électriques tels que les câbles des lignes à haute et moyenne tension.

I.1.6.3. Alliages Al-Cu

La plupart des alliages d'aluminium utilisés dans les structures aéronautiques sont des alliages à durcissement structural, comme ceux de la série 2xxx. Les caractéristiques mécaniques des alliages de la série 2000 sont accrues en raison de la fine précipitation d'une seconde phase. Ce type d'alliage est donc constitué d'une matrice, qui correspond à une solution solide de cuivre dans l'aluminium.

I.1.6.4. Alliages Al-Cu-Zn

La solubilité maximale du Cu dans l'Al (α) est jusqu'à 5,5% en masse en l'absence du Zn, et celle du Zn est jusqu'à 83,1% en masse en l'absence du Cu.

I.1.6.5. Alliages Al-Zn

Les alliages d'aluminium-zinc constituent une partie importante des alliages usinés et sont aussi utilisés comme couche anti-corrosion sur les tôles d'acier. Ils sont aussi intéressants d'un point de vue fondamental puisque le zinc, élément hexagonal compact (HCP), peut être additionné à l'aluminium (CFC) jusqu'à un taux élevé de 94 wt.% en conservant la structure cubique face centrée de ce dernier.

I.1.7. Les solutions solides

La notion de solution solide est une notion thermodynamique. C'est un mélange de corps purs formant un solide homogène. Dans un métal pur A, on peut ajouter des atomes étrangers B sans modifier la structure cristalline du métal de base A : l'élément B entre en solution dans A. A et B forment la solution solide AB. L'atome B est un élément d'alliage. Une solution solide peut exister dans un large domaine de composition et pour toute composition de ce domaine, le matériau est homogène. Sa structure et ses propriétés différentes de celles des compositions voisines. La solution solide AB peut être de substitution ou d'insertion selon que les atomes de l'élément B se substituent à des atomes de l'élément A ou occupent des sites interstitiels du réseau de l'élément A. (figure I.1(a) et (b)). Deux éléments A et B forment une solution solide AB s'ils satisfont aux règles empiriques, nécessaires mais non suffisantes, de Hume-Rothery. Ces règles tiennent compte des effets de taille, d'électronégativité, de valence et de concentration électronique [9].

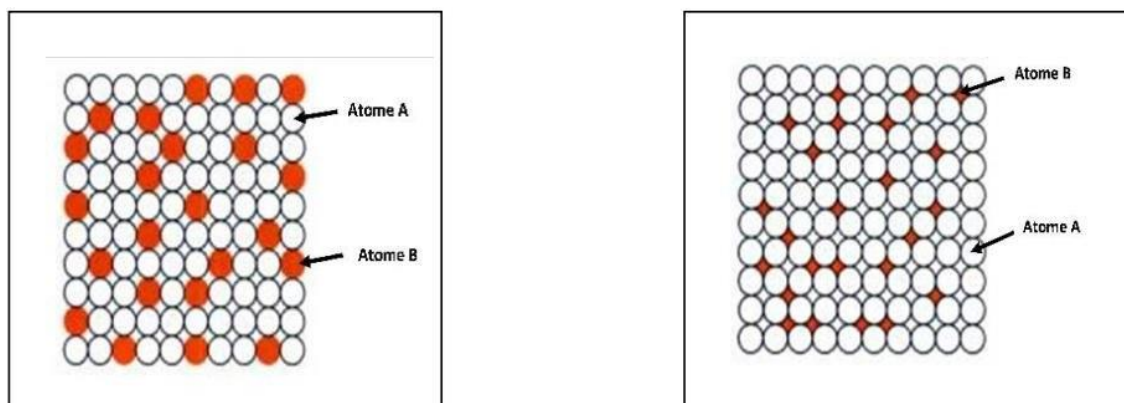


Figure I.1 : Solution solide (a) de substitution (b) d'insertion.

I.2. Synthèse l'alliage Al-Zn par frittage

I.2.1. Définition et généralités sur le frittage

Le frittage est un processus de traitement thermique au cours duquel un agglomérat de poudre est consolidé, sans fusion de l'ensemble [10-12]. Ceci est réalisé par la création de liaisons solides entre les particules, grâce au transport atomique des constituants mis en jeu (formation de cous ou de ponts, figure I.2). Ce phénomène peut, dans certains cas, être accompagné d'une élimination de la porosité de l'ensemble, on a alors densification.

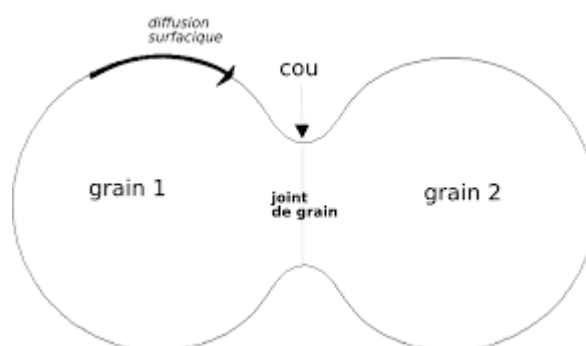
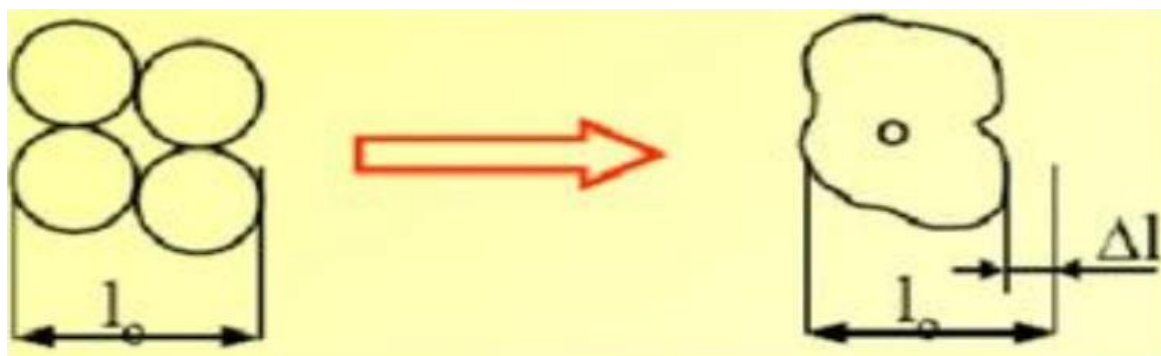


Figure I. 2 : Représentation schématique de deux particules voisines au début du frittage.

Avant l'étape de frittage, la pièce est mise en forme par des techniques qui dépendent de ses dimensions et de sa complexité : le pressage uniaxial pour les formes simples cylindriques, le coulage pour les pièces creuses, l'injection pour des pièces de précision.

Le phénomène de frittage induit des modifications physico-chimiques irréversibles du matériau de départ. Dans le cas des céramiques silicatées, les produits obtenus sont constitués de phases inorganiques à liaisons ionocovalentes [13]. La densification se manifeste par un retrait de frittage et correspond à une réduction de la porosité (Figure I.3).



Particules
de départ

Retrait

Figure I.3 : *Frittage associé à une densification du matériau (l_0 =longueur initiale du compac ; Δl = retrait absolu dans la direction considérée, après chauffage)*

Deux types de frittage sont généralement distingués selon les mécanismes de transport mis en jeu [14] : le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide

I.2.2. Types de frittage de point de vue physico-chimique

On distingue essentiellement deux types [15] : Le frittage en phase solide qui peut être monophasé ou polyphasé et le frittage en phase liquide qui est également polyphasé.

I.2.2.1. Frittage en phase solide

Au cours de ce phénomène, tous les constituants demeurent en phase solide, tout au long du traitement thermique. Le transport des constituants au sein du matériau est assuré par diffusion. Deux grandes catégories sont alors différenciées, selon que le transport de masse s'effectue à partir de la surface des grains (diffusion superficielle) ou des joints de grains (diffusion volumique) [16].

Sous l'action des gradients, la matière aura tendance à converger vers la surface du pont (pont de jonction entre les grains), soit depuis le joint de grain, soit depuis la surface des grains. Mais pour une même source de matière, différents chemins de diffusion pourront être empruntés (tableau I-1-figure I.4-figure I.5) :

- A partir de la surface des grains, la matière peut diffuser par la voie gazeuse ; on parle alors de processus d'évaporation- condensation (mécanisme 1) ou de diffusion gazeuse. La matière peut également passer par la couche superficielle du matériau,

on parle alors de diffusion superficielle (mécanisme 2). Enfin la matière peut passer par l'intérieur des grains ; dans ce cas, on parle de diffusion en volume ;

- A partir du centre du joint de grain, la matière peut passer par le joint de grain, cela correspond à une diffusion aux joints de grains, la matière peut passer par l'intérieur du grain, ce qui correspond à une diffusion en volume (mécanisme 3-4).

Les mécanismes envisagés maintenant sont ceux qui transportent de la matière depuis le centre du joint de grain jusqu'à la surface du pont (mécanismes 5 et 6). A mesure que le pont s'édifie, de la matière est progressivement retirée au joint de grain et la cohérence du matériau ne peut être conservée que si les centres des grains se rapprochent. Le modèle des sphères sécantes permet de rendre compte de ce phénomène [11].

Tableau I-1 : Mécanismes de frittage [11].

Mécanisme	Transport de matière	Modèle
1	Evaporation- condensation	Sphères tangentes
2	Diffusion superficielle	
3	Diffusion en volume	
4	Diffusion en volume	Sphères sécantes
5	Transport de la matière depuis le centre du joint de grain jusqu'à la surface du pont	
6		

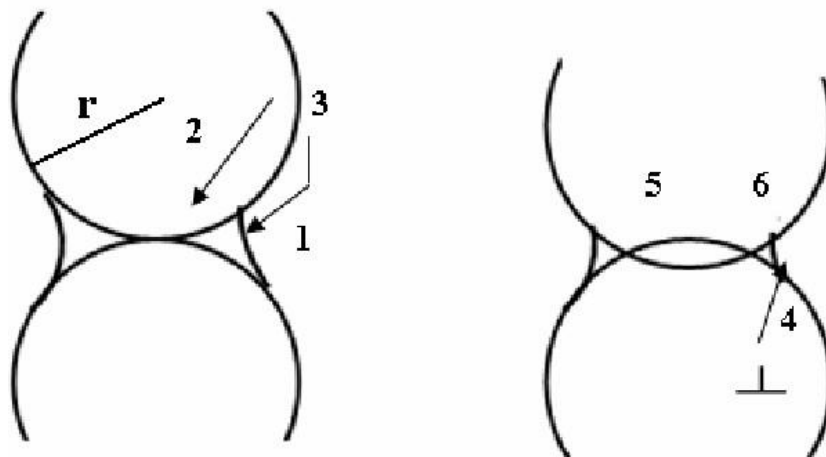


Figure I.4 : Chemins de diffusion entre la surface des grains et le pont de raccordement au cours du frittage de deux sphères [11].

