République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Chadli BENDJEDID- El Tarf
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Physique

# MEMOIRE DE MASTER

**Domaine** : Sciences de la Matière

**Filière** : Physique

**Spécialité** : Physique des Matériaux

**Thème**

# Etude thermique et propriétés structurales des alliages Al-30%Zn et Al-30%Zn-5%Mg

**Présenté par :**
Harkati Sarra

**Dirigé par :**
Dr. Lamrous Douniazed

**Jury de soutenance :**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Dr. Hamdi Salah | Président | Grade MCB | Université Chadli Bendjedid- El Tarf |
| Dr. Lamrous Douniazed | Rapporteur | Grade MCB | Université Chadli Bendjedid- El Tarf |
| Dr. Touam Selma | Examinateur | Grade MCB | Université Chadli Bendjedid- El Tarf |

**Promotion : Juin/2019**

*« La recherche procédé par des moment distincts et durables instituions, aveuglement, exaltation et fièvre. Elle aboutit un jour à cette joie, et connait cette joie celui qui a vécu des moments singuliers »*

**Albert Einstein, « comment je vois le monde »**

# Dédicace

*Grâce à la volonté divine d'ALLAH notre dieu tout puissant et bien veillant qui m'a permis d'achever et de présenter ce travail.*
*Je dédie ce modeste travail*

*A celui qui m'a voulue toujours et m'a aidée pour mieux avancer durant toute ma vie avec son amour, sa confiance, ses prières et ses encouragements*
*Le plus cher papa*

*A celle qui m'a donné l'amour, la compréhension, la tendresse, le courage et la femme dont l'affection, la grandeur d'âme et l'esprit m'ont permis d'arriver à sur monter tous les objectifs pour pouvoir donner le meilleur*
*Ma très chère mère.*

*Que dieu les protèges et les gardes pour moi*

*A mes oncles et tantes Harkati Meriem.*

*A mes chers Ahmed, Amir.*

*A mon chère copine Imen Kherif.*

*A tout mes amis proches spécialement Trad Amina et Oknane Rafika.*

*A touts ma familles.*

*A toute ma promotion 2018/2019 de Master 2 Spécialité physique des matériaux : Sarra, Manel, Nour Houde, Soumaia, Lamis, Marwa.B, Marwa.M, Bouchra, Rima*

*Je dédie ce modeste travail*

# Remerciements

*Avant tout, je remercie DIEU le tout puissant, de m'avoir donné la force, la volonté et la patience nécessaire pour la réalisation de ce modeste travail, le fruit d'un labeur de longues années d'études.*

*La partie expérimentale de ce mémoire a été réalisée au sein de Laboratoire de Magnétisme et spectroscopie des solides (LM2S), équipe: Caractérisation des Matériaux Métalliques Métastables (ECA3M) de l'université Badji Mokhtar Annaba. Je tiens à remercier Professeur M.Y. DEBILI de m'avoir accueilli dans son laboratoire et de m'avoir assuré l'élaboration de mes alliages.*

*Je remercie également monsieur Khammaci Foaed, Ingénieur au laboratoire LM2S de l'Université Badji Mokhtar Annaba, pour les caractérisations thermiques et microstructurales de mes alliages.*

*Je tiens avant tout à remercier ma promotrice Dr. Lamrous Douniazed qui a accepté de m'encadrer et de me guider par ses précieux conseils et suggestions pertinentes. Veuillez trouver ici, l'expression de mon profond respect et mes sincères remerciements.*

*Je tiens à remercier Docteur Hamdi Salah. d'avoir accepté la présidence du jury de mon travail, qu'il trouve ici toutes mes expressions respectueuses.*

*Mes sincères remerciements vont à Docteur Touam Selma. d'avoir accepté examiner ce travail.*

*Je remercie également tout le personnel de laboratoire de rechercheLM2S.*

*Enfin je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail, qu'ils trouvent ici l'expression de mes profonds gratitudes et respects.*

*Sincères remerciements.*

# *Résumé*

Deux alliages binaire et ternaire, Al-30%Zn et Al-30%Zn-5%Mg, ont été synthétisés par fusion haute fréquence (HF) sous induction électromagnétique.

L'analyse thermique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a permis de donner des informations sur les transformations de phase ainsi que sur leurs températures de fusion et de cristallisation. La caractérisation par diffraction des rayons X a confirmé les résultats obtenus par DSC. Le paramètre cristallin de la phase $\alpha$-Al a été mesuré dans les deux alliages. L'observation par microscopie optique a montré que la microstructure des deux alliages est dendritique, ramifiée en branche secondaires.

L'eutectique, formé de la phase $\alpha$-(Al) et du composé $(Al,Zn)_3Fe$ observé dans l'alliage Al-30%Zn est dû à la présence des impuretés. Les précipités formés dans l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg sont dus à la présence de magnésium. La microdureté la plus élevée a été obtenue dans l'alliage Al-30%Zn-5%Mg.

**Mots clés:** Al-Zn, Al-Zn-Mg, Fusion HF, solidification, Dendrites, DSC, DRX.

# *Liste des tableaux*

**Page**

**Tableau I.1.** Classement en séries de l'aluminium Association ……. 4

**Tableau I.2.** Séries d'alliages d'aluminium …….. 5

**Tableau I.3.** Températures de fusion de l'aluminium, zinc et magnésium …….. 5

**Tableau I.4.** Transformations de phases dans le système Al-Zn ……. 8

**Tableau I.5.** Nomenclature des phases dans le système Al-Zn-Mg …… 9

**Tableau II.1.** Composition nominale des alliages binaire Al-Zn et ternaire Al-Zn-Mg (en pourcentages massiques et atomiques) ……...…….. 14

**Tableau III.1.** Tableau d'indexation des raies de diffraction x correspondantes à l'alliage Al-30%Zn ……....…… 34

**Tableau III.2.** Tableau d'indexation des raies de diffraction x correspondantes à l'alliage Al-30%Zn-5%Mg …… 37

**Tableau III.3.** Tableau III-3: Tableau de mesure de microdureté Vickers……. 45

# *Liste des figures*

**Page**

**Figure I.1.** Diagramme de phases Al-Zn ……. 8

**Figure I.2.** Diagramme ternaire Al-Mg-Zn à 25°C …… 10

**Figure I.3.** Diagramme ternaire Al-Mg-Zn à 335°C ..... 10

**Figure I.4.** Les trois étapes de formation d'un grain dendritique …….. 12

**Figure II.1.** Pastille du mélange des trois poudres Al, Zn et Mg ..... 14

**Figure II.2.** Inducteur et échantillon à l'intérieur d'un tube ..... 15

**Figure II.3.** Principaux constituants du générateur haute fréquence (HF) …… 16

**Figure II.4.** Alliage Al-Zn-Mg à l'état brut après élaboration ..... 16

**Figure II.5**. Schéma d'une tête de mesure d'une DSC flux de chaleur …….…… 17

**Figure II.6.** Dispositif expérimental utilisé pour les mesures de la DSC …… 18

**Figure II.7.** Cycles de mesure chauffe-refroidissement …… 19

**Figure II.8.** Diffractomètre de type PANALYTICAL Empyrean …… 21

**Figure II.9.** Un morceau de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg montrant les deux coupes transversale et longitudinale ……..…….. 22

**Figure II.10.** Echantillon brut enrobé …… 22

**Figure II.11.** Photo de polisseuse ……..…….. 23

**Figure II.12.** Papiers abrasif ……... 23

**Figure II.13.** Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD piloté par ordinateur …… 24

**Figure II.14.** Principe de dureté Vickers …….…….. 25

**Figure II.15.** Empreinte laissée par l'indenteur lors des essais de microdureté Vickers ….. 26

**Figure II.16.** Microduromètre de type INNOVATEST ……. 26

**Figure III.1.** Courbe de DSC des deux cycles chauffage-refroidissement de l'alliage binaire Al-30%Zn …… 28

**Figure III.2.** Courbe de DSC obtenue au cours de chauffage de l'alliage binaire Al-30%Zn ……. 29

**Figure III.3.** Courbe de DSC obtenu au cours du refroidissement de l'alliage binaire Al-30%Zn ……... 29

**Figure III.4.** Courbe de DSC des deux cycles chauffage-refroidissement de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg …….. 30

**Figure III.5.** Courbe de DSC obtenue au cours du chauffage de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg ……. 31

**Figure III.6.** Courbe de DSC obtenue au cours du refroidissement de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg …… 32

**Figure III.7.** : Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage binaire Al-30%Zn …… 33

**Figure III.8.** Figures III-8 (a, b): Raies de diffraction des rayons X de la phase $Al_3Fe$ …… 33

**Figure III.9.** Spectre de diffraction de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg brut de fusion .. 35

**Figure III.10.** (a, b, c): Raies de diffraction des rayons X des phases présentes dans l'alliage Al-30%Zn-5%Mg brut ..... 36

**Figure III.11.** Micrographie optique de l'alliage Al-30%Zn brut de fusion et zoom sur l'eutectique ……. 39

**Figure III.12.** Micrographie optique montrant les bras secondaires de dendrites dans l'alliage Al-30%Zn brut de fusion …… 39

**Figure III.13.** : Micrographie optique de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg brut de fusion (coupe longitudinale)……... 40

**Figure III.14.** : Micrographie optique de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg brut montrant les bras primaires et secondaires (coupe longitudinale) …….. 41

**Figures III.15.** (a, b) : Micrographies optiques de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg à différents échelles d'observation montrant clairement les différents précipités (coupe longitudinale) …….. 42

**Figure III.16.** Paramètre cristallin des alliages Al-Zn et l'alliage Al-30%Zn-5%Mg avec la teneur en zinc …… 44

# *SOMMAIRE*

**Page**

**INTRODUCTION GENERALE** …… 1

**CHAPITRE I: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

**I-1-L'aluminium et ses alliages …….…… 3**

**I-1-1-** Généralités …….. 3

**I-1-2-** Classification des alliages d'Al …….. 3

**I-1-3-** Durcissement des alliages d'aluminium ……..... 5

I-1-3-1- Durcissement par affinage de la taille des grains …… 6

I-1-3-2- Durcissement par solution solide …… 6

I-1-3-3- Durcissement par déformation plastique (écrouissage) ..…….…… 6

I-1-3-4- Durcissement par précipitation (durcissement structural) …….. 6

**I-1-4-** Particules intermétalliques …… 6

**I-2-Les alliages binaires Al-Zn ..... 7**

**I-2-1-** Propretés du zinc pur …… 7

**I-2-2-** Caractéristiques des alliages Al-Zn ……... 7

**I-2-3-** Diagramme de phases du système binaire Al-Zn …….. 7

**I-3-Les alliages Al-Zn-Mg ..... 8**

**I-3-1-** Propretés du magnésium pur …….. 8

**I-3-2-** Diagramme de phases du système ternaire Al-Zn-Mg ..... 9

**I-4-Solidification des matériaux ……... 11**

**I-4-1-** Germination ..... 11

**I-4-2-** Croissance des grains ……... 11

**1-5- Cristallisation dendritique …… 11**

**CHAPITRE II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

**II-1- Présentation des matériaux …… 14**

II-1-1- Composition chimique des matériaux …… 14

II-1-2- Elaboration par fusion haute fréquence sous induction magnétique …….. 15

II-1-2-1- Le four à induction: Appareillage et Méthode …… 15

**II-2- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ..... 16**

II-2-1- Principe de fonctionnement de la DSC ..... 17
II-2-2- Appareillage et mesure ..... 18

**II-3- Diffraction des rayons X ..... 19**
II-3-1- Principe ..... 19
II-3- 2- Mesure et appareillage ..... 20
II-3- 3- Détermination des paramètres de maille ..... 21

**II-4- Microscope optique ..... 22**
II-4-1- Préparation métallographique ..... 22
II-4-2- Description du microscope optique ..... 24

**II-5- Microdureté vickers ..... 25**

**Chapitre III- Résultats et caractérisations microstructurales**

**PARTIE 1: Analyse thermique et caractérisation microstructurale**

**III-1-1- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ..... 28**
III-1-1- 1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn ..... 28
III-1-1-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg ..... 30

**III-1-2- Diffraction des rayons X ..... 32**
III-1-2-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn ..... 32
III-1-2-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg ..... 35

**III-1-3- Microscopie optique ..... 38**
III-1-3-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn ..... 38
III-1-3-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg ..... 40

**PARTIE 2: Propriétés structurales**

**III-2-1- Paramètre cristallin ..... 43**

**III-2-2- Microdureté ..... 44**

**Références bibliographiques du chapitre ..... 46**

**CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES ..... 50**

# INTRODUCTION GENERALE

# Introduction générale

L'aluminium à l'état pur présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossible son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition provoque la précipitation de certaines phases dans la matrice d'aluminium; l'alliage est alors généralement plus résistant que l'aluminium pur. Le zinc est très peu utilisé à cause de ses médiocres capacités en fonderie et ses faibles propriétés mécaniques, il se trouve sous forme ternaire Al-Zn-Mg, ce qui donne un alliage à durcissement structural.

La solidification est un procédé largement utilisé dans l'industrie métallurgique et plus précisément dans l'élaboration des alliages. L'élaboration par fusion haute fréquence "HF" est une des méthodes de solidification rapide. Généralement, les phases obtenues peuvent être des phases hors équilibre.

L'objectif de ce mémoire est l'étude thermique des deux alliages Al-30%Zn et Al-30%Zn-5%Mg ainsi que leurs propriétés structurales. Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques de caractérisations telles que l'analyse calorimétrique à balayage, la diffraction des rayons X, la microscope optique et la microdureté.

Ce mémoire est organisé en trois chapitres:
Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique permettant de faire un état des connaissances concernant les différents points abordés dans ce travail. Nous avons présenté les alliages d'aluminium, plus particulièrement les alliages binaires Al-Zn et les alliages ternaires Al-Zn-Mg ainsi que leurs diagrammes de phase. Un aperçu sur la structure dendritique a été également présenté.
Dans le chapitre II, nous avons présenté le principe de la fusion HF ayant conduit à l'élaboration de nos alliages. Le choix de l'alliage étudié dans ce travail est également présenté ainsi que les différentes techniques de caractérisations employées dans cette étude.
Le troisième chapitre a pour but de présenter et d'interpréter les résultats obtenus qui sont composés de deux parties:
- analyse thermique et caractérisation microstructurale,
- propriétés structurales. Nous terminons notre travail par une conclusion générale.

