



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Larbi Tébessi-Tébessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département: Sciences de la matière



MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Sciences de la Matière

Option: Physique

Spécialité : Physique des matériaux et ses applications

Thème:

*Etude de phénomène de précipitation dans des alliages
d'aluminium de la série 6000*

Présenté par :

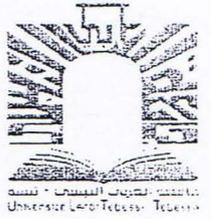
Abir CHAOUAF & Ibtissem TRABELSSI

Devant le jury :

CHAOUACHE Yassine	MCB	Université Larbi Tébessi-Tébessa	Président
FARH Hichem	MCA	Université Larbi Tébessi-Tébessa	Rapporteur
HERISSI Labidi	MCB	Université Larbi Tébessi-Tébessa	Examineur

Date de soutenance: 24/05/2017

Note : 18,00... Mention : Excellent



Déclaration sur l'honneur de non-plagiat

(à joindre obligatoirement au mémoire, remplie et signée)



Je soussigné(e),

Nom, Prénom : TRABELSSI Jilissen . CHAOUAF Abir

Régulièrement inscrit(e) en **Master** au département : Science de la matière

N° de carte d'étudiant : 4013658 - 4014270

Année universitaire : 2016/2017

Domaine: Science de la matière

Filière: P Physique

Spécialité: P Physique de matériaux et ses applications

Intitulé du mémoire : Etude de phénomène de précipitation dans des alliages d'aluminium de la Série 6000

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Je certifie également que je n'ai ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent ;
- L'exclusion d'une année du master ;
- L'exclusion définitive.

Fait à Tébessa, le 31.10.2017

Signature de l'étudiant(e) :

IBT

Dédicace

Je dédie ce mémoire de fin d'étude tous en consacrant des efforts énormes pour la réussite et l'obtention du diplôme à tous ce qui ont m'aide à m'instruire notamment.

A mon père " TERZI " le défunt que dieu le bénisse et ait pitié de son âme ainsi que ma mère " ZOÛRA " que dieu le tous puissant la guérisse et la garde pour une longue vie.

A mes sœurs, mes frères, mes neveux, mes nièces et à tous la famille

"TRABELSSI".

A mes beaux frères et mes belles sœurs.

A mon mari et sa famille " MENASSEL".

A mes amis.



*D*édicace

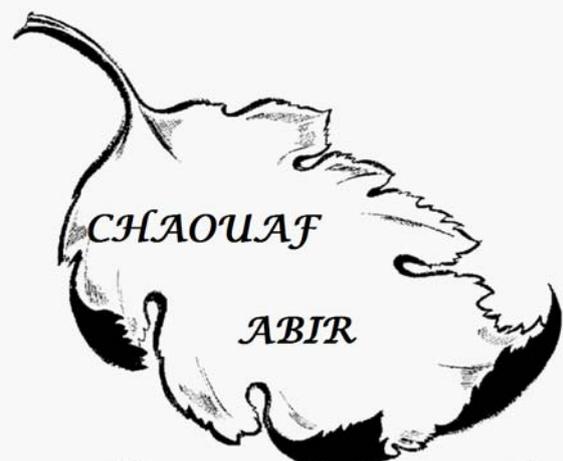
À chacun des personnages m'a appris dans cette vie mortelle.

À Papa et Maman qui n'ont pas cessé de me soutenir durant toute ma scolarité, et ma tante, mes frères "ALA EDDINE, RAID TADJ EDDINE, ARSALAN CHIHÉB EDDINE", mes sœurs et singulariser la bougie de la famille mon neveu "SEDJED".

À toute ma famille et mes amies.

À tous les membres de la famille d'éducation en Algérie sans fierté.

À tous cela je consacre ce modeste travail.

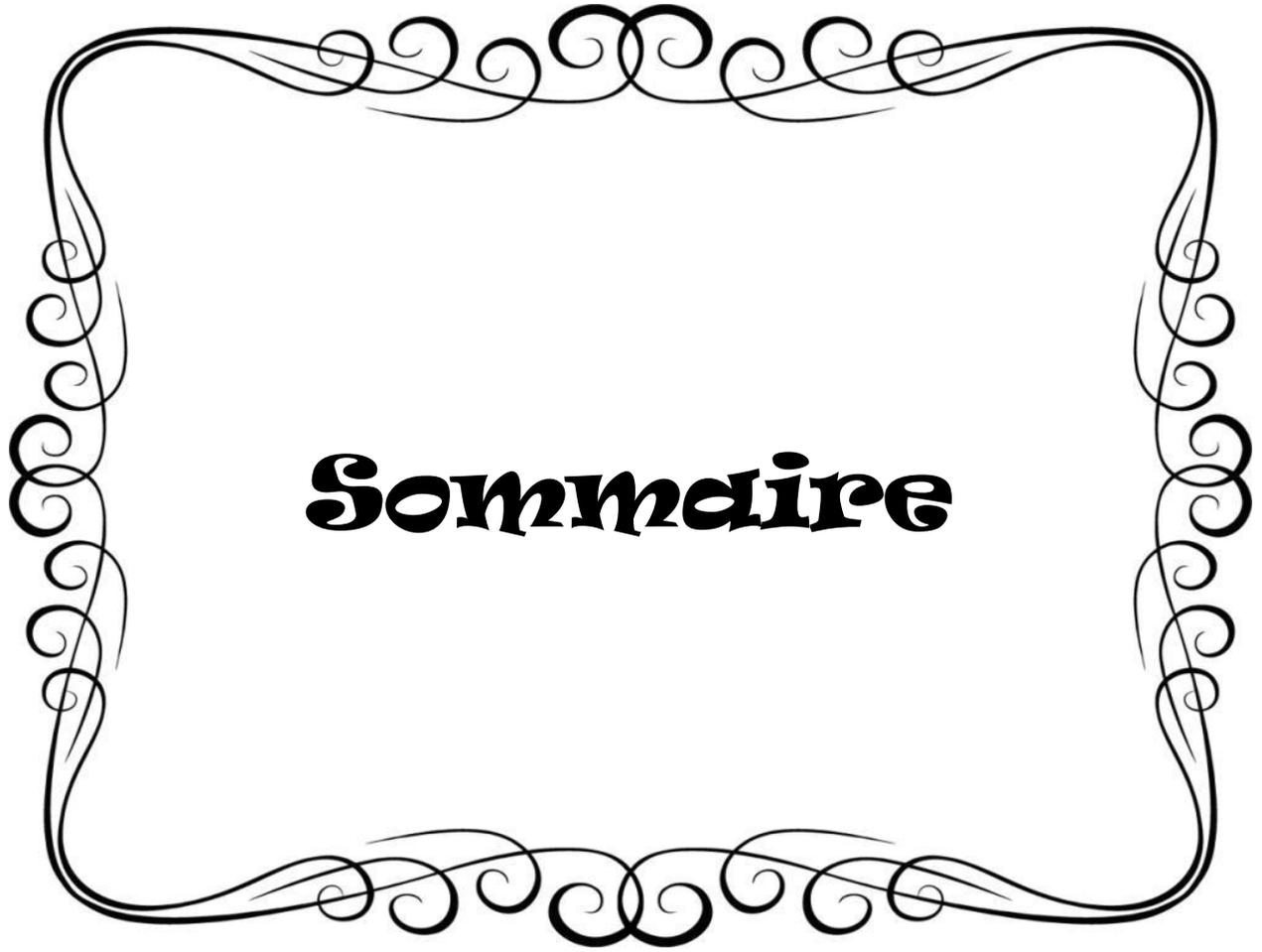


Remerciement

En premier lieu, nous remercions Allah le Tout-Puissant pour nous avoir donné le potentiel d'apprendre les lois de notre univers et de les exploiter pour notre bien-être.

- ❖ *nous remercions énormément **Dr. FARH Hichem** maître de conférences **A** au département des sciences de la matière à l'université Larbi Tebessi de Tébessa de nous avoir guidé et soutenu le long de ce travail avec beaucoup de patience et d'indulgence, et nous espérons pouvoir un jour devenir aussi de formidables et s maîtres à nos futurs élèves.*
- ❖ *Nous remercions **Dr. N. RAOUAG** maître de conférences **A** au département des sciences de la matière à l'université Larbi Tebessi de Tébessa de nous avoir fait l'honneur de présider le jury de notre soutenance et également **Dr. L. HERISSI** maître de conférences **B** au département des sciences de la matière à l'université Larbi Tebessi de Tébessa d'avoir accepter d'examiner notre travail.*
- ❖ *Un grand merci au Laboratoire des **Composants Actifs et Matériaux** de l'Université Larbi Ben Mhidi d'Oum El Bouaghi.*
- ❖ *Un grand merci au **Dr. T. ZIAR** maître de conférences **A** aux départements des sciences de la matière à l'université Larbi Tebessi de Tébessa pour son efficace collaboration à notre travail.*
- ❖ *Un grand merci à toutes les personnes que nous avons consultées pour la compréhension et l'assimilation de ce travail.*
- ❖ *Merci à mes amies et collègues pour leurs encouragements.*
- ❖ *Et enfin merci et pardon à tous ceux que nous ne pouvons citer qui nous ont aidés de près ou de loin.*





Sommaire

Sommaire

	Page
<i>Liste des figures</i>	I
<i>Liste des tableaux</i>	III
<i>Liste des symboles</i>	IV
<i>Liste des abréviations</i>	V
<i>Introduction générale</i>	1
<i>Chapitre I : L'aluminium et ses alliages</i>	
I.1 Introduction	3
I.2 Propriétés physiques de l'aluminium pur	3
I.3 Désignation des alliages d'aluminium	4
I.4 Classification des alliages d'aluminium	4
I.4.1 Alliages sans durcissement structural	5
I.4.2 Alliages à durcissement structural	5
I.5 Alliages Al-Mg-Si (Série 6000)	6
I.6 Les applications de l'aluminium et ses alliages	7
I.6.1 Domaine de transport	7
I.6.2 Domaine d'alimentation	7
I.6.3 Bâtiment	7
I.6.4 Équipements électriques	7
I.6.5 Équipements mécaniques	8