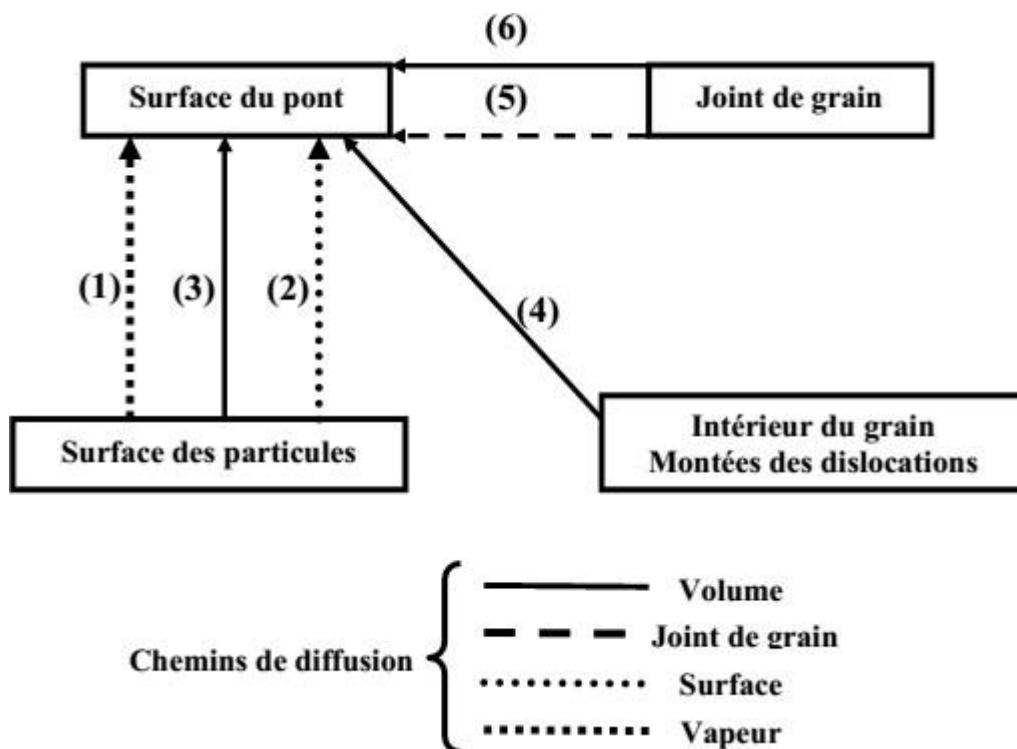


Figure I-5 : Les différentes sources de matières et chemins de diffusion possibles au cours du frittage de deux sphères [11].

II.2.2.2 Frittage en phase liquide

Le frittage réalisé grâce à l'action d'un liquide est appelé frittage en phase liquide [17]. Celui-ci peut apparaître par fusion non congruente d'un produit pur (cas du carbure de titane, TiC) ou grâce à l'introduction d'un ajout. Ce dernier peut consister en un composé à bas point de fusion ou bien en un constituant susceptible de réagir avec le composé à fritter (par exemple : formation d'un eutectique).

Dès sa formation, si la mouillabilité des particules par le liquide est suffisante, celui-ci se répartit uniformément dans le matériau et permet le réarrangement des particules, par capillarité [18]. La compacité de l'ensemble est ainsi augmentée. Cette étape sera d'autant plus rapide que la viscosité de la phase secondaire est faible et que sa mouillabilité est importante.

Suite à ce phénomène, un mécanisme de transport par dissolution-précipitation peut avoir lieu : une partie du solide se dissout dans la phase liquide et précipite préférentiellement au niveau des interfaces solide-liquide-gaz (figure I.6, point A). On a alors modification de la forme des grains dans le sens de leur rapprochement et donc d'une densification.

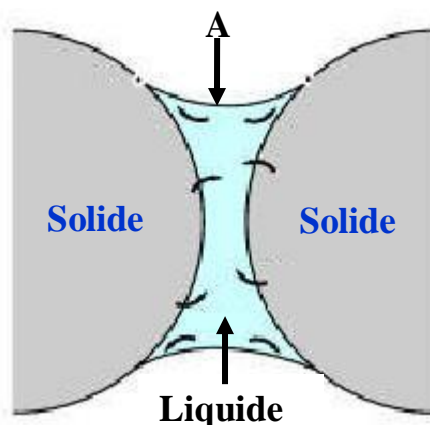


Figure I.6 : Représentation schématique des transferts chimiques intervenant après l'étape de réarrangement dans un pont liquide entre deux grains

Les frittages en phase liquide et en phase solide peuvent être réalisés grâce à divers appareillages, les techniques les plus couramment rencontrées sont présentées dans la suite.

II.2.3. Différentes techniques de frittage

D'un point de vue technologique on distingue deux types de frittage : naturel qui effectué sans contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlée) et frittage sous charge effectué en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage.

Si le matériau après frittage à la même composition chimique que la poudre initiale, on parle de frittage non réactif. Dans certains cas, la poudre initiale peut être composée d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; le traitement thermique permet de former un nouveau composé chimique et de densifier ce nouveau matériau ; on parle alors de frittage réactif. La figure III.7 présente les différentes techniques de frittage.

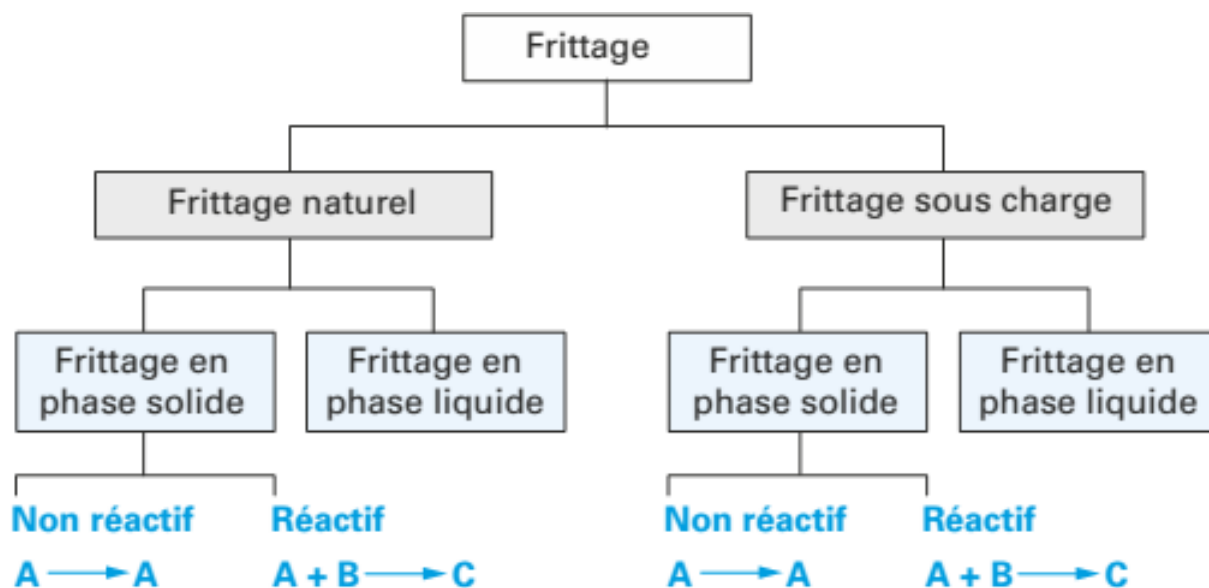


Figure I.7 : Les différentes techniques de frittage [19]

II.2.3.1. Frittage naturel

C'est un traitement thermique simple d'une pièce préalablement moulée, ce procédé est économique mais conduit le plus souvent à une porosité résiduelle importante, les conditions pour diminuer au maximum cette porosité et éviter la croissance exagérée sont en général assez délicates à obtenir on doit avoir recours à des ajouts et parfaitement contrôler l'atmosphère de frittage [20].

II.2.3.2. Frittage sous charge

Lors de frittage sous charge le matériau est comprimé d'une façon uni axial à haute température dans un moule généralement de forme assez simple, c'est le procédé classiquement utilisé en métallurgie des poudres que l'ait densification en phase solide ou en présence d'une phase liquide si la pièce finie des formes complexes on doit avoir recours à l'usinage par outils diamants ce qui est coûteux [18]. Cette technique est utilisée dans la préparation des matériaux de la technologie avancée.

II.2.3.3. Le frittage en présence des réactions

C'est le produit d'une réaction de deux matériaux différents dans une température bien déterminée, Ce mécanisme de frittage peut être en état solide ou en présence d'une phase liquide [20].

I.2.4. Conditionnement de l'opération de frittage

Lors de la mise en température du comprimé, il se produit aux basses températures (< 300°C) l'élimination du liant et du lubrifiant. Le frittage proprement dit ne débute qu'à des températures supérieures (à partir 400°C) et se traduit par un retrait de plus en plus important en fonction de la température croissante.

Le frittage est un procédé de fabrication des pièces consistant chauffer une poudre sans le mener jusqu'à la fusion. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux, ce qui forme la cohésion de la pièce. Le frittage est un phénomène très complexe car les facteurs qui interviennent sont nombreux

- Facteurs dépendant des conditions de l'opération : température, durée ; compression
- Facteurs dépendant de la nature de l'atmosphère dans laquelle est effectué le frittage : vide, atmosphère réductrice, oxydante,...
- Facteurs dépendant du matériau : morphologie, granulométrie, pureté ;

I.2.4.1. Température

Les températures sont choisies en principe dans un intervalle limité par les deux tiers (2/3) et les trois quart (3/4) de la température de fusion du matériau principal avec des durées assez courte (de 15 min à 2h) afin d'éviter le grossissement exagéré des grains. Le frittage d'une poudre contenant plusieurs constituants peut s'effectuer, soit à une température telle que l'ensemble des constituants reste en phase solide, soit à une température telle qu'un des constituants soit en phase liquide.