# *Chapitre I :*

## *Etude bibliographique*

## Chapitre I : Etude bibliographique

### I-1-L'aluminium et ses alliages

**I-1-1-** Généralités

**I-1-2-**Classification des alliages d'Al

**I-1-3-** Durcissement des alliages d'aluminium

I-1-3-1- Durcissement par affinage de la taille des grains

I-1-3-2- Durcissement par solution solide

I-1-3-3- Durcissement par déformation plastique (écrouissage)

**I-1-4-** Particules intermétalliques

### I-2-Les alliages binaires Al-Zn

**I-2-1-** Propretés du zinc pur

**I-2-2-** Caractéristiques des alliages Al-Zn

**I-2-3-** Diagramme de phases du système binaire Al-Zn

### I-3-Les alliages Al-Zn-Mg

**I-3-1-** Propretés du magnésium pur

**I-3-2-** Diagramme de phases du système ternaire Al-Zn-Mg

### I-4-Solidification des matériaux

**I-4-1-** Germination

**I-4-2-** Croissance des grains

### 1-5- Cristallisation dendritique

## I-1-L'aluminium et ses alliages

### I-1-1- Généralités

L'aluminium (Al) est un métal blanc argenté d'un numéro atomique 13 et d'un poids atomique de 26,9815 g / mol. Il a une structure cristalline cubique à faces centrées sur toute la plage de température jusqu'au point de fusion. La distance la plus proche entre deux atomes dans la structure en aluminium est de 2,863Å à température ambiante [1].

Les principaux atouts de l'aluminium sont [2, 3, 4] :

→ Son paramètre de maille à 25°C : 0.405nm et à 400°C: 0.40952nm,

→ Son point de fusion : 660°C,

→ Sa légèreté (le plus léger des matériaux usuels: $\rho_{Al} = 2,7 g.cm^{-3}$),

→ Sa conductivité thermique (environ 60% de celle du cuivre, le plus performant),

→ Sa conductivité électrique (environ les deux tiers de celle du cuivre),

→ Sa facilité de mise en œuvre,

→ Son recyclage (entre 65% et 85% de l'aluminium est recyclée),

→Sa bonne résistance à la corrosion et l'oxydation grâce à la formation naturelle d'une couche d'oxyde ($Al_2O_3$).

### I-1-2- Classification des alliages d'Al

L'aluminium pur ayant de mauvaises caractéristiques mécaniques, il est presque toujours employé avec des éléments d'addition pour améliorer ses propriétés mécaniques [5,6].

Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium peuvent être soit en solution, soit sous forme de précipités [7].

La différence entre les alliages est essentiellement liée à l'élément d'addition principal. L'addition d'éléments secondaires comme le fer, le zirconium, le vanadium, le bismuth, le nickel et le titane [8] peuvent engendrer la formation d'intermétalliques [9,10]. Ils peuvent également augmenter les propriétés mécaniques et/ou de résistance à la corrosion [8]. Les éléments comme le titane et le zirconium sont utilisés en très petite quantité et contribuent significativement à la réduction de la taille des grains [11].

Nous désignerons les alliages d'aluminium suivant les normes de l'aluminium Association des états unis. Ces normes affectent à chaque type d'alliage un nombre de quatre chiffres qui permet de les classer en séries (tableau I-1).
Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages à base d'aluminium [12,13] voir (tableau I-2):

- Les alliages traitables thermiquement ou alliages à durcissement structural.
- Les alliages non traitables thermiquement (alliages de fonderie ou de corroyage).

La principale différence entre ces deux groupes est, entre autres, la façon d'obtenir des hautes valeurs de résistance mécanique et de dureté. Le premier groupe est constitué des alliages à durcissement par écrouissage. Ce sont les familles 1000, 3000, 5000 et 8000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées par le durcissement plastique qui correspond à une modification structurale du métal (déformation plastique).

Le second groupe est constitué des alliages à durcissement structural. Ce sont les familles 2000, 4000, 6000 et 7000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées par le traitement thermique, généralement effectué à la fin de la gamme de transformation, en trois étapes : mise en solution, trempe et revenu (ou maturation). Le phénomène de durcissement résulte de la précipitation provoquée et contrôlée de certaines phases à l'intérieur de la matrice d'aluminium qui vont produire une augmentation des propriétés mécaniques.
Le tableau I-3 indique les différentes températures de fusion et d'ébullition pour ces éléments [14,15].

*Tableau I-1 : Classement en séries de l'aluminium Association.*

| **Série** | **Elément d'addition principale** |
|---|---|
| 1000 | Aluminium pur > 99,00% |
| 2000 | cuivre |
| 3000 | manganèse |
| 4000 | Silicium |
| 5000 | magnésium |
| 6000 | Magnésium-silicium |
| 7000 | Zinc |
| 8000 | Lithium et autres alliages d'aluminium |

*Tableau I-2: Séries d'alliages d'aluminium [12,13].*

| **Alliages traitables thermiquement** |
|---|
| 2XXX: (Al-Cu) - (Al-Cu-Mg) - (Al-Cu-Li) |
| 6XXX: Al-Mg-Si |
| 7XXX: (Al-Zn) - (Al-Zn-Mg) - (Al-Zn-Mg-Cu) |
| 8XXX: Al-Li-Cu-Mg |
| **Alliages non traitables thermiquement** |
| 1XXX: Al pur |
| 3XXX: Al-Mn |
| 4XXX: Al-Si |
| 5XXX: Al-Mg |
| 8XXX: (Al-Fe) - (Al-Fe-Ni) |

*Tableau I-3 : Températures de fusion de l'aluminium, zinc et magnésium [14,15].*

| Elément | **Aluminium** | **Magnésium** | **Zinc** |
|---|---|---|---|
| Température de fusion (°C) | 660.32 | 650 | 419.527 |

### I-1-3- Durcissement dans les alliages d'aluminium

Le durcissement des alliages d'aluminium est obtenu par l'ajout d'éléments qui modifient plus ou moins sa microstructure soit en entrant en solution solide de substitution, soit en formant des précipités hors solutions solide, soit en permettant le durcissement structural.

### I-1-3-1- Durcissement par affinage de la taille des grains

La taille des grains est gouvernée par plusieurs paramètres, comme la composition chimique du matériau et l'histoire thermique et mécanique subie par le matériau (contrainte et déformation, chauffage/refroidissement…).

### I-1-3-2- Durcissement par solution solide

Ce type de durcissement est obtenu par addition d'éléments d'alliage en solution, il perturbe le réseau qui devient plus difficile à déformer. Si l'élément n'est pas en solution solide, il forme aussi des perturbations dans le réseau comme les précipités qui ont le même effet de difficulté de déformation [16].

### I-1-3-3- Durcissement par déformation plastique (écrouissage)

Le durcissement par écrouissage correspond à une modification de structure provoquée par une déformation plastique [17]. Cependant, l'augmentation de la densité de joints de grains entrave davantage le mouvement des dislocations et en raison de l'augmentation de leur densité, les dislocations s'enchevêtrent et durcissent l'alliage. Cet effet est d'autant plus marqué que la mise en forme subie est importante ou que le taux d'écrouissage est élevé [16, 18].

### I-1-3-4- Durcissement par précipitation (durcissement structural)

Le durcissement par précipitation, devenu aujourd'hui une pratique courante en métallurgie, est une nouvelle technique d'amélioration des propriétés mécaniques des métaux [19], en particulier pour l'aluminium. C'est grâce à cette technique que ses alliages sont devenus les alliages privilégiés pour les applications dans le domaine du transport, notamment dans l'aéronautique [20].

## I-1-4- Particules intermétalliques

Les particules intermétalliques apparaissent dans la microstructure des alliages 7000 suite aux interactions entre les éléments d'alliages et les impuretés présentes (silicium et fer) au cours de la fusion, dans l'état liquide ou lors de la solidification [21,22]. Ces particules ne

seront pas affectées par les différents traitements thermiques car la solubilité notamment du fer et du silicium dans l'aluminium est faible [21,23]. Elles peuvent atteindre des tailles importantes comprises généralement entre 1 et 20 µm et leur forme est souvent irrégulière. La distribution de ces particules dans l'alliage n'est pas homogène puisque dépendante de la présence d'impuretés, elles-mêmes réparties de façon hétérogène dans l'alliage. Il est possible aussi de rencontrer des agrégats de particules intermétalliques si la quantité d'impuretés est grande [21,24].

## I-2-Les alliages binaires Al-Zn

### I-2-1- Propretés du zinc pur

Le zinc est un métal blanc bleuâtre et brillant, susceptible de prendre un beau poli mais qui se ternit rapidement à l'air humide. Sa densité est de 7.2 et fond vers 420°C. Fondu, il se montre homogène. Froid, il est cassant; mais devient malléable et ductile entre 100 et 150°C. La ténacité du zinc est relativement faible, sa limite de rupture est de 190 MPa. A l'état pur, le zinc est très malléable. Le coefficient de poisson varie entre 0.2 et 0.3, et le module d'Young entre 110 et 120 GPa [25].

### I-2-2- Caractéristiques des alliages Al-Zn

Les alliages d'aluminium-zinc constituent une partie importante des alliages usinés et sont aussi utilisés comme couche anticorrosion 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-2-3- Diagramme de phases du système binaire Al-Zn

Le diagramme de phase Al-Zn (figure I-1) présente deux particularités :

- un vaste domaine de solution solide α (cfc), s'étendant jusqu'à 84 wt.% de zinc à 382°C.

- un domaine d'immiscibilité entre deux phases α contenant des pourcentages différents en zinc.

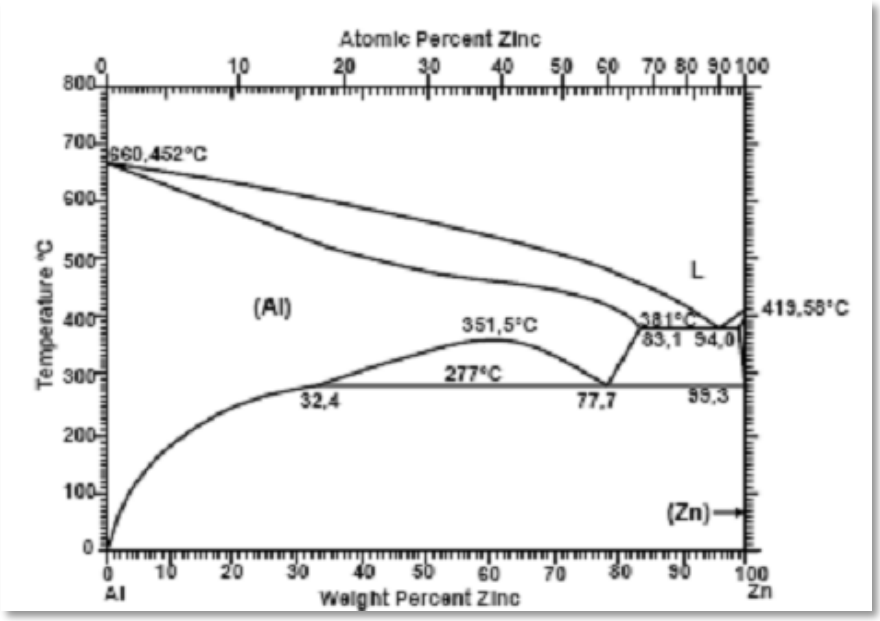



*Figure I-1-Diagramme de phase Al-Zn [26].*

La solubilité du Zn dans la phase α-Al est très importante à haute température et diminue rapidement avec la chute de température.Les transformations de phases dans le système Al-Zn sont représentées dans le tableau I-4 :

*Tableau I.4 : Transformations de phases dans le système Al-Zn [27].*

| Transformation de phase | Composition %pds (%at.Zn) | Température (°C) | Type |
|---|---|---|---|
| L ↔ α + β | 94.0 (88.7) | 381 | Eutectique |
| α' ↔ α + β | 77.7 (59.7) | 277 | Etectoïde |
| (Al) ↔α + ά | 61.3 (39.5) | 351.5 | Critique |
| L ↔ (Al) | 0 (0) | 660.45 | Congruent |
| L ↔ β | 100(100) | 419.58 | Congruent |

## I-3-Les alliages Al-Zn-Mg

### I-3-1- Propretés du magnésium pur

Le magnésium est le huitième élément le plus abondant de la croûte terrestre et le quatrième élément le plus commun de la Terre (après le fer, l'oxygène et le silicium), constituant 13 % de la masse de la planète et une grande partie du manteau de la planète. C'est

le troisième élément le plus abondant dissous dans l'eau de mer, après le sodium et le chlore.En mécanique, il est utilisé principalement comme composant dans les alliages d'aluminium-magnésium. Le magnésium est moins dense que l'aluminium et l'alliage est apprécié pour sa légèreté et sa résistance plus grande (mécanique et chimique).

### I-3-2- Diagramme de phases du système ternaire Al-Zn-Mg

La solubilité du zinc (~2 %at) et du magnésium (~1,5 %at) n'est pas négligeable comme le montre la coupe isotherme à 25°C du diagramme ternaire Al-Zn-Mg de la Figure (I-2) [28,29].

L'isotherme du diagramme ternaire Al-Mg-Zn à 335°C représenté sur la Figure (I-3) a été proposée par Willey [30]. En général, les phases d'équilibre du système Al-Zn-Mg ne sont pas bien établies pour toute les compositions.

Pour faciliter la lecture des différentes phases dans le diagramme, les symbols représentants chaque phase sont résumés dans le tableau I-5[28] . A l'exception de la phase $MgZn_2$, toute les phases intermétalliques secondaires sont supposées avoir une solubilité ternaire.

La composition étudiée dans le cadre de ce mémoire Al-30%Zn-5%Mg est représentée sur les deux figures (I-2 et I-3).