I.7 Influence des éléments d'addition	8
I.7.1 Influence d'excès de Si	8
I.7.2 Effet de l'addition de cuivre	9
I.7.3 Effet des éléments de transition	9
I.8 Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium	10
I.8.1 Traitement d'homogénéisation	10
I.8.2 Traitement d'adoucissement	10
I.8.3 Traitement de durcissement structural	11
a) Mise en solution solide	11
b) Trempe	11
c) traitement thermique de vieillissement	11
I.8.4 Traitement de vieillissement	12
a) Vieillissement naturel (Maturation)	12
b) Vieillissement artificiel (Revenu)	13
I.9 désignation des états métallurgiques	13
<i>Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si</i>	
II.1 Généralités sur les phénomènes de précipitation	15
II.1.1 Définition de la précipitation	15
II.1.2 Les type de précipitation	16
a) La précipitation continue	16
b) La précipitation discontinue	16
II.1.3 Mécanismes de précipitation	17
a) La germination	17

b) Croissance des précipités	19
c) Coalescence des précipités	21
II.2 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques	21
II.3 Détails sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	22
II.4. Phases formées	23
a) Les zones GP	23
b) Phase β''	24
c) Phase β'	27
d) Phase d'équilibre β -Mg ₂ Si	17
e) La phase Q'	30
f) La phase d'équilibre Q-Al ₅ Mg ₈ Si ₆ Cu ₂	31
<i>Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales</i>	
III.1 introduction	32
III.2 Compositions chimiques des alliages étudiés	32
III.3 Traitements thermiques Appliqués	32
III.4 Préparation des échantillons	33
a) Polissage des échantillons	33
b) attaque chimique	34
III.5 Techniques expérimentales utilisées	34
III.5.1 Microscopie optique	34
III.5.2 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	35
III.5.3 Mesures de la microdureté Vickers (Hv)	37
III.5.4 Diffraction des rayons X (DRX)	38

<i>Chapitre IV : Résultats et Discussions</i>	
IV.1 Etude micrographique par microscope optique	41
IV.2 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	42
IV.2.1 Cas de l'alliage 01	42
IV.2.2: Cas de l'alliage 02	43
IV.2.3 L'identification des pics à l'état vieilli artificiellement	45
IV.2.4 L'identification des pics à l'état vieilli naturellement	47
IV.3 Mesures de la microdureté	48
IV.4 Diffraction des rayons X	52
<i>Conclusion générale</i>	54
<i>Références</i>	55

Liste des figures

Figure		Page
Figure I.1	Câble électrique en aluminium (série 6000)	8
Figure I.2	Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structure	12
Figure II.1	Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation	17
Figure II.2	Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r de ce germe	19
Figure II.3	Représentation schématique des trois types de précipitation	20
Figure II.4	Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement	22
Figure II.5	Image de la phase β'' obtenue par MET à haute résolution, la direction du faisceau électronique est parallèle à $[001]Al$.	26
Figure II.6	Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al.	26
Figure II.7	Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si	27
Figure II.8	Précipitation de la phase β (Mg_2Si) d'un alliage Al-Mg-Si et le modèle de sa structure	28
Figure II.9	Evolution de la résistance avec la morphologie des propriétés durcissant en fonction du temps de revenu pour la série 6000	29
Figure III.1	Four de traitement thermique NABERTHERM	33
Figure III.2	polisseuse mécanique (FORCIPOL 2)	34
Figure III.3	papiers abrasifs	34
Figure III.4	échantillon avant polissage	34
Figure III.5	échantillon après polissage	34
Figure III.6	Le microscope optique de type EUROMEX	35

Liste des figures

Figure III.7	Courbe de DSC représente les pics endothermiques et exothermiques	36
Figure III.8	(DSC) SETARAM 131	36
Figure III.9	Principe de la mesure de microdureté Vickers	37
Figure III.10	Microdureté AFFRI	38
Figure III.11	Famille de plans cristallins en condition de Bragg	39
Figure III.12	Diffractomètre BRUKER D8 ADVANCE	40
Figure IV.1	Microstructure des échantillons des deux alliages à l'état brut	41
Figure IV.2	Courbe de DSC de l'alliage (01), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min	43
Figure IV.3	Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min	44
Figure IV.4	Superpositions des deux courbes de DSC.	45
Figure IV.5	Courbe de DSC de l'alliage (01), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieilli une heure à 175°C suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.	46
Figure IV.6	Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieilli une heure à 175°C suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min	47
Figure IV.7	Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieilli naturellement pendant un mois	48
Figure IV.8	Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage (01)	49
Figure IV.9	Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage (02)	50
Figure IV.10	La variation de la microdureté en fonction de la température pour les deux alliages	51
Figure IV.11	a) Variation de la microdureté en fonction de la température pour l'alliage (02) b) Courbe de DSC de l'alliage (02)	51
Figure IV.12	Spectre de diffraction des rayons X des deux alliages à l'état brut (état de réception)	53

Liste des tableaux

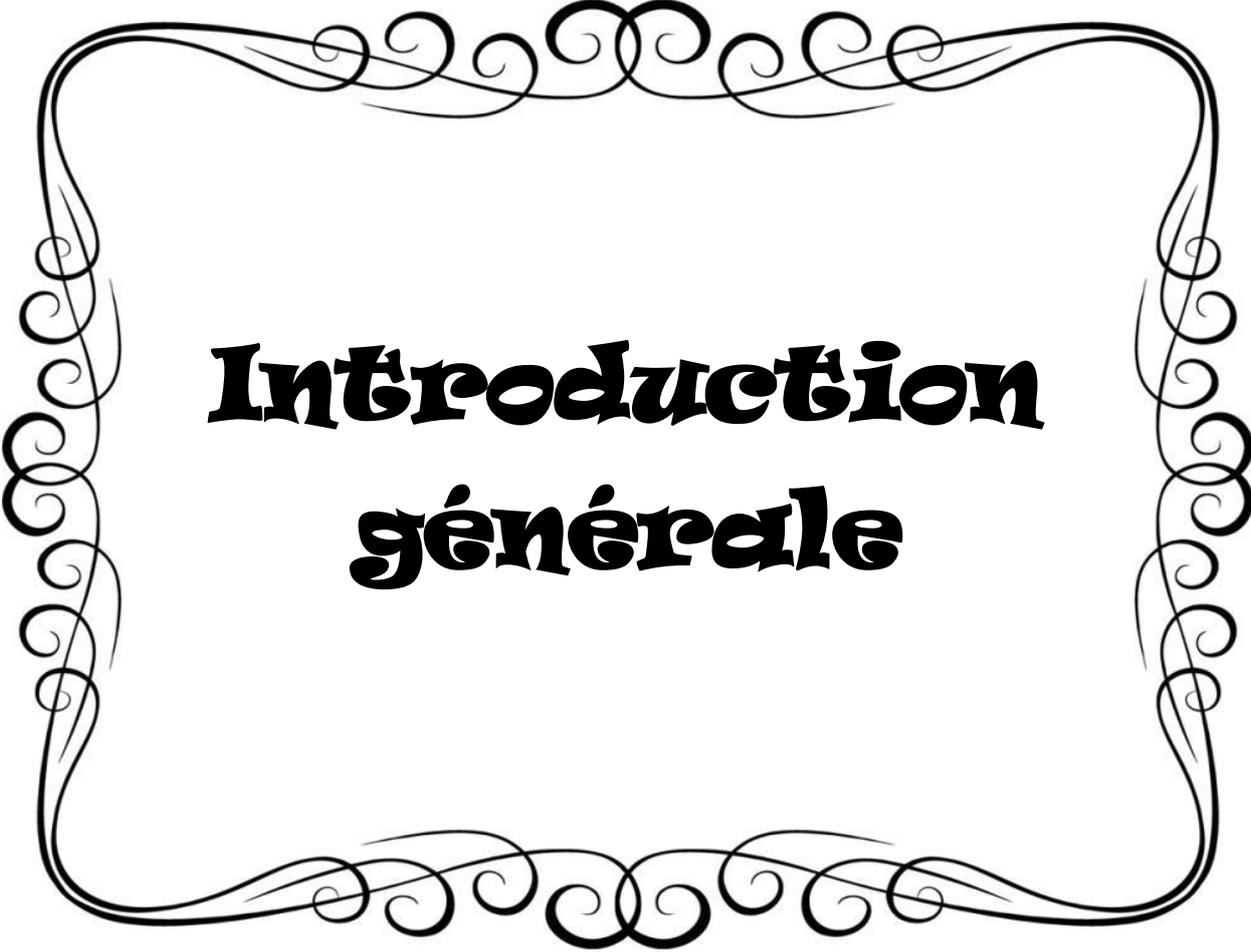
tableau		Page
Tableau I.1	classifications des alliages d'aluminium	6
Tableau I.2	Désignation des états métallurgiques de base	13
Tableau I.3	Différents traitements thermiques et leurs symboles	14
Tableau II.1	Résumé des différents points significatifs des courbes des alliages (a) et (b) de la figure II.1	30
Tableau III.1	la composition chimique de l'alliage étudié	32

Liste des symboles

Symbole	Définition
ΔG_v	La variation d'enthalpie libre volumique
ΔG_s	La variation d'enthalpie libre superficielle
ΔG_d	La variation d'enthalpie de déformation
G_β, G_α	les enthalpies libres spécifiques des phases β et α
δ	l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface α/β
R	Rayon
r_c	La valeur critique du rayon
Hv	La dureté Vickers
P	la charge appliquée
D	la longueur de la diagonale de l'empreinte
n	Ordre de la diffraction
λ	Longueur d'onde du faisceau de rayons X
d_{hkl}	Distance réticulaire
θ	Angle d'incidence des rayons X

Liste des abréviations

	Définition
TGV	les trains à grande vitesse
NGV	les bateaux à grandes vitesses
SSS	solution solide sursaturée
Z.G.P	zones de Guinier et Preston
DSC	calorimétrie différentielle à balayage
MET	Microscope électronique en transmission
DRX	diffraction des rayons X



**Introduction
générale**

Introduction

L'aluminium aussi bien que ses alliages font partie intégrante de notre vie quotidienne. Ils jouent un rôle vital dans l'industrie mécanique et viennent à la deuxième place dans la création de différentes pièces après le fer. En effet, ces alliages faisant un candidat idéal dans une grande variété d'applications grâce à leurs exceptionnelles propriétés mécaniques tel que la faible densité qui possède une résistance notable à la déformation.

La modification des caractéristiques mécaniques des matériaux métalliques est fortement liée aux transformations de phases ou certaines transformations par conséquent les caractéristiques mécaniques de l'aluminium pur est relativement faible rendant incapable de l'utiliser dans la construction de structures mécaniques. Pendant que, l'addition d'autres éléments avec des traitements thermiques engendrent la précipitation de plusieurs phases dont l'effet durcissant dans la matrice α -aluminium. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui diffèrent par leurs éléments d'addition principaux; Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000). Nous faisons converger dans ce travail aux alliages Al-Mg-Si (série 6000), qui ont des propriétés mécaniques importantes. L'ambiguïté de ces alliages est qu'ils se mettent à des changements mécaniques durant leur vieillissement naturel.

L'ajout des éléments d'additions, l'utilisation des traitements thermiques pertinents : le traitement thermique de mise en solution, la trempe et le vieillissement se sont les suggestions appropriés en vigueur afin l'amender les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si.

