REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE UNIVERSITE AKLI MOAND OULHADJE-BOUIRA



Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées Département de chimie

> Mémoire de fin d'étude Présenté par : Azrar Mahieddine Touari Aymen

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Option : chimie des matériaux

Thème :

Caractérisation métallurgique et électrochimique des soudures FSW d'un alliage pour l'aéronautique

Devant le jury composé de :

Z.HALEM K.LANASRI A.BOUDAA F.BENLEMNOUAR MCA MAA MAA Maître de recherche UAMOB UAMOB UAMOB CRTI Président Examinatrice Encadreur Co-encadreur

Année Universitaire 2022/2023

Remerciements

Tout d'abord, nous voudrions remercier notre encadreur de mémoire Mr Amrane BOUDAA, pour sa précieuse guidance, ses conseils éclairés et son soutien.

Nous souhaitons également exprimer notre reconnaissance envers Mr Farid BENLEMNOUAR, notre encadreur au niveau de CRTI. Pour son soutien, son expertise technique et ses conseils.

Nous tenons à exprimer notre gratitude envers les personnes qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire, notamment Mr LAHLAH, Mr Brahim IDIR, Mr Kaci AZZOUG et Mr Salim MOUKHETARI. Leurs idées, leurs commentaires et leur expertise ont grandement enrichi ce travail et ont permis de le développer de manière significative.

Nous voudrions remercier les membres du jury, pour avoir accepté d'évaluer ce travail. Leurs précieuses remarques et leurs suggestions constructives lors de la soutenance ont une grande valeur pour nous.

Ce mémoire n'aurait pas été possible sans l'aide, le soutien et les conseils de toutes ces personnes. Leur contribution a été déterminante dans la réussite de ce travail de recherche.

Dédicace

Nous souhaitons dédier ce mémoire à nos parents, nos premiers soutiens et source d'inspiration. Leur amour, leurs encouragements et leur confiance en nous ont été notre force tout au long de ce parcours

À nos frères et sœurs, qui ont toujours là pour nous, votre compréhension, votre amitié, vos encouragements nous ont donné la motivation nécessaire pour aller de l'avant et surmonter les défis.

À nos amis, qui ont été nos piliers tout au long de ce parcours, merci d'avoir été présent, de nous avoir soutenu et de nous avoir encouragé.

Un grand merci à tous nos collègues, qui ont partagé cette aventure académique avec nous.

À nos parents, nos frère et sœurs, nos amis et tous nos collègues, vous êtes les véritables héros de cette réussite. Ce mémoire est dédié à vous tous.

Merci du fond du cœur !

Sommaire

Liste des figures	06
Liste des tableaux	08
Liste des abréviations	09
Introduction générale	11
Chapitre I : le soudage par friction malaxage.	12
I-1-Le soudage.	13
I-2-Procédés de soudage.	13
I-3-Le soudage à l'état solide.	14
I-3-1-Soudage par diffusion.	14
I-3-2-Soudage par friction.	14
I-3-3-Soudage par ultrason	15
I-3-4-Soudage par impulsion magnétique.	16
I-3-5-Soudage par explosion.	16
I-4-Soudage par friction malaxage (FSW) :	17
I-4-1-Le principe de FSW.	17
I-4-2- Les différents types d'outil.	18
I-4-3-Les différentes configurations pour FSW.	19
I-4-4-L'aspect macrographique du joint de soudure par FSW	19
I-4-5-Paramètres de soudage FSW.	20
I-4-6-Les avantages du procédé.	21
I-4-7-Les inconvénients.	22
I-4-8-Applications	22
Chapitre II : L'aluminium et ses alliages.	23
II-1- Caractéristique d'aluminium	24

II-2-Prépration d'aluminium	24
II-3- Les alliages d'aluminium	25
II-4- Les familles d'alliages d'aluminium	26
II-5- Durcissement structural	27
II-6-différents états métallurgiques des alliages à durcissement structurel	27
II-7- Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium	28
II-8- Les alliages de la famille 7000	29
II-9-Système aluminium-zinc-magnésium et l'alliage 7075	29
II-10-Corrosion des alliages d'aluminium	31
II-10-1-Passivité de l'aluminium	31
II-10-2-Les différentes formes de corrosion de l'aluminium	32
Chapitre III : techniques d'analyses.	34
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X	34 35
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg	34 35 35
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons	 34 35 35 36
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique	 34 35 35 36 37
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique III-2-1-Définition	 34 35 35 36 37 37
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique III-2-1-Définition III-2-2- Limites du microscope optique	 34 35 35 36 37 37 38
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique III-2-1-Définition III-2-2- Limites du microscope optique Chapitre IV : Partie expérimentale.	 34 35 35 36 37 37 38 39
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique III-2-1-Définition III-2-2- Limites du microscope optique Chapitre IV : Partie expérimentale. IV-1-Les matériaux utilisés	 34 35 35 36 37 37 38 39 40
Chapitre III : techniques d'analyses. III-1-Diffraction des rayons X III-1-1- Le principe de diffraction des rayons x et la loi de Bragg III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons III-2-Le microscope optique III-2-1-Définition III-2-2- Limites du microscope optique Chapitre IV : Partie expérimentale. IV-1-Les matériaux utilisés IV-2-Procédure de soudage	 34 35 35 36 37 37 38 39 40 40 40

IV-2-2Soudage	41
IV-2-3-Les étapes	42
IV-3-Métallographie optique	43
IV-3-1-Préparation des échantillons	43
IV-3-2-Attaque chimique	45
IV-3-3-Microscopie optique	45
IV-4-Analyse électrochimique	46
IV-4-1-Chaîne de mesures électrochimiques	46
IV-4-2-Cellule électrochimique	47
IV-4-3-Préparation de l'état de surface de l'électrode de travail	47
IV-5-Analyse de dureté Vickers	48
IV-6-Diffraction des rayons X	49
IV-6-1-Préparaion de l'échantillon	49
IV-6-2-Configuration de l'instrument	49
IV-6-3-L'aquisition des données	50
Chapitre V : Résultats et discussion	51
V-1-Le soudage	52
V-2-Résultat de microscope otique.	52
V-3-Résultat du teste de corrosion	54
V-4-Essai de la dureté	57
V-5-Diffraction des rayons X	58
Conclusion générale	61
Références	66

5

Liste des figures

Chapitre I : Le soudage par friction malaxage (FSW)

Figure I-1 : Classification des procédés de soudage.

Figure I-2 : Schéma de principe de soudage par diffusion.

Figure I-3 : soudage par friction. (a) : schéma d'une machine de soudage par friction. (b) : exemple de soudage pour la fabrication des vérins hydrauliques.

Figure I-4 : Soudage par ultrasons. a) schéma du procédé b) machine de soudage.

Figure I-5 : Principe de soudage par impulsion magnétique.

Figure I-6 : Schéma du procédé de soudage par explosion.

Figure I-7 : Représentation schématique du principe de soudage par friction-malaxage.

Figure I-8 : Les phases de soudage par FSW.

Figure I-9 : Les différentes technologies d'outil existant.

Figure I-10 : Les différents configuration pour FSW.

Figure I-11 : Coupe transversale schématique d'une soudure FSW.

Figure I-12 : Angle d'inclinaison de l'outil.

Chapitre II : L'aluminium et ces alliages

Figure II-1 : Étapes de production de l'aluminium.

Figure II-2 : Système binaire aluminium-zinc.

Figure II-3 : Le diagramme de phase ternaire Al-Zn-Mg dans le coin riche en Al. a) - Coupe à 200°C. b) - Solvus à différentes températures.

Figure II-4 : Diagramme de Pourbaix d'aluminium.

Figure II-5 : Mécanisme de propagation d'une piqûre.

Chapitre III : Techniques d'analyses.

Figure III-1 : schéma d'un tube à rayons X.

Figure III-2 : famille de plans cristallins en conditions de Bragg

Figure III-3 : schéma d'un diffractomètre à compteur.

Figure III-4 : Constitution d'un microscope optique.

Chapitre IV : Partie expérimentale. **Figure IV-1 :** L'outil de soudage.

Figure IV-2 : Découpage de la tôle

Figure IV-3 : La fraiseuse utilisée au niveau de l'atelier

Figure IV-4 : Paramètres de soudage.

Figure IV-5 : Tronçonneuse utilisée pour découpage

Figure IV-6 : L'échantillon après l'enrobage

Figure IV-7 : Polisseuse à disque tournant

Figure IV-8 : Microscope optique

Figure IV-9 : Potentiostat Galvanostat AUTOLAB

Figure IV-10 : a) Cellule électrochimique, b) électrode de référence et c) contre électrode

Figure IV-11 : L'échantillon après la préparation

Figure IV-12 : Le Duromètre utilisé

Figure IV-13 : Diffractomètre BRUCKER D2 PHASER 2G

Chapitre V : Résultats et discussion.

Figure V-1 : Images de métal de base avec le microscope

Figure V-2 : Images de joint de soudure avec le microscope optique.

Figure V-3 : Images de noyon de soudure avec le microscope optique.

Figure V-4 : évaluation de potentiel en fonction de temps.

Figure V-5 : Courbe de polarisation potentiodynamiques dans HCl 1M a 25°C.

Figure V-6 : diagrammes de Nyquist (EIS) dans HCl à 25°C.

Figure V-7 : Test de dureté pour les différentes zones de l'échantillon soudé.

Figure V-8 : Les diffractogrammes des différentes zones.

Listes des tableaux

Chapitre II : L'aluminium et ses alliages

Tableau II-1 : Caractéristique d'aluminium

Tableau II-2 : Familles d'alliages d'aluminium

Tableau II-3 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.

Tableau II-4 : influence des élément d'addition sur les propriétés d'aluminium

Tableau II-5 : Les éléments d'addition à l'alliage 7000.

Chapitre III : Techniques d'analyses

Tableau III-1 : utilisation de la diffraction des rayons X dans la métallurgie

Chapitre IV : Partie expérimentale.

Tableau IV-1 : Composition chimique du matériau de base (en pourcentage massique)

Chapitre V : Résultats et discussion.

Tableau V-1 : Les résultat de la courbe de Tafel et le diagramme EIS.

Tableau V-2 : Les plans (hkl) et les angles 2θ .

Liste des abréviations

FSW : Soudage par friction malaxage.

MB : Métal de base.

- ZAT : Zone affectée thermiquement.
- **ZATM :** Zone affectée thermo-mécaniquement.

ZM : Zone malaxée

ZF : Zone fondue.

DRX : Diffraction des rayons X.

RX : Rayons X.

- **CRTI :** Centre de recherches en Technologie Industrielle.
- **ENP**: École National Polytechniques.
- **OCP :** Potentiel à circuit ouvert.
- EIS : Spectroscopie d'impédance électrochimique.