*Tableau I-5: Nomenclature des phases dans le système Al-Zn-Mg [28].*

| **Symboles** | **Phases** |
|---|---|
| FCC | (Al) |
| HCP | (Mg), (Zn) |
| β | $Al_8Mg_5$ |
| γ | $Al_{12}Mg_{17}$ |
| ρ | $Al_{56}Mg_{44}$ |
| ν | $Al_{108}Mg_{95}$ |
| σ | $(Al,Zn)_2Mg$ |
| T | $(Al,Zn)_{49}Mg_{32}$ |
| ϕ | $Al_2Mg_5Zn_2$ |
| $Mg_7Zn_3$ | $Mg_7Zn_3$ |
| MgZn | MgZn |
| $Mg_2Zn_{11}$ | $Mg_2Zn_{11}$ |

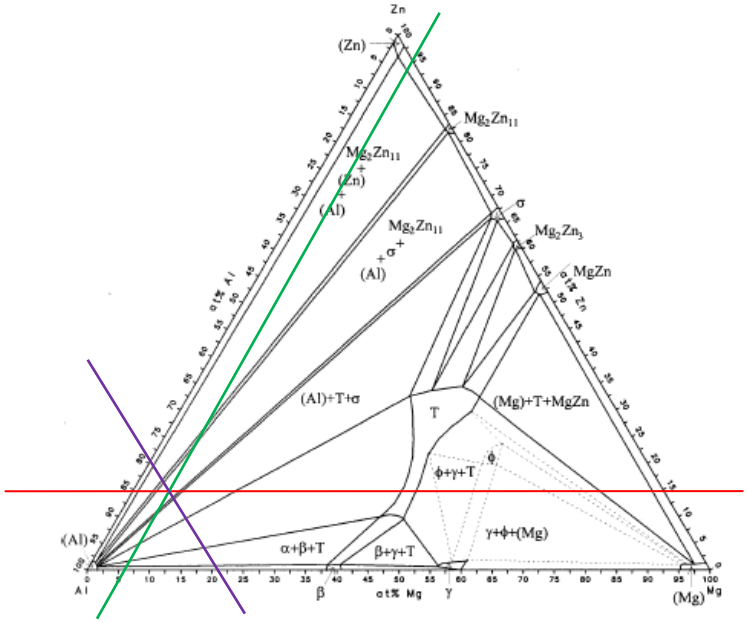



*Figure I-2- Diagramme ternaire Al-Mg-Zn à 25°C [28,29].*

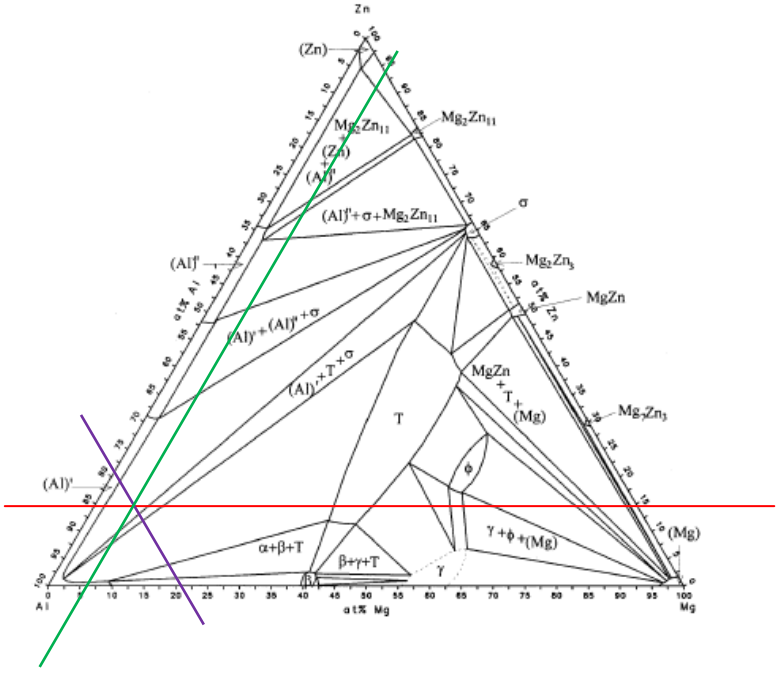



*Figure I-3- Diagramme ternaire Al-Mg-Zn à 335°C [30].*

**I-4-Solidification des matériaux**

La solidification est définie comme étant le passage de la phase liquide à la phase solide. Si la diffusion intervient au cours de cette transformation, celle-ci sera dite par germination et par croissance [35,36]. Dans les alliages métalliques, le changement de phase liquide-solide produit des modifications importantes dans les propriétés mécaniques, physiques et chimiques [37,38]. En effet, les caractéristiques de la microstructure sont étroitement liées aux conditions locales de solidification.

**I-4-1- Germination**

La germination a une influence sur la structure finale du métal solidifié. En effet, chaque grain grossit à partir d'un germe (particule solide) unique et le nombre de germes qui se forment détermine la taille finale des grains.

**I-4-2-Croissance des grains**

Une fois le germe s'est formé, d'autres atomes vont s'additionner au cristal pour que la croissance puisse continuer. Pendant la croissance, l'interface prend une structure spécifique à l'échelle atomique.

**1-5- Cristallisation dendritique**

La cristallisation dendritique (dans le cas d'un cristal de symétrie cubique par exemple) procède du mécanisme suivant: croissance de branches primaires puis secondaires et ainsi de suite (figure I-4) [35].

Il se forme tout d'abord un germe (0) quelconque puis, à partir de ce germe, le solide se dépose selon un système d'axes trirectangles. Ce sont les axes primaires de la dendrite ensuite un système d'axes secondaires se superpose au premier, bientôt suivie par un système ternaire etc.

Au bout d'un certain temps les ramifications des dendrites voisines se rejoignent; leur développement est alors gêné par les voisins; ces axes arrêtent la croissance mais le développement d'axes supérieur se poursuit jusqu'au remplissage complet de l'espace existant entre les premiers rameaux.

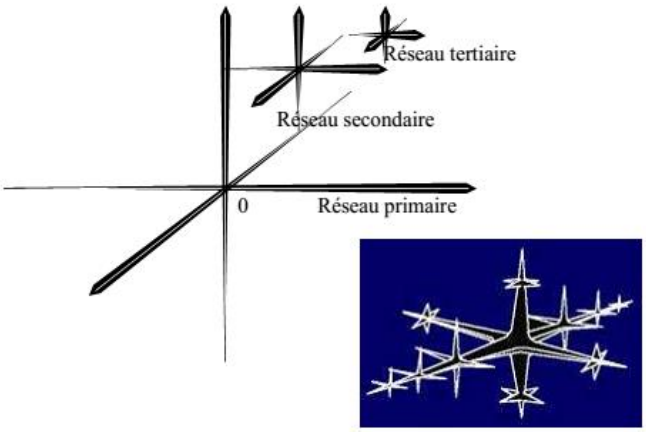



*Figure I-4- Les trois étapes de formation d'un grain dendritique [35].*

# *Chapitre II :*

## *Matériaux et techniques expérimentales*

# Chapitre II: Matériaux et techniques expérimentales

## II-1- Présentation des matériaux

II-1-1- Composition chimique des matériaux

II-1-2- Elaboration par fusion haute fréquence sous induction magnétique

II-1-2-1- Le four à induction: Appareillage et Méthode

## II-2- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

II-2-1- Principe de fonctionnement de la DSC

II-2-2- Appareillage et mesure

## II-3- Diffraction des rayons X

II-3-1- Principe

II-3- 2- Mesure et appareillage

II-3- 3- Détermination des paramètres de maille

## II-4- Microscope optique

II-4-1- Préparation métallographique

II-4-2- Description du microscope optique

## II-5- Microdureté vickers

Ce chapitre a pour objectif de présenter les matériaux étudiés, décrire leurs processus d'élaboration ainsi que les méthodes utilisées pour leurs caractérisations.

La partie expérimentale est réalisée au sein de Laboratoire de Magnétisme et spectroscopie des solides (LM2S), équipe: caractérisation des matériaux métalliques métastables de l'université Badji Mokhtar Annaba.

## II-1- Présentation des matériaux

### II-1-1- Composition chimique des matériaux

Cette étude porte sur deux alliages de la série 7000. Les compositions chimiques (en pourcentages massiques et atomiques) des deux alliages binaire Al-Zn et ternaire Al-Zn-Mg sont décrites dans le tableau II-1.

La masse de chaque alliage à élaborer a été fixée pour 5 g de mélange homogène de poudres. L'Aluminium avec une pureté de 99% et le Zinc ainsi que le Magnésium avec une pureté de 99.99% en poudre ont été pesées avec une grande précision ($10^{-3}$) à l'aide d'une balance électronique très sensible (KERN EW/EG-N) puis compacté à froid sous forme de pastilles de formes cylindriques de diamètre de 1.6cm et de hauteur 4mm (Figure II-1).

| Alliage | Composition en pourcentages massiques (wt. %) | Composition en pourcentages atomiques (at. %) |
|---|---|---|
| Al-Zn | Al-30%Zn | Al-15%Zn |
| Al-Zn-Mg | Al-30%Zn-5%Mg | Al-14.9%Zn-6.7%Mg |

*Tableau II-1 : Composition nominale des alliages binaire Al-Zn et ternaire Al-Zn-Mg (en pourcentages massiques et atomiques).*

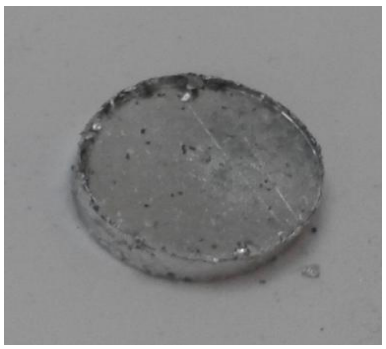


*Figure II-1: Pastille du mélange des trois poudres Al, Zn et Mg.*

### II-1-2- Elaboration par fusion haute fréquence sous induction magnétique

L'induction électromagnétique est une technique de chauffage pour les matériaux conducteurs d'électricité (métaux), fréquemment utilisée pour de nombreux procédés thermiques tels que la fusion ou la chauffe des métaux. Elle a pour particularité de générer la chaleur directement à l'intérieur du matériau à chauffer.

#### II-1-2-1- Le four à induction: Appareillage et Méthode

La fusion est réalisée dans un four à induction à haute fréquence (désigné ultérieurement par "four ou fusion HF") de type Lin therm 600. Celui-ci est alimenté par un générateur (source de puissance) haute fréquence de 300 kHz et d'une puissance de 6 kW. L'alliage est mis dans un creuset réfractaire, de dimensions 16mm de diamètre et de hauteur 3cm puis placée au fond d'un tube en quartz vertical de diamètre intérieure 22mm relié à une pompe à palettes de pression $10^{-3}$ torr par un tube en caoutchouc hermétique, qui permet de faire un dégazage continu. Le tube en quartz est placé dans l'inducteur, refroidi par une circulation d'eau (figure II-2).

On monte rapidement en chauffage jusqu'à la fusion complète de l'alliage ; L'alliage se fige instantanément dès l'interruption du passage du courant dans les spires. Le refroidissement, et donc la solidification, sont dans ce cas très rapides. L'échantillon obtenu est de forme quasi-cylindrique, d'environ 1 cm de diamètre (figures II-3 et II-4).

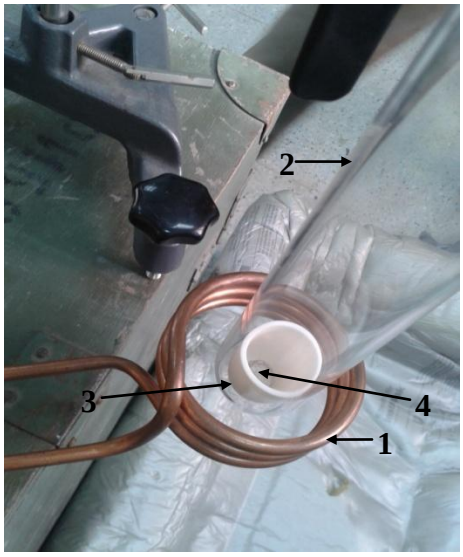



*Figure II-2: Inducteur et échantillon à l'intérieur d'un tube.*

**1.** Inducteur en cuivre.

**2**. Tube en quartz.

**3.** Creuset.

**4.** Pastille (alliage à fusionner).

*Figure II-3: Principaux constituants du générateur haute fréquence (HF).*

*Figure II-4: Alliage Al-Zn-Mg à l'état brut après élaboration.*

## II-2- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC en anglais abréviation de "Differential Scanning Calorimetry") est une technique d'analyse thermique utilisée pour la caractérisation de changement d'état, de phase ou de structure d'un matériau. Elle représente un moyen qualitatif et quantitatif pour la caractérisation des précipités dans les alliages. Cette technique peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation.

Les analyses DSC sont relativement rapides, peu couteuses et demandent une très petite quantité d'échantillons.

### II-2-1- Principe de fonctionnement de la DSC

Un creuset contient l'échantillon à étudier, un second creuset vide sert de référence. Ces creusets sont posés sur des thermocouples et constituent la partie essentielle de l'appareillage, la tête de mesure, qui est entourée d'une enceinte (figure II-5) dans laquelle la température, la plus homogène possible, peut varier de façon programmée (constante, croissante, décroissante voire même en cyclage). Les thermocouples permettent d'enregistrer les températures de l'échantillon et de la référence (ou leur différence) en fonction du temps ou de la température du four. L'ensemble du montage doit être parfaitement symétrique pour que l'échantillon et la référence reçoivent la même quantité d'énergie thermique.

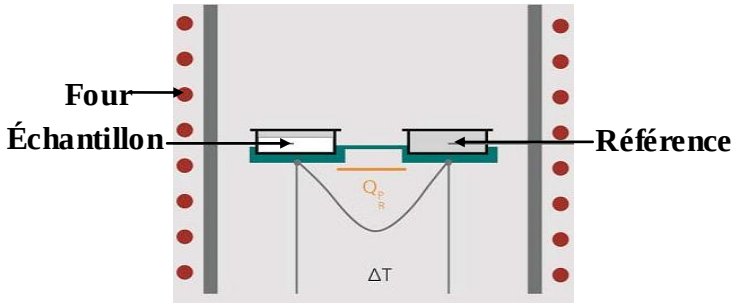



*Figure II-5: Schéma d'une tête de mesure d'une DSC flux de chaleur.*

Ainsi, en DSC, nous mesurons le flux thermique (ou mesure d'enthalpie) pour maintenir la température de l'échantillon et celle de la référence identiques. Cette analyse se fait souvent en présence d'un gaz inerte (azote ou argon) pour éviter une réaction de l'échantillon avec l'air de la chambre.

Le résultat d'une DSC est présenté sous la forme d'un graphique montrant le flux de chaleur en fonction de la température (ou du temps). Comme l'échantillon subit des changements de phase à mesure qu'on le chauffe, la quantité de chaleur nécessaire pour maintenir la température de l'échantillon égale à celle de la référence variera en fonction de la température. On distingue deux types de changements de phase, soit les processus exothermiques (où l'échantillon libère de la chaleur) et les processus endothermiques (où l'échantillon absorbe de la chaleur). Par exemple, lors d'un processus exothermique comme la cristallisation, moins de chaleur est nécessaire pour accroître la température de l'échantillon

car ce dernier libère de la chaleur. A l'opposé, un échantillon subissant une transition endothermique, comme le passage de la phase solide à la phase liquide, aura besoin de plus de chaleur pour maintenir la même température que la référence, car il absorbe de l'énergie dans ce cas.

### II-2-2- Appareillage et mesure

Le calorimètre différentiel à balayage utilisé est de type Setaram LabSys evo (figure II-6), dispose d'une gamme de température de l'ambiante à 1600°C. La vitesse de balayage de température programmable est de 0,01 à 100°C/min.

L'analyse de la DSC a été réalisée sur des alliages bruts de fusion dans des creusets d'alumine et sous un gaz d'argon pour éviter toute réaction de l'échantillon avec l'air de la chambre. La vitesse de chauffe est égale à 10°C/min sur une gamme de températures allant de l'ambiante à 800°C.