I.2.4.2. Durée de frittage

Les durées peuvent être plus courtes que la température de frittage s'approche de la température de fusion du matériau utilisé de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement.

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant puis un maintien à la température maximale tel que la durée de parcours dans le four est de 2 à 4 h.

La durée du processus de frittage représente le temps nécessaire pour atteindre une densification complète du matériau. Elle dépend de plusieurs paramètres, mais elle est dominée par la fraction volumique du liquide et de la température de frittage.

I.2.4.3. Compression

La densité et la dureté du produit finis sont fonction de la pression de compression. Alors, il ne faut pas oublier qu'il y a une pression optimale pour chaque mélange et que le fait de dépasser cette pression n'améliore pas notablement les qualités du produit fini.

I.2.4.4. Atmosphère de frittage

L'atmosphère doit être neutre ou réductrice et parfaitement sèche, pour éviter toute oxydation qui propagerait dans la masse du comprimé l'atmosphère réductrice favorise en supprimant la pellicule d'oxyde qui recouvre les grains de poudre.

Le traitement se fait sous atmosphère protectrice : hydrogène, ammoniac craqué.

Par contre une atmosphère neutre (ex : azote ou argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent dans le fritté.

I.2.4.5. Grosseurs des grains

La nature et la grosseur des grains influent sur les propriétés mécaniques des pièces obtenues par frittage, telles que la déformation, la dureté Brinell et les propriétés physiques telles que la densité, la porosité, ...etc.

I.2.5. Les stades du frittage

D'un point de vue macroscopique, le frittage se caractérise par une réduction volumique de l'échantillon induite par les mécanismes précédemment cités dans le tableau I.1. On distingue généralement trois stades au cours du frittage décrit sur la Figure I.8 :

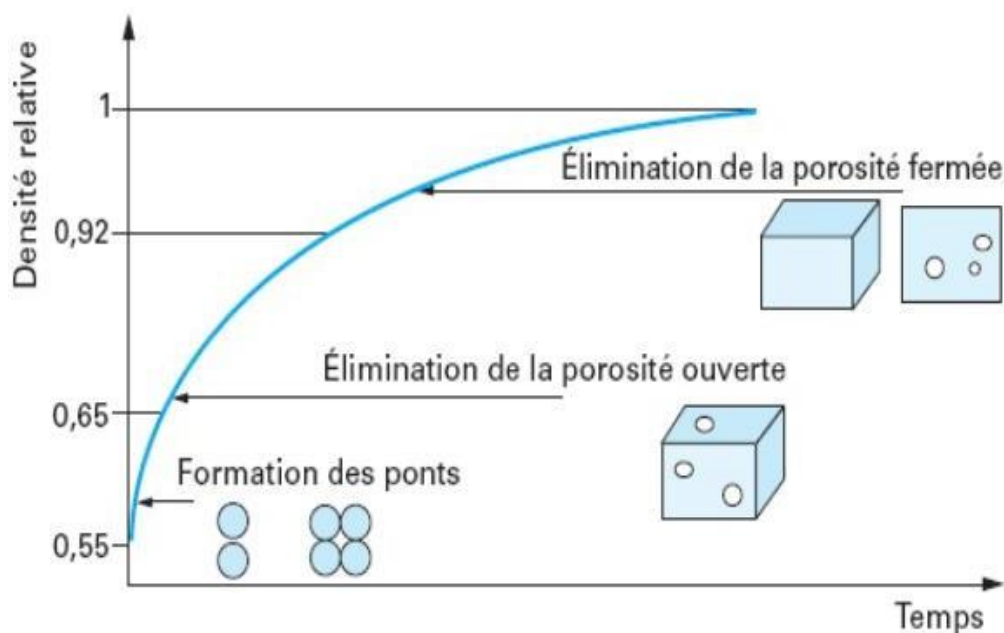


Figure I.8 : Evolution de la densité relative au cours des différentes étapes de frittage [21]

- le stade initial : les cous se forment entre les grains ;
- le stade intermédiaire : les grains prennent une forme polyédrique, la porosité ouverte s'organise sous forme de canaux cylindriques ;
- le stade final : la porosité se ferme, le grossissement granulaire devient important.

La réduction de l'énergie inter-faciale durant le frittage est liée à la croissance de cous interparticulaires conduisant ainsi vers l'équilibre thermodynamique. Ceci entraîne une évolution microstructurale.

Selon la forme de la porosité, le frittage a été divisé en trois stades par Coble [22] et Ashby [23]. Lorsque la poudre a subi une compaction avant le frittage, tous les stades de frittage n'apparaissent pas forcément et qui sont montrés sur la figure I.9.

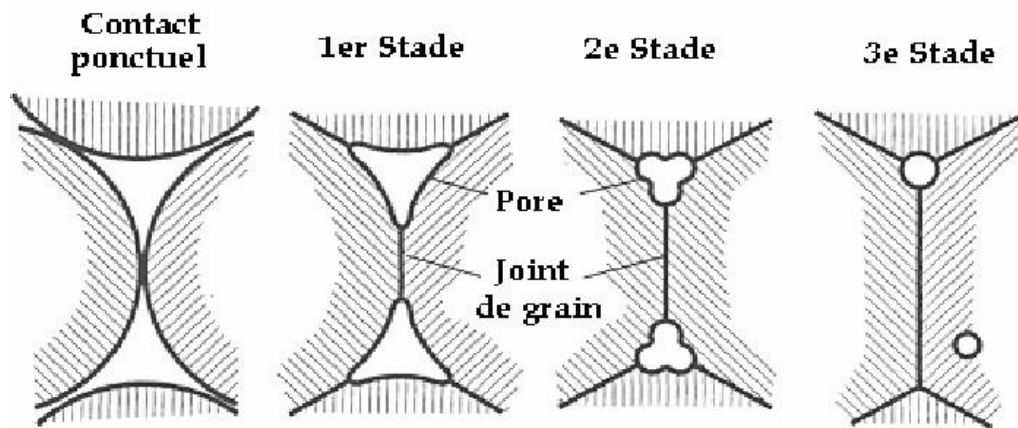


Figure I.9 : Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des trois stades de frittage [24]

Le premier stade du frittage correspond à la formation et la croissance des cous entre les particules. Au cours du deuxième stade il existe un réseau de pores interconnectés de forme à peu près cylindrique dont le volume se réduit progressivement. Finalement, durant le troisième stade, les pores sphériques et isolés sont éliminés.

I.3. Le Systèmes étudiés de l'alliage Al-Zn

I.3 .1. Étude des différentes propriétés des systèmes étudiés

I.3.1.1. Aluminium

L'aluminium est un élément chimique, de symbole Al et de numéro atomique 13. C'est un métal pauvre, malléable, de couleur argentée, qui est remarquable pour sa résistance à l'oxydation et sa faible densité.

I.3.1.2. Zinc

Le zinc est l'élément chimique de numéro atomique 30 et de symbole Zn. Le corps simple zinc est un métal.

Le tableau I.2 résume les principales caractéristiques de l'aluminium et de zinc [25].

Tableau I.2. *Quelques caractéristiques Al et Zn*

Propriétés	Élément	
	Al	Zn
Structure électronique	[Ne] 3s ² 3p ¹	[Ar] 3d ¹⁰ 4s ²
Numéro atomique	13	30
Température de fusion (°C)	660,323	419,527
Masse volumique	2,6989 g·cm ⁻³ à (25 °C)	7,134 g·cm ⁻³ (25 °C)
Rayon atomique (nm)	0,125	0,135
Structure cristallographique	cubique face centré	Hexagonal compact
Résistivité à 300 K (Ωcm)	28 × 10 ⁻⁹	61 × 10 ⁻⁹
Dureté	1,5	2,5

I.3 .2. Diagramme d'équilibre du système Al-Zn

L'intérêt porté à l'alliage Al-Zn est dû à la large lacune de miscibilité que présente son diagramme d'équilibre et à l'apparition, après trempe et revenu, de phases Thermodynamiquement métastables. La décomposition de la solution solide peut alors théoriquement d'effectuer soit par germination et croissance [26-27] soit par décomposition spinodale [28,29]. Le diagramme d'équilibre de l'alliage Al-Zn (figure I.10) illustre le phénomène de transformation de phases très variées avec la température et la vitesse de refroidissement.

Il présente un eutectique à 88,7% pour une température de 381°C, et une solubilité limite du zinc dans l'aluminium de 16,5% à 220°C, Le domaine monophasé de la solution solide (α) est très étendu. Il est interrompu par une lacune de miscibilité de température critique $T_c = 351^\circ\text{C}$ [29,30], la solution solide β riche en Zn a une solubilité maximale de 2,8% en atomes à la température eutectique et a une structure cristalline hexagonale compacte.

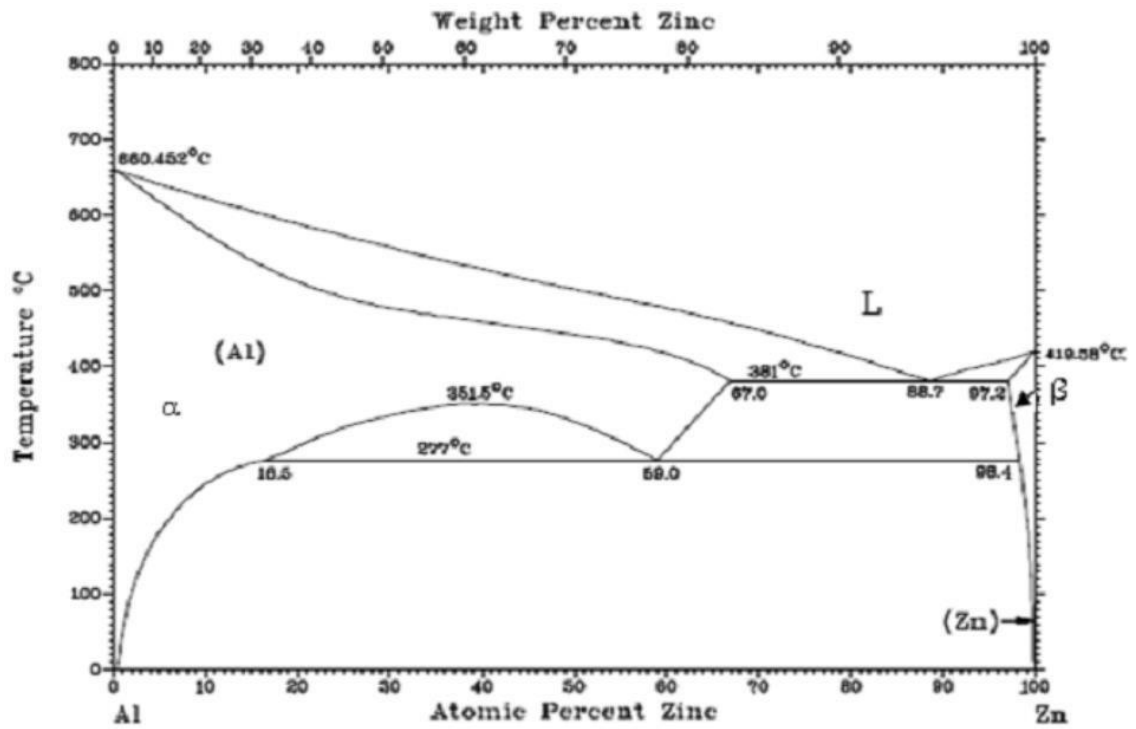


Figure I.10 : Diagramme d'équilibre des phases du système Al Zn [29,31]

I.4. Conclusion

Ce premier chapitre est essentiel puisqu'il pose le contexte scientifique de cette étude tout en définissant les informations nécessaires à la bonne compréhension de ce manuscrit notamment sur les propriétés intrinsèques des matériaux préparés pendant ce travail de mémoire.