Kgf: Kilogramme-force.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le soudage de l'aluminium et de ses alliages est un sujet d'intérêt majeur dans l'industrie de la fabrication et de la construction. L'aluminium est un matériau largement utilisé en raison de ses propriétés uniques telles que sa légèreté, sa résistance à la corrosion et sa conductivité thermique élevée. Cependant, le soudage de l'aluminium peut être un défi en raison de sa conductivité thermique élevée et de sa tendance à former des oxydes à sa surface lorsqu'il est exposé à l'air.

L'une des techniques de soudage de l'aluminium qui a gagné en popularité est le soudage par friction malaxage, également connu sous le nom de FSW (friction stir welding), car elle permet de conserver les propriétés mécaniques élevées de ces matériaux. De plus, le soudage par friction malaxage peut être utilisé pour assembler des pièces d'épaisseurs différentes, ce qui élargit les possibilités d'application.

Le FSW est un procédé de soudage à l'état solide qui utilise un outil rotatif pour générer de la chaleur et mélanger les matériaux à souder, créant ainsi une liaison solide et durable. Lors du soudage par friction malaxage, l'outil de soudage est pressé et entrainé le long de la jointure des pièces d'aluminium à assembler. L'outil comporte une épaule et une broche filetée avec un bouton de pénétration. Lorsque l'outil tourne, la chaleur générée ramollit les matériaux et l'épaule comprime les surfaces, éliminant ainsi les oxydes et favorisant la diffusion atomique entre les grains.

Grâce à cette technique, il est possible d'obtenir des soudures solides, fiables et de haute qualité, tout en préservant les caractéristiques spécifiques de l'aluminium et de ses alliages.

Les alliages d'aluminium soudés par FSW ont une importance significative dans diverses applications industrielles, Leur combinaison de légèreté, de résistance mécanique et de résistance à la corrosion en fait un choix attrayant pour l'aérospatiale, L'automobile, la construction navale et d'autres industries où la performance et la durabilité sont essentielles.

Dans le domaine de l'aéronautique, la caractérisation métallurgique et électrochimique sont essentielles pour garantir la qualité el la fiabilité des soudures à long terme. Ces caractérisations permettent d'évaluer la microstructure, la dureté et la résistance à la corrosion de la soudure, assurant ainsi sa performance optimale dans des environnements aéronautiques exigeants. Grâce à ces évaluations approfondies, les concepteurs et les ingénieurs peuvent prendre des décisions éclairées pour assurer la sécurité et la longévité des structures aéronautiques.

CHAPITRE I : SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE

I-1-Le soudage :

Le soudage est un procédé qui consiste à assurer la liaison permanente de deux ou plusieurs parties constitutives de nature identique ou différente, soit par chauffage, soit par pression, soit par action simultanée des deux, de la chaleur et de la pression. Le soudage peut être effectué avec ou sans emploi d'un produit d'apport. On considère qu'un matériau métallique soudable par un procédé ou un type d'application, lorsqu'il est possible d'assurer une continuité métallique (chimique, mécanique, ... etc.) [1] par la constitution de joint soudé, par ses caractéristique locales et les conséquences globales de sa présence, satisfait au mieux les propriétés requises pour l'application souhaitée.

I-2-Procédés de soudage :

Les sources d'énergie utilisées dans le domaine du soudage sont de type chimiques, électriques, optiques ou mécaniques [2]. On peut classer ces procédés en fonction des énergies mises en œuvre [3,4] comme il a été présenté sur la figure I-1



Figure I-1 : Classification des procédés de soudage.

I-3-Le soudage à l'état solide :

Le soudage à l'état solide est une classe des procédés dans lesquelles deux surfaces sont jointes sans la fusion du métal da base ou l'ajout d'un métal d'apport fondu. Les procédés de soudage en phase solide ont été développés avant ceux passant par une phase liquide à cause de l'exigence de l'apport d'énergie moins important comparés aux autres procédés. Un exemple bien connu est le soudage par forgeage qui était utilisé dans la fabrication d'armes déjà dans les temps très reculés.

I-3-1-Soudage par diffusion :

Ce procédé peut être réalisé pour des soudures homogènes mais également pour des soudures hétérogènes notamment entre un acier et un alliage d'aluminium [5].

Dans ce procédé opérant en phase solide de manière statique, les pièces sont maintenues en contact sous un effort donné et sont réalisées à une température précise pendant un temps défini. Il y a déformation plastique locale des surfaces et, du fait du contact intime de celle-ci, la diffusion des atomes entre les pièces à assembler permet d'obtenir la continuité de la matière (figure I-2).



Figure I-2 : Schéma du principe de soudage par diffusion.

I-3-2-Soudage par friction :

Le soudage par friction est obtenu grâce à l'échauffement des deux matériaux à assembler, souvent des pièces de section circulaire. Un flux de chaleur est généré par conversion de l'énergie mécanique en énergie thermique. Généralement l'une des pièces est en rotation alors que le deuxième reste statique [6]. La figure I-3 présente une machine de soudage par friction ayant une morphologie très simple et des avantages intéressants et appréciés dans les ateliers de construction mécanique.



Figure I-3 : Soudage par friction (a) : schéma d'une machine de soudage par friction

(b) : exemple de soudage pour la fabrication des vérins hydrauliques.

I-3-3-Soudage par ultrason :

Les ultrasons sont des ondes acoustiques des hautes fréquence (20 à 50 Hz) qui transmises à un mâtereau le font vibrer. Il s'agit d'un procédé de soudage à froid en phase solide où les atomes des surfaces à assembler se combinent eux sous l'effet de forces d'attraction interatomiques. L'assemblage se fait par recouvrement, les pièces sont serrées l'une contre l'autre entre une « enclume » et une « sonotrode » qui produit des vibrations transversales, ainsi que des frictions localisées qui décapent les surfaces et élevant la température jusqu'à la formation de la soudure **[7]**. Le procédé est l'élément important sont schématisés sur la figure (I-4), ce procédé permet l'assemblage homogène de métaux de faibles épaisseurs ainsi que celui des matières plastique.



Figure I-4 : Soudage par ultrasons. a) schéma du procédé b) machine de soudage.

I-3-4-Soudage par impulsion magnétique :

Soudage par impulsion magnétique (Magnetic Pulse Welding) est un procédé basé sur l'utilisation de forces électromagnétiques. Etant donné que ces techniques ne font pas usage de chaleur pour réaliser l'assemblage (Figure I-5), elles offrent d'importants avantages par rapport aux techniques conventionnelles de soudage [8].



Figure I-5 : Principe de soudage par impulsion magnétique.

I-3-5-Soudage par explosion :

Le soudage par explosion utilise l'énergie libérée par une charge d'explosion pour provoquer entre deux surfaces à assembler une collision dirigée de telles sorte que la ligne de contact se déplace régulièrement pendant l'explosion, l'explosion projette violement le revêtement sur le support et un mince jet de métal plastifié jaillit en précédant le fond de contact (Figure I-6) **[9]**.



Figure I-6 : Schéma du procédé de soudage par explosion.

I-5-Soudage par friction malaxage (FSW) :

Le soudage par friction malaxage (FSW), est un procédé du soudage à l'état solide qui permet d'assembler des alliages difficilement soudables par des procédés de soudages classiques. FSW est considéré comme l'une des plus innovantes technique de soudage développées depuis ces dernières années [10]. La technique est issue d'un brevet déposé par Thomas et ses collaborateurs en 1991 à l'institut britannique TWI (The Welding Institue – Royanne-Uni) [11], ce procédé de soudage à l'état solide a d'abord été dédié au soudage des alliages d'aluminium à durcissement structural [12]. Depuis, ses applications s'étendant aux matériaux à l'haute résistance, tels que les aciers ou les alliages de titane, aux polymères, ou bien encore au soudage hétérogène [13-17].

I-5-1-Le principe de FSW :

Comme son nom l'indique, le soudage FSW repose sur l'échauffement (frottement) et la déformation plastique (malaxage) de la matière autour de l'outil **[18]**. Ces effets combinés mènent les matériaux à un état « pâteux » qui va alors permettre le déplacement de l'outil le long du plan de joint pour établir une jonction métallurgique (Figure I-7).



Figure I-7 : Représentation schématique du principe de soudage par friction malaxage.

Le soudage s'effectue selon les étapes suivantes (figure I-8) :

- Phase de pénétration de l'outil (1) : Dans cette étape, on réalise la pénétration du pion sous l'effet d'un effort vertical. En effet, le pion pénètre progressivement à l'intérieur du joint, à l'aide de la vitesse de rotation, jusqu'à ce que l'épaulement soit en contact avec les plaques à souder.
- Phase transitoire d'échauffement par frottement (2) : Cette étape transitoire consiste à entraîner localement l'épaulement dans un mouvement de rotation pour transformer la matière à l'état pâteux. Cette étape de pré-soudage dure une à trois secondes avant le passage à l'étape de soudage.
- Phase de soudage (3) : Dans cette étape, l'outil est animé d'un mouvement de translation dans la direction du joint représentant l'interface des deux plaques à souder.
- Phase de retrait de l'outil (4) : A la fin du soudage, l'outil est retiré des deux plaques à souder. Ce retrait laisse un trou difficile à remplir de façon simple. Ce problème peut être résolu dans le

cas des soudures linéaires ouvertes par l'élimination des défauts au début et à la fin du joint soudé.



Figure I-8 : les phases de soudage par FSW.

I-5-2-Les différents types d'outil :

Outil à pion fixe (figure I-9-A) : comme son nom l'indique, l'épaulement et le pion sont fixes l'un par rapport à l'autre.

Outil à pion ajustable (figure I-9-B) : Contrairement à l'outil à pion fixe, cet outil possédé un pion de longueur variable **[19,20]**.

Outil à double épaulement (figure I-9-C) : L'outil est composé de deux épaulement reliés par un pion dont la longueur peut être ajustée au cours du soudage [19].



Figure I-9 : Les différentes technologies d'outil existant [21].

I-5-3-Les différentes configurations pour FSW :

Les différentes configurations possibles pour le soudage FSW [22] sont présentées sur la figure I-10



Figure I-10 : Les différentes configurations pour FSW.

I-5-4-L'aspect macrographique du joint de soudure par FSW :

La figure I-11 illustre la topographie da la coupe transversale au niveau du joint de soudage

Dans cette coupe, on distingue quatre zones :

-A : métal de base (MB) non affecté par la soudure.

-B : Zone affecté thermodynamique (ZAT). Dans cette zone, le métal a subi une élévation de température pouvant avoir affecté la microstructure et (où) les propriétés mécaniques. Par contre il n'y a pas de déformation.

-C : Zone affecté thermo mécaniquement (ZATM). Le métal a subi une déformation plastique et également affecté thermiquement.

-D : C'est le noyau de la soudure qui représente le lieu des déformation plus importante par rapport la zone C et ou la température maximale est comprise entre 400°C et 500°C pour les alliage d'aluminium pendant le soudage [23]. La formation de noyau dépend étroitement de l'alliage et paramètre du procédé [24]. Elle peut être soit en forme de cuvette soit en forme d'ellipsoïde.



Figure I-11 : coupe transversale schématique d'une soudure FSW.