La précipitation qui se crée lors des traitements thermiques d'homogénéisation et de vieillissement est la transformation de phase à l'état solide. En effet, la précipitation des particules ajuste clairement les caractéristiques mécaniques des matériaux.

La séquence de la précipitation dans ces alliages, largement étudiée expérimentalement, est illustré comme suit: **Solution Solide Sursaturé (SSS) \rightarrow zones GP \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β (Mg₂Si).** Tandis que certains travaux fussent affectés aux phénomènes de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si à différentes gammes de températures, beaucoup de questions demeurent encore posées. Elles attachent surtout la cinétique, le mécanisme et la séquence de la précipitation aussi que la forme des particules précipitées.

Notre étude se rapporte à deux alliages Al-Mg-Si de teneurs variées des éléments d'addition. Nous sommes concernés particulièrement à l'étude de l'influence du cuivre et de l'excès de silicium sur la cinétique de la précipitation et les propriétés mécaniques. Alors nous avons utilisé les techniques expérimentaux suivantes : le microscope optique (MO), la calorimétrie différentielle à balayage(DSC), la microdureté Vickers (Hv) et la diffraction des rayons X(DRX).

Nous avons organisé la présentation de ce mémoire en une introduction générale et quatre chapitres. Dans le premier chapitre, nous avons commencé par l'étude bibliographique d'Aluminium et ses alliages particulièrement la série 6000(Al-Mg-Si), leurs applications et les traitements thermiques appropriés. Dans le deuxième chapitre, nous présentons un rappel sur le phénomène de précipitation précisément la précipitation d'Al-Mg-Si et les différentes phases formées dans cet alliage. Dans le troisième chapitre, nous avons présenté les alliages Al-Mg-Si étudiés, les différents traitements thermiques appliqués et la description des méthodes expérimentaux utilisées. Les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques expérimentales et leurs discussions font l'objet du quatrième chapitre. Enfin, nous terminons par une conclusion présentant les principaux résultats obtenus dans ce travail.



Chapitre I :
L'aluminium et
ses alliages

I.1 Introduction

Le but de ce premier chapitre est de rappeler les notions générales sur l'aluminium et ses alliages, les propriétés mécaniques, les traitements thermiques et l'utilisation de ces alliages dans l'industrie.

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable. Il a été découvert en 1825, est un élément du troisième groupe de classification de Mendeleïev. C'est le métal le plus abondant dans la croûte terrestre après le silicium et le troisième élément le plus abondant après l'oxygène et le silicium. Sa production ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, il est le métal le plus utilisé après le fer et l'acier [1]. L'aluminium occupe une place très importante dans l'industrie grâce à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable. Les conductivités électriques et thermiques de ce matériau sont élevées. De plus, sa masse volumique de $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$ fait de lui un matériau léger et de ce fait très intéressant, surtout pour des applications dans le domaine de l'aéronautique et dans les transports terrestres rapides comme les trains à grande vitesse (TGV), les bateaux à grandes vitesses (NGV). L'aluminium et ses alliages ont comme trait principal une excellente résistance à la corrosion.

I.2 Propriétés physiques de l'aluminium pur

La structure cristalline de l'aluminium reste cubique à faces centrées pour toute température inférieure à sa température de fusion (660°C). Il est particulièrement apprécié pour certaines de ses caractéristiques.

- ✓ Paramètre de maille: 0.405 nm à 25°C .
- ✓ Masse volumique à 25°C : 2.698 g/cm^3 .
- ✓ Point de fusion: 660°C .
- ✓ Température d'ébullition: 2270°C .
- ✓ Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C : $2,55.10^{-5}/^\circ\text{C}$.
- ✓ Conductivité thermique à 20°C : $\lambda = 217.6 \text{ W/m.K}$.
- ✓ Résistivité électrique à 20°C : $\rho = 2.63 \mu\Omega\text{cm}$.
- ✓ Résistance à la traction = 65 à 90 N/mm^2 .
- ✓ L'aluminium est très ductile, on peut aisément le mettre en forme à l'état solide, par déformation.
- ✓ Module d'élasticité: 68000 MPa .
- ✓ Limite d'élasticité ($0,2\%$): 30 à 40 MPa .

L'aluminium fournit une excellente prise électrique, et est utilisé de plus en plus pour les lignes à haute tension sur grande distance, et possède aussi une excellente conductivité thermique fait de lui un matériau intéressant dans de nombreuses applications d'évacuation de la chaleur, c'est-à-dire de refroidissement (comme les systèmes d'air conditionné dans les véhicules).

La bonne résistance à la corrosion de l'aluminium fait aussi partie des propriétés attractives, déterminantes en milieu marin, et appréciée dans de nombreuses applications [2].

I.3 Désignation des alliages d'aluminium

Suivant aux directives de l'Aluminium Association (Washington DC, USA), les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système de quatre chiffres [3].

Le premier chiffre de 1 à 8 indique la famille d'alliages. Il est déterminé par l'élément principal de l'alliage.

- ✓ 1xxx, sans élément, pour l'aluminium non allié, les alliages correspondent à différents niveaux de pureté, Fe et Si étant les principales impuretés de l'aluminium.
- ✓ 2xxx Cu, pour les alliages Al-Cu, avec une sous-famille Al-Cu-Mg.
- ✓ 3xxx Mn, pour les alliages Al-Mn.
- ✓ 4xxx Si, pour les alliages Al-Si.
- ✓ 5xxx Mg, pour les alliages Al-Mg.
- ✓ 6xxx Mg + Si, pour les alliages Al-Mg-Si.
- ✓ 7xxx Zn, pour les alliages Al-Zn-Mg, avec une sous-famille Al-Zn-Mg-Cu.
- ✓ 8xxx divers, pour les autres alliages.

Les deux derniers chiffres sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage. La seule exception est la série 1000, dont ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium.

- ✓ 1xxx (1050 = 99,5 % Al, 1070 = 99,7 % Al, 1100 = 99 % Al).

Le second chiffre correspond aux variantes de l'alliage de base, brevetées pour des applications particulières, exemple : 7175, 7475 variantes du 7075.

I.4 Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium les plus répandus sont Al-Cu, Al-Si, Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Si, Al-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu. Dans l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement allié et des phases intermétalliques telles que Al_2Cu (phase θ), Mg_2Si (phase β). Il existe deux grandes classes d'alliages d'aluminium déformés plastiquement [4]:

- ✓ les alliages sans durcissement structural.
- ✓ Les alliages à durcissement structural.

I.4.1 Alliages sans durcissement structural

Différents mécanismes de durcissement interviennent dans ces alliages pour moduler les propriétés mécaniques tels que:

✓ Le durcissement par écrouissage correspond à une modification de structure provoquée par une déformation plastique [5], donc par déformation à froid, tels que la déformation par laminage, l'étirage, le tréfilage, permet d'accroître la limite élastique au détriment de l'allongement. La restauration des propriétés initiales des alliages peut être obtenue suite aux traitements thermiques appropriés.

✓ Le durcissement par addition en solution : la présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement un écrouissage.

✓ Le durcissement par l'effet de phase dispersée : lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la matrice et que leur taille est petite.

I.4.2 Alliages à durcissement structural

Le durcissement structural obtenu par un processus comportant :

- ✓ La mise en solution des éléments durcissant.
- ✓ La trempe, c'est à dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.
- ✓ Vieillessement à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers les conditions d'équilibre.

	Alliages à durcissement structural	Alliages sans durcissement structural
Série	2000	
	4000	1000
	6000	3000
	7000	5000

Tableau I.1 : classifications des alliages d'aluminium [6].

Dans le cas des alliages d'aluminium de la série 6000, les principaux éléments d'additions sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour la formation de la phase stable Mg_2Si . Le durcissement est assuré principalement par la précipitation de la phase métastable β'' . Ces alliages présentent des avantages cumulés d'une bonne soudabilité et d'une résistance à la corrosion. Ils ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, laminage, tréfilage) et à la mise en forme à froid à l'état recuit. Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes par rapport aux autres alliages d'aluminium et sont inférieures à celles des alliages 2000 et 7000. Leurs applications sont très variées: secteur automobile, naval et aéronautique [7].

I.5 Alliages Al-Mg-Si, Série 6000

Les alliages d'aluminium les plus distingués sont les alliages qui forment à l'état d'équilibre des solutions solide faiblement alliée ou des phases de dispersoïdes, d'où leur dénomination alliages à solution solide.

Les alliages Al-Mg-Si sont des alliages à solution solide de type Al-Mg₂Si [8], série 6000 qui fait partie de la catégorie des alliages à durcissement structural qui peuvent être durcis par précipitation de plusieurs phases métastables, tel que la phase stable β (Mg_2Si).

- ✓ Un groupe dont les compositions sont plus riches en magnésium et silicium tel que les alliages 6061 et 6082, qui sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...).
 - ✓ Une deuxième catégorie renferme une faible teneur en silicium qui par conséquent aura des caractéristiques mécaniques plus faibles tel que le cas du 6060 qui permettra de grandes vitesses de filage mais qui aura des caractéristiques mécaniques plus faibles [9].
- Les alliages de la série 6000 à une grande importance dans le domaine de l'industrie. Elle est essentiellement utilisée comme profils de structure (ridelles de camions pylônes, panneaux de signalisation routière...etc.). Il est aussi utilisé dans la fabrication

des câbles pour les lignes de transport et de distribution d'électricité, et dans la carrosserie automobile [10].

I.6 Les applications de l'aluminium et ses alliages

I.6.1 Domaine de transport

En raison de sa légèreté, l'aluminium et ses alliages peut être utilisé dans le domaine de transport, dans le sens de la construction des automobiles, des véhicules ferroviaires (les trains, les tramways, les métros), ainsi que l'aéronautique (les avions). Car il réduit les émissions de carburant et le bruit, les vibrations et la résistance à la corrosion de la consommation, et absorbe aussi le choc de l'accident, l'aluminium ne rouille pas. Dans la petite voiture, le poids de la structure de l'aluminium peut être jusqu'à 45 % inférieurs à la structure en acier, et aujourd'hui, 50 % des moteurs hors-bords sont fait d'aluminium. Une coque en aluminium peut tenir plus de 30 ans sans donner le moindre signe de fatigue, demande peu d'entretien que ces matériaux sont le résultat de son utilisation dans le domaine de la marine [11,12].

I.6.2 Domaine d'alimentation

L'aluminium a un grand champ d'utilisation dans le domaine de l'alimentation, par exemple il est utilisé dans la construction des boîtes de conservation, les papiers aluminium, canettes, barquettes, ustensiles de cuisine. Cependant, l'aluminium en cas d'ingestion importante peut parfois avoir des effets néfastes pour le système nerveux. Il a été reporté que des personnes aient développé une encéphalopathie (forme de démence) [11, 13].