Chapitre II

Procédure expérimentale

Introduction

Ce chapitre concerne la description du protocole expérimental choisi pour l'élaboration de l'alliage binaire Al-Zn et la techniques de caractérisation par diffractomètre des rayons X (DRX) utilisée pour la bonne compréhension des phénomènes de changement des propriétés structurales.

II.1. Elaboration des échantillons

II.1.1 Caractéristiques des réactifs de départ

Les poudres de Al et de Zn sont très pures à 99,8 %, tous deux sont achetés, ont été utilisé pour l'élaboration comme matière première. Les caractéristiques des poudres utilisées sont illustrées dans le tableau II.1.

Elément	Taille des particules	Pureté%	Forme	Référence et caractéristiques
Al	< 90 μm	99.5	Poudre	ALDRICH CHEMICAL COMPANY, Co. USA.
Zn	< 45 μm	99.8	Poudre	ALDRICH CHEMICAL COMPANY, Co. USA.

Tableau II.1 : Caractéristiques des poudres de départ.

II.1.2 Pesée des poudres

Les alliages Al-10%Zn, Al-15%Zn, Al-20%Zn, (en masse) sont pesés (la masse de chaque alliage a été prise pour 3 g de mélange homogène de poudres d'aluminium et de zinc.) avec une précision de 10^{-4} g en utilisant une balance électronique de type OHAUS traveler (figureII.1).



Figure II.1 : balance

II.1.3. La mise en forme

La compression de poudre fait mettre en contact les particules, diminue la porosité, donne la bonne tenue mécanique au produit avant frittage et conditionne les caractéristiques du produit final. La technique effectuée au moyen d'une méthode de pressage, est compactage uni-axial. Dans notre cas, les poudres de quantité 3g sont compactées uniaxialement à froid dans une presse de marque CARL ZEISS-JENA. Sa capacité maximale est de 25 tonnes. La compaction et la mise en forme des échantillons secs s'effectuent d'abord en plaçant la poudre dans une matrice de forme cylindrique (figure II. 2) puis en exerçant pendant cinq minutes un effort de 10 tonnes sur le poinçon supérieur. Les échantillons obtenus sont des pastilles cylindriques de 13 mm de diamètre et d'environ 2mm de hauteur (Fig. II. 3).



Figure II. 2 : Presse hydrostatique utilisée pour la préparation des pastilles

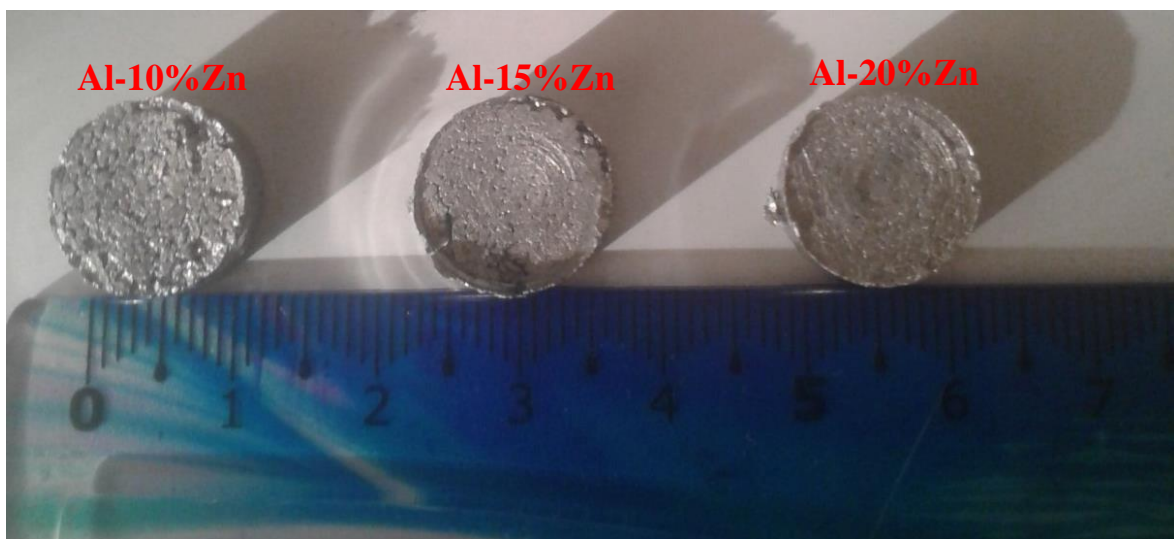


Figure II. 3 : Pastilles cylindrique après pressage uniaxial.

II.1.4 Frittage

Le frittage permet de transformer la poudre compactée en une masse solide dense ou poreuse et cohérente sous l'action de la chaleur. Il est largement utilisé pour améliorer la qualité de la poudre compactée. Ce traitement présente l'étape essentielle du processus

Chapitre II : Procédure expérimentale

d'élaboration des composés intermétalliques et se fait en trois (03) étapes : une montée de température à une vitesse de chauffage, suivie d'un temps de maintien puis un refroidissement lent dans le four. Les pastilles réalisées ont été frittées dans un four à moufle haute température de type Nabertherm Modèle : MORE THAN HCAT (Figure II.4), la température de frittage choisie est 200 °C pendant deux (02) heures avec la vitesse de montée en température est de 10°C/min (Figure II.5). ainsi que les pastilles frittées sont montrées sur la figure II.6.



Figure II. 4 : Four de frittage

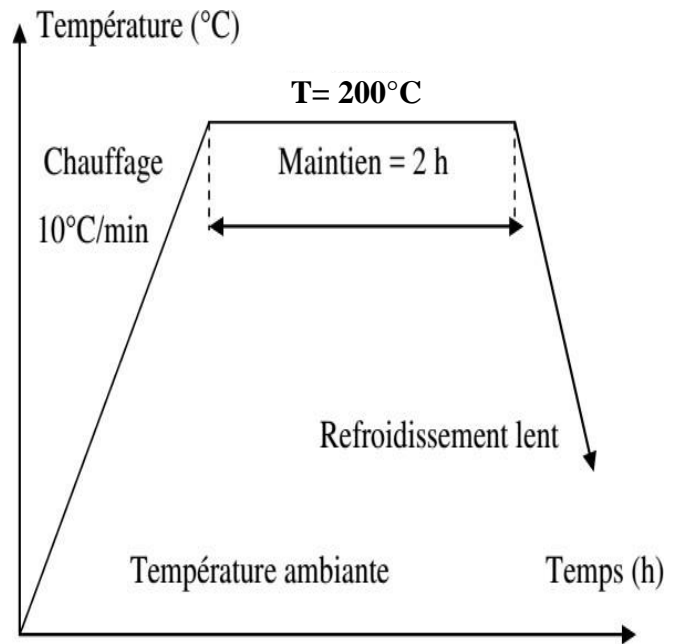


Figure II. 5 : Cycle de traitement de Frittage des pastilles

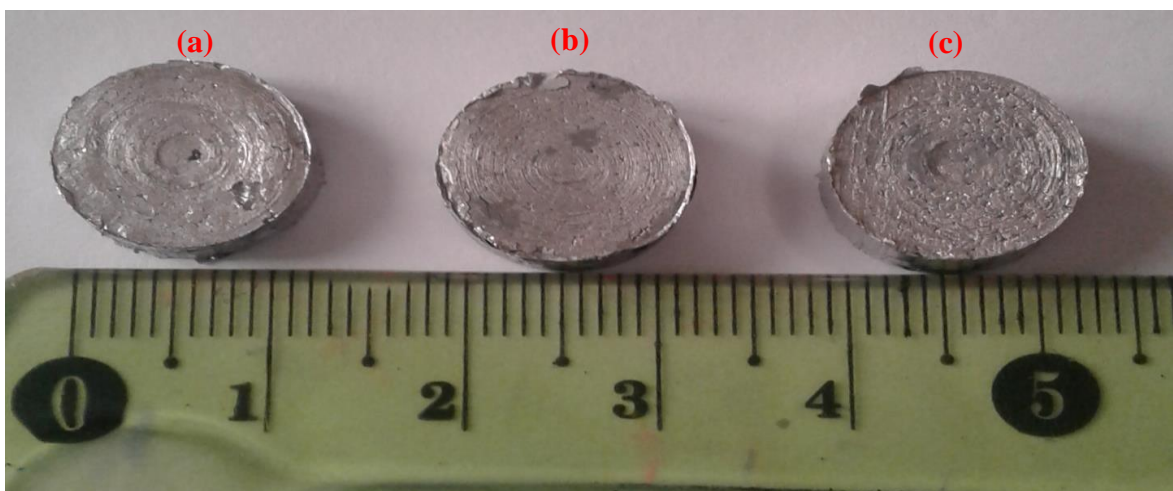


Figure II. 6 : pastilles frittées à 200°C pour différents alliages (a) Al-10%Zn (b) Al-15%Zn (c) Al-20%Zn, (en masse).

II. 2 Techniques de caractérisation des échantillons

Pour une meilleure caractérisation structurale et microstructurale, nous avons utilisé la technique de diffraction des rayons X (DRX).