I-5-5-Paramètres de soudage FSW :

La qualité du joint de soudage par friction-malaxage est liée à l'apport chaleur et le taux de déformation du joint. Plusieurs paramètres affectent la quantité de la chaleur générée et le taux de déformation dans le joint. Les principaux paramètres du procédé sont la vitesse de rotation de l'outil (tr/min), la vitesse de soudage (mm/min), la charge axiale (kN) ainsi que l'angle d'inclinaison de l'outil. Les choix de l'utilisateur peuvent parfois être limités par les caractéristiques de la machine de soudage [25].

•Vitesse de rotation et vitesse d'avance :

La vitesse de rotation et la vitesse d'avance de l'outil dépendent de la nature de l'alliage à assembler et des dimensions des plaques, la combinaison deux vitesse assurer le malaxage de matériaux.

Les deux vitesses sont liées par le rapport donné par la relation suivante :

$$R = \frac{\text{vitesse d'avance de l'outil}}{\text{vitesse de retation de l'outil × rayon de l'outil}}$$
 (Relation I-1)

Pour qualifier le soudage. Si ce rapport est faible, on dit que le soudage est chaud car le malaxage et la chaleur dissipée par frottement seront élevés et engendreront de fortes températures. Par contre, si ce rapport est grand, on dit que le soudage est froid car la chaleur dissipée par

frottement entre l'outil et les plaques ainsi que le malaxage de la matière n'induisant pas des températures très élevées dans les pièces **[26]**.

•Angle d'inclinaison de l'outil :

Permet d'optimiser l'écoulement de la matière autour du pion. Il permet aussi de corriger l'inclinaison sur l'outil provoqué par la résistance des pièces à souder pendant le soudage. Sa valeur évolue généralement entre 0° et 5° **[27, 28].** (Figure I-12)



Figure I-12 : Angle d'inclination de l'outil.

•Force verticale exercée par l'outil :

Pour effectuer un joint soudé, il est nécessaire d'appliquer une force verticale sur l'outil pour maintenir le contact entre l'outil et les pièces à souder ce qui permet d'assurer l'apport d'énergie par frottement et de contenir le matériau malaxé, il est suivi soit par le pilotage de la position verticale de l'outil, soit par le contrôle de l'effort vertical appliqué sur l'outil au cours de la phase de soudage. Dans le cas où l'outil est piloté en position, la force est une résultante elle augmente avec la vitesse d'avance et diminue avec la vitesse de rotation **[29]**.

I-5-6-Les avantages du procédé :

-Gamme de matériaux très étendue.

-Soudure en une seule passe sur toute l'épaisseur, ou en deux passes opposées sur épaisseurs fortes.

-Bonnes propriétés mécaniques.

-Possibilité d'assembler des pièces de sections fortement différentes à condition de prendre certaines précautions **[30, 31].**

-Des matériaux dissemblables peuvent être assemblés, comme l'aluminium avec le cuivre et de l'acier **[32].**

-Assemblages de haute qualité ayant une bonne structure métallurgique (le matériau n'atteint pas sa température de fusion).

-Pas de consommables (métal d'apport et gaz de protection).

-Faibles distorsions après soudage.

-Procédé non polluant ; pas de projections de gaz nuisibles ni d'émanations de fumées.

-Procédé économique en énergie.

-Pas de finition après soudage (sauf pour les soudures circulaires).

-Équipement électromécanique de conception simple de type machine-outil.

-Consommables limités à l'outil et à l'énergie électrique.

-Possibilité d'un contrôle en ligne des paramètres.

I-5-7-Les inconvénients du procédé :

Dans ce procédé, et contrairement aux procédés continus conventionnels, la soudure s'effectue en « aveugle », du fait que, l'épaulement et l'appui masquent complètement les phénomènes dont la soudure résulte. L'impossibilité visuelle directe est un handicap dans la recherche de paramètres et dans la surveillance du soudage en cours ; s'impose ainsi la nécessité de disposer d'un système de surveillance et de contrôle des paramètres en temps réel.

La présence d'un trou après retrait du pion à la fin de la soudure qui peut être contournée par l'utilisation d'un outil à pion rétractable. Pour des soudures linéaires ouvertes, cela implique la mise en œuvre de taquets à éliminer en début et en fin de cordon [33].

Défaut à la racine du cordon situé sur la surface des pièces apparaissant lorsque l'outil pénètre trop au sein des pièces **[34].**

I-5-8-Applications :

-Industrie aérospatiale (la fabrication de composants de fuselage, d'ailes, de nacelles de moteurs et d'autres pièces de structure pour les avions et les hélicoptères) [35].

-Industrie automobile (la fabrication de pièces structurelles pour les voitures, telles que les châssis, les caisses et les portes) [35].

-Industrie ferroviaire (la fabrication de pièces structurelles pour les trains, tels que les châssis, les bogies et les carrosseries) [36].

-Industrie navale (la fabrication de coques de navires, de structures de pont, de poutres et de mâts) **[37]**.

CHAPITRE II : L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al et de numéro atomique 13. C'est un métal blanc argenté qui est relativement doux, léger, malléable, ductile et résistant à la corrosion. C'est le troisième élément le plus abondant dans la croute terrestre **[38]** après l'oxygène et le silicium.

L'aluminium est utilisé dans de nombreuse applications industrielles. Il est également excellent conducteur d'électricité et de chaleur. Ce qui le rend utile dans les applications électriques et thermiques **[39]**. Cependant, l'aluminium pur est relativement mou et faible, ce qui limite son utilisation dans les applications où la résistance est primordiale.

Pour surmonter ces limites, les alliages d'aluminium ont été développés. Ils sont des mélanges de différents éléments, tels que le cuivre, le magnésium, le silicium et le zinc, qui sont ajoutés à l'aluminium pour améliorer ses propriétés **[40]**. Les alliages d'aluminium peuvent être conçus pour être plus durs, plus résistants à la corrosion, plus léger ou pour avoir d'autres propriétés spécifiques, selon les besoins de l'application.

Les alliages d'aluminium sont utilisés dans de nombreuses applications industrielles telles que : transport (automobiles, avions, trains), les emballages, alimentaires, l'électronique, dans le bâtiment et de nombreuses autres applications.

II-1-Caractéristiques d'Aluminium :

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendeleïev, sa faible densité et la valeur élevée du rapport de la résistance mécanique à la masse font de l'aluminium un matériau recherché dans la construction aéronautique, ferroviaire et l'industrie automobile.

Numéro atomique	Masse molaire (g/mol)	Masse volumique (g/cm ³)	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)	Phase	Résistivité (Ω.m)	Structure cristallin
13	26,9815	2,6989	660	2518 ,82	Solide	2,65.10-8	CFC

Les principales caractéristiques de l'aluminium sont citées dans le tableau II-1.

Tableau II-1 : Caractéristiques d'aluminium

II-2-Préparation d'aluminium :

L'aluminium, naturellement n'existe pas sous sa forme métallique, il se trouve principalement dans son minerai, d'où il est extrait et réduit pour obtenir l'aluminium pur. Le seul minerai utilisé dans la métallurgie de l'aluminium est la bauxite. Celle-ci se présente sous forme de poudre de granules de roche ou d'argile, et peut être de couleur crème, rouge, brune, jaune ou grise. Elle contient entre 45 et 60% d'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) appelée alumine. Les différentes formes et couleurs de bauxite sont dues à la présence d'autres constituants [41], notamment : l'oxyde de fer (bauxite rouge) ; oxyde de Silicium (bauxite blanche) ; oxyde de Titane et l'eau (X). Du minerai au produit fini, l'aluminium doit subir une série de traitements qui dépendent largement les uns des autres (Figure II-1).



Figure II-1 : Etapes de production de l'aluminium.

II-3-Les alliages d'aluminium :

L'aluminium n'est généralement pas utilisé pur, des éléments d'alliages y sont ajoutés en petite quantité (de 1 à 7 %) **[40]** pour lui donner les propriétés désirées : propriétés mécaniques, aptitude à la mise en forme, tenue à la corrosion, soudabilité...

Seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium parce qu'ils ont une solubilité dans l'aluminium à l'état solide. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Pour diverses raisons de coût (l'argent), de disponibilité (le gallium, le germanium) et de difficultés de mise en œuvre (le lithium), la métallurgie de l'aluminium est fondée, depuis son début, sur uniquement cinq éléments d'alliage qui sont : le cuivre, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc.

La nomenclature généralement utilisée pour désigner les alliages d'aluminium a été mise en place par l'Association d'Aluminium en 1970, utilisant une série de quatre chiffres pour désigner un alliage **[40]**. Le premier chiffre correspond à l'élément d'alliage principal et permet de regrouper les alliages d'aluminium en familles **[42]**.

II-4-Les familles d'alliages d'aluminium :

Les différentes familles d'alliage d'aluminium ainsi que leur principal élément d'alliage sont présentés dans le Tableau II-2.

Famille	Élément d'alliage	% en masse	Durcissement
1000	Aucun		Écrouissage
2000	Cuivre	2-6	Structural
3000	Manganèse	0,5 - 1,5	Écrouissage
4000	Silicium	0,8-1,7	Écrouissage
5000	Magnésium	0,5 – 5	Écrouissage
6000	Magnésium et silicium	Mg : 0,5 – 1,5 Si : 0,5 – 1,5	Structural
7000	Zinc et magnésium	Zn : 5 – 7 Mg : 1 - 2	Structural
8000	Fer et silicium	Si : 0,3 – 1 Fe : 0,6 - 2	Écrouissage

Tableau II-2 : Familles d'alliages d'aluminium.

Les huit familles d'alliages d'aluminium se divisent en deux groupes bien distincts en relation avec leur mode de durcissement :

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 **[43]**.

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 **[44]**, 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.

II-5-Durcissement structural :

Le durcissement structural des alliages d'aluminium permet d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau. Il est obtenu par un traitement se divisant en trois étapes **[45]** :

-Dans un premier temps, l'alliage est porté à une température supérieure à la température de solvus pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique et donc obtenir une mise en solution totale des atomes de soluté.

-Ensuite, l'opération de trempe (refroidissement rapide de l'alliage) empêche la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en soluté où les atomes de soluté sont positionnés de manière aléatoire aux nœuds du réseau à faces cubiques centrées de l'aluminium (on parle alors de solution solide de substitution).

-Après la trempe, lorsqu'un maintien en température est réalisé, un important durcissement de l'alliage est observé. Cette étape est appelée étape de revenu. Le durcissement obtenu est fonction du temps et de la température de maintien.

C'est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage **[46]**. Ce traitement permet la formation de précipités appelés précipités durcissant qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de revenu.

II-6-Différents états métallurgiques des alliages à durcissement structural :

Les alliages de l'aluminium à durcissement structural peuvent être obtenus dans différents états métallurgiques dépendant du traitement thermique qui lui est appliqué. Le but de ces traitement thermique est de confères des propriétés à l'alliage propre et adapté à leur utilisation.