I.6.3 Bâtiment

Dans le secteur du bâtiment, on peut citer les cadres de portes et de fenêtres, les bardages de façades ou encore les toitures qui se font de plus en plus avec de l'aluminium. L'aluminium a une bonne formabilité, ce qui donne la possibilité de produire économiquement des profilés de formes complexes pour les cadres de portes et de fenêtres. De plus, sa légèreté et sa bonne résistance à la corrosion (pour la garantie décennale) et son aspect décoratif (anodisé ou peint) le rendent attractif pour l'industrie du bâtiment.

I.6.4 Équipements électriques

L'aluminium est un bon conducteur de l'électricité. Il est léger et présente de bonnes caractéristiques mécaniques. Tous les câbles électriques de transport et de distribution extérieurs sont en aluminium, ainsi que la plupart des équipements utilisés dans les postes de transformation.



Figure I.1 : Câble électrique en aluminium (série 6000).

I.6.5 Équipements mécaniques

Beaucoup d'équipements mécaniques et accessoires sont à base d'aluminium ; citons les rivets, boulons, renforts de portières ou de capots de voitures.

I.7 Influence des éléments d'addition

La résistance mécanique de l'aluminium pur est relativement faible et interdit son emploi pour certaines applications. Cette résistance mécanique peut être notablement augmentée par l'addition d'autres métaux formant ainsi des alliages.

La différence entre alliages est due à l'élément d'addition principal, quelle que soit sa teneur. Il n'y a rarement qu'un seul élément ajouté (élément principal). Des additions d'autres éléments secondaires vont aussi influencer sur les caractéristiques de l'alliage. Il y a enfin des éléments présents dans l'alliage sans qu'ils aient été ajoutés volontairement ; ce sont les impuretés dont les plus importantes sont le fer et le silicium, et dont il faut contrôler précisément la teneur pour certaines utilisations car leur influence peut être défavorable. La nature et la teneur des éléments d'addition ont une influence sur plusieurs propriétés de l'alliage.

I.7.1 Influence d'excès de Si

La présence du Si en excès dans les alliages Al- Mg- Si a un double effet :

Il accélère la cinétique de précipitation des phases métastables et peut également favoriser l'apparition d'autres phases métastables en modifiant le rapport Mg/Si [14].

L'excès de Si augmente la densité des ZGP [15], et favorise ainsi une précipitation fine et uniformément distribuée de β'' [16]; ce qui améliore par conséquent les propriétés mécaniques de ces alliages.

L'excès de Si modifie la séquence de précipitation en faisant apparaître trois phases

métastables dans les derniers stades de précipitation avant l'apparition de la phase stable β [17].

I.7.2 Effet de l'addition de cuivre

Généralement le cuivre est toujours présent, dans les alliages d'aluminium industriels de la série 6000, au moins en tant qu'impureté. Les études de la précipitation dans le système Al-Mg-Si-(Cu) ont longtemps considéré que le cuivre ne changeait pas la séquence de précipitation s'il était présent dans l'alliage comme élément d'addition secondaire. L'effet d'une faible teneur en cuivre (0,1%) est affiné la précipitation et augmenté le durcissement après revenu [18]. En générale l'addition du cuivre s'avère pour augmenter la cinétique de la précipitation durcissant et amélioré la microstructure. Le Cu change la morphologie des précipités en lattes plus fines [19].

S. Esmail et J. Lloyd montrent que le cuivre améliore la cinétique de vieillissement à température ambiante faisant suite à la trempe. Ceci aurait résulté d'une forte interaction avec les lacunes [20]. On sait à présent que les phases apparaissant dans le système quaternaire Al-Mg-Si-Cu comme la phase Q et son précurseur métastable Q' apparaissent également dans les alliages peu chargés en cuivre [21]. L'augmentation de la teneur en cuivre de l'alliage conduit à des modifications importantes de la séquence. Epicier et al montrent que la disparition de la phase β ' au profit de la phase Q' dans un alliage 6061 chargé en cuivre [22].

I.7.3 Effet des éléments de transition

La plupart des alliages d'aluminium contiennent des éléments de transition secondaire en faibles quantités tels que Mn, Cr, Zr et Ti. Ces éléments de transition modifie de façon générale la forme, la taille des grains et retarde la recristallisation ou cours de la mise en solution [23]. Il s'agit toujours d'éléments à faible solubilité et à très faible diffusivité dans l'aluminium à l'état solide, ces éléments précipitent sous forme de particules dispersées, de phases binaires ou ternaires. C'est ainsi qu'on les nomme habituellement « dispersoïdes ». Leur taille, allant d'environ 50 à 500 nm, dépend des conditions d'homogénéisation ou de mise en solution. Ainsi, Mächler et al. Observent, sur les alliages 7000, une dispersion homogène de phase α' (Al_3Zr), réduisant fortement le taux de recristallisation [24]. Plus récemment, le rôle du scandium, formant avec l'aluminium la phase Al_3Sc , cohérente avec la matrice, a été mis en évidence par Jones [25]. Cette phase permet de diminuer fortement le taux de recristallisation tout en améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage. Selon Robson, l'ajout simultané de zirconium et de scandium a pour effet de former la phase $\text{Al}_3(\text{Sc},$

Zr) qui est distribuée de façon plus homogène que les simples dispersoïdes au zirconium. Un faible ajout (0.02wt%) de scandium permettrait d'éliminer complètement le phénomène de recristallisation dans des conditions normales de laminage [26], et aussi de garder la texture de laminage [27].

I.8 Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium

D'une façon générale, le traitement thermique fait référence à toutes les opérations de chauffage et de refroidissement faites dans le but de changer les caractéristiques mécaniques et la microstructure d'un métal. Pour les alliages d'aluminium, le terme traitement thermique est surtout utilisé pour les opérations visant à augmenter les propriétés mécaniques des alliages à durcissement structural. On désigne ces familles d'alliages comme traitables thermiquement de façon à les distinguer des familles d'alliages à durcissement par écrouissage dont les traitements thermiques en peu d'influence les propriétés mécaniques (limites élastiques et résistances à la traction)

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium sont généralement répartis en quatre différents types:

I.8.1 Traitement d'homogénéisation

Le traitement d'homogénéisation consiste à chauffer le matériau à une température relativement élevée, généralement de 450°C à 500°C pour l'aluminium et 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium [28]. Et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures). Ce traitement a pour but de dissoudre les phases présentes au sein de l'alliage, de sorte à réaliser une homogénéisation de celui-ci sous une seule et même phase.

I.8.2 Traitement d'adoucissement

Les traitements d'adoucissement ont pour but d'adoucir un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. On note parmi ces traitements thermiques le traitement de restauration et le traitement de recristallisation utilisés dans le cas de matériaux écrouis, et le traitement de recuit de précipitation dans le cas de matériaux trempés. Ce dernier traitement consiste en un chauffage assez prolongé à température élevée afin d'obtenir un adoucissement de l'alliage produit par l'évolution des précipités provenant des constituants de l'alliage.

I.8.3 Traitement de durcissement structural

Le durcissement structural a une importance primordiale dans la métallurgie des alliages d'aluminium car c'est le processus par excellence qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques. Ce type de traitement comprend généralement trois étapes distinctes:

a) mise en solution solide

Le traitement de mise en solution solide peut être considéré comme un traitement d'homogénéisation et d'adoucissement. Ce traitement est effectué à température assez élevée, et permet de dissoudre les phases qui ont précipité dans l'alliage. Ceci contribue aussi à la diminution de la dureté du matériau.

b) Trempe

La trempe est une opération nécessaire pour effectuer un traitement thermique. Cette opération consiste en un refroidissement suffisamment rapide de la solution solide obtenue dans la première étape, pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. Elle ne prend pas de temps, puisqu'elle a une très courte durée. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg_2Si pendant le refroidissement et de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~ 260 °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce. Le résultat de cette opération est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes [29].

c) traitement thermique de vieillissement

Les traitements thermiques de revenu sont constitués d'un maintien à une température constante, ce qui engendre un durcissement important de l'alliage.

Le durcissement obtenu en fonction du temps et de la température de maintien, s'explique par un phénomène de précipitation qui résulte de la décomposition de la solution solide sursaturée.

Le but principal des traitements de vieillissement est de modifier les propriétés mécaniques des alliages après trempe. Ces propriétés mécaniques sont convenables pour plusieurs applications.

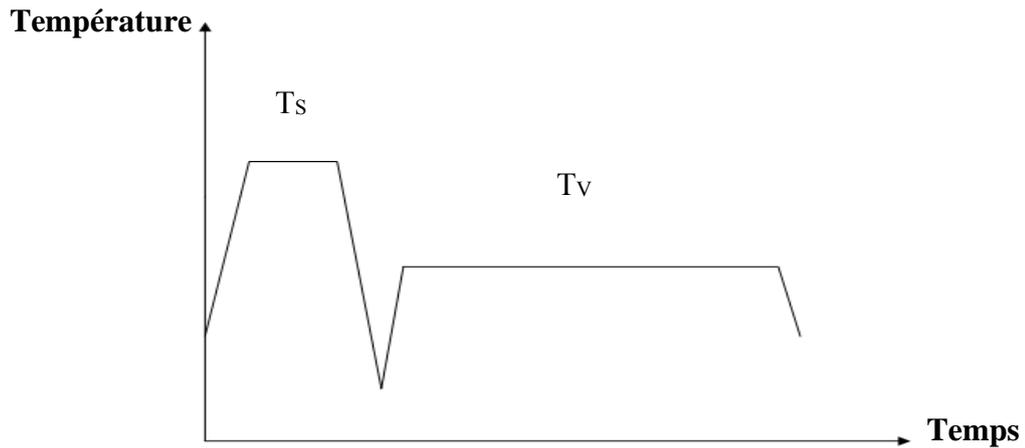


Figure I.2: Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structure.

Ts: la température minimale de mise en solution.

Tv: la température de vieillissement.

I.8.4 Traitement de vieillissement

Ce terme désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant. Bien que la distinction soit parfois difficile, le terme de corrosion désigne plus spécifiquement une dégradation et/ou une perte de matière par réaction (se produit en surface de la pièce considérée) chimique du matériau avec son environnement. L'usure est une perte de matière d'origine mécanique, consécutive au mouvement relatif de deux surfaces solides en contact. Il y a deux types sont :

a) Vieillessement naturel (Maturation)

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leurs traitements thermiques. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type de l'alliage. Le vieillissement naturel est stable peut durer de quelque jours jusqu'à plusieurs d'années. Certains alliages de la série 6000 peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante. Ainsi le vieillissement naturel a été vu pour augmenter la dureté [30].

b) Vieillessement artificiel (Revenu)

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, pendant un temps de maintien qui dépend suivant des objectifs voulus et la nature du matériau traité. Ce type de vieillissement accélère la précipitation et entraîne une dureté plus élevée par comparaison au vieillissement naturel. Il est effectué généralement à des températures variant dans l'intervalle [100°C à 240°C] dans le cas des alliages d'aluminium Al- Mg- Si.