L'analyse thermique par DSC a été réalisée pour révéler les phases présentes dans nos alliages étudiés obtenus au cours de la solidification et de les comparer avec les résultats obtenus dans la littérature.

On peut obtenir des informations supplémentaires en réalisant plusieurs cycles de mesures. Dans notre étude, nous avons réalisé un programme de températures composé de deux cycles chauffage-refroidissement (figure II-7). La vitesse de refroidissement est de 10°C/min, sur une gamme de températures de 800°C à l'ambiante.

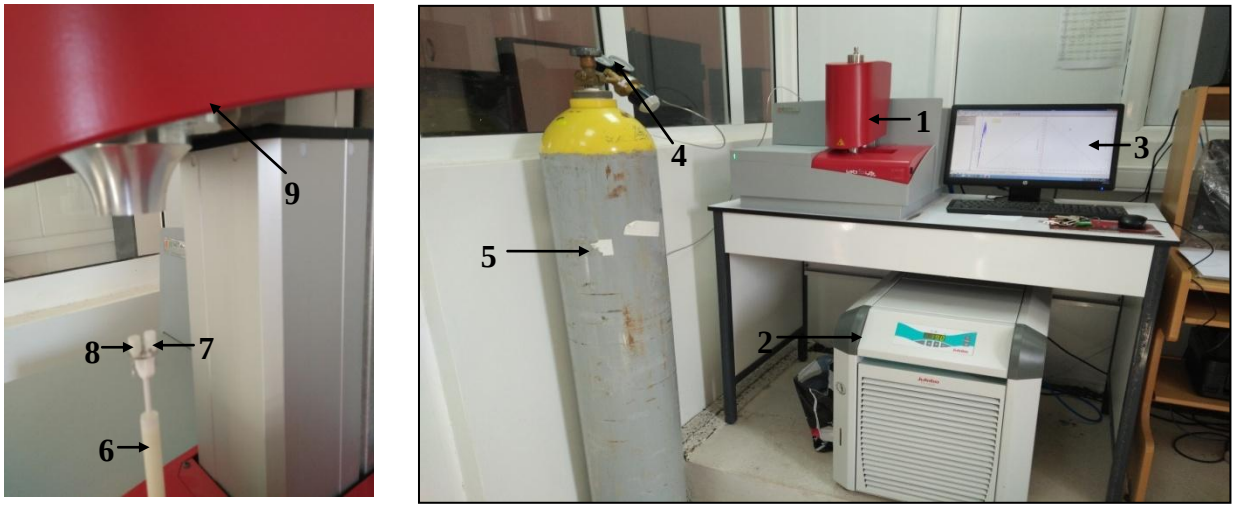



*Figure II-6: Dispositif expérimental utilisé pour les mesures de la DSC.*

**1.** DSC de type Setaram LabSys evo.

**2.** Refroidisseur.

**3.** Micro-ordinateur.

**4.** Manomètre.

**5.** Bouteille de gaz.

**6.** Canne.

**7.** Creuset de référence.

**8.** Creuset d'échantillon.

**9**. DSC en position ouverte.

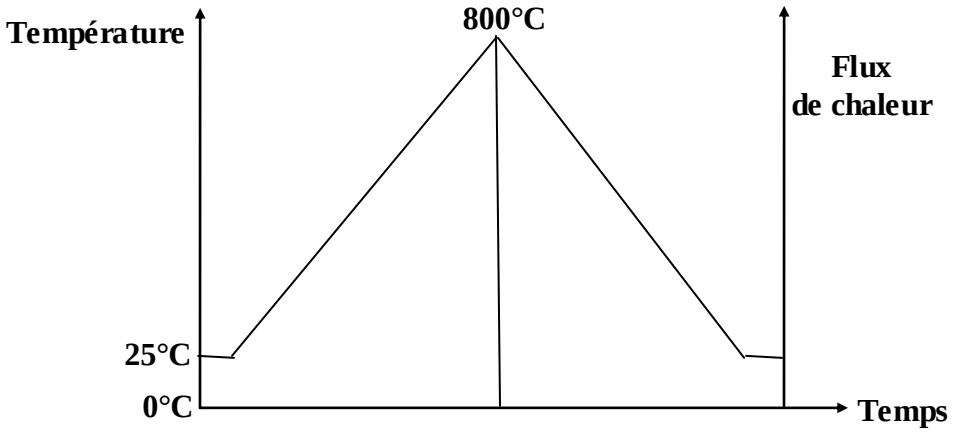



*Figure II-7: Cycles de mesure chauffe-refroidissement.*

**II-3- Diffraction des rayons X**

La diffraction des rayons X est une caractérisation complémentaire à l'analyse calorimétrique (DSC). Elle permet d'avoir des informations relatives à la structure cristalline, identifier et mettre en évidence la nature des phases présentes.

**II-3- 1- Principe**

Le phénomène de diffraction résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, telle que les rayons X, avec le milieu périodique de la matière cristallisée. La diffraction des rayons X est utilisée couramment pour la caractérisation des solides.

Lorsqu'un rayon X monochromateur de longueur $\lambda$ est envoyé sur un échantillon avec un angle$\theta$, les plans réticulaires (hkl) du cristal, équidistants de $d_{hkl}$ (distance interréticulaire), vont se comporter comme des miroirs parallèles et réfléchir l'onde électromagnétique,

induisant un phénomène de diffraction. L'intensité (I) diffractée sera non nulle seulement si les contributions des plans successifs sont en phase (interférences constructives), c'est à dire si la loi de Bragg est respectée:

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad \ldots\ldots\ldots\ldots \quad \textbf{Eq. II-1}$$

Avec " n", un entier qui représente l'ordre de la réflexion.

Lorsque l'angle d'incidence correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée, on enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité. La méthode des poudres fournit une liste des couples (θ, I) et la longueur d'onde étant connue, on peut convertir directement l'angle θ en distance interréticulaire.

**II-3- 2- Mesure et appareillage**

Les diffractogrammes des échantillons massifs ont été enregistrés sur un diffractomètre de rayons X type Philips PANALYTICAL Empyrean (Figure II-7) en configuration θ-2θ de Brag-Brentano, muni de deux anticathodes.

Pour l'alliage binaire Al-Zn, nous avons utilisé l'anticathode de Cu (λ = 1,54060 Å) avec les conditions suivantes: les tubes sont alimentés par une tension de 45 kV et un courant de 40 mA. Le balayage compris entre 20° et 100° en 2θ par pas de 0.0130°.

L'anticathode de Co (λ = 1,78901Å) a été utilisé dans le cas de l'alliage ternaire Al-Zn-Mg. Les enregistrements ont été effectués dans les conditions suivantes : balayage compris entre 20° et 100° en 2θ, par pas de 0.0130°.

Les pics de diffraction ont été indexé en utilisant le logiciel "High Score Plus" en lui indiquant les éléments ou les renseignements structuraux déjà connus et faire une comparaison avec les valeurs théoriques répertoriées dans la base de données informatisées J.C.P.D.S (Joint Commitee for Diffraction Standards).

*Figure II-8: Diffractomètre de type PANALYTICAL Empyrean.*

**II-3- 3- Détermination des paramètres de maille**

La relation qui relie les distances interréticulaires des plans (hkl) aux paramètres cristallographiques est:

- Dans le cas d'un système cubique:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \qquad \text{.....} \quad \textbf{Eq.II-2}$$

Cette équation nous permet de calculer le paramètre de maille "a" expérimentale et de faire une comparaison avec la valeur théorique répertoriée dans la base de données ASTM.

Il est possible d'identifier les phases présentes dans les alliages par les diffractogrammes de diffraction des rayons X (DRX), en comparant les $2\theta_{hkl}$ des lignes de pics (hkl) du spectre diffractogramme DRX expérimental avec des fiches ASTM (JCPDS-ICCD) correspondants aux phases d'aluminium ou composés connues et inconnues susceptibles d'apparaître dans ce genre d'alliage à base d'aluminium.

## II-4- Microscope optique

### II-4-1- Préparation métallographique

Pour les observations au microscope optique, nous avons procédé aux méthodes de préparation suivantes :

- **Tronçonnage**

La découpe des échantillons à l'état brut a été réalisée à l'aide d'une tronçonneuse électrique avec un disque diamanté refroidit à l'eau (figure II-9).

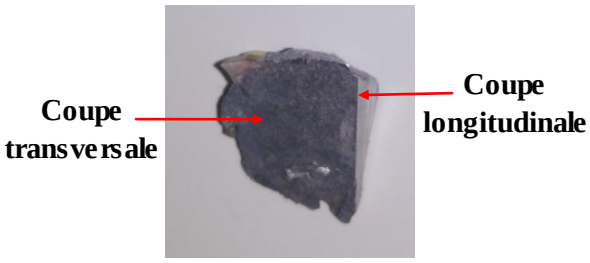



*Figure II-9: Un morceau de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg montrant les deux coupes transversale et longitudinale.*

- **Enrobage**

Les échantillons sont enrobés de résine pour faciliter leurs manipulations et obtenir une bonne préparation. Nous avons utilisé un enrobage à froid avec deux types de résines: époxydes et acryliques. Chacun est constitué de deux composantes qui sont des résines et des durcisseurs (figure II-10).

*Figure II-10: Echantillon brut enrobé.*

- **Polissage**

Le polissage consiste à rendre la surface plane et brillante de façon a ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen ultérieur figure (II-11). Les alliages ont subi successivement un polissage mécanique par papier abrasifs en carbure de silicium allant de 300 jusqu'à 1400 figure (II-12).

*Figure II-11: Photo de polisseuse.*

*Figure II-12: Papiers abrasif.*

- **Attaque chimique**

L'attaque chimique a pour but de révéler la structure, notamment les joints de grains, les phases, les impuretés, etc. La méthode consiste à tremper la face à attaquer dans le réactif choisi pendant 15 à 20 secondes. L'attaque a lieu à la température ambiante. Le réactif utilisé est du type Killer, dont la composition chimique est :

- Eau distillée (H2O) : 74 ml- acide fluorhydrique (HF) : 5 ml
- acide chlorhydrique (HCL) : 9 ml
- acide nitrique (NHO3): 22 ml

Après l'attaque chimique, les matériaux sont lavés à l'eau puis séchés et sont prêts à être observés.

### II-4-2- Description du microscope optique

La microscopie optique est utilisée pour réaliser les observations des différentes microstructures. Ces observations ont été réalisées sur deux microscopes:

- microscope Olympus doté à une caméra intégré de type Color View commandée par un ordinateur. Les grossissements peuvent atteindre 1250 fois.
- microscope NIKON ECLYPSE LV 100 WD, avec des grossissements pouvant atteindre 1000, équipé d'une camera vidéo de type LEICA et piloté par ordinateur (figure II.13).

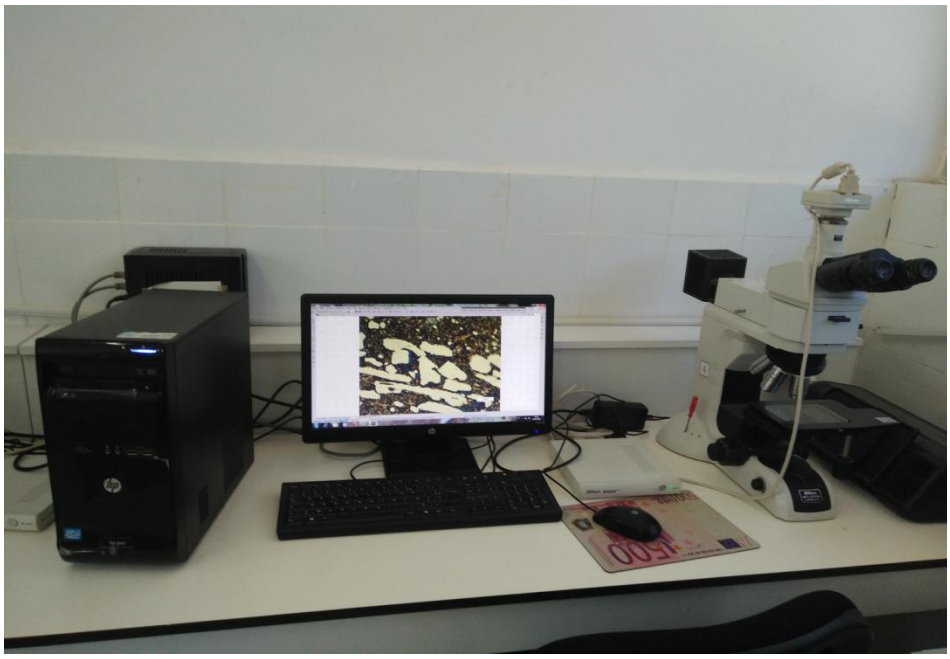


*Figure II-13: Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD piloté par ordinateur.*

**II-5- Microdureté vickers**

Pour mesurer la microdureté de nos alliages, nous avons choisi la Microdureté Vickers. L'essai consiste à imprimer dans le métal testé, un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136°, sous l'action d'une force connue (figure II-14). On mesure la diagonale de l'empreinte carrée laissée comme trace par le pénétrateur, la figure II-15 montre l'empreinte de l'image après retrait de pénétrateur Vickers. La dureté Vickers Hv est définie par l'expression:

$$\mathbf{Hv = 0.189\ \frac{F}{d^2}} \quad \text{.....} \quad \mathbf{Eq.II\text{-}3.}$$

Avec: $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

F est la charge appliquée au pénétrateur

d (mm) est la diagonale moyenne de l'empreinte

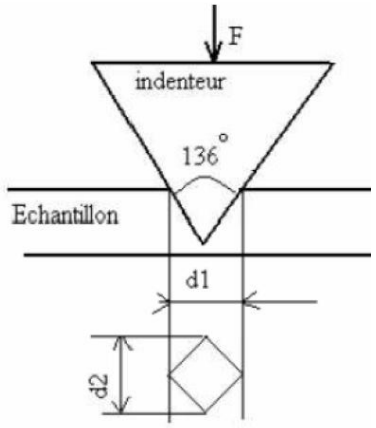



*Figure II-14: Principe de dureté Vickers.*

Les échantillons destinés pour les mesures de microdureté sont préparés auparavant par polissage mécanique et attaque chimique par le réactif Keller. Les mesures consistent en 4 ou 5 tests sur des endroits différents de la surface de l'échantillon, la durée d'application est de l'ordre de 10 secondes sous une charge fixe de 200 g, ensuite la valeur moyenne des mesures représentera la valeur de microdureté Vickers du matériau testé. Le microduromètre que nous avons utilisé est de type INNOVATEST (figure II-16).