Il existe une série des traitements thermiques standard développés par l'industrie **[47]** dans le but de contrôler la microstructure et la méthode de fabrication et de fournir des alliages ayant des propriétés spécifiques. La désignation de ces traitements thermiques est présentée dans le tableau II-3.

État métallurgique	Traitement thermique
T1	Refroidissement, maturation,
T2	Refroidissement, écrouissage, maturation.
Т3	Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation.
T4	Mise en solution, trempe, maturation.
T5	Refroidissement, revenu.
T6	Mise en solution, trempe, revenu.
Τ7	Mise en solution, trempe, sur-revenu.
Т8	Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu.
Т9	Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage.
T10	Refroidissement, écrouissage, revenu. Après transformation à chaud.

Tableau II-3 : Traitement thermiques des alliages d'aluminium

II-7-Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium :

Comme nous l'avons souligné précédemment, l'aluminium non allié présente des propriétés réduites améliorées par éléments d'alliage. Le tableau II-4 montre l'influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium.

Éléments d'addition	Propriétés
Magnésium (Mg)	Haute résistance mécanique et à la corrosion, déformation à froid et soudures plus difficiles.
Mg+ Mn	Ces additions augmentent la résistance mécanique sans modifier la déformabilité. Les alliages Al-Mg-Mn sont livrés en feuilles et se prêtent bien à l'emboutissage et au polissage.
Zn+ Mg	Ce sont des alliages à durcissement naturel après 30 jours. Ils présentent une bonne résistance mécanique, bon aspect après oxydation anodique.

Cu+ Si	Ce sont des alliages de fonderie qui présentent une bonne coulabilité et qui conviennent pour des pièces compliquées.
Co+ Ti+ Zn	Ces éléments accroissent la résistance mécanique sans altérer la coulabilité. L'addition de cuivre et de zinc facilite l'usinage.
Si+ Cu+ Zn	Ces alliages sont aptes aux traitements thermiques et servent pour la fabrication des pistons matricés à chaud.
Mg+ Zn+ Cu	Ces alliages sont aptes aux traitements mécaniques et présentent une résistance mécanique maximum, la présence du cuivre les rend durcissables à chaud.

Tableau II-4 : influence des élément d'addition sur les propriétés d'aluminium.

II-8-Les alliages de la famille 7000 :

La plaque d'aluminium de série 7000 est contait principalement par : Aluminium, Zinc, Magnésium et Cuivre **[48, 49]** (chaque un avec son pourcentage). (Tableau II-5)

Éléments	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Mn	Ti	Cr	Autre	Al
Min	5,6	2,1	1,2							Base
Max	6,1	2,5	1,6	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Base

Tableau II-5 : Les élément d'addition à l'alliage 7000.

Les alliages de la famille 7000 présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques en traction (Rm = 450 MPa). Dans cette famille, l'alliage 7075 est le plus courant. C'est à l'état T6 qu'il offre les meilleures caractéristiques mécaniques. Pour améliorer sa résistance à la corrosion, un traitement de double revenu (étatT7) lui est appliqué. Ce traitement améliore la ténacité mais provoque une chute de 10 à 15 % de la résistance à la traction et des autres propriétés mécaniques statiques. L'amélioration de la ténacité par diminution des teneurs en impuretés sans aucune altération de l'ensemble des autres caractéristiques a conduit à l'élaboration des alliages 7175 et 7475. L'alliage 7075 est présenté sous forme de tôle mince.

II-8-1 Système aluminium-zinc-magnésium et l'alliage 7075 :

Le zinc est très soluble dans l'aluminium. Il forme un eutectique à 382 °C à la concentration de 95% de zinc **[50]**. La solubilité du zinc dans l'aluminium à l'état solide décroît fortement pour atteindre 1% à la température ambiante (figure II-2).



Figure II-2 : Système binaire aluminium- Zinc.

L'addition de zinc dans l'aluminium n'en modifie pas sensiblement les caractéristiques mécaniques. Les alliages binaires aluminium/zinc ne présentent donc aucun intérêt. C'est pourquoi les métallurgistes se sont orientés vers les alliages ternaires (figure II-3) aluminium-zinc-magnésium **[51]** (avec ou sans cuivre) de la famille 7000 qui ont connu depuis un très grand développement, en particulier dans l'aéronautique et la mécanique **[52]**.



Figure II-3 : Le diagramme de phase ternaire Al-Zn-Mg dans le coin riche en Al. a) - Coupe à 200°C. b) - Solvus à différentes températures.

L'addition de magnésium dans les alliages aluminium-cuivre (famille 2000) et les alliages aluminium-zinc-magnésium (famille 7000) augmente la sensibilité au revenu en favorisant la diffusion de phases intermétalliques durcissant. Combiné au silicium pour former la phase Mg2Si, le magnésium contribue à l'accroissement des propriétés mécaniques de l'alliage 2024. Dans les alliages aluminium-zinc-magnésium, il se combine au zinc pour former le composé intermétallique MgZn2 qui contribue également au durcissement structural des alliages 7000.

L'addition de zinc dans l'aluminium non allié abaisse très nettement le potentiel de corrosion en dessous de celui de la plupart des alliages d'aluminium de corroyage **[53-56]**. Ainsi, l'alliage aluminium-zinc à 1 % de zinc, le 7072, est utilisé comme une couche protectrice pour limiter la pénétration de la corrosion par piqûres sur des alliages tels que le 3003 et le 7075.

II-9-Corrosion des alliages d'aluminium :

II-9-1-Passivité de l'aluminium :

L'aluminium est un métal naturellement passif : lorsqu'il est exposé à un milieu contenant de l'oxygène, une couche d'oxyde d'aluminium protectrice se forme spontanément à sa surface, suivant la réaction II-1 :

$$2Al + \frac{3}{2}O_2 \rightarrow Al_2O_3 \quad \text{II-1}$$

La couche qui se forme varie entre 1,5 et 10 nm d'épaisseur **[57–59]**. Elle protège le métal contre la corrosion car il est à la fois résistant à la dissolution et un isolant efficace qui empêche les électrons produits par l'oxydation du métal d'atteindre la surface de l'oxyde **[60]**.

La corrosion de l'aluminium est un processus électrochimique qui implique la dissolution du métal, qui peut donc se produire uniquement lorsque la couche d'oxyde protectrice a été dissoute ou endommagée [60].

L'aluminium est amphotère, ce qui signifie que la couche d'oxyde est stable dans les conditions où le pH est neutre, mais soluble en milieu acide ou alcalin [61]. La stabilité thermodynamique de l'oxyde d'aluminium en fonction du pH est présentée sur le diagramme de Pourbaix (ou diagramme d'équilibre potentiel-pH) présenté en figure II-4.



Figure II-4 : Diagramme de Pourbaix d'aluminium [60].

Ce diagramme permet de déterminer le domaine de stabilité des espèces et le sens des réactions possibles mais il ne permet pas de prévoir la cinétique des réactions de corrosion éventuelles. De plus, le diagramme est calculé pour l'aluminium pur (et non pour les alliages d'aluminium) dans de l'eau chimiquement pure à 25°C.

Quatre zones apparaissent sur ce diagramme, dont trois sont dans le domaine de stabilité de l'eau (entre les deux lignes pointillées sur la Figure II-4 :

-La zone d'immunité correspond au domaine de stabilité de l'aluminium métallique. Cette zone ne peut pas être atteinte en solution aqueuse, ce qui signifie qu'au contact de l'eau, l'aluminium ne peut pas être sous forme métallique.

-La zone de passivité, pour des pH compris entre 3,9 et 8,6, dans laquelle l'oxyde d'aluminium est stable et se forme selon la Réaction II-2 :

$$4Al + 3H_2O + \frac{3}{2}O_2 \rightarrow 2Al_2O_3 + 3H_2$$
 II-2

-La zone de corrosion à pH < 3,9. En milieu acide, l'aluminium se dissout et forme des ions Al^{3+} selon la Réaction II-3 :

$$Al + 3H^+ \rightarrow Al^{3+} + \frac{3}{2}H_2$$
 II-3

-La zone de corrosion à pH > 8,6. En milieu alcalin, l'aluminium de dissout et forme des ions AlO_2^- selon la Réaction II-4 :

$$Al + H_2 O + OH^- \rightarrow AlO_2^- + \frac{3}{2}H_2$$
 II-4

II-9-2-Les différentes formes de corrosion de l'aluminium :

La corrosion d'aluminium peut se manifester sous plusieurs formes plus au moins visible à l'œil nu : corrosion uniforme, corrosion galvanique, corrosion caverneuse, corrosion sous contrainte, corrosion inter granulaire et la corrosion par piqûres **[59, 60, 62-67]**. La prédominance d'une forme de corrosion dépendra d'un certain nombre de facteurs inhérents au métal (la composition des alliages, l'état de surface), au milieu (la teneur en oxygène, le pH, la température), et aux conditions d'emploi (le mode d'assemblage, les contraintes mécanique) **[68]**.

La corrosion par piqûres : La corrosion par piqûre est une corrosion localisée qui se caractérise par la formation de cavités à la surface du métal. La profondeur de ces cavités dépend de paramètres propres au métal ainsi que du milieu auquel il est exposé. Comme tous les métaux passifs, l'aluminium est sensible à la corrosion par piqûres qui résulte d'une rupture locale du film passif. Le mécanisme de cette corrosion par piqûres est complexe, et certains aspects ne sont pas totalement élucidés. Cependant, il apparaît clairement que ce mécanisme se décompose en deux étapes : l'amorçage puis la propagation [59,63–67].

Amorçage :

La corrosion par piqûre se développe dans des milieux contenant des chlorures. Il y a adsorption des ions Cl- sur le film d'oxyde au niveau des défauts (inclusions, précipités...) puis les ions agressifs migrent jusqu'à l'interface métal/oxyde, ce qui provoque une rupture dans le film d'alumine et l'amorçage de la piqûre [**59,63**]. Beaucoup de piqûres sont très rapidement initiées mais se repassaient immédiatement après leur formation. Seule une faible proportion des piqûres amorcées va pouvoir se propager et créer des piqûres stables [**66**].

Propagation :

La propagation d'une piqure s'explique par une suite de réactions électrochimiques, représentée sur la Figure II-5.



Figure II-5 : Mécanisme de propagation d'une piqure [59]

L'intérieur de la cavité agit comme une anode et l'extérieur de la cavité joue le rôle de cathode. L'aluminium au fond de la piqûre s'oxyde alors selon la Réaction II-5. Simultanément les réductions de l'oxygène (Réaction II-6) et de l'eau (Réaction II-7) ont lieu à l'extérieur de la piqûre.

$Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^{-}$				
$2 0_2 + 4 H_2 0 + 8 e^- \rightarrow 8 0 H^-$	II-6			

$$2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^- \qquad \text{II-7}$$

CHAPITRE III : TECHNIQUES D'ANALYSES

III. Diffractions des rayons X :

Les rayons X c'est parmi les découverts du scientifique allemand William Roentgen en 1895 **[69]**, qui a obtenu le prix Nobel en 1913 à la suite de cette découverte **[70]**. La nature ondulatoire du RX a été confirmée en 1913 avec les expériences de diffraction de Von Laue **[71]**. Après des travaux confirment que les RX sont des ondes $(10^{-9} \text{ et } 10^{-11})$ m transversales et électromagnétiques **[72]**.