I.9 désignation des états métallurgiques

Il existe une série des traitements thermiques standard développés par l'industrie 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 I.2.**

F	Etat brut de fabrication
O	Etat recuit
H	Etat écroui et éventuellement restauré ou stabilisé
T	Etat durci par traitement thermique

Tableau I.2 : Désignation des états métallurgiques de base.

Les états F et O ne comprennent pas de subdivision. Les états H et T comprennent les subdivisions ci- après :

Subdivision de l'état H :

✓ Le premier chiffre indique le moyen principal d'obtention du produit.

H1 : Ecouissage.

H2 : Ecouissage puis restauration.

H3 : Ecouissage puis stabilisation.

✓ Le second chiffre indique le niveau de dureté du métal.

2 : Etat quatre dur.

4 : Etat demi dur.

6 : Etat trois quatre dur.

8 : Etat dur.

9 : Etat extra dur.

Subdivision de l'état T : Les principaux traitements thermiques sont rassemblés dans le **tableau I.3.**

	Traitement thermique		Symbole
Traitement avec mise en solution séparée.	Sans Ecrouissage	Mûri	T4
		Revenu	T6
		Sur revenu	T7
	Avec Ecrouissage	Ecroui Mûri	T3
		Revenu	T8
		Revenu et Ecroui	T9
Traitement sans mise en solution séparée.	Sans Ecrouissage	Mûri	T1
		Revenu	T5
	Avec Ecrouissage	Revenu et Ecroui	T10
		Ecroui Mûri	T11
		Revenu	T12

Tableau I.3 : Différents traitements thermiques et leurs symboles [9].



Chapitre II :
Précipitation
Dans les
alliages Al-Mg-Si

II.1 Généralités sur les phénomènes de précipitation

II.1.1 Définition de la précipitation

Plusieurs facteurs déterminent la cinétique du processus physico-chimique de la précipitation d'une solution solide sursaturée. On peut citer en particulier, le type de transformation et la présence des défauts du réseau avec leur répartition dans l'alliage. Plusieurs intérêts s'attachent à l'étude des réactions de précipitation mais le principal intérêt concerne les modifications des propriétés mécaniques des alliages où elles se manifestent. Ces changements de propriétés consistent, généralement, en une élévation de la limite élastique, de la charge de rupture et de la dureté. Ces dernières grandeurs évoluent étroitement, au cours du vieillissement, avec la température et l'état structural du matériau.

On décrit la précipitation par la succession de trois étapes : germination, croissance et coalescence. La germination est définie comme étant une augmentation du nombre de précipités à lieu du fait d'une sursaturation importante de la solution solide. Lorsque la barrière de germination devient élevée, la germination s'arrête, les précipités existants vont croître et pendant cette étape de croissance, le rayon des particules formées augmente, alors que le nombre de précipités reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche de zéro, la diminution de la surface totale des précipités permet au système d'évoluer. Ce mécanisme est interprété par la croissance des plus gros précipités au détriment des plus petits : c'est le phénomène de coalescence qui se traduit par une diminution du nombre de précipités. Dans la réalité, ces trois étapes peuvent coexister simultanément et doivent être étudiées ensemble pour donner des modèles précis aux cinétiques de précipitation. Il existe plusieurs méthodes qui permettent la simulation de ces cinétiques, à différentes échelles. Pour déclencher une réaction de précipitation, les trois étapes sont à prévoir:

- ✓ Le traitement d'homogénéisation qui consiste à l'élimination de toute ségrégation dans l'alliage pour arriver à un système monophasé homogène. On choisit une température d'homogénéisation au-dessus de celle de la limite de solubilité, dans le domaine monophasé et au-dessous de celle de l'eutectique pour palier aux problèmes des fusions partielles dues à une hétérogénéité de concentration.
- ✓ La trempe rapide dans le but d'avoir une seule phase hors équilibre. Elle est dite solution solide sursaturée, car elle contient, à cette température, plus de soluté que la solution solide d'équilibre; en plus une autre sursaturation en lacunes peut être provoquée.

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

- ✓ Le vieillissement à l'ambiante ou artificiel à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases.

Les deux approches qui permettent de décrire la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée sont : la décomposition spinodale et la théorie classique de la germination et de la croissance.

II.1.2 Les type de précipitation

On peut définir deux types de précipitations : la précipitation discontinue et la précipitation continue.

a) La précipitation continue

Toute transformation où la concentration du soluté de la phase mère diminue continuellement jusqu'à la valeur d'équilibre est dite précipitation continue. La décomposition de la solution solide sursaturée est suivie par la variation du paramètre du réseau, mais cette fois d'une façon continue. Donc, dans un premier temps, la précipitation continue conduit à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés grossissant par le drainage des atomes du soluté [ce processus conduit à la coexistence de trois phases : la solution solide de trempe, la solution solide appauvrie (équilibre) et la nouvelle phase précipitée].

b) La précipitation discontinue

On définit la précipitation discontinue comme étant une transformation de phase qui divise le matériau en deux régions : une transformation est complète et une solution solide encore sursaturée. Au cours du vieillissement, le paramètre du réseau varie alors d'une façon discontinue (ce processus conduit à deux phases : une phase initiale est une nouvelle phase).

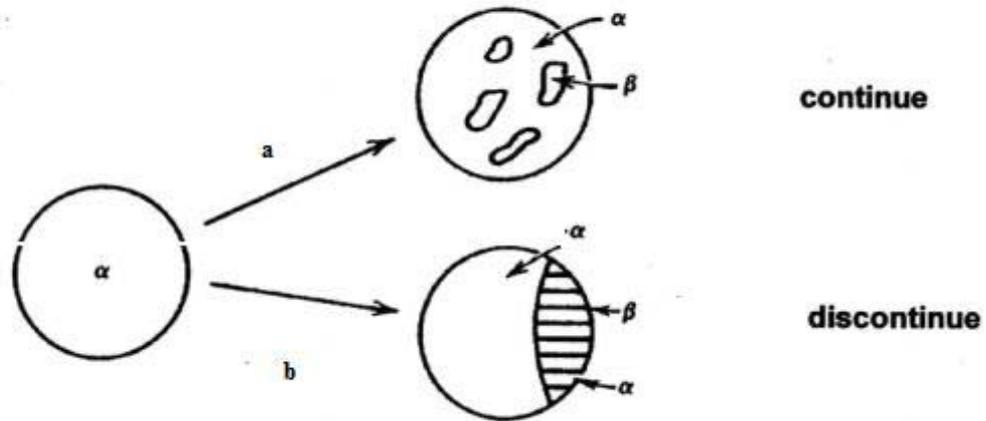


Figure II.1 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [31].

II.1.3 Mécanismes de précipitation

a) La germination :

Il est connu que l'étape initiale de la précipitation est la germination qui suppose la formation, à partir de la matrice, de germes stables, riches en soluté et dotés d'une interface définie avec la matrice. La germination est due aux fluctuations naturelles de concentration de la phase mère et semble se faire au hasard.

On distingue deux types de germination:

❖ *Germination Homogène*

Une transformation homogène est caractérisée par le passage graduel de l'alliage par une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final. La germination homogène apparaît complètement au hasard à travers tout l'alliage [32]. Aux températures où la mobilité atomique est appréciable, des réarrangements locaux des diverses espèces d'atomes se produisent continuellement. Le modèle le plus simple suppose que les germes produits présentent la même structure et la même composition que la phase d'équilibre [33,34].

Ces hypothèses laissent la forme et la taille de l'embryon comme seuls paramètres.

Bilan de variation d'enthalpie peut s'exprimer comme suit :

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s + \Delta G_d \dots \dots \dots (II.1)$$

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Où:

ΔG_v : La variation d'enthalpie libre volumique.

ΔG_s : La variation d'enthalpie libre superficielle.

ΔG_d : La variation d'enthalpie de déformation.

En première approximation, le terme ΔG_d est négligeable vu sa faible contribution au premier stade de la germination (germe de très petite dimension). Les deux autres termes de variations d'enthalpie libres sont étroitement liés aux dimensions du germe. Dans le cas d'un grand germe sphérique on a :

$$\Delta G_v = -\frac{4\pi r^3}{3} (G_\beta - G_\alpha) \dots\dots\dots (II.2)$$

$$\Delta G_s = 4\pi r^2 \delta \dots\dots\dots (II.3)$$

Où G_β et G_α sont les enthalpies libres spécifiques des phases β et α respectivement et δ l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface α/β . La variation totale de l'enthalpie libre sera alors :

$$\Delta G = \frac{4\pi r^3}{3} (G_\beta - G_\alpha) + 4\pi r^2 \delta \dots\dots\dots (II.4)$$

La valeur critique du rayon r_c du germe est déterminée par la condition

$$\frac{d\Delta G}{dr} = 4\pi r^2 (G_\beta - G_\alpha) + 8\pi r \delta = 0 \dots\dots\dots (II.5)$$

Si $r < r_c$ alors $\frac{d\Delta G}{dr} > 0$. La croissance des germes entraîne une augmentation de l'énergie libre, et ces germes ont donc tendance à disparaître; par contre les germes dans le cas de $r > r_c$ sont stables entraînant ainsi une diminution de l'énergie libre.

La figure (II.2) représente la variation d'enthalpie libre associée à la formation d'un germe sphérique en fonction de son rayon.

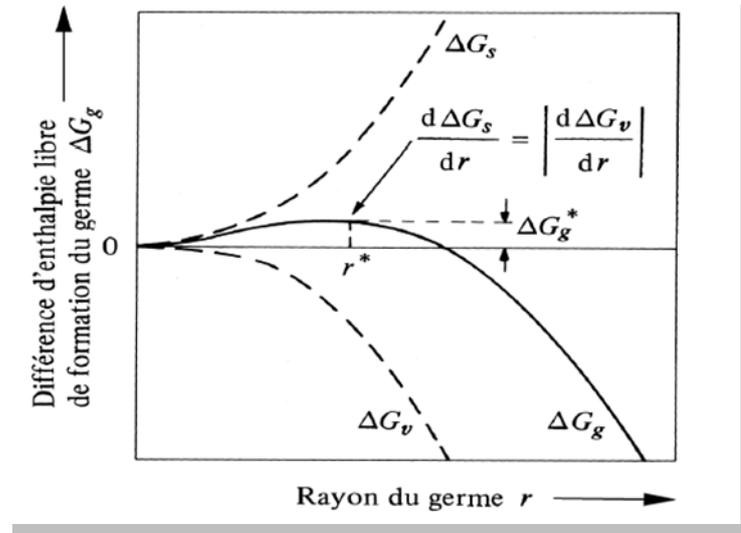


Figure II.2: Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r de ce germe [35].