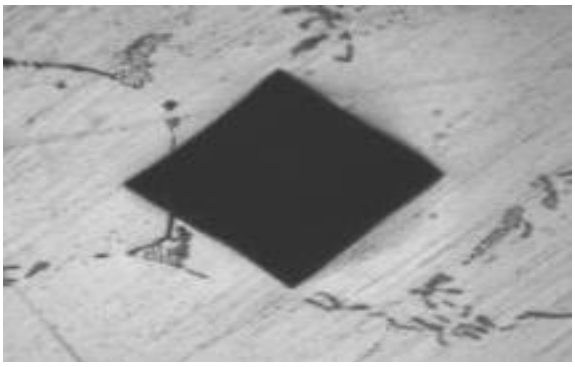


*Figure II-15: Empreinte laissée par l'indenteur lors des essais de microdureté Vickers [36].*

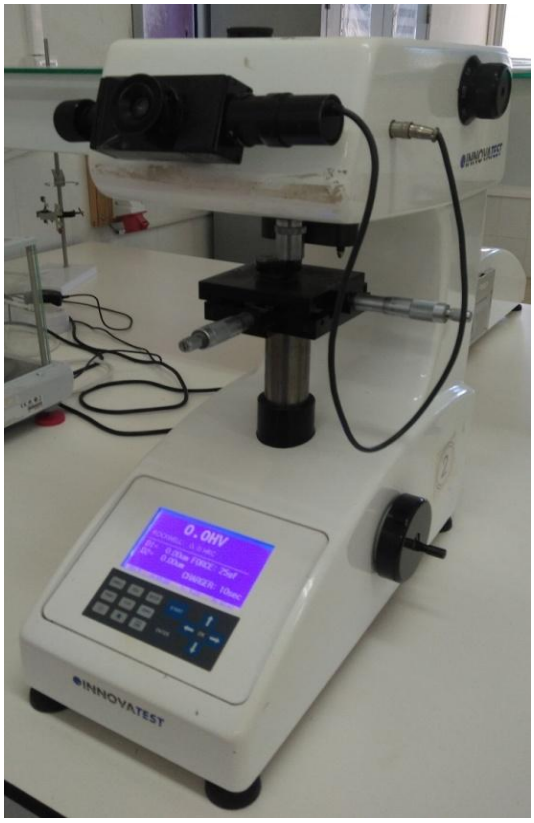



*Figure II-16: Microduromètre de type INNOVATEST.*

# *Chapitre III :*

## *Résultats expérimentaux et discussion*

## Chapitre III- Résultats et caractérisations microstructurales

### PARTIE 1: Analyse thermique et caractérisation microstructurale

#### III-1-1- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

III-1-1- 1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

III-1-1-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg

#### III-1-2- Diffraction des rayons X

III-1-2-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

III-1-2-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg

#### III-1-3- Microscopie optique

III-1-3-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

III-1-3-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg

### PARTIE 2: Propriétés structurales

#### III-2-1- Paramètre cristallin

#### III-2-2- Mesures de la microdureté

## PARTIE 1: Analyse thermique et caractérisation microstructurale

### III-1-1- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

#### III-1-1- 1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

La figure III-1 représente la courbe calorimétrique différentielle à balayage des deux cycles "chauffage-refroidissement" avec une vitesse de 10°C/min, de l'alliage binaire Al-30%Zn brut de fusion. L'analyse de chaque cycle est représentée dans les deux courbes de DSC (figures III-2 et III-3).

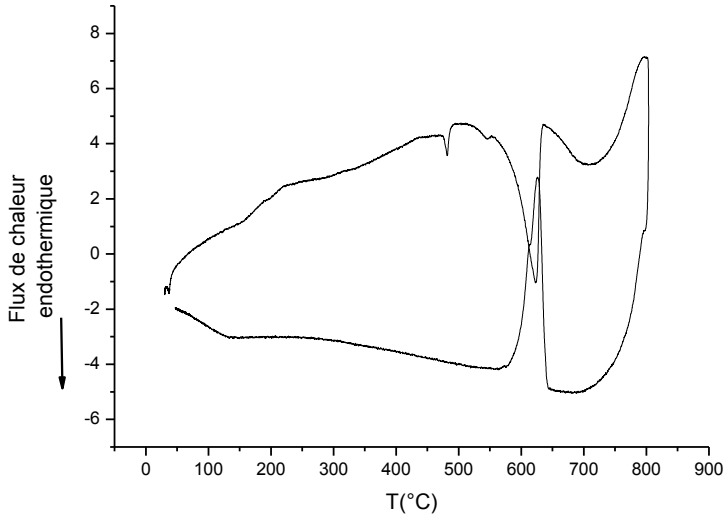



*Figure III-1: Courbe de DSC des deux cycles chauffage-refroidissement de l'alliage binaire Al-30%Zn.*

La courbe de DSC de l'alliage binaire Al-30%Zn brut de fusion, obtenue durant le chauffage (Fig. III-2), présente trois pics endothermiques:

- Le premier pic est observé à 481,593°C. Cependant, cette température ne correspond, ni à la température de fusion de l'aluminium, ni à celle du zinc pur. Cette température peut être attribuée à la fusion d'une phase intermétallique, observée dans l'alliage Al-30%Zn [37], et qui est due principalement à la présence des impuretés Fe et Si qui peuvent fondre à des températures proches de 500°C [38].

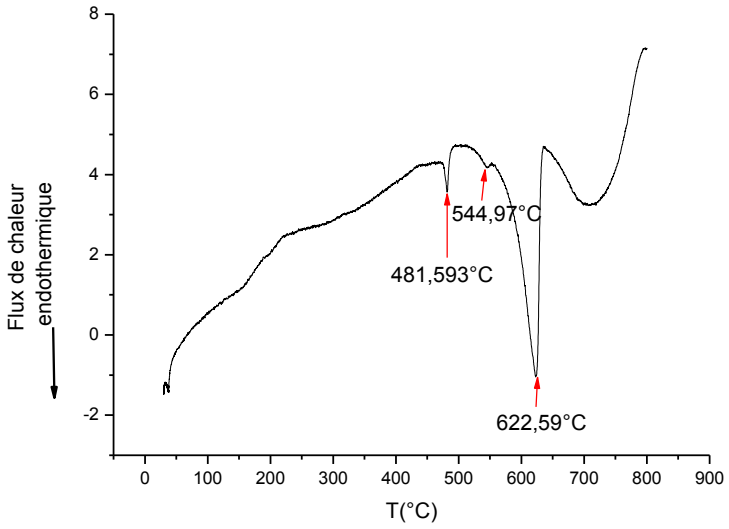



*Figure III-2: Courbe de DSC obtenue au cours de chauffage de l'alliage binaire Al-30%Zn.*

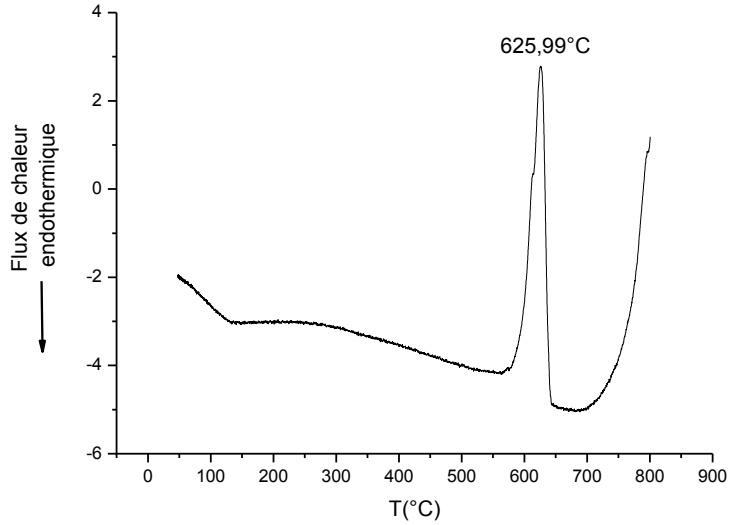



*Figure III-3: Courbe de DSC obtenu au cours du refroidissement de l'alliage binaire Al-30%Zn.*

- Le deuxième pic, noté à 544,97°C, correspond à l'eutectique $Al_3Fe$. Il a été observé dans les alliages binaires Al-Zn dont la pureté de l'aluminium pur est de 99,00%, la formation du composé $Al_3Fe$ [39] qui fond à des températures supérieures à 500°C. Le fer et le silicium peuvent être présents dans les alliages d'aluminium sans qu'ils aient été ajoutés volontairement et forment des phases intermétalliques [40,41].

- Le troisième pic correspond à la fusion de la phase α-Al, qui débute à 552,05°C et s'étend à 635,91°C. Le sommet du pic est à 622,59°C.

La courbe de DSC au cours du refroidissement de l'alliage binaire Al-30%Zn brut de fusion, présente un pic exothermique dans l'intervalle de température [646,67°C - 578,82°C], correspondant à la cristallisation (solidification) de la phase α-Al. Le sommet du pic est à 625,99°C (figure III-3).

### III-1-1-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg

La courbe calorimétrique différentielle à balayage des deux cycles "chauffage-refroidissement" à une vitesse de 10°C/min, de l'alliage binaire Al-30%Zn brut de fusion, est représentée sur la figure III-4.

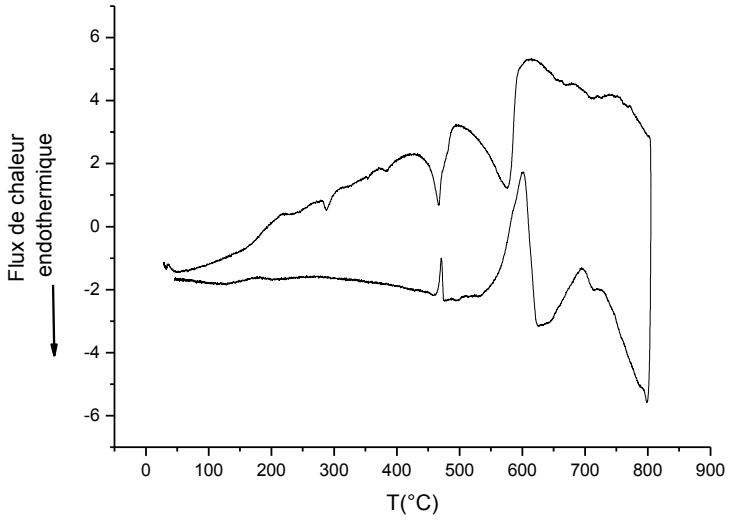



*Figure III-4: Courbe de DSC des deux cycles chauffage-refroidissement de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg.*

Durant le chauffage, la courbe de DSC de l'alliage ternaire (figure III-5) révèle la présence de quatre pics endothermiques:

- Le pic A, observé dans le domaine de température [277,59°C - 302,71 °C] correspond très probablement à la phase $MgZn_2$.
- Le pic B, observé dans le domaine de température [371,53°C - 396,64 °C] correspond à une phase qui serait confirmée par la caractérisation des rayons-X.
- Le pic C, situé dans l'intervalle de température [427,47°C - 493,27°C] avec un sommet de 467,322°C et est dû à la présence de la phase T ($Mg_{32}$ (Al, Zn)$_{49}$. Il a été montré [42,43] que dans les alliages ternaires Al-Zn-Mg, la phase T hors équilibre se dissout dans la matrice à 470°C.

- Le quatrième pic endothermique "D" débute à 503,20°C et prend fin à 609,12°C. Il correspond à la fusion de la phase α-Al.

La courbe de DSC au cours du refroidissement du même alliage, présente deux pics exothermiques. L'intervalle de température de chaque pic est représenté sur la figure III-6. Le premier pic, observé à la température 470,812°C, correspond à la formation de la phase T ($Mg_{32}$ (Al, Zn)$_{49}$). Le deuxième pic situé à 602,096°C, est attribué à la solidification de la phase α-Al.

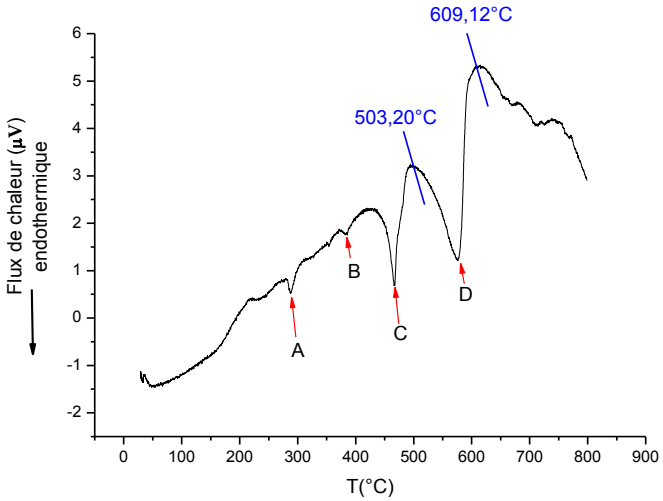



*Figure III-5: Courbe de DSC obtenue au cours du chauffage.*

*de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg.*

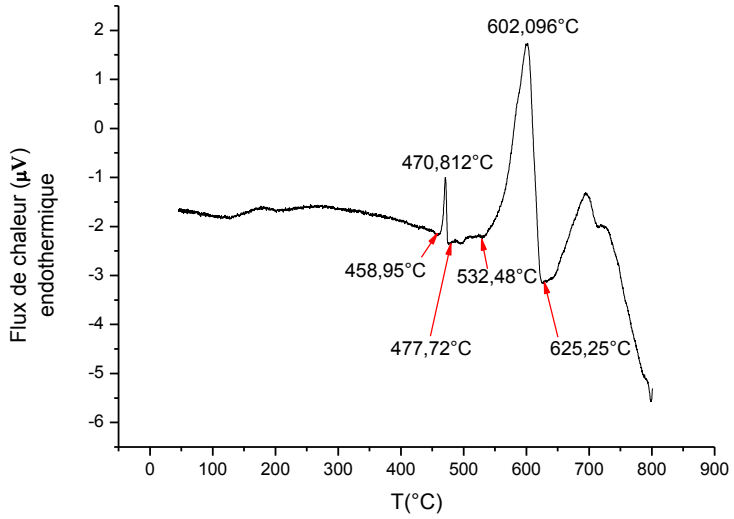



*Figure III-6: Courbe de DSC obtenue au cours du refroidissement de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg.*

### III-1-2- Diffraction des rayons X

#### III-1-2-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

La figure III-7 présente le diffractogramme des rayons-X de l'alliage binaire Al-30%Zn. On remarque la présence de la phase α-Al qui est une solution solide de zinc dans l'aluminium, de structure cubique à face centrée (C.F.C) ainsi que la phase $Al_{13}Fe_4$ ($Al_3Fe$). Cette dernière apparaît avec de faibles intensités et est observée clairement dans les deux figures III-8 (a et b). La caractérisation par DRX confirme les résultats obtenus par DSC.