Figure III-1 : schéma d'un tube à rayons X [72].

III-1-1-Le principe de diffraction des rayons X et la loi de Bragg :

Cette technique consiste à la placer l'échantillon à étude dans un faisceau de RX, quand ce faisceau de longueur d'onde λ frappe sous un angle θ , la surface d'un cristal (qui contient un ensemble de plans (hkl) dont l'interdistence dit d_{hkl}). (Figure III-2).



Figure III-2 : famille de plans cristallins en conditions de Bragg

La diffraction de faisceau de rayons X se réalise si l'interaction des RX avec les atomes des plans (hkl) satisfait la loi de Bragg :

2. d_{hkl} . Sin θ = n. λ (**Relation III-1**)

 λ : la longueur d'onde de rayonnement incident.

 θ : angle de Bragg.

n : ordre de la diffraction.

d_{hkl}: distance inter réticulaire.

La diffraction conduit à la réflexion du faisceau de rayonnement. (Selon des directions distinctes). La méthode très récente permet la mesure précise de l'intensité du rayonnement. Dans cette méthode, le faisceau diffracté est reçu par le détecteur placé correctement dans le diffractomètre 2θ (figure III-3). Après amplification et intégration le signal du détecteur est enregistré sur un écran qui affiche un spectre dit de diffraction I (2θ) formé de pics caractéristiques avec un spectre continu [**73**].



Figure III-3 : Schéma d'un diffractomètre à compteur.

III-1-2-Utilisation de la diffraction des rayons X :

Le tableau III-1 présente les principales utilisations de la diffraction des rayons X dans la métallurgie **[71,73].**

Position des pics de diffraction θ	. Nature des phases.
	. Composition d'un solide.
	. Transformation ordre désordre.
	. Diagramme d'équilibre.
Variation $\Delta \theta$ de la position d'un pic.	. Contraintes résiduelles.
Intensité des de diffraction I	. Analyse qualitative et quantitative de phases.
Variation ∆I d'intensité d'un pic	. Textures cristallographique.
	. Mesures d'épaisseur.
Forme d'un pic de diffraction	. Taille de cristallite.
	. Microdéformations (taux d'écrouissage) .

Tableau III-1 : Utilisations de la diffraction des rayons X dans la métallurgie

III-2-Le microscope optique :

L'histoire de création du microscope est une histoire qui n'a pas de commencement, on ne peut pas dire qu'on a eu du jour au lendemain un instrument dit microscope, c'est le fruit de la recherche du perfectionnisme des systèmes optiques naturelles depuis l'éternité. Le premier microscope a été créé en 1595, à l'époque du roi Henri IV. C'est Zacharias Janssen, un fabricant de lunettes hollandais **[74]**, qui a eu l'idée de superposer deux verres de lentille (les lunettes d'époque) dans des tubes coulissants, afin de grossir de très petites choses. Quatre-vingt ans plus tard, Antoine Van Leeuwenhoek et Robert Hooke y apportent quelques modifications pour observer des choses qui étaient invisibles.

Au court du temps, le développement des microscopes a progressé avec l'évolution des diverses branches de la science et de la technologie pour atteindre l'état de l'art actuel et répondre aux multiples exigences techniques.

III-2-1-Définition :

Le microscope est un instrument qui grossit de nombreuses fois l'image des objets trop petits pour être vus à l'œil nu **[75]**. De façon associée, on définit :

•Grossissement : Le rapport de la taille de l'objet à sa taille réelle ; le nombre de fois un objet est agrandi. Un grossissement de « x 100 » veut dire que l'image est 100 fois plus grande que l'objet réel.

•**Résolution :** La capacité du microscope de donner une image claire et précise, la capacité de séparer des détails.

•Observation de l'image : elle passe par son exposition à un rayonnement mono ou poly longueur d'onde λ que l'on désigne par rayonnement primaire, suite à l'interaction rayonnement-matière, un ensemble de rayonnements dits secondaires vont être renvoyés par l'échantillon que l'on peut exploiter à travers divers détecteurs correspondants, ce qui permet d'obtenir diverses informations sur cet échantillon en particulier en imagerie.



Figure III-4 : Constitution d'un microscope optique.

III-2-2-Limites du microscope optique :

La résolution est limitée par la valeur de la longueur d'onde du rayonnement utilisé en relation au phénomène de diffraction (la longueur d'onde doit être très inférieure à la taille de l'objet à observer).

Ce qui explique les limites en microscopie optique avec la lumière visible (longueur d'onde entre 400 et 800 nm), on peut penser à utiliser les rayons X qui sont une lumière de longueur d'onde de Å, toute fois on ne dispose pas des accessoires adaptés à ces longueurs d'onde **[76]** ce qui empêche d'observer avec ces lumières des objets plus petits.

CHAPITRE IV : PARTIE EXPÉRIMENTALE

IV-1-Les matériaux utilisés :

Nous avons opté pour un alliage d'aluminium 7075 T6, largement utilisé dans l'industrie aéronautique. Cet alliage est fréquemment employé pour la construction des ailes et du fuselage des avions. Il est renommé pour ses propriétés mécaniques exceptionnelles. Les principaux éléments d'addition de cet alliage sont le zinc (Zn), le magnésium (Mg) et le cuivre (Cu), qui confèrent à l'alliage ses caractéristiques mécaniques supérieures.

Alliage	Al	Zn	Mg	Cu	Fe	Cr	Ti	Mn	Si	V	Autres
7075 T6	89.81	5.63	2.50	1.53	0.22	0.19	0.04	0.03	0.01	0.01	0.03

Tableau IV-1 : Composition chimique du matériau de base (en pourcentage massique)

IV-2-Procédure de soudage :

D'après les données bibliographiques, les éléments essentiels de l'outil sont fabriqués en acier de la même nuance. Généralement, le matériau de l'outil est un alliage a température de fusion ($T_{fusion} < 1000^{\circ}$ C). Dans notre cas, l'outil sera utilisé pour souder des alliages d'aluminium dont les températures de fusion avoisinent les 640°C - 660°C.

L'outil est composé d'acier Z200C12 selon la norme français (AFNOR). Cet acier est un acier d'outil non allié destiné au travail à froid. Il se caractérise par une grande résistance a l'usure et une remarquable capacité de coupe, ce qui en fait un choix adapté pour les feuilles de tôle d'une épaisseur allant jusqu'à 4mm. Il présente une haute acceptation de trempe, une faible variation dimensionnelle des pièces et une ténacité moyenne. Cette nuance est considérée comme un grand classique parmi les aciers au chrome lédéburitiques à 12%.



Figure IV-1 : L'outil de soudage

IV-2-1-Préparation des tôles :

Avant d'entamer le processus de soudage, il est nécessaire de passer par l'étape de préparation, qui consiste à travailler sur des tôles rectangulaires de dimensions (15x10 cm, 3mm). Pour ce faire, nous avons utilisé la cisaille, également connue sous le nom de Guillotine, qui est disponible dans l'atelier du département de mécanique au niveau de l'École Nationale Polytechnique.



Figure IV-2 : Découpage de la tôle

IV-2-2-Soudage :

L'opération de soudage par friction malaxage a été réalisée dans l'atelier de fabrication du département mécanique de l'École Nationale Polytechnique.

La figure IV-3 présente la machine-outil utilisée pour le soudage. Il s'agit d'une fraiseuse verticale Gambin d'une longueur de 1m. Cette machine est équipée d'une broche porte-fraise verticale et inclinable. Elle est utilisée pour le surfaçage ainsi que pour l'exécution de rainures et de contours droits ou circulaires.



Figure IV-3 : La fraiseuse utilisée au niveau de l'atelier

L'outil placé dans une fraiseuse verticale (Figure III-3) est présenté par les caractéristiques sur les tableaux suivants (figure IV-4) :



Figure IV-4 : Paramètres de soudage.

IV-2-3-Les étapes :

Ces instructions devraient nous permettre de placer l'outil correctement et de préparer les tôles pour le processus de soudage dans la fraiseuse verticale. Nous avons incliné la tête de la fraiseuse de 2° lors de la mise en place de l'outil, puis on a positionné les tôles de manière à ce que le bord à souder soit parallèle à l'avance du pion pendant le processus de soudage. Nous avons vérifié la planéité des tôles pour s'assurer qu'elles sont bien alignées et en contact uniforme. Et enfin, on a fixé les deux tôles sur la table de la machine à l'aide d'un système de bridage pour assurer leur stabilité pendant le soudage.

IV-3-Métallographie optique :

IV-3-1-Préparation des échantillons :

a-Découpage des échantillons :

Pour effectuer la caractérisation, nous avons prélevé plusieurs échantillons à des fins d'essai. Pour ce faire, nous avons utilisé une tronçonneuse du modèle Struers Discotom. Cette dernière est un équipement couramment utilisé pour découper des échantillons de différents matériaux afin de faciliter les études et les tests ultérieurs.



Figure IV-5 : Tronçonneuse utilisée pour découpage

b- Enrobage :

L'enrobage des échantillons est principalement utilisé pour faciliter la manipulation des pièces dont la forme ou le volume peuvent compliquer les étapes ultérieures de préparation et d'analyse. Dans notre expérience, nous avons utilisé un enrobage à froid. Ce procédé n'exige ni pression ni chaleur externe, ce qui le rend recommandé pour les échantillons sensibles à ces facteurs.

L'enrobage à froid consiste à enrober un échantillon de matière dans une résine époxy mélangée avec un durcisseur, versés dans un moule récupérable. Cela permet de fixer l'échantillon sur un porte-échantillon et facilite également sa manipulation lors du polissage manuel, L'enrobage à froid offre une solution pratique pour stabiliser les échantillons et garantir leur intégrité lors des étapes de préparation et d'analyse ultérieures.



Figure IV-6 : L'échantillon après l'enrobage

c- Polissage :

Après l'enrobage, les échantillons sont soumis à un processus de polissage sur une surfaceuse a disque abrasif, également appelée polisseuse. Cette opération mécanique vise à obtenir des états de surface similaires à un miroir. Le polissage se déroule en plusieurs étapes en utilisant des disques en papier abrasif avec différentes granulométries de grains abrasifs en carbure de silicium. Les granulométries utilisées vont de plus gros au plus fin (80,180,320,500,800,1000,1200,2400 et 4000). Les disques abrasifs tournent à des vitesses variables.

Pendant le polissage, de l'eau est utilisée en continu pour éviter toute surchauffe de l'échantillon. Cette aspersion d'eau permet de maintenir une température contrôlée pendant l'opération. Le polissage fin est réalisé sur un feutre fin avec l'ajout d'alumine, ce qui permet d'obtenir une finition de haute qualité.