❖ Germination Hétérogène

Une transformation hétérogène implique la présence de deux régions distinctes dont l'une est transformée et l'autre non. En effet, la germination s'opère de préférence sur les hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation du germe en réduisant soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation, soit les deux. Les hétérogénéités peuvent être des dislocations, des surfaces d'impuretés ou des joints de grains.

b) Croissance des précipités

Une fois un germe stable est formé, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules au niveau de l'interface délimitant la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité provoque un changement de volume qui a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases. En plus, elle fait apparaître une interface entre le précipité et la matrice, de telle sorte, que la différence entre les énergies de liaison atomique dans les deux milieux à cet endroit est appelée énergie d'interface. Les deux termes de l'énergie de déformation et celui de l'énergie d'interface jouent un rôle important sur les différentes interfaces existantes entre la phase mère et le précipité. D'après certains auteurs [36], il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la **figure (II.3)**.

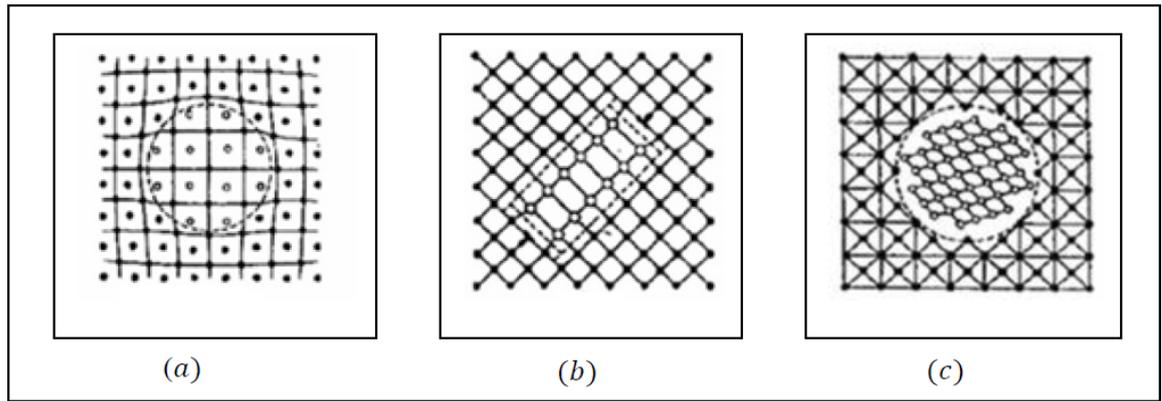


Figure II.3 : Représentation schématique des trois types de précipitation [36].

(a) : Précipités cohérents.

(b) : Précipités semi cohérents.

(c) : Précipités incohérents.

❖ *Précipités cohérents*

Ces précipités forment une interface cohérente avec la matrice c'est-à-dire que le plan d'atomes constituant l'interface, indépendamment de la nature chimique de ces précipités, est commun aux deux phases (**figure II.3.a**). Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient identiques ou presque identiques. Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté complètement cohérent avec la matrice.

❖ *Précipités semi cohérents*

Quand le germe atteint une dimension critique au-delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus important que l'énergie inter-faciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans quelques endroits de l'interface et ce précipité devient semi cohérent (**figure II.3.b**).

❖ *Précipités incohérents*

Ces précipités forment une interface avec la matrice à travers laquelle il n'existe aucune continuité du réseau cristallin. Au cours de la croissance du précipité les dislocations continuent leur introduction progressive jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque en passant d'une structure à l'autre au niveau de cette interface (**figure II.3.c**).

c) Coalescence des précipités

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grosses particules croissent aux dépens des plus petites [37]. La force motrice de ce changement est la tendance du système à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. Le processus requiert la diffusion des atomes de soluté des régions voisines des petites particules vers les régions entourant les grosses, ce qui implique que la concentration de ce soluté dans la solution en équilibre avec un précipité est plus grande pour une petite particule de précipité que pour une grosse particule. Puisque la proportion des atomes localisés à l'interface augmente lorsque la taille décroît, il s'en suit que l'énergie libre par atome du précipité est plus grande pour les petites particules. Dans un système contenant des particules de diverses tailles, des gradients de concentration existent dans la matrice, ce qui produit la diffusion du soluté des régions entourant les petites particules vers celles adjacentes aux grosses. La coalescence est généralement accompagnée d'une diminution de la résistance mécanique de l'alliage [37].

II.2 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques

L'évolution de la précipitation au cours du revenu d'un alliage, il est nécessaire de relier aux propriétés mécaniques que présente le matériau en questions.

L'obtention de l'état d'équilibre d'une solution solide sursaturée, se fait par la formation fine des précipités, ce qui augmente leur résistance à la déformation.

La vitesse de précipitation augmente, au fur et à mesure que la température augmente. Elle dépend aussi de la composition chimique. On distingue de types d'alliages ceux qui durcissent à froid et ceux qui durcissent à chaud. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec prolongement du temps de vieillissement. Ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité du soluté dans le solvant augmente avec la température. Ce caractère est observé surtout dans certains alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le fait d'avoir un matériau léger et possède d'importantes propriétés mécaniques améliorées. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure lustrée dans **la figure II.4**. On observe trois états successifs qui

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

sont : l'état sous-vieilli, bien vieilli et sur-vieilli. Cette séquence provoque une amélioration puis une diminution de la résistance mécanique, tandis que la ductilité varie en sens inverse.

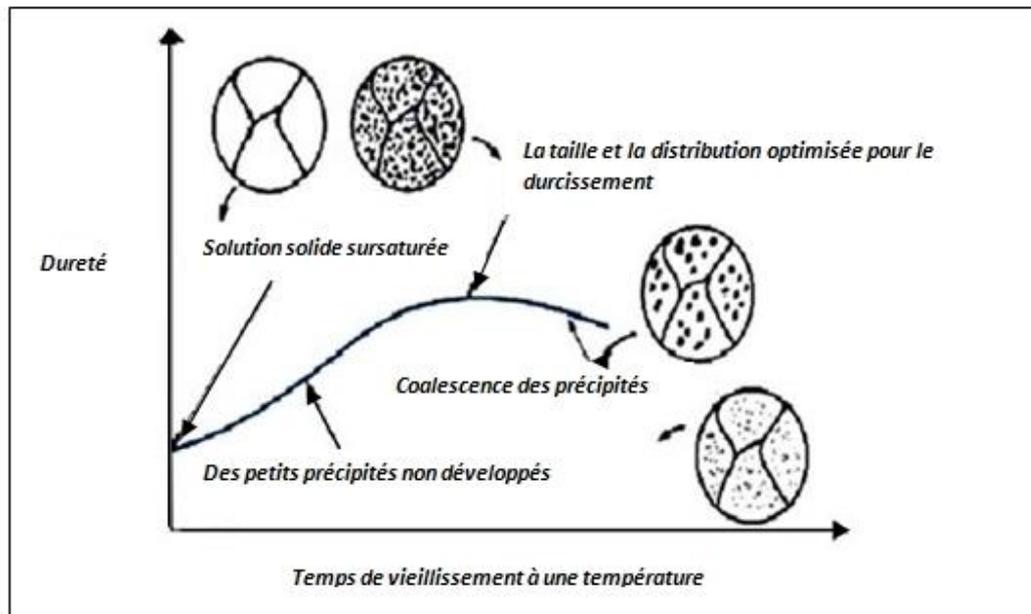


Figure II.4 : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement [38].

II.3 Détails sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

D'une façon générale, l'expérience a montré, dans le cas des alliages d'aluminium, que pendant la maturation on a affaire exclusivement à la précipitation, c'est-à-dire à la formation des zones GP, qui diffèrent en nombre, dimensions, formes et dans la cinétique de croissance d'un alliage à un autre, cependant que, par suite des difficultés de germination, la phase stable ou les autres phases métastables, ayant une structure cristallographique différente de celle de l'aluminium, ne peuvent pas apparaître. Pendant le revenu, quoiqu'on puisse encore avoir au début l'apparition de zones GP, celles-ci sont généralement remplacées par une ou plusieurs phases métastables.

De nombreuses études menées sur la cinétique de précipitation des alliages Al-Mg-Si-(Cu) en modes isothermes et anisothermes [39, 40,41, 42] décrivent les séquences de décomposition mises en jeu lors du chauffage et l'influence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de transformation.

II.4. Phases formées

La cinétique de précipitation dans un alliage commercial a été étudiée pendant le cycle de chauffage depuis l'état brut de coulée, jusqu'à la température d'homogénéisation par

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

différentes techniques de caractérisation [43,33]. Les analyses effectuées en mode isotherme [44,37] et an isotherme [45,46]. Ont permis de caractériser les séquences de transformations mises en jeu lors du cycle de chauffage avant homogénéisation, ainsi que l'influence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de transformation.

Lorsque le rapport atomique mg/si est égal à 2 (rapporte massique 1.731), la séquence de précipitation générale de ces alliages est classiquement :

Al SSS \rightarrow clusters de Si et Mg \rightarrow Dissolution des clusters de Mg \rightarrow formations des Co-clusters Mg/Si \rightarrow GP \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β (Mg_2Si) [47,48]. Où:

- ✓ (SSS) : est la solution solide sursaturée de la matrice α -aluminium.
- ✓ GP : représente les zones Guiner Preston apparemment de formes sphériques avec des structures inconnues.
- ✓ β'' : représente les Précipités sous forme d'aiguilles allongés le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$ ayant des structures monocliniques, différentes valeurs de paramètres de réseau cristallin ont été rapportés, [49,39].
- ✓ β' : Précipités sous forme de bâtonnets allongés le long de la direction $\langle 100 \rangle_{Al}$ ayant une structure cristalline hexagonale ($a=0.705nm$ et $c=0.405nm$) [49].
- ✓ β : Phase d'équilibre $\beta(Mg_2Si)$ sous forme de petites plaquettes sur les plans $\{100\}$ de la matrice α -aluminium et ayant une structure CFC du type CaF_2 ($a = 0.636nm$) [50].