II.2.2 Etude structurale par diffractomètre des rayons X (DRX)

La diffraction de rayons x est une technique simple, facile à mettre en œuvre et non destructive ; elle est largement utilisée pour l'étude microstructurale des poudres obtenues par broyage haute énergie. L'application classique de la diffraction de rayons X ne requiert que la mesure des distances inter-réticulaires et des intensités relatives. Cette méthode ne s'applique qu'à des matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent. Dans ces matériaux, les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par les indices (h, k, l) appelés indices de Miller.

Le diffractomètre utilisé au cours de ce travail est de de type Bruker D8 Advance Eco (Figure. II.7) existant à l'Université Chadli Bendjedid- El Tarf.



Figure II.7 : Diffractomètre Bruker D8 Advance.

II. 2. 1. Principe de diffraction des rayons X

La technique de diffraction des rayons X est un processus principal pour caractériser les matériaux. Elle donne des renseignements sur l'état de cristallisation, l'orientation préférentielle, les paramètres de maille et sur l'existence des contraintes (tension ou compression). Cette technique repose sur l'interaction d'un faisceau de rayons X monochromatique, émis par une source, avec l'échantillon à analyser. Un détecteur reçoit le faisceau diffracté par cet échantillon et on enregistre l'intensité en fonction de l'angle de diffraction 2θ . L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondantes aux distances entre les plans d'empilement. Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure II.8).

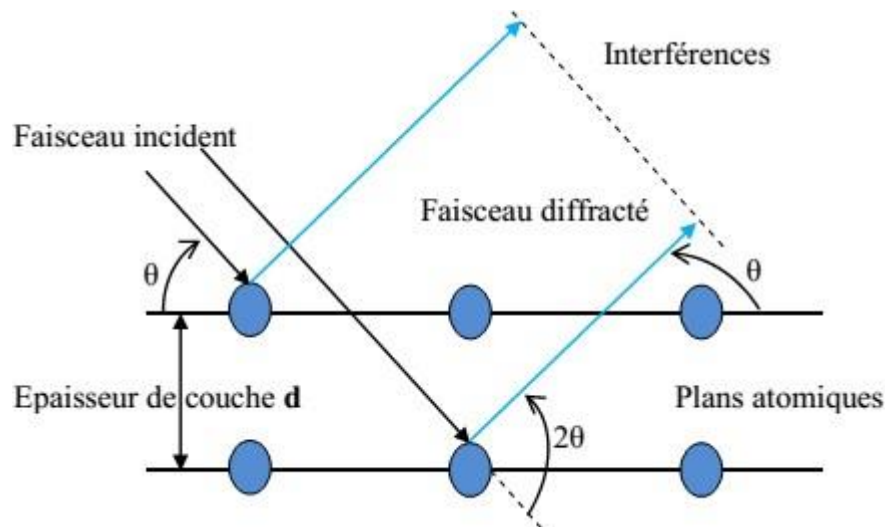


Figure II.8. Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.

Un pic de diffraction correspondant à la famille de plans considérée, de distance inter-réticulaire d_{hkl} , responsable de la diffraction sous l'angle θ et vérifiant la loi de Bragg [1-2]:

$$2 d \sin\theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

Où ;

λ (nm) : longueur d'onde monochromatique

Chapitre II : Procédure expérimentale

n : ordre de diffraction ;

d_{hkl} (nm) : distance inter réticulaire des plans ;

h, k, l : sont les indices de Miller

θ (°) : angle de diffraction.

Il faut noter que la loi de Chacun des faisceaux diffractés se comporte en ce qui concerne sa direction comme s'il était réfléchi selon la loi classique de la réflexion sur l'un des plans réticulaires du cristal : chaque plan cristallographique joue le rôle de miroir et réfléchit environ 10^{-1} à 10^{-3} % de la radiation incidente.

Considérons un faisceau de rayon X de longueur d'onde λ tombant avec une incidence θ sur une famille de plans cristallins (hkl) définis par leur distance inter réticulaire d_{hkl} . Il y a diffraction si la loi suivante, appelée loi de Bragg, est vérifiée :

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

L'identification des phases se fait par comparaison des spectres expérimentaux de diffraction RX et les spectres théoriques (fichiers ASTM). Cette comparaison permet d'indexer les différentes raies de diffraction obtenues.

II.2.2. Détermination des paramètres de la maille

A l'aide de la relation exprimant la distance inter réticulaire, d , en fonction des indices de Miller (hkl) et de la loi de Bragg (Eq. II.1), il est possible de calculer les paramètres de maille des réseaux cristallins dans le cas de systèmes cubiques [3].

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

où a est le paramètre de maille et (hkl), les indices de Miller pour le plan considéré.

La combinaison des équations II.1 et II.2 rend possible le calcul des paramètres de maille pour les deux systèmes :

$$d_{hkl} = \frac{n \lambda}{2 \sin \theta} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \Rightarrow a = \frac{n \lambda \sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2 \sin \theta} \quad (\text{II.3})$$

II.2.3. Détermination de la taille des grains (Méthode de Scherrer)

Chapitre II : Procédure expérimentale

La taille des grains des différents échantillons a été déterminée tout d'abord à partir des spectres de diffraction de rayons X en utilisant la relation de Scherrer [4-5] suivante :

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (\text{II.4})$$

D: taille moyenne de cristallites.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

θ : Angle de diffraction.

K: constante (K=0.9).

β : est la largeur à mi-hauteur (FWHM) exprimée en radian.

On caractérise la largeur d'un pic par sa largeur à mi-hauteur H (en anglais full width at half maximum FWHM), c.-à-d. la largeur du pic à mi-chemin entre la ligne de fond continue et le sommet du pic. La figure II.9 montre un schéma de pic de diffraction X proposé comme un exemple pour calculé la largeur à mi-hauteur β .

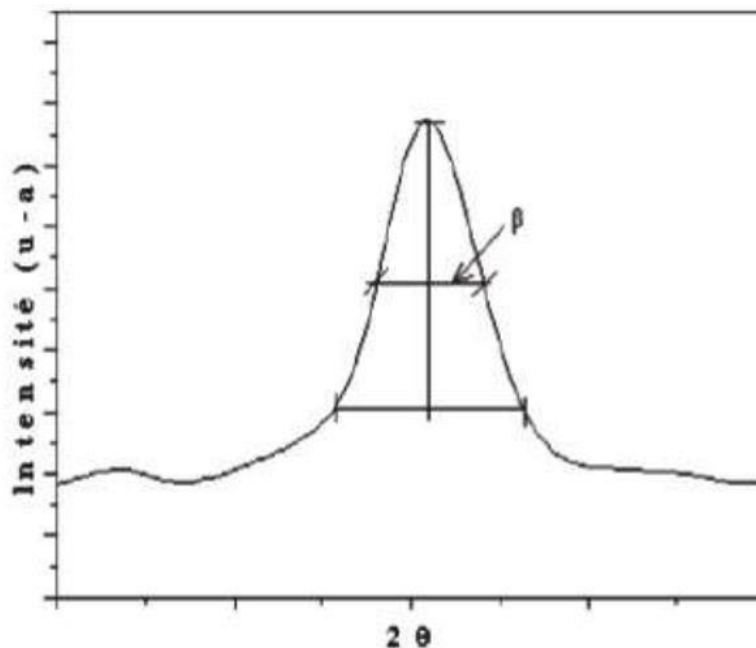


Figure. II.9 : Illustration d'un pic de DRX.

II.2.4. Description de diffractomètre équipé d'une anticathode de Cuivre

Pour les échantillons d'alliages Al-10%Zn, Al-15%Zn, Al-20%Zn, (en masse), nous avons effectué les expériences de diffraction des rayons X avec un diffractomètre de

Chapitre II : Procédure expérimentale

type Bruker D8 Advance Eco en géométrie Bragg-Brentano (θ - θ) (figure II. 10.). Dans une telle configuration, l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement (figure II. 11.).

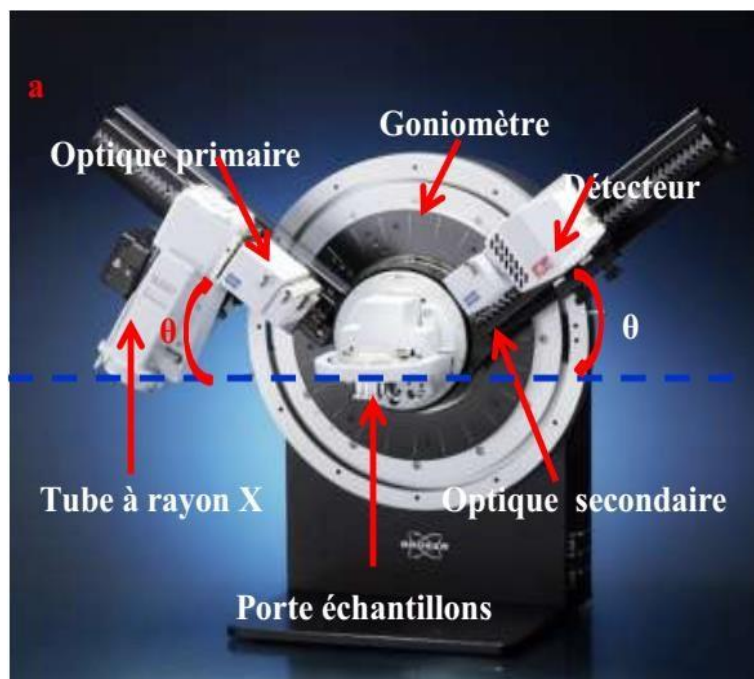


Figure. II.10 : Configuration du goniomètre en mode θ - θ .

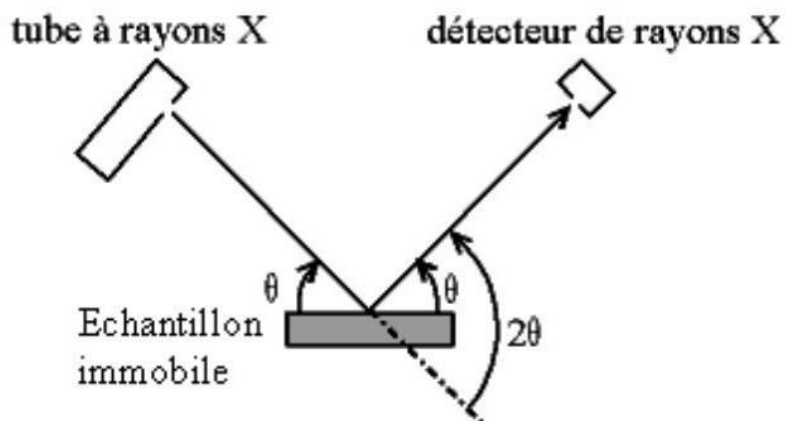


Figure II .11: Schéma représentatif du montage de Bragg-Brentano θ - θ .