Après chaque étape de polissage, les échantillons sont soigneusement nettoyés à l'eau afin d'éliminer les résidus de polissage et d'obtenir une surface propre pour les analyses ultérieures.



Figure IV-7 : Polisseuse à disque tournant

IV-3-2-Attaque chimique :

Pour les examens métallographiques, il est nécessaire de procédé à une attaque chimique appropriée pour chaque nuance de matériau. Cette attaque chimique vise à améliorer le contraste des phases afin de révéler leur microstructure ou macrostructure, ainsi qu'à mettre en évidence les différentes structures présentes. La vitesse de réaction des constituants est directement liée à ces différences de structure.

L'opération d'attaque chimique décrite a été réalisée au laboratoire du CRTI et implique l'utilisation des quantités de différents acides (HCl, HNO₃, HF) mélangés avec l'eau distillée :

Ce mélange d'acide et d'eau distillée est utilisé comme solution d'attaque chimique pour préparer les échantillons en vus des examens métallographiques. Les conditions spécifiques de l'attaque, telles que la durée et la température, peuvent varier en fonction du matériau et de l'objectif de l'analyse métallographique

IV-3-3-Microscopie optique :

L'examen métallographique a été réalisé au laboratoire de la chimie au niveau de CRTI Pour l'acquisition des images, un microscope optique a été utilisé, équipé d'une caméra numérique reliée à un micro-ordinateur. Un logiciel dédié à l'acquisition et au traitement des images a été installé sur micro-ordinateur pour faciliter ces étapes.



Figure IV-8 : Microscope optique.

Le microscope optique permet d'observer les échantillons à des grossissements variables et de prendre des images détaillées de leur microstructure. La caméra numérique permet de transférer les images directement sur l'ordinateur pour une visualisation et une analyse ultérieures. Le logiciel installé sur l'ordinateur offre des fonctionnalités pour l'acquisition, le traitement et l'analyse des images métallographiques, ce qui facilite l'étude des structures et des caractéristiques des échantillons examinés.

Cet équipement et les outils logiciels associés permettent de mener bien l'examen métallographique des échantillons et d'obtenir des images précises et informative pour l'analyse des structures métalliques.

Pour observer la microstructure des différentes zones, à savoir le métal (MB) de base, le noyau de la soudure (N) et le joint entre les deux. Un balayage a été effectué à trois niveaux parallèles équidistants. Le balayage a été réalisé en commençant par le plus faible grossissement, puis progressivement en augmentant le grossissement (x50, x100, x200).

Cette approche permet une observation détaillée des différentes zones et de leur évolution après les réparations. En commençant par un faible grossissement, une vue d'ensemble de la structure générale peut être obtenue. Mettant en évidence les grandes caractéristiques de la microstructure. En augmentant progressivement le grossissement, des détails plus fins peuvent être examinés, permettant une analyse plus approfondie des caractéristiques spécifiques de chaque zone.

Cela permet de recueillir des informations précises sur la structure et les changements microstructuraux résultant des processus de réparation, ce qui est essentiel pour évaluer l'efficacité et la qualité des réparations effectuées.

IV-4-Analyse électrochimique :

IV-4-1-Chaine de mesures électrochimiques :

Lors de cette étude, les essais électrochimiques ont été effectués à l'aide d'un Potentiostat Galvanostat AUTOLAB. Cet équipement est équipe d'un analyseur de fréquence intégré, ce qui permet de réaliser des mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique.



Figure IV-9 : Potentiostat Galvanostat AUTOLAB.

Ce dispositif est piloté par un ordinateur équipé du logiciel Nova 2.1, qui permet l'acquisition des données. Pour l'exploitation des courbes de Tafel, le logiciel CORRview a été utilisé, tandis que les données d'impédance ont été analysées à l'aide du logiciel Zview.

IV-4-2- Cellule électrochimique :

Les tests électrochimiques ont été réalisés dans une cellule en verre Pyreex d'une contenance de 150 ml. Cette cellule est dotée d'une double paroi qui permet de réguler la température de l'électrolyte à l'aide d'un bain thermostat. Elle est équipée d'un couvercle comportant cinq orifices rodés, destinés à accueillir les éléments suivants : l'électrode de référence au calomel saturé. $(E_{ref} = 0,224 \text{ V/ENH})$, l'électrode auxiliaire constitué d'une tige de platine, et l'électrode de travail qui correspond à la section droite de l'échantillon.



Figure IV-10 : a) Cellule électrochimique, b) électrode de référence et c) contre électrode.

IV-4-3- Préparation de l'état de surface de l'électrode de travail :

Pour assurer des résultats fiables et reproductibles, après l'enrobage à l'acide d'une résine époxy, l'électrode de travail subit un polissage mécanique de sa surface avant chaque essai électrochimique. Ce polissage est réalisé en utilisant des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (240,800,1200 et 3000). Après le polissage, l'échantillon est soigneusement rincé à l'eau distillée et immédiatement introduit dans la cellule contenant la solution électrolytique.



Figure IV-11 : L'échantillon après la préparation.

IV-5-Analyse de dureté Vickers :



Figure IV-12 : Le Duromètre

L'essai de dureté est une méthode couramment utilisée pour caractériser les cinétiques de durcissement structural d'un matériau. Il s'agit d'une technique rapide et peu couteuse, qui permet d'obtenir des informations sur la dureté d'un matériau.

L'essai de dureté consiste à utiliser un pénétrateur en forme de pyramide, tel que le pénétrateur Vickers, pour imprimer une empreinte dans la pièce à tester. La diagonale de cette empreinte, notée d, est mesurée. Cette empreinte est considérée comme une pyramide droite, et l'information de la diagonale est ensuite reliée à la charge appliquée lors de l'essai. La relation entre la dureté Vickers (HV), la charge appliquée (F) et la diagonale de l'empreinte (D) est donnée par la formule suivante :

$$HV = 0.189 F/d^2$$

F : niveau de charge appliquée.

d : diamètre de l'empreinte.

Les essais de dureté ont été réalisés au Centre de Recherche en Technologie Industrielle (CRTI), à l'aide d'un duromètre semi-automatique. Ce duromètre est équipé d'un pénétrateur en forme de pyramide de diamant, placé entre deux lentilles de microscope.

Il permet de mesurer la diagonale de l'empreinte laissée par le pénétrateur et affiche les résultats de l'essai, y compris la dureté équivalente.

Dans notre étude, nous avons effectué 2 mesures pour chaque zone (MB, ZAT, ZATM, ZM) en utilisant une charge de 10 Kgf lors de l'essai de dureté. L'essai de dureté consiste à mesurer l'enfoncement rémanent d'un pénétrateur en forme de pyramide avec une base carrée, fabriqué en diamant. L'angle entre deux faces opposées de la pyramide est de 136°.

En appliquant une charge de 10 Kgf sur la surface de la pièce à tester, le pénétrateur en forme de pyramide laisse une empreinte caractéristique. L'enfoncement rémanent de ce pénétrateur est mesuré à l'aide d'un appareil de mesure approprié.

En réalisant deux mesures pour chaque zone, nous avons obtenu des valeurs de dureté spécifiques q ces zones. Ces mesures permettent d'évaluer la résistance du matériau dans chaque zone et d'analyser les variations de dureté à travers les différentes zones étudiées.

IV-6-Diffraction des rayons X :

IV-6-1-Préparaion de l'échantillon :

Cette analyse a été réalisé au laboratoire du Centre de Recherche en Technologie Industrielle (CRTI). Après le découpage et le polissage de l'échantillon soudé, on le monte soigneusement sur un porte-échantillon approprié.

IV-6-2-Configuration de l'instrument :

On allume le BRUCKER D2 PHASER 2G et on assure qu'il est correctement calibré. Puis on place le porte-échantillon dans le support de l'instrument et assurer que l'échantillon est bien centré et aligné.



Figure IV-13 : Diffractomètre BRUCKER D2 PHASER 2G

IV-6-3-L'aquisition des données :

On démarre le scan d'acquisition en lançant le logiciel associé au BRUCKER D2 PHASER 2G. Le faisceau de rayons X sera dirigé vers l'échantillon. Et les rayons X diffractés seront collectés par un détecteur.

Le logiciel enregistrera les informations de diffraction sous forme d'un motif de diffraction.

CHAPITRE V : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Dans cette partie de notre travail, notre attention est portée sur la présentation, l'interprétation et la discussion des résultats expérimentaux obtenue à partir des différentes expériences réalisées sur les soudures homogènes de l'alliage 7075 T6.

Notre travail a suivi le déroulement suivant :

- Microstructure.
- Test de corrosion.
- Test de dureté.
- Diffraction des rayons X.

Ces différentes étapes nous ont permis de caractériser la soudure homogène de l'alliage d'aluminium 7075 T6, en fournissant des informations sur sa microstructure, sa résistance mécanique, sa résistance à la corrosion et sa structure cristalline.

Les résultats sont interprétés et discutés afin de comprendre les performances des soudures et l'élaborer des conclusions pertinentes.

V-1-Le soudage :

Dans notre approche expérimentale, nous avons pris en compte les éléments suivants :

-Le rapport entre la dureté de l'outil et la dureté du matériau à soudé.

-La vitesse de rotation (1800 tr/min) et la vitesse d'avancement (40 mm/min).

-Le rapport entre l'épaulement et l'épaisseur des tôles à souder (3mm).

-L'angle d'inclinaison de l'outil (2°) en fonction des besoins spécifiques de notre expérience.

-Le mode sécuritaire de fixation des tôles à souder sur la fraise, afin de garantir la stabilité et l'alignement appropriés pendant le processus.

Ces expériences ont été réalisées au niveau de l'atelier mécanique de l'école ENP, où nous avons disposé des équipements et des installations nécessaires pour mener à bien les différentes étapes du processus de soudage par FSW. Ces paramètres ont été soigneusement sélectionnées pour assurer des conditions optimales de soudage et obtenir des résultats fiables et reproductibles.

V-2-Résultat de microscope otique :



Figure V-1 : Images de métal de base avec le microscope

On observe une distribution régulière de grains et une texture homogène. Les grains sont de taille relativement uniforme et présenter une apparence brillante et lisse après l'attaque chimique. Cela indique que le métal de base présente une structure métallurgique typique.



Figure V-2 : Images de joint de soudure avec le microscope optique.

On observe une zone de transition entre le métal de base et la zone soudée, qui présente des caractéristiques particulières telles qu'une structure de grains intermédiaire et une texture distincte.

La région du joint entre le métal de base et la zone soudée présente une microstructure complexe, cette zone peut est sujette à des variations de composition et de texture dues aux conditions thermomécaniques du processus de soudage FSW.



Figure V-3 : Images de noyau de soudure avec le microscope optique.

On observe des régions altérées, avec une apparence différente par rapport au métal de base, comme les textures et la couleur légèrement différente. Cela est due à des changements microstructuraux tels que des zones de mélange et de recristallisation.

V-3-Résultat du test de corrosion :

On a effectué l'analyse électrochimique sur deux échantillon (métal de base et le joint de soudure) dans un milieu acide (HCl 1M) a un température ambiante 25°C.