L'indexation des raies de diffraction et le calcul des distances interréticulaires correspondantes sont reportés dans le tableau III-1. Elles confirment la présence de la phase $Al_{13}Fe_4$ ($Al_3Fe$) [44] qui est de structure orthorhombique avec des paramètres cristallins : a = 7,751 Å, b = 4,0336 Å et c = 23,7710 Å. Cette phase se forme préférentiellement du côté riche de l'aluminium [45,46].

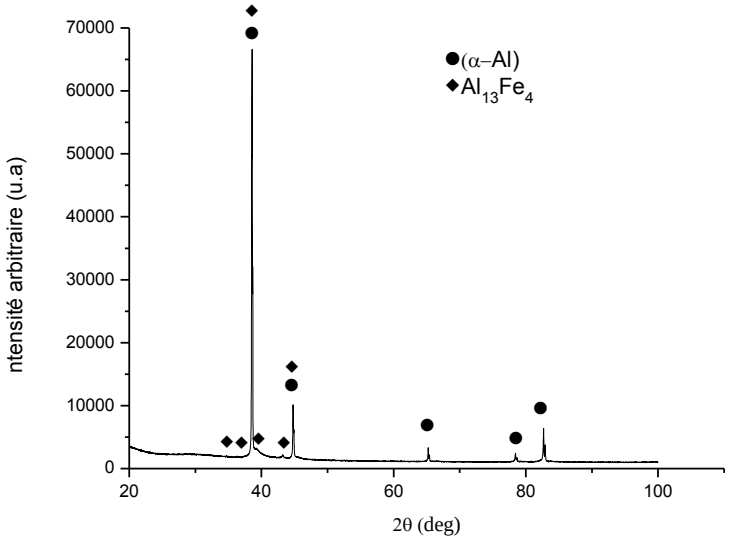
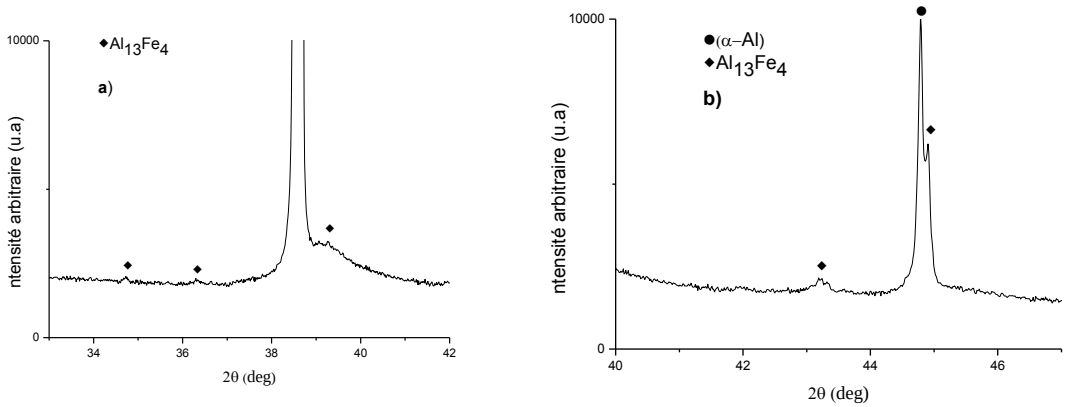



*Figure III-7: Diagramme de diffraction des rayons X*

*de l'alliage binaire Al-30%Zn.*




*Figures III-8 (a,b): Raies de diffraction des rayons X*

*de la phase $Al_3Fe$.*

*Tableau III-1: Tableau d'indexation des raies de diffraction x correspondantes à l'alliage Al-30%Zn.*

| Ligne de pic | Intensité relative | Phase identifiée | 2θ° mesurés | 2θ° calculés | Plan ( hkl) | d [A°] mesurées | d [A°] calculées |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0,27 | $Al_{13}Fe_4$ | 34,729 | 34,922 | (301) | 2,58308 | 2,56720 |
| 2 | 0,20 | $Al_{13}Fe_4$ | 36,327510 | 36,438 | (117) | 2,47306 | 2,46380 |
| 3 | 100,00 | Al | 38,587950 | 38,610 | (111) | 2,33131 | 2,33 |
| 4 | 46,34 | $Al_{13}Fe_4$ | 38,690650 | 38,220 | (208) | 2,33113 | 2,35290 |
| 5 | 1,59 | $Al_{13}Fe_4$ | 39,314910 | 39,402 | (216) | 2,28986 | 2,28500 |
| 6 | 0,49 | $Al_{13}Fe_4$ | 43,247730 | 43,077 | (313) | 2,09030 | 2,09820 |
| 7 | 13,08 | Al | 44,788 | 44,833 | (200) | 2,021 | 2,020 |
| 8 | 6,94 | $Al_{13}Fe_4$ | 44,910400 | 44,922 | (020) | 2,02171 | 2,01620 |
| 9 | 3,32 | Al | 65,235030 | 65,186 | (220) | 1,42905 | 1,43 |
| 10 | 2,05 | Al | 78,437 | 78,306 | (311) | 1,218 | 1,22 |
| 11 | 8,04 | Al | 82,69 | 82,352 | (222) | 1,166 | 1,17 |

Nous avons calculé le paramètre cristallin de la phase α-Al :

$$a = 0{,}403 \text{ nm}$$

Le paramètre cristallin de l'aluminium pur à 25°C est de 4,405 nm [47,48].

$$\Delta a = 0{,}405 - 0{,}404 = 0{,}001 \text{ nm}$$

$$a = 0{,}404 \pm 0{,}001 \text{ nm}.$$

### III-1-2-2- Alliages ternaires Al-30wt. %Zn-5wt.%Mg

Le spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg brut représenté dans la figure (III-9) permet de confirmer les résultats obtenus par DSC. La diffraction des rayons x a mis en évidence la présence de quatre phases: α-Al, $Mg_{32}$ (Al, Zn)$_{49}$ [42] , $AlMg_2Zn$ [43] et la phase $MgZn_2$ [149] appelée σ. Les Figures III-10 (a, b, c) montrent clairement les raies de diffraction des rayons X des phases présentes.

Le tableau III-2 rassemble toutes les distances interréticulaires mesurées par DRX, et comparées à celles calculées à partir des données cristallographiques [57,58].

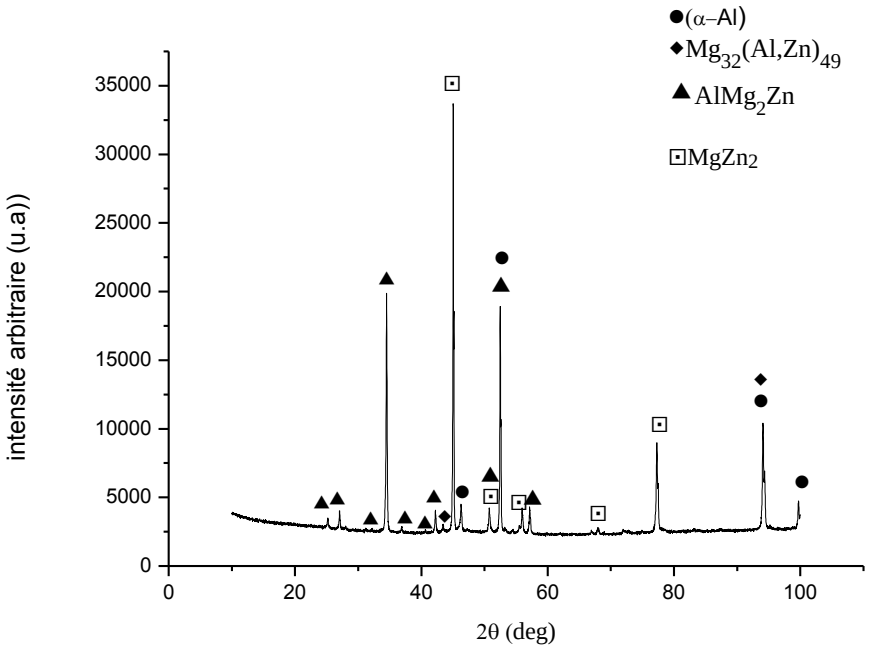
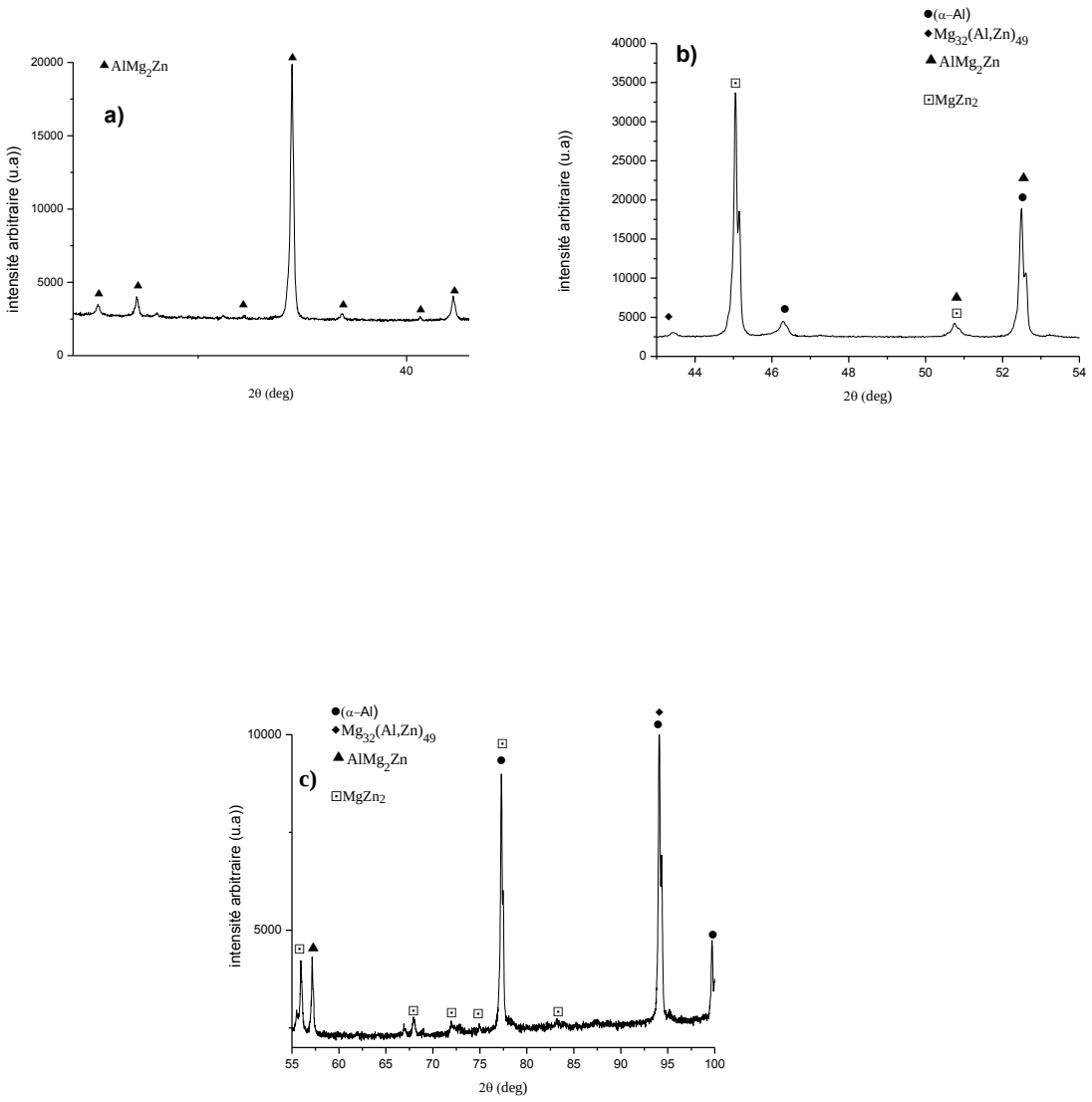



*Figure III-9: Spectre de diffraction de l'alliage ternaire*

*Al-30%Zn-5%Mg brut de fusion.*




*Figures III-10 (a, b, c): Raies de diffraction des rayons X des phases présentes dans l'alliage Al-30%Zn-5%Mg brut.*

*Tableau III-2: Tableau d'indexation des raies de diffraction x correspondantes à l'alliage Al-30%Zn-5%Mg*

| Ligne de pic | Intensité relative | Phase identifiée | 2θ° mesurés | 2θ° calculés | Plan ( hkl) | d [A°] mesurées | d [A°] calculées |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2,06 | $AlMg_2Zn$ | 25,213 | 25,328 | | 4,101 | 4,08 |
| 2 | 4,35 | $AlMg_2Zn$ | 27,045 | 27,012 | | 3,828 | 3,83 |
| 3 | 0,55 | $AlMg_2Zn$ | 32,211 | 32,464 | | 3,226 | 3,20 |
| 4 | 31,15 | $AlMg_2Zn$ | 34,57928 | 34,814 | | 3,016 | 2,99 |
| 5 | 1,28 | $AlMg_2Zn$ | 36,899 | 37,123 | | 2,826 | 2,81 |
| 6 | 0,79 | $AlMg_2Zn$ | 40,505 | 40,571 | | 2,575 | 2,58 |
| 7 | 5,3 | $AlMg_2Zn$ | 42,227 | 42,106 | | 2,483 | 2,49 |
| 8 | 2,02 | $Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ | 43,417 | 43,329 | | 2,418 | 2,42 |
| 9 | 100 | $MgZn_2$ | 45,052 | 44,746 | | 2,334 | 2,35 |
| 10 | 6,53 | Al | 46,301 | 44,989 | (1 1 1) | 2,275 | 2,338 |
| 11 | 5,79 | $AlMg_2Zn$<br>$MgZn_2$ | 50,747 | 50,293<br>51,204 | | 2,087 | 2,105<br>2,07 |
| 12 | 52,54 | Al<br>$AlMg_2Zn$ | 52,493 | 52,435<br>51,849 | (2 0 0) | 2,022 | 2,02477<br>2,046 |
| 13 | 5,74 | $AlMg_2Zn$<br>$MgZn_2$ | 57,130 | 57,829<br>56,822 | | 1,870 | 1,85<br>1,85 |
| 14 | 1,48 | $MgZn_2$ | 67,943 | 67,501 | | 1,60 | 1,61 |
| 15 | 0,82 | $MgZn_2$ | 71,954 | 72,65 | | 1,522 | 1,51 |
| 16 | 0,61 | $MgZn_2$ | 74,947 | 74,961 | | 1,470 | 1,47 |
| 17 | 20,80 | Al | 77,277 | 77,331 | (2 2 0) | 1,432 | 1,43173 |
| 18 | 9,24 | $MgZn_2$ | 77,527 | 77,44 | | 1,431 | 1,43 |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 19 | 0,65 | $MgZn_2$ | 83,195 | 83,753 | | 1,34735 | 1,34 |
| 20 | 24,12 | Al<br>$Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ | 94,067 | 94,212<br>93,908 | (3 1 1) | 1,222 | 1,220<br>1,224 |
| 21 | 13,61 | $Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ | 94,339 | 94,616 | | 1,222 | 1,217 |
| 22 | 3,34 | Al | 99,729 | 99,847 | (2 2 2) | 1,170 | 1,169 |

Le paramètre de maille de la phase α-Al, déterminé à partir des mesures des distances interréticulaires des raies disponibles est de 0,403 ± 0,002 nm (Tableau III-2).