a) Les zones GP

Récents travaux sur les alliages, Al- Mg -Si par la sonde atomique donnée des résultats intéressants [49,51]. Ils ont montré que les amas d'atomes sont toujours situés aux nœuds du réseau cristallin de la matrice α -aluminium et sont constitués de faibles portions de plans cristallographiques du réseau de α -aluminium enrichis en atomes de soluté. Ils constatent que les amas d'atomes sont plus ou moins sphériques et qui contiennent en majorité des atomes d'aluminium en plus des atomes de Mg et/ou Si. Elles sont orientés selon les directions $[100]_{Al}$ [52], Cayron [43,53]. Rapporte que les amas homo-atomiques, il s'agit d'amas enrichis en un seul type de soluté en plus des atomes de solvants, et non pas d'objets contenant 100% du soluté en question. Edwards et al [51]. Ont observés des amas de Mg et de Si et des hétéro amas contenant Mg et Si après l'apparition d'un large pic endothermique sur les courbes de (DSC) [54,55]. Ils affirment que leur profil de concentration ne laisse apparaître que des homo-amas de Mg dans l'état brut de trempe. Ils suggèrent qu'une maturation à température ambiante et/ou un prévenu à température inférieure à $100^\circ C$ verraient la formation d'amas de Si et ensuite les co-amas Mg-Si. Ces deux équipes sont cependant

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

d'accord pour le cas des co-amas formés pendant le prérevenu servent très probablement de sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β'' . Vaumousse et al. [56], en étudiant des alliages de la série 6000, sont arrivés à la même conclusion à l'aide d'une technique d'identification d'amas. Ils affirment qu'un alliage brut trempé contient déjà des amas de solutés, mais ne précisent pas s'il s'agit d'homo- ou d'hétéro amas. Mais, l'efficacité de détection d'un amas paraît cependant limitée.

b) Phase β''

La phase β'' est métastable cohérente avec la matrice α -aluminium. Elle présente une morphologie similaire à celle des amas de soluté [46]. Elle a une forme d'aiguilles qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$ [52]. Il y a longtemps que cette phase a été considérée dans la littérature comme zone GP-II et ce en se basant sur un cliché de diffraction électronique qui montre des traînées diffuses perpendiculaires aux directions [001] du réseau réciproque de la matrice α -aluminium [57]. La dénomination de cette phase par β'' et sa structure cristallins ont été initialement présentées par Wang [48], suite à une étude de cette phase par rayon X d'un alliage Al-Mg-Si. L'auteur a pu déterminer la structure de la phase β'' qui est du type monoclinique, avec les paramètres suivantes $a = b = 0.616 \text{ nm}$, $c = 0.71 \text{ nm}$ et $\gamma = 82^\circ$. Selon les travaux menés par les auteurs [49,39]. Et [34]. Cette phase est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu) à faible teneur de cuivre. Andersen et al [54]. Qui ont beaucoup travaillé surtout sur l'extraction du motif complet des précipités et ils ont publié une étude résolvant entièrement la structure de β'' et de paramètres de maille $a = 1,516\text{nm}$, $b = 0,405\text{nm}$, $c = 0,674\text{nm}$, $\gamma=105,3^\circ$. Selon ces chercheurs, le rapport Mg /Si des précipités est donc égale à 5/6. L'argument principal de l'exclusion des atomes d'aluminium est la distance interatomique calculée dans la structure difficilement acceptable pour des atomes d'aluminium. Alors que d'autres travaux de recherche [47,58]. Affirment l'existence d'une certaine quantité d'aluminium était probablement présente dans les précipités aux premiers stades de développement, en substitution des atomes de Mg. Donc le rapport Mg/Si devient inférieur à la valeur théorique ($\text{Mg/Si} = 5/6$), mais ce rapport tendrait vers la dernière valeur au cours du revenu eus te ces rapports sont compris entre 1 et 1,7. Le résultat des études de ces précipités par la sonde atomique ont montré que le rapport Mg/Si des précipités est inférieur à 2 et qui est le rapport stœchiométrique correspondant à la phase stable Mg_2Si [59]. Matsuda et al [60]. Ont trouvé ce rapport égal à 0,17. Ces rapports sont étroitement liés à la

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

composition nominale de l'alliage. Il est de l'ordre de 1,7 pour des alliages Al-Mg₂Si autour de 1 dans des alliages contenant un excès de Si.

Les tailles des précipités observés sont peut être responsables des écarts à la stœchiométrie. En effet, la microstructure correspondante au pic de dureté montre des précipités de tailles de l'ordre de 2 nm [61,54].

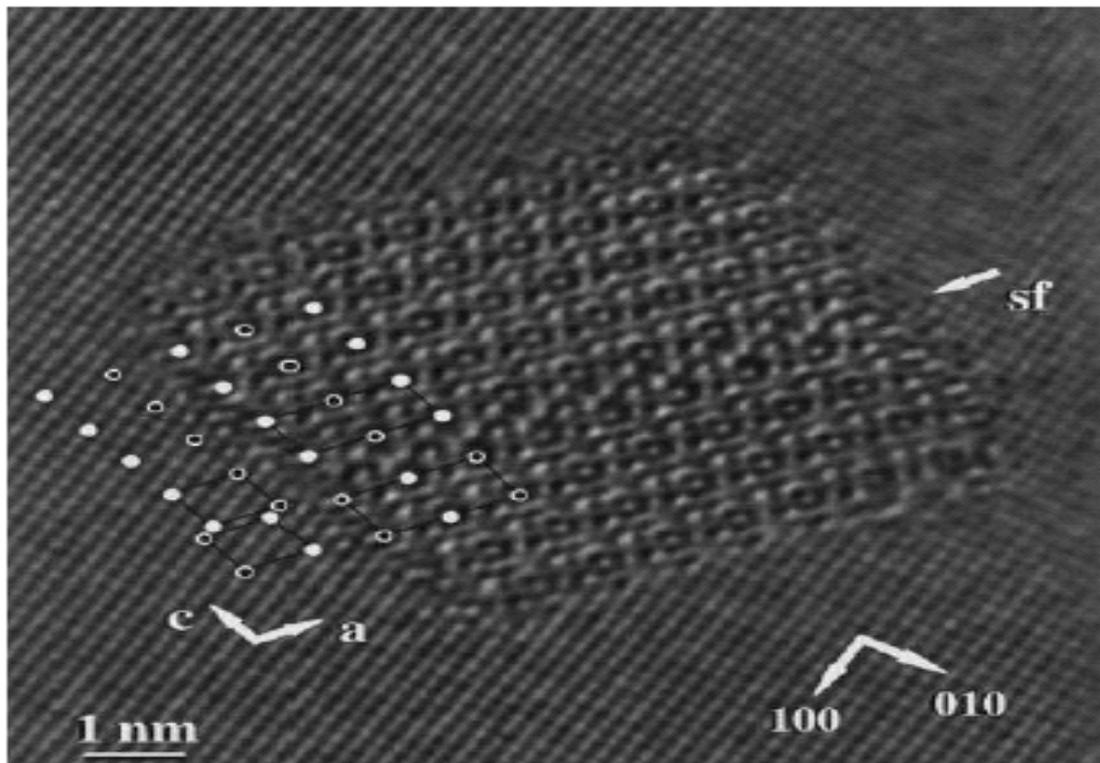


Figure II.5 : Image de la phase β'' obtenue par MET à haute résolution, la direction du faisceau électronique est parallèle à $[001]_{Al}$ [62].

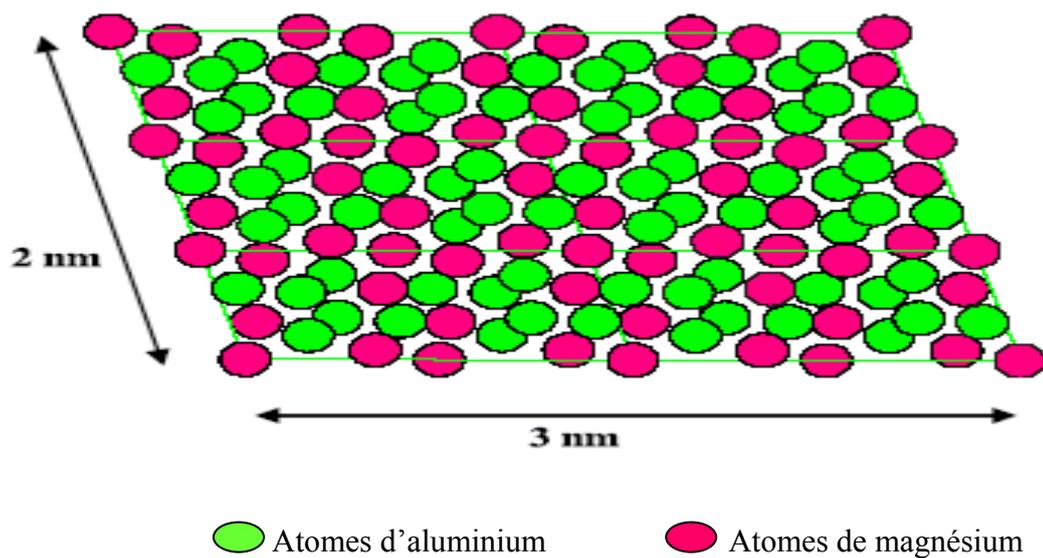


Figure II.6: Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al. [62] dimensions similaires à ceux présents au pic de dureté. Le rapport Mg/Si de ce précipité vaut 0,95 (distinct de la stœchiométrie 5/6 déduite de la formule chimique).

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Les structures proposées pour la phase β'' sont :

- ✓ Monoclinique (P2/m) $a = 0,770$ nm, $b = 0,670$, $c = 0,203$ nm, $\gamma = 75^\circ$ [53].
- ✓ Monoclinique C2/m $a = 1.516$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.674$ nm, $\gamma = 105.3^\circ$ [54].
- ✓ Monoclinique $a = 0.30$ nm, $b = 0.40$ nm, $c = 0.33$ nm, $\gamma = 71^\circ$ [63].
- ✓ Monoclinique bc, $a = 1.534$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.689$ nm, $\gamma = 106^\circ$ [51].

c) Phase β'

Cette phase a un rapport Mg/Si plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports Mg/Si trouvés dans la littérature sont pratiquement identiques à ceux mesurés de la phase β' (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase se précipite sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Les bâtonnets β' sont semi cohérents avec la matrice α -aluminium le long des grands axes. sa structure a été bien déterminée par la diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres [45] :

- ✓ $a = 0,705$ nm, $c = 0,405$ nm, rapport Mg/Si : 1.73 [41].
- ✓ $a = b = 0,407$ nm, $c = 0,405$ nm, rapport Mg/Si : 1.54 [41].