Figure V-4 : évaluation de potentiel en fonction de temps.

La courbe OCP (open circuit potential) représente l'évolution du potentiel électrochimique de métal de base (alliage d'aluminium 7075) et de joint soudé par rapport à une électrode de référence (calomel saturé).

On observe un plateau stable a un potentiel élevé dans les deux échantillons, cela suggère que le matériau forme une couche de passivation, généralement une couche d'oxyde protectrice, qui le protège de la corrosion. Donc ils présentent une bonne résistance a la corrosion (métal de base et joint de soudure).



Figure V-5 : Courbe de polarisation potentiodynamiques dans HCl 1M à 25°C.

La variation de log I en fonction de E également appelée courbe de Tafel, est une représentation logarithmique du courant (I) en fonction du potentiel (E) appliqué. Elle est couramment utilisée pour l'interprétation des courbes de polarisation potentiodynamiques et fournit des informations sur les mécanismes de corrosion et les cinétiques de réaction électrochimique.

L'interprétation de courbe de Tafel dans le cas d'un alliage d'Al soudé par FSW dans une solution de HCl 1M peut inclure les éléments suivants :

-La partie descendante de la courbe de Tafel correspondant à des potentiels plus négatifs est associée à la réaction cathodique. C'est-à-dire la réduction des espèces chimique présentes dans le milieu corrosif.

-La partie ascendante de la courbe correspondant à des potentiels plus positifs, est associé à la réaction anodique, c'est-à-dire l'oxydation du matériau.

-La partie de décroissance brusque indique une tendance au putting, une forme de corrosion localisée (formation de piqures).



Figure V-6 : diagrammes de nyquist (EIS) dans HCl à 25°C.

Les diagrammes de Nyquist également connus sous le nom de spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), sont des outils couramment utilisés pour analyser les propriétés électrochimiques et la résistance a la corrosion des matériaux.

L'interprétation des diagrammes de Nyquist pour l'alliage d'aluminium soudé par FSW dans une solution se HCl 1M correspondre les éléments suivants :

-Résistance de solution (R_S) : la partie réelle de l'impédance a l'origine du diagramme est généralement associée à la résistance de solution. Cette résistance est principalement influencée par les propriétés de milieu corrosif et ne fournit pas beaucoup d'information sur le matériau lui-même.

-Résistance de transfert de charges (R_{tc}) : la partie réelle de l'impédance a des fréquences plus élevées est généralement associées à la résistance de transfert de charge. Cette résistance est liée aux réactions électrochimiques se produisant à l'interface entre le matériau et le milieu corrosif. Une R_{tc} élevée indique une résistance accrue aux réactions de corrosion et une meilleure protection contre la corrosion.

	Tafel			EIS	
	E _{ocp} (V)	I _{cor} (mA)	V _c (mm/an)	R _s (ohm)	R _{tc} (ohm)
Métal de base	0,596	1,72	19,5	1,78	30,2
zone de soudure	-0,589	4,78	55,2	1,73	12,44

Les résultats donnés par le logiciel NOVA 2.1 sont présentés sous forme de tableau V-1 :

Tableau V-1 : Les résultats de la courbe de Tafel et le diagramme EIS.

 E_{ocp} : potentiel de corrosion.

I_{cor} : courant de corrosion.

V_c : vitesse de corrosion.

R_s : résistance de la solution.

R_{tc} : résistance de transfert de charge.

D'après les résultats obtenus, la zone soudée est plus corrodée par rapport au métal de base, cela est résulté aux plusieurs facteurs :

- La formation de zones affectées par la chaleur, la recristallisation des grains, la redistribution des éléments d'alliage. Cela rendant la zones plus susceptible à la corrosion.

-La formation de défauts tels que des porosités, des fissures ou des inclusions dans la zone soudée. Cela servir des sites préférentiels pour l'initiation et la propagation de la corrosion, ainsi la corrosion localisée.

-Redistribution des éléments d'alliage tels que le cuivre et le zinc qui confèrent une certaine résistance à la corrosion dans le métal. Cela crée des gradients de composition favorable à la corrosion.

V-4-Essai de la dureté :





La mesure de dureté nous permet d'obtenir une première évaluation des propriétés mécaniques après le soudage. En traçant les profils de dureté pour chaque zone, nous avons observé : la valeur de dureté de la (ZAT) était inférieure à celle de la (ZATM) et de zone malaxé (ZM).

Cette différence de dureté s'explique par plusieurs facteurs. Tout d'abord, dans la ZAT où la température atteinte lors du soudage est moins élevée, les précipités présents ne se dissolvent pas. Au contraire, sous l'effet de la chaleur. Ils ont tendance à croître et à perdre leur cohérence avec la matrice, ce qui conduit à une réduction de la dureté.

De plus, la ZM présente une combinaison spécifique de vitesse de rotation et de vitesse d'avance qui génère la température et la déformation plastique nécessaires à la formation de nouveaux grains plus petits et équiaxes. Cela entraîne une augmentation de la dureté par rapport à la ZAT.

D'autre part, la ZATM subit une température et une déformation moins intenses que la ZM, ce qui entraîne une plus grande densité de dislocation. Cela peut également contribuer à l'augmentation de la dureté dans cette zone.

En résume, les différences de température, de déformation et de précipités entre les différentes zones du matériau soudé expliquent les variations de dureté observées.

L'analyse de dureté permet ainsi d'évaluer les propriétés mécaniques après le soudage, dans lequel on résulte que la zone soudée est plus dure que le métal de base.

V-5-Diffraction des rayons X :

Une caractérisation par DRX a été effectuée. Les diffractogrammes obtenus sont représentés sur la figure V-8 qui est constitué de trois spectres : métal de base (MB), joint de la soudure et la zone fondue (ZF).



Figure V-8 : Les diffractogrammes des différentes zones.

Après la diffraction des rayons X sur l'échantillon d'aluminium 7075 T6 soudé, les valeurs obtenues comme les angle 2θ , les plants de diffraction (hkl) et les distances intermoléculaires sont classés dans le tableau V-2 :

2 Thêta (°)	h	k	l	d _{hkl} (Å)
39,011	6	1	1	2,307
45,021	5	5	0	2,012
65,599	8	6	0	1,422
78,383	10	6	0	1,219

Tableau V-2 : Les plans (hkl) et les angles 2θ .

On note que la structure est CFC avec un paramètre cristallin de 14,22 Å, et le groupe spatial Im3.

On observe que les pics sont alignés dans les trois diffractogrammes, donc on n'a pas de décalage des angles 20. Cela suggère que la structure cristalline de l'alliage est relativement uniforme dans ces régions ; et que le processus de soudage par friction malaxage a réussi de conserver une structure cristalline similaire au métal de base dans le joint de soudure et la zone fondue. Ce qu'est souhaitable car une continuité structurelle peut contribuer à maintenir les propriétés mécaniques de l'alliage.

On observe une différence d'intensité des pics de DRX, cela peut indiquer la formation de nouvelles phases ou la dissolution partielle de certaines phases dans la zone fondue qui est due aux condition thermiques et mécaniques du processus de soudage. Cela peut également révéler des variations de taille des grains, des contraintes résiduelles, des défauts tels que les joints de grain, les dislocations ou les microfissures, qui peuvent se former pendant le processus de soudage.

En résumé, la différence d'intensité des pics entre les diffractogrammes obtenus sans décalage significatif des pics indique des changements microstructuraux ou la présence de phases supplémentaires dans le joint et la zone fondue par rapport au métal de base.

Cependant, il est important de noter que des changements microstructuraux tels que la recristallisation ou la modification de la taille des grains peuvent se produire même en présence d'une continuité cristalline. Ces changements peuvent affecter les propriétés mécaniques ou la réactivité à la corrosion, même si la structure cristalline globale est préservée.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Ce mémoire a porté sur la caractérisation métallurgique et électrochimique des soudures FSW réalisées sur un alliage d'aluminium destiné à l'industrie aéronautique. L'objectif était de comprendre les propriétés et le comportement de ces soudures, afin d'évaluer leur fiabilité et leur durabilité dans des conditions de service exigeantes.

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence plusieurs aspects importants. Sur le plan métallurgique, il a été observé que la soudure FSW conduit à la formation d'une zone affectée thermiquement présentant une microstructure distincte de celle de la zone parente. Cette ZAT se caractérise par des variations de la taille des grains, des modifications de texture cristallographique et la présence de défauts tels que des cavités et des inclusions.

Du point de vue électrochimique, des tests de corrosion ont été réalisés pour évaluer la résistance des soudure FSW à l'environnement corrosif. Les résultats ont montré que ces soudures ne présentent pas une résistance à la corrosion similaire à celle de l'alliage de base, mais elles ont une bonne résistance à la corrosion, ce qui confirme leur potentiel d'application dans des structures soumises à des conditions corrosives.

Cependant, il convient de souligner que certains limitations et défis subsistent. Les défauts présents dans la ZAT peuvent avoir un impact sur la durabilité des soudures FSW, nécessitant ainsi des améliorations continues dans les techniques de soudage et de post-traitement. De plus, des études complémentaires sont nécessaires pour mieux comprendre les mécanismes de corrosion spécifiques aux soudures FSW et pour développer des stratégies de protection appropriées.

Enfin, ce mémoire a contribué à une meilleure compréhension des soudures FSW réalisées sur un alliage d'aluminium pour l'aéronautique. Les connaissances acquises permettent d'optimiser les procédés de soudage, de minimiser les défauts et d'améliorer la fiabilité des soudures. Cependant, des efforts supplémentaires sont nécessaires pour relever les défis restants et permettre une utilisation plus étendue des soudures FSW dans l'industrie aéronautique, en garantissant des performances mécaniques et une résistance à la corrosion satisfaisante.

Références

[1] S. Zimmer, Contribution à l'industrialisation du soudage par friction malaxage. École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers. Thèse de doctorat 2009.

[2] Blondeau, R, Procédés et applications industrielles du soudage. Hermès science publication, Paris 2001.

[3] Perry, N, étude et développement des flux solides en vue d'application en soudage Atig appliqué au titane et ses alliages ainsi qu'aux aciers inoxydables, 2000, École centrale de Nantes (ECN).

[4] Centre technique des industries, mécanosoudage : conception 1989, Senlis, Oise (CETIM).

[5] Girard, M., Soudage Diffusion Hétérogène assisté par Friction Malaxage : cas du couple Al/Fe, in école Centrale de Nantes2010, écolé Centrale de Nantes P218.

[6] Cazes, R., Soudage par friction 1980 : Ed. Techniques Ingénieur.

[7] Tsujino, J., et al., Ultrasonic butt welding of aluminum, aluminum alloy and stainless steel plate specimens. Ultrasonics, 2002. 40(1) : p. 371-374.

[8] Soudure, I.B.d. Soudage par impulsion magnétique. 2016; Available from: http://www.bil-ibs.be/fr/soudage-par-impulsion-magnetique.