Le diffractomètre est équipé d'un tube à rayons X avec une anticathode en cuivre et d'un filtre pour couper la raie K_{β} et de sélectionner la raie K_{α} de longueur d'onde $\lambda=1.5418\text{\AA}$. Les enregistrements des spectres de diffraction des rayons X, ont été réalisés à température

Chapitre II : Procédure expérimentale

ambiante (25°C) dans la gamme angulaire de $10^\circ \leq 2\theta \leq 110^\circ$ avec un pas de balayage $\Delta(2\theta) = 0,02^\circ$ et un temps de comptage de 10 s par pas.

II.3 Conclusion

Dans ce chapitre, on a décrit les différentes étapes de fabrication des échantillons massive de l'alliage Al-Zn ainsi les différents procédés utilisés pour la caractérisation structurale, microstructurale et mécanique de nos échantillons.

Les résultats obtenus de cette étude sont présentés dans le troisième chapitre.

Chapitre III

Résultats et Discussions

Introduction

Ce chapitre est consacré en premier lieu à l'étude structurale et microstructural par diffraction des rayons X des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) frittés à 200°C, puis on expose les résultats des essais de dureté effectués sur nos échantillons.

III .1 Caractérisation structurale par diffraction des rayons X (DRX)

La figure III.1 présente les résultats de l'analyse par diffraction de rayons X réalisée sur les alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) des produits obtenus par frittage à 200°C. Les trois spectres montrent la coexistence une phase α Al(Zn) de l'alliage Al-10% mass. Zn et des deux phases α Al(Zn) et Zn de faible intensité de l'alliage Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn. L'indexation des pics de diffractions ont été faite à l'aide du logiciel X'Pert HighScore qui contient une base de données correspondante aux cartes JCPDS des différents matériaux existants.

Sur le diagramme de diffraction des rayons X de la figure III.1 pour l'alliage Al-10% mass. Zn, on remarque clairement que aucun pic relatif à Al ou Zn n'a été détecté, ceci montre une grande réaction à l'état solide entre les éléments de l'alliage Al et Zn qui sont transforment entièrement et génère la formation de la solution solide α Al(Zn).

Nous constatons, sur les spectres obtenus sur les alliages Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn de la figure III.1 apparition d'un pic de faible intense appartient à la phase Zn, et au vu de l'intensité de ce pic, on peut dire que la phase α Al(Zn) est la phase la plus abondante dans le composé [1].

Nous avons aussi observé à partir de ces alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) fritté à 200°C un élargissement progressif des raies du α Al(Zn) accompagné d'une diminution de leurs intensités et un léger décalage vers les plus grands angles. Cela démontre que les atomes de Zn, se sont dissous dans la matrice de Al donnant lieu à la formation de la solution solide α Al(Zn), C'est cohérent avec la formation de solution solide due que le rayon atomique de Al ($r_{Al} = 0,143$ nm) est grand comparé à Zn ($r_{Zn} = 0,134$ nm). Celle-ci a été identifiée comme étant la phase α Al(Zn) de structure cubique face centré (cfc). Le petit décalage angulaire des pics de diffraction est associé au premier ordre de contraintes internes induit par le frittage et qui modifie le paramètre de maille [2].

Enfin, ces résultats sont en parfait accord avec le diagramme de phase du système binaire Al-Zn qui ne présente aucune variation de phase.

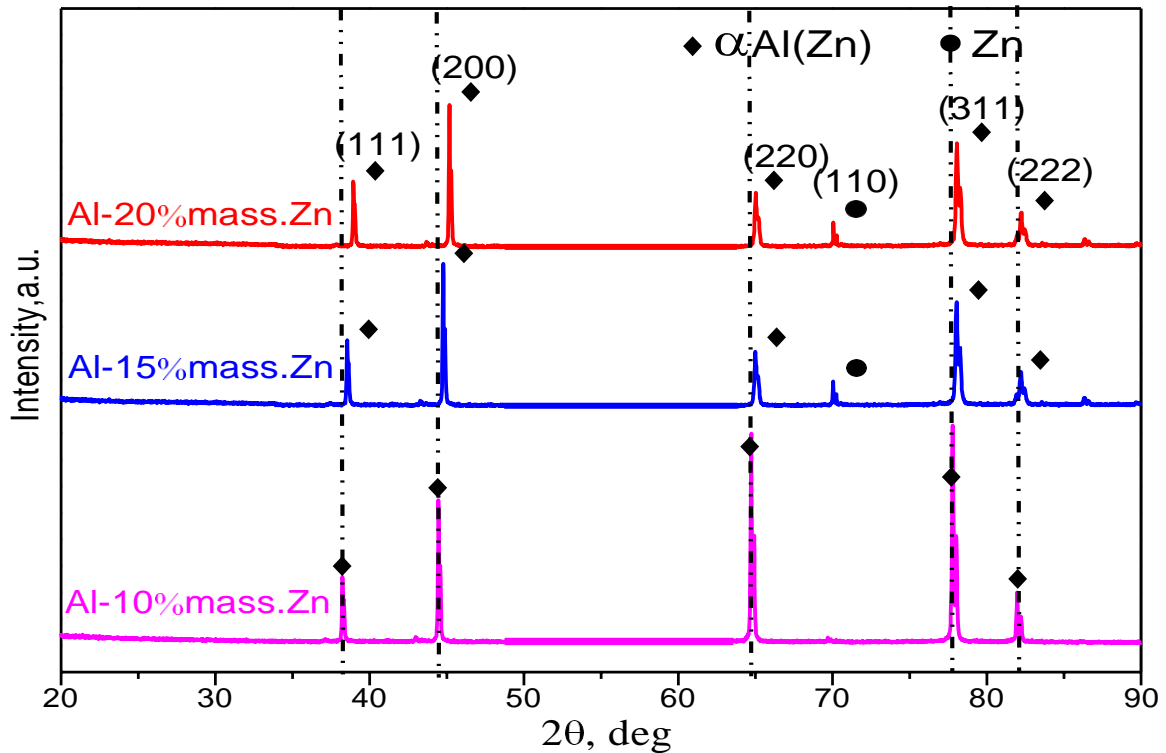


Figure III. 1 : Diagramme de diffraction des rayons X des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) frittés à 200°C

III.1.1. Taille moyenne des cristallites

III.1.1.1. Détermination des paramètres cristallins

Nous avons déterminé les paramètres cristallins à partir de l'expression de la distance réticulaire d_{hkl} de la phase α Al(Zn) de structure cubique face centré (cfc).

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{a^2} \quad (\text{III.1})$$

Les paramètres cristallins déduits à partir des spectres de diffraction des rayons X sont regroupés dans les tableaux III.1, III.2 et III.3 pour les trois alliages Al-10 % mass. Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn.

Chapitre III : Résultats et Discussions

Tableau III.1. Paramètres cristallins d'alliage Al-10% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	d_{hkl}	a (Å°)	a moy (Å°)
(111)	38,36	2,345	4,0616	4,0666
(200)	44,50	2,034	4,068	
(220)	64,70	1,4396	4,071	
(311)	77,86	1,2259	4,0658	
(222)	81,96	1,174	4,067	

Tableau III.2. Paramètres cristallins d'alliage Al-15% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	d_{hkl}	a (Å°)	a moy (Å°)
(111)	38,54	2,3318	4,0390	4,0504
(200)	44,80	2,0214	4,044	
(220)	65,00	1,4336	4,055	
(311)	78,06	1,2232	4,057	
(222)	82,24	1,1713	4,057	

Tableau III.3. Paramètres cristallins d'alliage Al-20% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	d_{hkl}	a (Å°)	a moy (Å°)
(111)	38,92	2,3122	4,004	4,0354
(200)	45,22	2,0036	4,007	
(220)	65,02	1,4333	4,054	
(311)	78,08	1,223	4,056	
(222)	82,26	1,1711	4,056	

Les résultats obtenus des paramètres cristallins de notre alliage en fonction de pourcentage en Zn coïncident avec les valeurs tirées de la littérature (a= 4,049 Å°) [3]. On peut donc

affirmer que les concentrations souhaitées au départ sont bonne, et que l'élaboration s'est révélée satisfaisante.

III.1.1.2. Variations de la taille moyenne des cristallites

L'évolution de paramètres de cristallin, a (Å), en fonction du pourcentage de Zn pour les alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) après frittage à 200°C est illustrée dans la figure III. 2. Cette figure montre bien que la valeur du paramètre cristallin décroît avec l'augmentation de la teneur en Zn. Sa valeur diminue de 4,0666 Å pour Al-10 % mass. Zn jusqu'à 4,0354 Å pour Al-20 % mass. Zn. Cette diminution de a (Å) est clairement traduite par les distorsions du réseau cristallin de Al sous l'effet de l'introduction des atomes Zn dans la matrice de Al qui est généralement activée par, l'augmentation de la teneur en Zn et formé une solution solide de Zn dans Al (α Al(Zn)) [4].