### III-1-3- Microscopie optique

#### III-1-3-1- Alliage binaire Al-30wt.%Zn

La morphologie de l'alliage Al-30%Zn a été étudiée par observation microscopique après attaque des joints de grains par immersion dans le réactif de keller (chapitre II.§ 4-1).

La figure III-11 montre que la structure de l'alliage Al-30%Zn est dendritique colonnaire ramifiée en branches secondaires et caractérisée par un espacement de bras primaires" $\lambda_P$" de 10µm. La taille moyenne des dendrites primaire de la phase α-Al est de l'ordre de 33 µm.

L'eutectique observé par microscopie optique confirme les résultats obtenus par DSC ainsi que par DRX.

Les branches secondaires de dendrites sont observées clairement dans la figure III-12, l'espacement entre ces derniers est de l'ordre de 21µm.

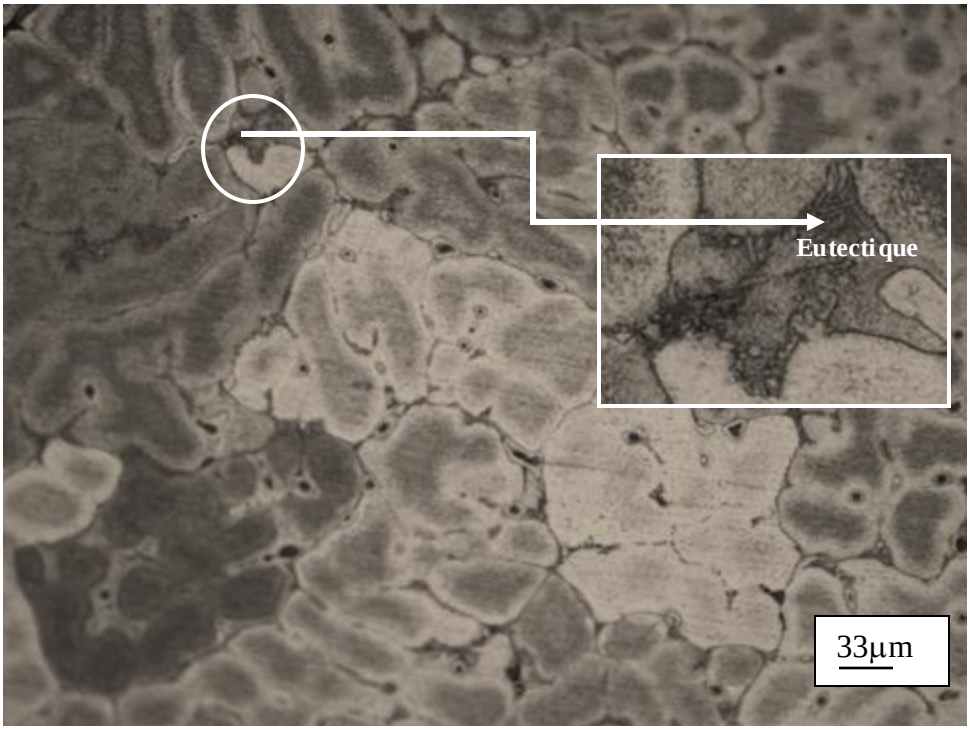



*Figure III-11: Micrographie optique de l'alliage Al-30%Zn brut de fusion et zoom sur l'eutectique.*

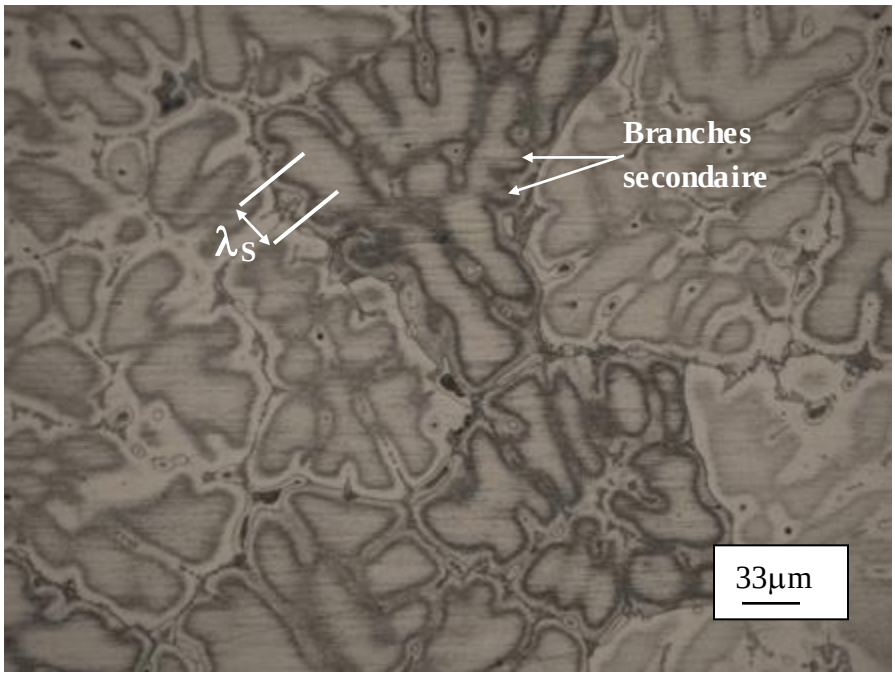



*Figure III-12 : Micrographie optique montrant les bras secondaires de dendrites dans l'alliage Al-30%Zn brut de fusion.*

### III-1-3-2- Alliage ternaire Al-30wt.%Zn-5wt.%Mg

L'étude de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg a été réalisée sur une coupe longitudinale (chapitre II.§ 4-1). Comme le montre la figure III-13, la structure est dendritique colonnaire ramifiée en branches secondaires. Les mesures de l'espacement des bras primaires et secondaires donnent les valeurs successives suivantes: 40,6 µm et 32,5 µm.

On remarque que les bras primaires de dendrites sont un peu espacés (figure III-14.). Ceci peut être attribué à la présence d'une précipitation dans l'espacement interdendritique formée par la présence de magnésium.

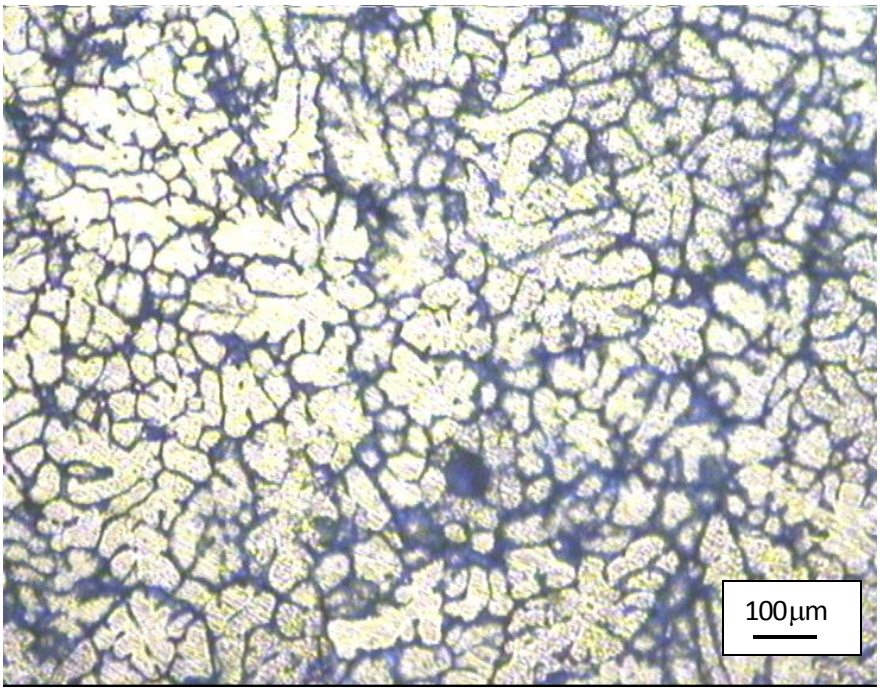



*Figure III-13 : Micrographie optique de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg brut de fusion (coupe longitudinale).*

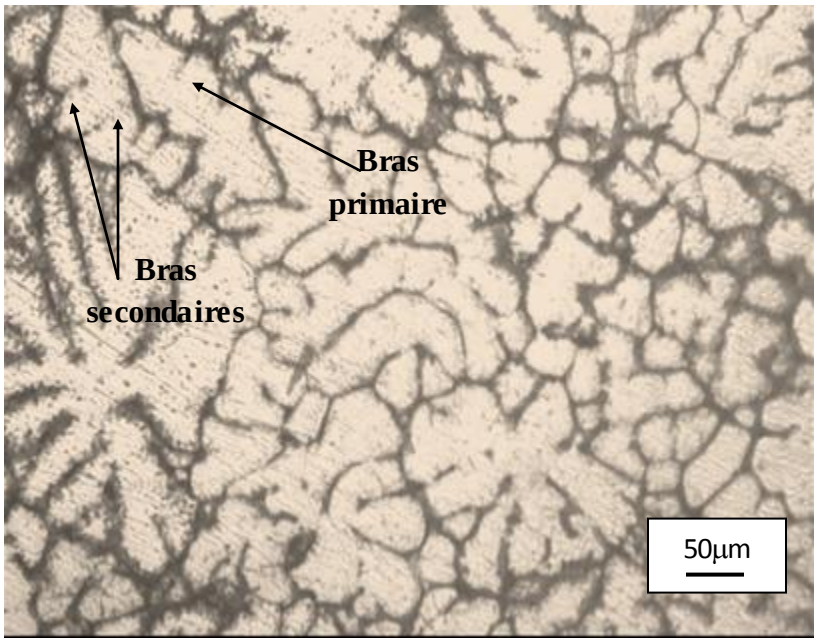


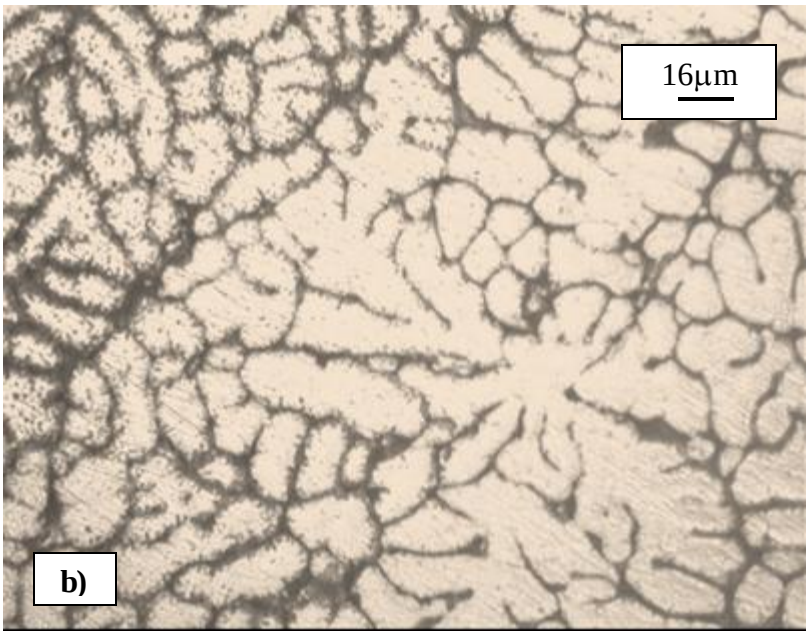

*Figure III-14 : Micrographie optique de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg brut montrant les bras primaires et secondaires (coupe longitudinale).*

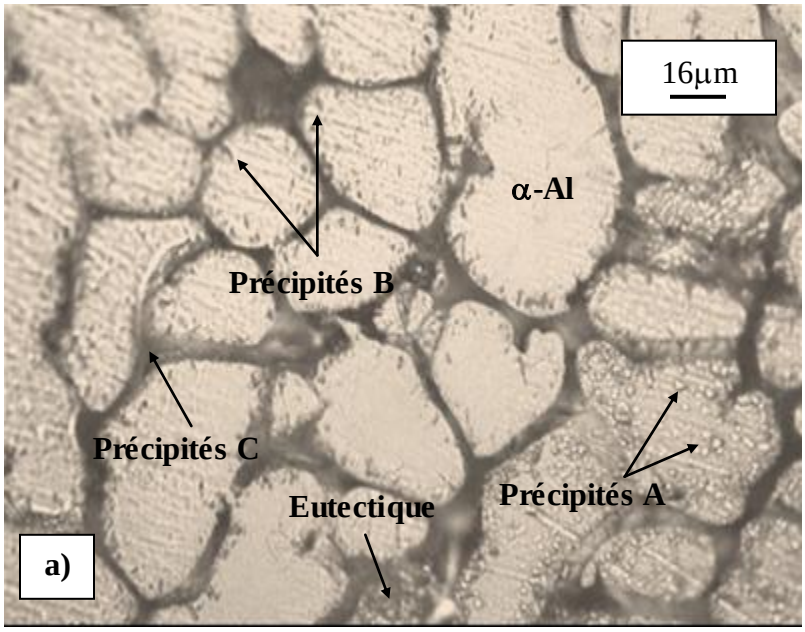
On remarque la présence d'une fine précipitation, répartie de façon inhomogène à l'intérieur des dendrites et d'autres précipités localisés entre l'espacement interdendritiques.

A d'autres échelles de grossissement (GX150), et comme le montre la figure IV-5, les bras primaires de dendrites apparaissent bien développées en branches secondaires et tertiaires. Les mesures de ces

derniers, donnent les valeurs successives suivantes: 25,37 µm, 23,46 µm et 15,18 µm. On remarque que l'espacement entre les branches primaires est légèrement plus élevé que celui calculé dans l'alliage binaire, ceci confirme la présence d'une précipitation dans l'espacement interdendritique.

Des recherches antérieures montrent qu'en ce qui concerne les alliages Al-Zn-Mg, les eutectiques hors équilibre commencent à fondre à 474°C, ce qui indique que la température d'homogénéisation ne doit pas être supérieure à 474°C et que cette température convient à la dissolution des eutectiques hors équilibre [50].




*Figures III-15 (a,b) : Micrographies optiques de l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg à différents échelles d'observation montrant clairement les différents précipités (coupe longitudinale).*

On remarque la présence d'une fine précipitation, répartie de façon inhomogène à l'intérieur des dendrites et d'autres précipités localisés entre l'espacement interdendritique.