[9] Acarer, M. and B. Demir, An investigation of mechanical and metallurgical properties of explosive welded aluminum–dual phase steel. Materials letters, 2008. 62(25): p. 4158-4160.

[10] M.K. Besharati, Givi and P. Asadi. "General introduction". Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Woodhead Publishing, 2014, pp. 1–19 (cit. on pp. 11, 16, 17).

[11] W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P. Temple-Smith et C. J. Dawes, (1991), Friction stir butt welding. Brevet (GB) no.9125978.

[12] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Murch, P. Templesmith, and C.J. Dawes. Friction stir butt welding. International Patent No. US 5,460,317. Oct. 1995 (cit. on p. 11).

[13] X.C. Liu, Y.F. Sun, T. Nagira, K. Ushioda, and H. Fujii. "Strain rate dependent micro-texture evolution in friction stir welding of copper." In: *Materialia* 6 (2019), p. 100302 (cit. On p. 167).

[14] S. Mironov, Y.S. Sato, and H. Kokawa. "Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review." In: Journal of Materials Science & Technology 34.1 (2018), pp. 58–72 (cit. on p. 11). [15] Y. Huang, X. Meng, Y. Xie, L. Wan, Z. Lv, J. Cao, and J. Feng. "Friction stir welding/processing of polymers and polymer matrix composites." In: Composites Part Applied Science and Manufacturing 105 (2018), pp. 235–257 (cit. on p. 11).

[16] L. Murr. "A review of FSW research on dissimilar metal and alloy systems." In: Journal of Materials Engineering and Performance 19.8 (2010), pp. 1071–1089 (cit. on p. 11).

[17] A. Simar and M.-N. Avettand-Fènoël. "State of the art about dissimilar metal friction stir welding." In: Science and Technology of Welding and Joining 22.5 (2017), pp. 389–403 (cit. on pp. 11, 40, 180).

[18] R. S. Mishra and Z.Y. Ma. "Friction stir welding and processing." In: Materials science and engineering: R: reports 50.1-2 (2005), pp. 1–78 (cit. on pp. 11, 12, 147).

[19] Avant-projet de norme soumis à enquête probatoire jusqu'au, (25 novembre 2007). ISO/DIS 25239-1.

[20] D. H. Wykes, Cerritos, Calif, (1997), Adjustable Pin for FSW Tool, Patent Number 5 697 544.

[21] W. J. Arbegast, (2007), Chapter 13, Application of Friction Stir Welding and Related Technologies, Friction Stir Welding and Processing, Edité par R.S. Mishra et M.W. Mahoney, ISBN-13 978-0-87170-840-3, ASM International.

[22] D. Lohwasser and Z. Chen. *Friction Stir Welding: From Basics to Applications*. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Elsevier Science, Dec. 2009, pp. 1–424 (cit. on pp. 11, 14, 19).

[23] Threadgill P.L., Leonard A.J., Shercliff H.R., Withers P.J., "Friction stir welding of aluminium alloys", International Materials Reviews, volume 54,pages 93, 2009.

[24] Mishra R.S., Ma Z.Y., "Friction stir welding and processing", Materials Science and Engineering R, volume 50, pages 1-78, 2005

[25] G.J. TCHEIN, (11 décembre 2018), Étude des couplages thermomécaniques et microstructuraux d'un alliage de titane au cours du soudage FSW, DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX, pp,22.23.

[26] Chen, Y. and K. Nakata, Effect of the surface state of steel on the microstructure and mechanical properties of dissimilar metal lap joints of aluminum and steel by friction stir welding. Metallurgical and materials transactions A, 2008. 39(8): p. 1985-1992.

[27] R. S. Mishra & M. W. Mahoney, (2007), Friction Stir Welding and Processing, ASM International.

[28] G. Krishna, P. R. Reddy, & Manzoor M. G. Hussain, (2015), Effect of tool tilt angle on aluminum 2014 friction stir welds, Global journal of researches in engineering, 14(7), 61–70.

[29] Movahedi, M., et al., Mechanical and microstructural characterization of Al5083/St-12 lap joints made by friction stir welding. Procedia Engineering, 2011. 10: p. 3297-3303.

[**30**] J. Schneider, A. Nunes et M. Brendel, The Influence of Friction Stir Weld Tool Form and Welding Parameters on Weld Structure and Properties, Nugget Bulge in Self- Reacting Friction Stir Welds, 8th International Symposium on Friction Stir Welding, Germany.

[**31**] A. Sullivan and J.D. Robson, (2008) Microstructural properties of friction stir welded and post-weld heattreated 7449 aluminium alloy thick plate, Mater. Sci. Eng. 478A, pp. 351-360.

[**32**] T. Watanabe, H. Takayama and A. Yanagisawa, (2006), Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding. J. Mater. Process. Technol, 178, pp. 342-349.

[33] Abdelaziz Times li mutation du soudage par friction et malaxage à l'aide de méthodes sans maillage Université De Lorraine2013.

[34] Arbegast, W.J., A flow-partitioned deformation zone model for defect formation during friction stir welding. Scripta Materialia, 2008. *58*(5): p. 372-376.

[**35**] W. J. Arbegast, (2007), Chapter 13, Application of Friction StirWelding and Related Technologies, Friction StirWelding and Processing, Edité par R.S. Mishra et M.W.Mahoney, ISBN-13 978-0-87170-840-3, ASM International.

[**36**] N. Jemal, Contribution à la caractérisation thermique etmécanique de la zone soudée en FSW, Géniemécanique [physics.class-ph]. Artset Métiers Paris Tech, 2011.Français. NNT: 2011ENAM0046. Pastel-00766216.

[37] C.E.D.Rowe, Wayne Thomas, Advances in tooling materials for FSW.

[38] E. L. Sturbu, Thèse doctorat, Institut national des sciences appliqués ; Lyon France 2005.

[**39**] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fonts, Tome II, Masson et éditeurs. pp.71-92.

[40] Vargel C, Jacques M & Schmidt MP (2004) Corrosion of Aluminium, Elsevier.

[**41**] D. Beaulieu : Les caractéristiques de l'aluminium structural. Les presses de l'université, Laval 2002.

[42] Scamans GM, Birbilis N & Buchheit RG (2010) 3.08 - Corrosion of Aluminum and its Alloys.
In *Shreir's Corrosion* (Cottis B, Graham M, Lindsay R, Lyon S, Richardson T, Scantlebury D, & Stott H, eds), pp. 1974–2010. Elsevier.

[43] J.-P. Baillon & J. M. Dorlor : Des Matériaux.

[44] Marc- Jan de Haas. Université de Groningen (2002).

[45] B. Dubost, P. Sainfort : Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium.Les Techniques de l'Ingénieur. Editions T.I.

[46] C. Baret-Blanc : Etude comparative de la sensibilité à la germination et à la propagation des piqûres des alliages d'aluminium 2024 et 6056. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse.

[47] A .As serin -Lebret, Thèse doctorat, Ecole national supérieur des mines de paris.(2005).

[48] R.Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés, ENS d'électrochimie et d'électrométallurgie de Grenoble, 1996

[49] VARGEL, C., Métallurgie de l'aluminium. 2010 : Ed. Techniques Ingénieur

[50] K. J. Vetter, H. H. Strehblow, Ber. Bunsen Ges. Physik. Chem.74 1024.

[51] Petrov D: Ternary alloys: Aluminium-Magnesium-Zinc. edited by G. Effenberg, published by MSI, Stuttgart (Germany), Vol.16, 2000, p.456-472

[**52**] O. Hatamlet, M. Preet, J. Singh, H. Garmestani : Corrosion susceptibility of peened stir welled 7075 aluminium alloys joint, *Corros. Sci.* 51, 135-143 (2008).

[53] Handbook ASM, E. H. Hollingsworth, H. Y. Hunsicker, Corrosion of aluminum and aluminum alloys

[54] G.W. Akimov, G. B.Clark : Irreversible electrode potentials of metals and their solid solutions, Trans. Faraday Soc.

[55] T. P. May, G.S. Gordon et S. Schuldiner : Symposium on Cathodic Protection, NACE, p. 158-171.

[56] E. Franke : The effect of impureties on the corrosion resistance of aluminium and its alloys, Werkst. Korros.

[57] Strohmeier BR (1990) An ESCA Method for Determining the Oxide Thickness on Aluminum Alloys. Surf. Interface Anal. *15*, 51–56.

[58] McCafferty E & Wightman JP (1998) Determination of the concentration of surface hydroxyl groups on metal oxide films by a quantitative XPS method. Surf. Interface Anal. *26*, 549–564.

[59] Vargel C, Jacques M & Schmidt MP (2004) Corrosion of Aluminium, Elsevier.

[60] Scamans GM, Birbilis N & Buchheit RG (2010) 3.08 - Corrosion of Aluminum and its Alloys. In Shreir's Corrosion (Cottis B, Graham M, Lindsay R, Lyon S, Richardson T, Scantlebury D, & Stott H, eds), pp. 1974–2010. Elsevier.

[61] Pourbaix M (1996) Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous solutions, Pergammon London.

[62] Zhang J, Klasky M & Letellier BC (2009) The aluminum chemistry and corrosion in alkaline solutions. J Nucl. Mater. *384*, 175–189

[63] Szklarska-Smialowska (1999) Pitting corrosion of aluminum. Corros. Sci. 41, 1743–1767.

[64] Frankel GS (2003) Pitting Corrosion. In *Metals Handbook* (Cramer SD & Covino BS, eds), ASM Intern, pp. 1–6.

[65] Muster TH, Hughes AE & Thompson GE (2009) *Copper distributions in Aluminium alloys* Nova Science Publishers, Inc. New York.

[**66**] Pride ST (1994) Metastable Pitting of Aluminum and Criteria for the Transition to Stable Pit Growth. J. Electrochem. Soc. 141, 3028.

[67] Strehblow HH & Marcus P (2012) Fundamentals of Corrosion. In Corrosion Mechanisms in Theory and Practice, 3rd edition (Marcus P, ed), pp. 1–105. CRC Press.

[68] Max REBOUL ; cor 325 corrosion des alliages d'aluminium (technique de l'ingénieur) 2005.

[69] AHMED ELSSARAWI.

[70] http://www.saudicnt.org (version 14 Avril 2012).

[71] L.chekour. ELEMENTS DE DIFFRACTION.

[72] la diffraction des rayon X. Celine martias @univ-tln .fr

[73] Z. Gammouda, Effet de plasmas des ions d'argon (Ar+) sur l'interaction entre des couches minces réfractaires et des substrats en acier, mémoire magister, université. K.M. Ouargla. 2010.

[74] Croft, William J. Sous le microscope : une brève histoire de la microscopie. Vol. 5. World Scientific, 2006. (ISBN : 9810237812).

[75] Murphy, Douglas B. Fondamentaux de la microscopie optique et de l'imagerie électronique. John Wiley & Sons, 2002.

[76] Leng, Yang. Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods. John Wiley & Sons, 2009. (ISBN: 978-0-470-82298-2 HB).