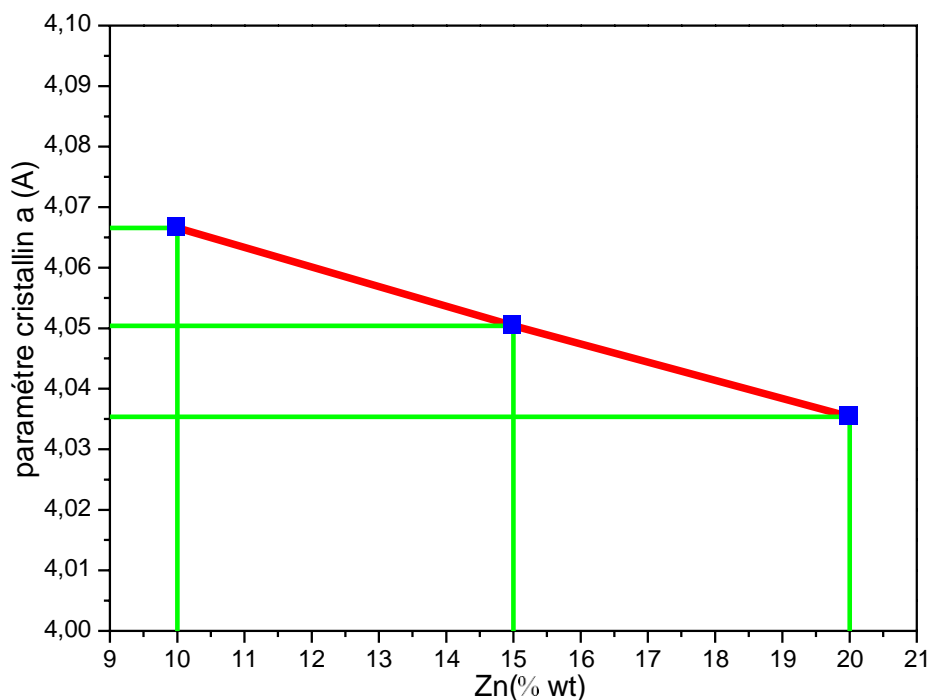


Figure III. 2 : Evolution du paramètre de maille a (Å) des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) en fonction du pourcentage de Zn synthétisés par frittage à 200°C

III.1.2. Taille des grains

III.1.2.1. Détermination de la taille des grains

La taille des grains a pu être estimée à partir des largeurs à mi-hauteur et de la relation de Debye Scherrer. Il est possible, en utilisant le diagramme de diffraction des rayons-X de relier l'élargissement à mi-hauteur des raies à la taille moyenne des cristallites par la relation de (II.4)

Les tailles des grains pour les trois alliages Al-10 % mass. Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn sont présentées dans les tableaux III.4, III.5 et III.6

Tableau III.4. Taille des grains d'alliage Al-10% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	FWHM	D (nm)	D moy (nm)
(111)	38,36	0,0787	106,15	83,96
(200)	44,50	0,2362	36,31	
(220)	64,70	0,096	98,57	
(311)	77,86	0,096	106,15	
(222)	81,96	0,144	72,63	

Chapitre III : Résultats et Discussions

Tableau III.5. Taille des grains d'alliage Al-15% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	FWHM	D (nm)	D moy (nm)
(111)	38,54	0,0775	108,66	85,38
(200)	44,80	0,2395	35,75	
(220)	65,00	0,097	97,18	
(311)	78,06	0,095	107,81	
(222)	82,24	0,1358	77,52	

Tableau III.6. Taille des grains d'alliage Al-20% mass. Zn

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	FWHM	D (nm)	D moy (nm)
(111)	38,92	0,0765	110,4	87,28
(200)	45,22	0,2405	35,65	
(220)	65,02	0,0954	98,57	
(311)	78,08	0,094	108,66	
(222)	82,26	0,127	83,13	

III.1.2.2. Variations de la taille des grains

Les tailles des grains des échantillons synthétisés par voie classique (frittage) sont présentées sur la figure III.3. Nous pouvons voir que la taille des grains croît sensiblement avec l'augmentation du pourcentage en Zn de 83,96 nm jusqu'à 87,28nm.

D'après la littérature, dans le mélange des poudres, la courbure qui résulte met la matière en compression du côté des petits grains, en tension du côté des gros. Le gradient de contrainte induit un flux de matière, ce qui provoque un déplacement des joints de grains vers leurs centres de courbure et donc un grossissement moyen des grains [5].

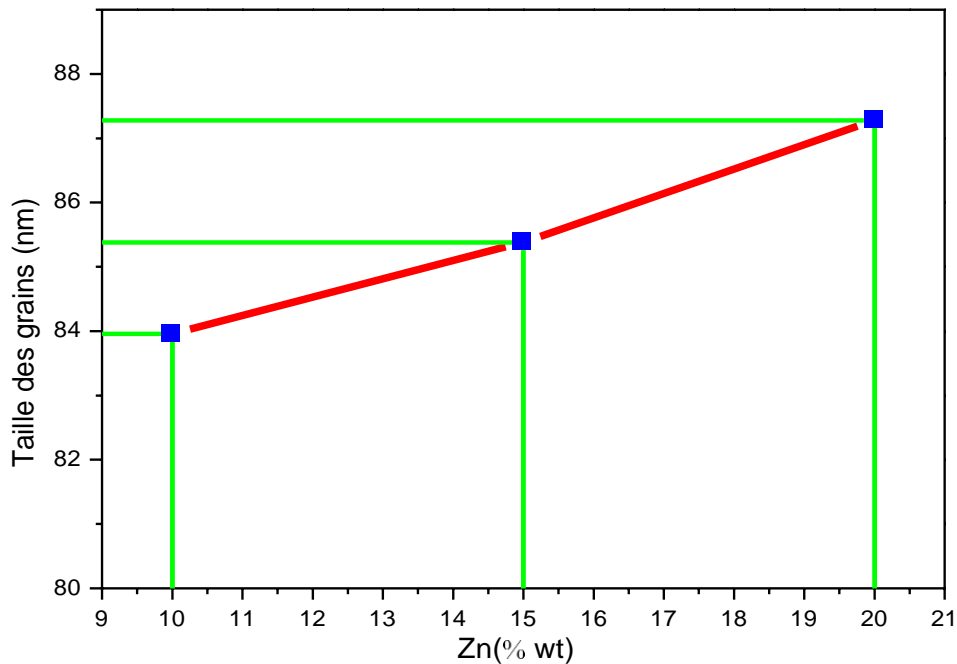


Figure III. 3 : Evolution de la taille des grains en fonction du pourcentage Zn

III.2. Propriétés mécaniques

III.2.1 Essais de dureté

Des essais de dureté Vickers ont été réalisés sur un Duromètre Vickers Zwick/ZHV10. Pour tous les essais, une charge de 200g a été utilisée avec un temps de maintien de 10s pour les alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) sous forme pastille. Les échantillons ont tous été polis mécaniquement jusqu'à obtenir un poli miroir par polisseuse manuelle Ø 200 à 250 mm de marque MECAPOL P 230 avec une vitesse variable 20 à 600 trs/min.

Les images de la figure III.4 illustrent l'évolution de l'empreinte de dureté effectuée à température ambiante avec l'augmentation de pourcentage en zinc. Nous constatons la diminution de la taille de l'empreinte avec l'accroissement du pourcentage de Zn, signifiant l'élévation de la dureté (tableau III.7).

Le tableau III.7 regroupe la mesure de la dureté Vickers réalisés sur les alliages Al-10 % mass., Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn de frittée à 200°C sous une charge de 200 g (0,2 kgf) où la dureté Vickers est de 92 MPa, 112 MPa et 121 MPa.

Chapitre III : Résultats et Discussions

Tableau III.7. Tests de dureté Vickers des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) sous une charge de 200 g (0.2 kgf).

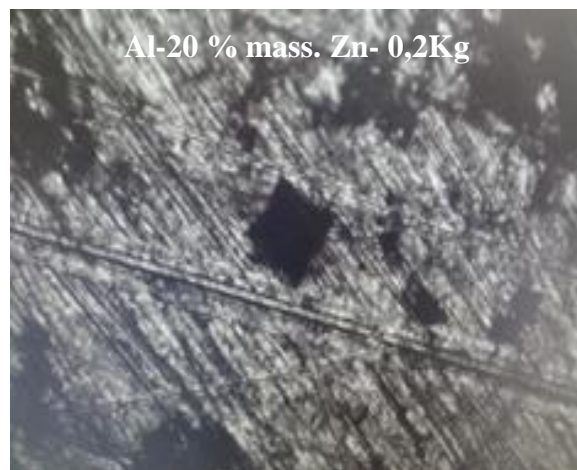
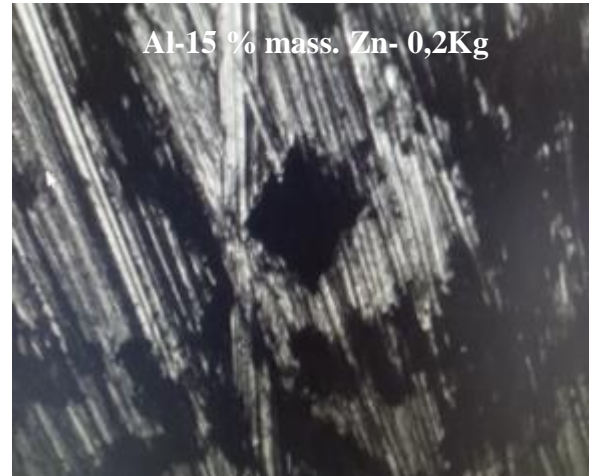
Alliage	d_h mm	d_v mm	d mm	HV _{0,2}
Al-10 % mass. Zn	0,16	0,16	0,16	92
Al-15 % mass. Zn	0,15	0,15	0,15	112
Al-20 % mass. Zn	0,14	0,14	0,14	121

d_h : dureté horizontale

d_v : dureté verticale

d : diagonale moyen de l'empreinte.

HV_{0,2} : dureté Vickers sous une charge de 200 g (0.2 kgf).



Chapitre III : Résultats et Discussions

Figure III. 4 : *Les empreintes Vickers à base carrée sous l'effet d'une charge de 200 g (0,2 kgf) pour les alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) sous forme pastille frittée à 200°C observé en microscope optique.*

La variation de la dureté Hv en fonction de la teneur en zinc pour les alliages Al-10 % mass. Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn est illustré dans la figure III.5.