Les deux figures III-15 (a et b), nous permet d'observer clairement les ségrégations. On remarque la présence de quatre phases (figure III-15-b):

- phase $\alpha$-Al, représente la dendrite et est la solution solide de Zn et de Mg dans l'aluminium;

- précipités A, de formes sphéroïdales réparties de façon inhomogène à l'intérieur des dendrites. Elles peuvent être attribués à la phase $MgZn_2$ appelée $\sigma$ car cette dernière est généralement de forme ronde;

- précipités B, de forme bâtonnet, attribués peut être à la phase $AlMg_2Zn$. La présence de cette dernière a été confirmé par la diffraction des rayons-X (chapitre III.§ 1-2-2);

- précipités C qui sont localisés dans l'espacement interdendritique. Ils correspondent à une précipitation de la phase T et d'un eutectique formé par la phase $\alpha$-Al (de contraste clair) et de la phase T ($Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ qui est de contraste sombre.

Il a été observé dans les alliages ternaires brut de fusion [51,52,53], la présence d'une microstructure, constituée d'une solution solide $\alpha$-Al avec une précipitation d'une phase T appelée ($Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ et d'un eutectique formé par la ségrégation de la phase $\alpha$-Al ainsi que la phase T dans les joints de grains.

**PARTIE 2: Propriétés structurales**

**III-2-1- Paramètre cristallin**

La variation du paramètre cristallin de la phase $\alpha$ en fonction da teneur en zinc est reportée sur la figure III-16.

Comme le montre la figure III-16, le paramètre cristallin de la phase $\alpha$ des alliages Al-Zn diminue linéairement avec la composition de zinc [54,55]. Cette diminution a été expliquée de la manière suivante : le rayon atomique de zinc est plus faible que celui de l'aluminium et si la teneur en Zn est élevée, elle aura tendance à diminuer le paramètre cristallin de la phase$\alpha$. Si l'on compare le paramètre cristallin de l'alliage Al-30%Zn élaboré par fusion HF avec les résultats précédents, on trouve qu'il est plus élevé. Cette augmentation peut être attribuée à la formation de composé intermétallique, dû à la présence des impuretés.

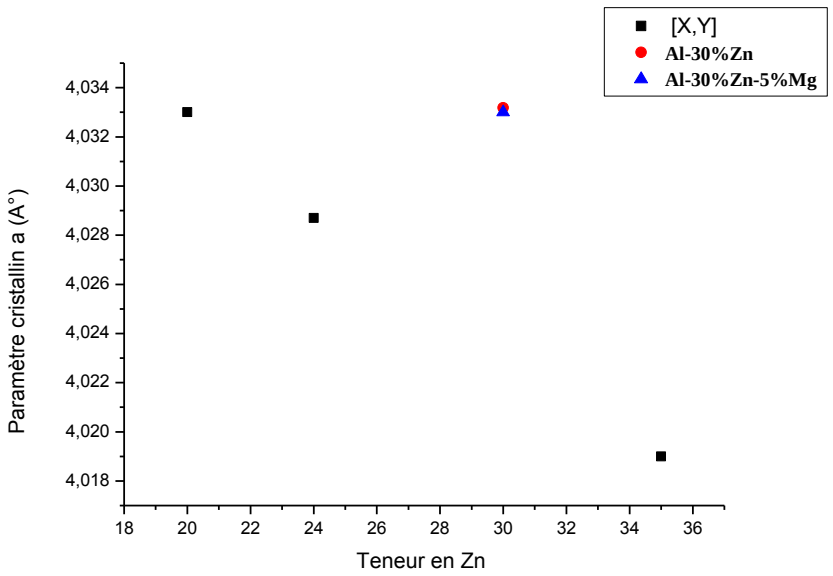



*Figure III-16: Paramètre cristallin des alliages Al-Zn et l'alliage Al-30%Zn-5%Mg avec la teneur en zinc.*

### III-2-2- Microdureté

La microdureté vickers (Hv) des deux alliages Al-30%Zn et Al-30%Zn-5%Mg a été mesurée et comparée avec celle de l'aluminium pur élaboré par fusion HF. La charge appliquée était de 100g. Les résultats sont représentés sur le tableau III-3.

La microdureté Vickers de l'aluminium pur est de 20 Hv [56]. Lorsqu'on ajoute 30% en zinc, la microdureté augmente à 97 Hv et atteint la valeur de 165,5 Hv dans l'alliage ternaire Al-30%Zn-5%Mg. On peut conclure que les éléments d'addition Zn et Mg augmentent la dureté dans les deux alliages. La présence de la précipitation des phases T, σ et $AlMg_2Zn$ augmente brusquement la microdureté à une valeur très élevée; ce qui prouve que ces phases sont des phases durcissantes.

*Tableau III-3: Tableau de mesure de microdureté Vickers.*

| Alliage | Al pur | Al-30%Zn | Al-30%Zn-5%Mg |
|---|---|---|---|
| Microdureté Vickers (Hv) | 20 | 97 | 165,5 |

# *Références bibliographiques*

[1] Hind, A.R., Bhargava, S.K., and Grocott, S.C., The surface chemistry of Bayer process solids: a review Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng, 1999. 146: p. 359-374.

[2] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie: élaboration, structures-propriétés, normalisation. AFNOR-Nathan, Paris, 1997.

[3] S. Popovi, B. Grèta, H. Löffler, G. Wendrock, Phys. Stat. Sol. (a) 140 (1993)341-352.

[4] L.F. Mondolfo, Aluminium alloys, structure and properties. Butterworths, London, 1976..

[5] Groupa Péchiney, Mise en œuvre et utilisation de l'aluminium et de ses alliages, Ed. eyrolles (1964).

[6] S. Wernick, R. Pinner, Les traitements de surface et la finition de l'aluminium et de ses alliages, Ed. Eyrolles (1962).

[7] R. Kaibyskov, F. Musin, D. Gromov, T.G. Nieh and D.R. Lesuer, Metals Trans (2002) 2392-2399.

[8] H.L. Saunders, Welding aluminum: theory and practice, The Aluminum Association, 2002.

[9] G. Mathers, The welding of aluminium and its alloys, Woodhead Publishing Ltd, Abington, Cambridge, UK, (2002), 242 p.

[10] L. F. Mondolfo, Aluminum alloys: structure and properties, Butter Worths, England, 1976.

[11] H. Zhao , D.R. White et al., Current issues and problems in laser welding of automotive aluminium alloys, International Materials Reviews, vol. 44, (6), (1999) pp. 238-266.

[12] K. Sampa, W. Baeslack, Selection and Weldability of Dispersion- Strengthened Aluminium alloys ASM-Handbook, Vol.6-ASM Pub., New York, (1993), P.541.

[13] R. Martukanitz, Selection and Weldability of Heat Treatable Aluminium alloys ASM-Handbook, Vol.6-ASM Pub., New York, (1993), P.529.

[14]-David R. Lide, CRC, Handbook of chemmmistry and physics CRC press inc, 2009, 90 ed P. 2804.

[15]- Procés-verbaux du comité international des poids et mesures, 78$^{e}$ session, 1989, P. T1-T2.

[16]- CH. De Sansal, Grade de Docteur, École Centrale des arts et Manufactures. « École Centrale Paris », (2007).

[17]- Yucel Birol, Scripta Materialia, vol. 52, p. 169-173, (2005)

[18]- S. C. Wang, M. J. Starink, Mater Sci Eng A, vol. 386, p. 156-163, (2004).

[19]- B. Dubost, p. Sain fort, Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques, Paris, vol. 240, p. 2-37, (1994).

[20]- M. F. Ashby ET D. R. H. Jones, Matériaux, tome 2: microstructure et mise en oeuvre, Ed. Dunod, vol. 23, p. 12, (1991).

[21] R.G. Hamerton, H. Cama, M.W. Meredith, Development of the coarse intermetallic particle population in wrought aluminium alloys during ingot casting and thermo-mechanical processing, Materials Science Forum, (2000), pp. 331-337.

[22] N.A. Beloy, A.A. Aksenov, D.G. Eskin, Iron in Aluminium alloys: impurity and alloying element, Ed. Taylor and Francis (2002) 15.

[23] N.A. Beloy, A.A. Aksenov, D.G. Eskin, Iron in Aluminium alloys: impurity and alloying element, Ed. Taylor and Francis (2002) 138.

[24] A.K. Mukhopadhyay, V.V. Rama Rao, C.R. Chakryorty, The influence of constituent particles on the quality of hard anodic coating on fully heat treated AA7075 extrusion products, Materials Science Forum, (1996), pp. 217-222.

[25] Dr. Ghomarif. Science des Matériaux de conservation. Aboubaker belkadi (Zinc).

[26] T.B. Massalski, editor. BinaryAlloy Phase Diagram. ASM, (1986).

[27] A.R. Marder, "The metallurgy of zinc-coated steel", Progress in Materials Science, 45,2000, pp.191-271.

[28] H. Liang, S.L Chen, Y.A Chang, A thermodynamic description of the Al-Mg-Zn System, Metallurgical and materials transactions A 28 (1997) 1725-1734

[29] J.R Davis, Aluminium and aluminium alloys, ASM Specialty Handbook (1993) 560-575

[30] L.D. Willey: Metals Handbook, 8th ed, ASM, Metals Park, OH, (1973) 397-399.

[31] J. Baralis, G. Maeder, Précis de Métallurgie (Elaboration, structure propriétés, normalisation), p.223, 1ère édition, Afnor-Nathau, Paris (1997).

[32] P. Papon et al, Physique des transitions de phases, Dunod (1999).

[33] Lacmann, Herden, Mayer, Kinetics of nucleation and Cristal Grooth, Chem.Eng. Technology 22, (1999), pp. 279-289.

[34] Winegord, Introduction à la solidification des matériaux, Dunod, page 103.

[35] http // www.lpmc.univ-montp2.fr/site/Cours_en_ligne/metallographie.pdf

[36]- SOUILAH Yamina, thèse de Doctorat, Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al-Mg et Al-Cu-Mg, 2016.

[37]- D. Lamrous, E. Boehm-Courjault, M. Y. Debili, Metall. Mater. Eng. Vol 20 (1) 2014 p. 23-34.

[38] P. Campestrini, Microstructure-related quality of conversion coating on aluminium alloys, DUP Science, (2002).

[39]- D. Lamrous, M. Y. Debili, and E. Boehm-Courjault, Journal of Advanced Microscopy Research Vol. 8, 266–269, 2013

[40]- R.G. Hamerton, H. Cama, M.W. Meredith, (2000), pp. 331-337.

[41] A.K. Mukhopadhyay, V.V. Rama Rao, C.R. Chakryorty, Materials Science Forum, (1996), pp. 217-222.

[42]- WAN Li, DENG Yunlai, ZHANG Yunya, ZHANG Xinming. Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(9): 1698–1703.

[43]- DUAN Jiaqi, YIN Zhimin, ZHAO Kai, DENG Ying, LEI Xuefeng, J. Cent. South Univ. (2013) 20: 579-586.

[44]- ASTM 1997 carte N° 00-050-0797

[45] S. Katayama, A. Matsunawa, Proccedings of the 6th International Conference on Welding and Melting by Electron and Laser Beams-Toulon, France-June 1998, p.215.

[46] K. Bouche, F. Barbier, A. coulet, Material Science and Engineering, A 249, 1998, p.167.

[47] B.Barlas Thèse doctorat**,** Ecole Nationale Supérieure des Mines deParis (2004)

[48] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys, Structures and Properties, Butterworth, 1st edition, London. (1976).

[49]- ASTM 1986 carte n° 00-039-0951

[50- JIANG Feng, WEI Li–li, JIAN Haigen, Journal of Aeronautical Materials, 2010, 30(21): 1–6.

[51]- Kuznetsov, G. M., Barsukov, A. D, Krivosheeva, G. B and Dieva, E. G(1986):, Akad, Nayk, SSSR Met., 4, 198. Polmear, I.J. (1995): Light Alloys:Metallurgy of the Light Metals, 3rd Ed., Arnold Pub., London.

[52]- Kilmer, R. J and Stonere, G. E (1991): 'Light Weight Alloys for Aerospace Applications II, TMS, p 3.

[53]- S. Gudic, I. Smoljko, S. Kliskie, Mater. Chem. Phys. 121 (2010) 561.

[54] S. Popović, Cryst. Res. Technol. 20 (1985) 552-555.

[55] S. Popović, B. Gržeta, V. Ilakovac, H. Löffler, G. Wendrock, Phys. Stat. Sol. (a) 141 (1994) 43-52.

[56]- A.Bourbia, H.Bedboudi, M.Draissia, S.Boulkhessaim, M.Y.Debili, Journal of X-Ray Science and Technology, 18 (2010), 201-219.

[57]- ASTM 1997 carte N° 01-1211.

[58]- ASTM 1997 carte N° 15-0228.

# *CONCLUSION GENERALE*

# *Conclusion générale*

Le travail réalisé dans cette étude a porté sur l'étude thermique ainsi que sur les propriétés structurales des deux alliages, Al-30%Zn et Al-30%Zn-5%Mg élaborés par fusion sous induction haute fréquence.

L'analyse thermique par calorimétrie différentielle à balayage, nous a informé sur les phases présentes dans les deux alliages binaire et ternaires. Pour cela, avons réalisé deux cycles chauffage-refroidissement afin d'obtenir des informations supplémentaires. Nous avons confirmé nos résultats par la diffraction des rayons X. Deux phases ont été détecté dans l'alliage binaire Al-30%Zn: la phase $\alpha$-Al et un composé $Al_3Fe$, obtenue par la présence de l'impureté "Fe". Ce composé a formé un eutectique avec la phase $\alpha$, observé par microscopie optique.

Dans l'alliage ternaire, nous avons pu déterminé la présence de quatre phases: phase $\alpha$-Al qui est une solution solide de zinc et de magnésium dans l'aluminium, phase T ($Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$, $MgZn_2$ et phase $AlMg_2Zn$. La température de fusion de la phase T, qui est une phase hors équilibre est conforme avec les résultats obtenus dans la littérature.

La structure dendritique ramifiée en branches secondaires a été observée dans les deux alliages. L'espacement entre les branches primaires et secondaires des dendrites a été également mesuré.

Les propriétés structurales des alliages étudiés, ont été présenté dans la deuxième partie des résultats. Le paramètre cristallin de la phase $\alpha$ de l'alliage Al30%Zn a été calculé à partir des mesures expérimentales des rayons X et comparé avec d'autres compositions du même alliage.

La mesure de la microdureté des deux alliages a été mesurée et comparé avec celle de l'aluminium pur. La microdureté la plus élevée a été atteinte dans l'alliage ternaire. Ceci est dû à la présence de magnésium, qui a pour effet de former des précipités, qui sont à leur tour responsable de cette augmentation.