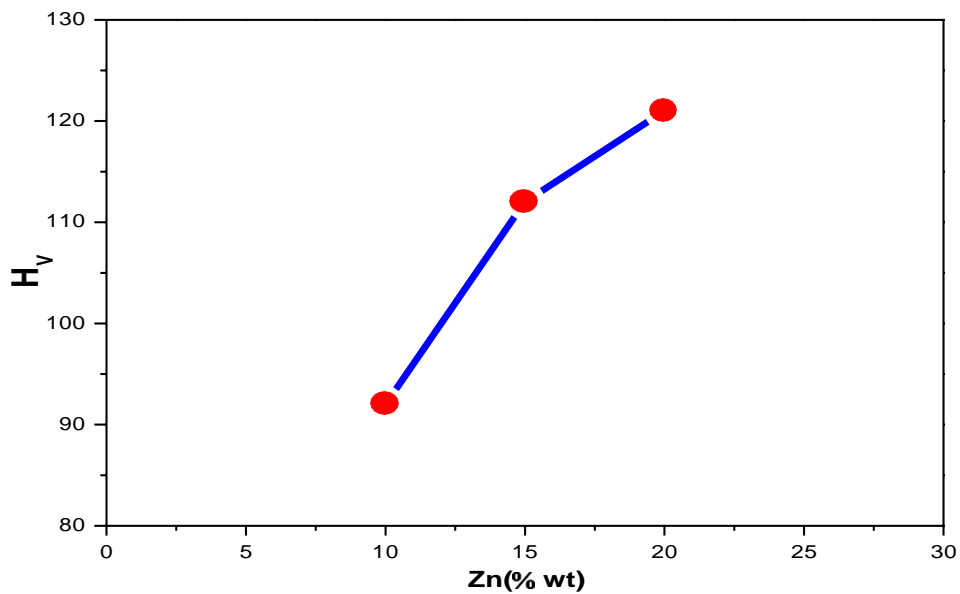


Figure III.5 : Courbe de charge-HV obtenue par essais de dureté pour les alliages Al-10 % mass. Zn, Al-15 % mass. Zn et Al-20 % mass. Zn fritté à 200°C

L'ajout de Zn augmente la dureté de 92 MPa, de l'alliage Al-10 % mass. Zn de frittage, atteignant un maximum de 121 MPa pour l'alliage de composition Al-20 % mass. Zn. Donc, l'addition du zinc à l'aluminium par frittage augmente la dureté pour les faibles teneurs en zinc celle-ci au fur et à mesure que l'ajout de zinc augmente dans ce type d'alliage, cela revient au phénomène de grossissement des grains qui affecte les propriétés mécaniques [6,7]. Le renforcement mécanique observé de l'aluminium au moyen du zinc pour les faibles teneurs est essentiellement due à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al [8,9] où la solubilité de Zn dans Al peut atteindre jusqu'à 94wt.%Zn de solutionsolide notable CFC Al [10].

III.4 Conclusion

L'élaboration des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) ont été réalisés avec succès, à l'aide de four à moufle de type Nabertherm Modèle : MORE THAN HCAT, pour la température de frittage choisie qui est : 200°C. Les échantillons obtenus ont été caractérisés par la diffraction des rayons X (DRX) et étudiés les propriétés mécaniques par les essais de dureté.

*Conclusion
Générale*

Conclusion Générale

Le travail expérimental présenté dans le cadre de cette mémoire porte sur l'élaboration, des alliages Al-Zn par frittage à 200°C destinés d'une façon générale au domaine de technologie. Nous avons choisi d'élaborer ces alliages en raison de leurs propriétés physiques et mécaniques favorables à ce type d'utilisation.

Notre étude a donc pour objectif l'élaboration et la caractérisation des alliages Al-X % mass. Zn (X=10,15, 20) frittés à 200°C. Les différentes propriétés structurales, microstructurale et mécanique des poudres pressés à 10 tonne et élaborées par frittages ont été étudiées en fonction de pourcentage en zinc et sujet à différentes analyses telles : DRX et essais mécaniques (dureté Vickers).

Pour analyser les spectres de diffraction de rayon X (DRX) nous avons utilisé le logiciel High score Plus afin d'identifier les phases existantes dans les échantillons considérés.

A partir des spectres DRX, nous avons montré que la solution solide α Al(Zn) par le frittage à 200°C a été détectée par l'absence presque totale des éléments de départ Al et Zn qui sont transformés entièrement et génère la formation de la solution solide α Al(Zn). Le paramètre cristallin décroît avec l'augmentation de la teneur en Zn. Sa valeur diminue de 4,0666 Å pour 10 % mass. Zn jusqu'à 4,0354 Å pour 20 % mass. Zn. La taille des grains augmente pour atteindre la valeur de 87,28nm après l'ajout de 20 % mass. Zn par frittage.

Enfin, Nous avons montré à partir des essais mécaniques (dureté Vickers) que les résultats obtenues de cette essais effectués sur des échantillons synthétisés par frittage à 200°C nous a permis de conclure que l'addition du zinc à l'aluminium de 10 % mass. Zn jusqu'à 20 % mass. Zn par frittage augmente la dureté.

Références

Bibliographiques

Références Bibliographiques

Chapitre I

- [1] J.Philibert , A.vignes ,YBréchet ,P.Combrade ,Métallurgie du matériaux au matériaux Ed.Masson ,1998.
- [2] L.F.Mondolfo, Aluminium Alloys, structures and proprietes ,Butterworth ,1st edition ,London 1976.
- [3] C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod Paris (1979).
- [4] J-P. Bailon, J-M. Dorlot. Des matériaux, troisième édition, Montréal : Ecole Polytechnique de Montréal, , (2000), p 480.
- [5] M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao et D.E. Laughlin, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 32A, 2001, 239–246.
- [6] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra, International Journal of Cast Metals Research, 2002, vol. 14, 235–253.
- [7] J. E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, Ohio: Metals Park, (1984). p 319.
- [8] R. Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol. M440, (1992), p. 2.
- [9] Mr ABD ELKEBIR Djamel, Contribution à la détermination expérimentale des contributions au durcissement de l'alliage Al-Zn (2012).
- [10] German, R.M.Sintering theory and practice. Wiley-interscience publication,ed.John Wiley et sons.1996, New York.
- [11] Bernache-Assolant, Les mécanismes de densification en phase solide, in chimie-physique du frittage.1993, Hermès :Paris, p. 165-222.
- [12] Damien Gendron, Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain, thèse doctorat, université Bordeaux1, septembre 2001, p.9

Références Bibliographiques

- [13] Traore. k., Kabre t. S., Blanchart p., Sintering of a clay from Burkina Faso by dilatometry. Influence of the applied load and the pre-sintering heating rate. *Ceramics International*, 2001, vol. 27, p : 875-882.
- [14] Fantozzi G. Introduction générale aux céramiques. In : *Science & technologies céramiques*.
Fantozzi G., Le Gallet S., Nièpce J.-C. EDP sciences, 2009.
- [15] L. Gion, Aspect Théorique et Pratique Du Frittage Des Oxydes Purs , « Extrait de l'industrie céramique », France, p : 159-163 (1969)
- [16] German R.M. Sintering theory and practice. John Wiley and sons, New-York, 1996.
- [17] Bernache-Assolant D., Bonnet J.-P. Frittage : Aspects physicochimiques – Partie 2 : frittage en phase liquide. *Techniques de l'Ingénieur*, AF 6 621, 2005.
- [18] Antoine MALINGE, étude du frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique application a l'élaboration de fibres. Thèse soutenue à BORDEAUX 1, 2011.
- [19] J.P.Bonnet, D.Bernache-Assolant, *Techniques de l'Ingénieur*, AF 6620, 2005.
- [20] J. L. Charmant, *Les Céramiques Thermomécanique* , presses du CNRS, p : 18-22 France (1989).
- [21] Thomazic, A., 2010. Elaboration de multimatériaux multifonctionnels par métallurgie des poudres. Mécanismes de frittage de biomatériaux. Institut Polytechnique de Grenoble,
- [22] Coble R.L., "Sintering crystalline solids. I. Intermediate and final state diffusion models", *Journal of Applied Physics*, Vol. 32, pp., 787-792, 1961.
- [23] Ashby M.F., "A first report on sintering diagrams", *Acta Metallurgica*, Vol. 22, pp. 275-289, 1974.
- [24] R. M. German, *Sintering theory and practice*, Ed. John Wiley and Sons, 1996.
- [25] Bruno BARLAS, Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie (2004)
- [26] J.W. CAHN – *Act. Met.* 10, 907 (1962)
- [27] J.W. CAHN – *J. Chem. Phys.* 42, 1, 93 (1965)

Références Bibliographiques

- [28] J.W. CAHN – Act. Met. 14, 1685 (1966)
- [29] Mr ABD ELKEBIR Djamel, Contribution à la détermination expérimentale des contributions au durcissement de l'alliage Al-Zn (2012)
- [30] J. Drápala, A. Kroupa, B. Smetana, R. Burkovič, S. Lasek, J. Musiol. 19. – 21. 5. (2008), Hradec nad Moravicí.
- [31] T.R. ANANTHARAMAN et K.G. SATYANARAYAMA – Scripta Met. 7, 189 (1973).
-

Chapitre II

- [1] Lupan O., Pauporté T., Chow L., Viana B., Pellé F., Ono L.K., Cuenya B.R., Heinrich H, Appl.Surf. Sci. 256 (2010) 1895-1907.
- [2] Eberhart J.P, Analyse Structurale ET Chimique des Matériaux, édition DUNOD paris (1997).
- [3] Suryanarayanan R., & Mitchell A. G. (1985). Evaluation of two concepts of crystallinity using calcium gluceptate as a model compound. International journal of pharmaceutics, 24(1), 1-17.
- [4] Krupanidhi S.B, Sayer M, Appl J. Phys. 56 (1984) 3308–3318.
- [5] B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Second ed. Addison Wesley, Reading, MA, 1978.
-

Chapitre III

- [1] A.R. Franco Jr, G. Pintaude, A. Sinatora, C.E. Pinedo and A.P. Tschiptschin, Material Research 7(3) São Carlos July/Sept. (2004), p. 483.
- [2] A. Bourbia, H.Bedboudi, M. Draissia and M.Y. Debili, Journal of NanoResearch 3 (2008), p. 33.
- [3] M. Draissia, M.Y. Debili, Journal of Crystal Growth 270 (2004), p. 150.
- [4] M. Draissia, M.Y. Debili, CSM, 18-20 Novembre 2006 C.U. Oum El Bouaghi, Algérie.

Références Bibliographiques

- [5] A. Inoue, H.M. Kimura, K. Sasamori, T. Masumoto, «Synthesis and high mechanical strength of Al-based alloys consisting mainly of nanogranular amorphous particles», *Journal of Materials Science and Engineering*, P: 4 01-406, 1996.
- [6] Norme NF EN ISO 6507-1 matériaux métalliques essai de dureté Vickers partie : 1 méthode d'essai, Lavoisier 2005
- [7] C. Vargel, *Le comportement de l'aluminium et de ses alliages*, Dunod Paris (1979).
- [8] M. Iqbal, M.A. Shaikh, J.I. Akhter, M. Ahmad, M. Akhtar and M.J. Moughal, *Journal of Materials Science* 39(13) (2004), p. 4255.
- [9] H. Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, S. Boukhessaim, M.Y. Debili, *Defect and Diffusion Forum Vols. 303-304* (2010) p. 39.
- [10] T.B. Massalski, editor. *Binary Alloy Phase Diagram*. ASM, (1986).