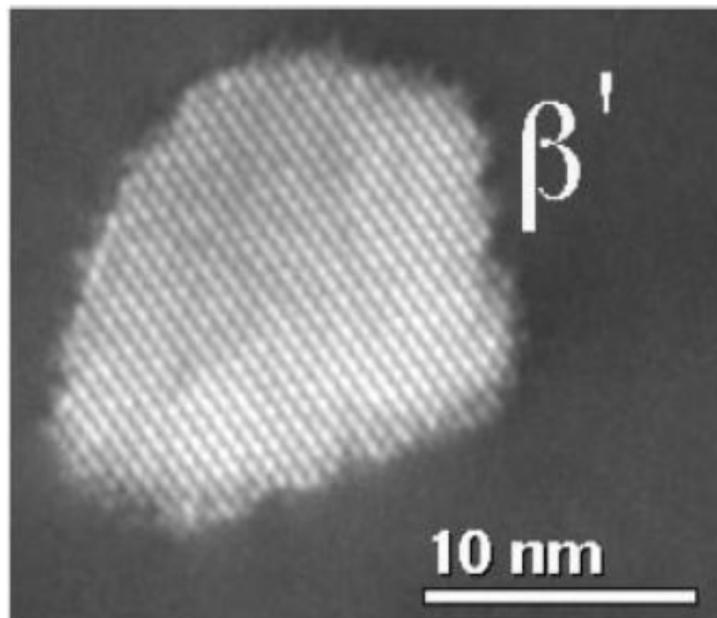


Figure II.7: Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si [43].

d) Phase d'équilibre β -Mg₂Si

La nucléation de cette phase se fait après dissolution de la phase intermédiaire β' et ne correspond pas à la transformation de cette dernière. Ceci peut être argumenté par le fait que ces deux phases ont des structures cristallographiques entièrement différentes [64]. Elle

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

précipite sous forme de plaquettes d'épaisseurs proche d'une dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille $a = 0,639\text{nm}$ [60].

La phase β est incohérente avec la matrice α -aluminium, mais conserve toutefois les relations d'orientations : $(001) \beta \parallel (001) \text{Al}$ et $[110] \beta \parallel [100] \text{Al}$ [60].

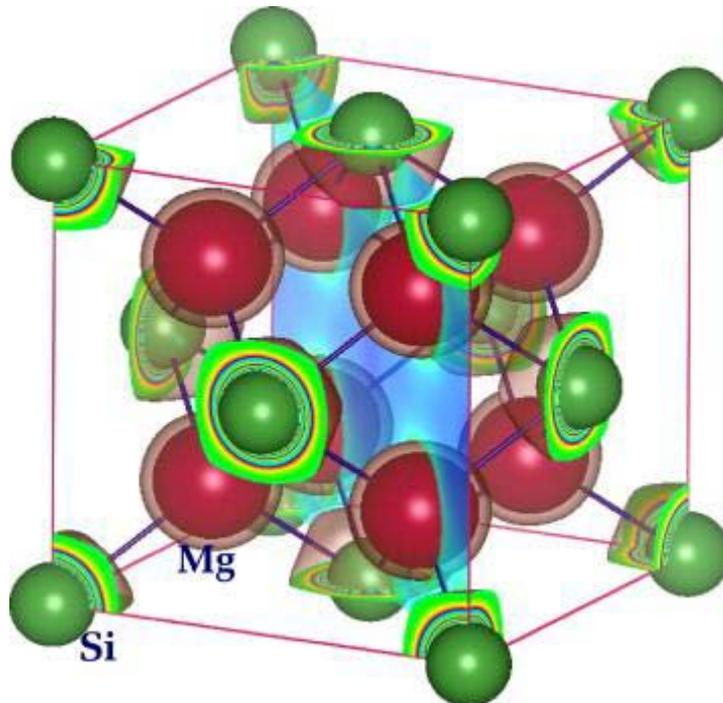
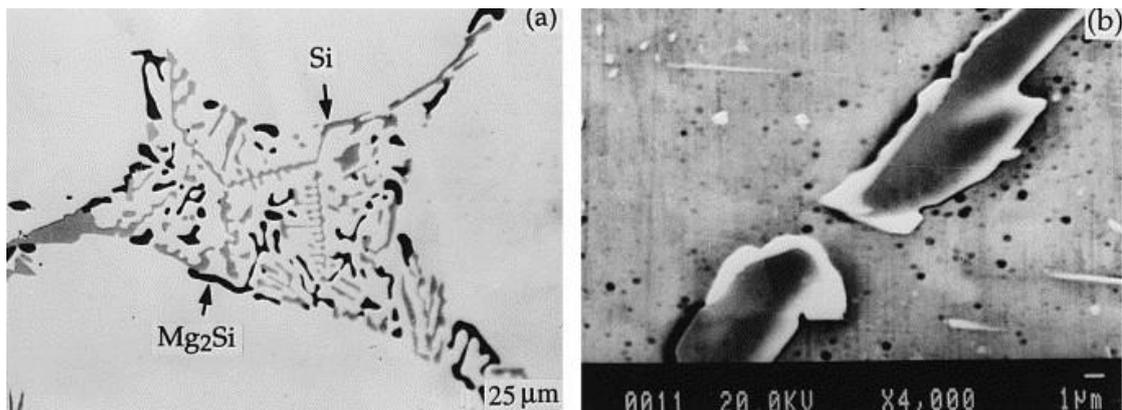


Figure II.8: Précipitation de la phase β (Mg_2Si) d'un alliage Al-Mg-Si et le modèle de sa structure. [43].

Cayron [65]. Rapporte les diverses phases de précipités et les transitions de phases qui se produisent pendant la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si-(Cu) (**figure II.9**).

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Les structures sont schématisées sur une grille cartésienne conformément aux rapports d'orientation en vigueur. La normale au plan des réseaux cristallins est cohérente avec le réseau de la matrice α -aluminium ($a = 4.05 \text{ \AA}$). Des hexagones renfermant des atomes Mg peuvent être distingués presque dans toutes les structures. Chaque hexagone renferme un parallélogramme constitué de quatre atomes.

- ✓ Miao et Louaghlin [55]. ont étudié la formation des précipités et la dissolution dans deux alliages d'aluminium différents en utilisant la DSC. L'étude a été faite sur des échantillons immédiatement après homogénéisation et trempe. Les résultats obtenus sont représentés dans **la figure II.9** et résumés dans **le tableau II.1**.

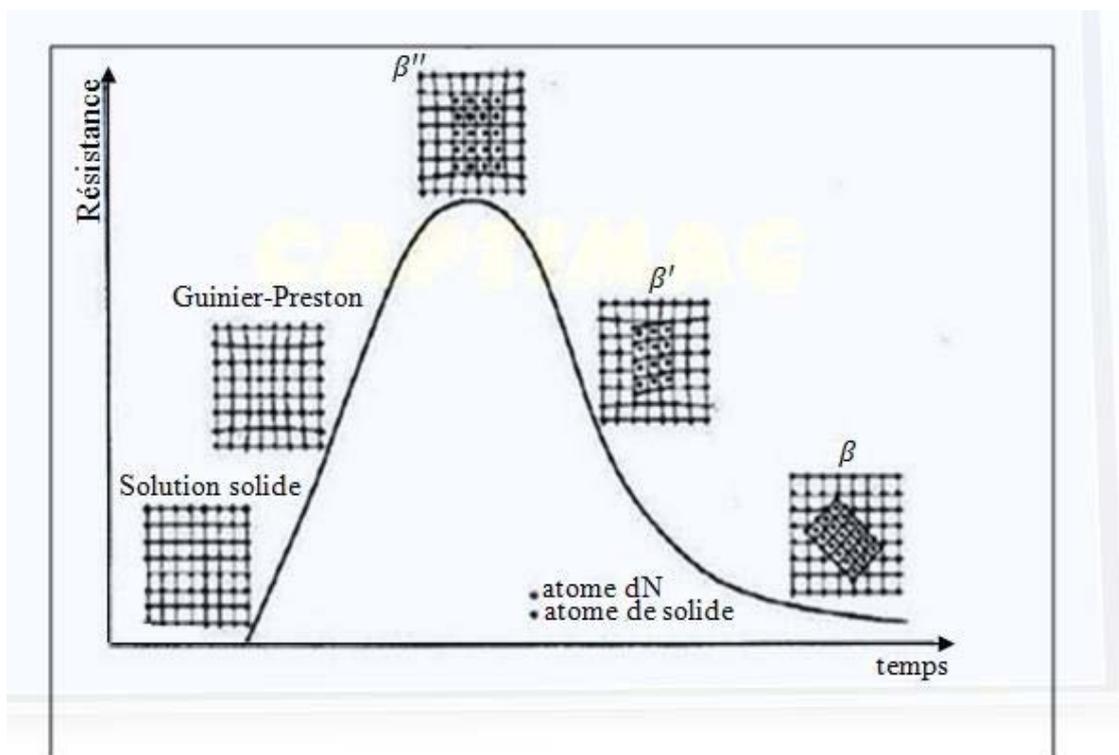


Figure II.9 : Evolution de la résistance avec la morphologie des propriétés durcissant en fonction du temps de revenu pour la série 6000 [65].

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Réaction	Genre de réaction	Domaine approximation de température en °C	Identification de l'origine de l'effet
I(1)	Exothermique	80-100	Formation des Zones GP
	Endothermique	150	Dissolution des Zones GP
II(2)	Exothermique	250	Formation de la phase β''
III(3)	Exothermique	250-260	Formation de la phase β'
IV(4)	Exothermique	380-400	Formation de la phase β
V(5)	Endothermique	440-530	Dissolution de la phase et des particules de Si

Tableau II.1 : Résumé des différents points significatifs des courbes des alliages (a) et (b) de la figure II.1 [66].

e) La phase Q'

❖ Cas des alliages Al-Mg-Si-(Cu)

La famille des alliages Al-Mg-Si-(Cu) est formée lorsque le cuivre est ajouté à la série 6000, ou réciproquement, quand le silicium est ajouté aux alliages Al-Cu-Mg de la série 2000 [67].

La conséquence principale de l'addition de cuivre aux alliages Al-Mg-Si est la formation de la phase quaternaire $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ (Q). Cette phase est très stable et peut être distinguée dans les alliages Al-Mg-Si avec excès de silicium même en petites additions de cuivre 0.25 %. Cette phase se forme lors de la solidification et est en équilibre avec l'aluminium. Dans les conditions suivantes: $Mg/Si < 1.73$, $(Mg) > 2(Cu)$, et $(Cu) > 1\%$. Selon le rapport entre le cuivre, magnésium et silicium, cette phase peut coexister avec la phase $Al_2Cu(\theta)$ (qui apparaît dans les alliages Al-Cu-Mg-Si avec une quantité suffisante de cuivre $> 4\%$), la phase Mg_2Si , et le silicium, la phase de Q est responsable sur le durcissement par vieillissement dans les alliages a excès de silicium et ayant une concentration de cuivre plus bas que celle du magnésium. Depuis cette époque, de nombreuses investigations ont été menées sur la composition de phase des alliages Al-Mg-Si-(Cu) après vieillissement. Il est clairement révélé que plusieurs phases peuvent simultanément se précipiter suite à la décomposition de la solution solide sursaturée, selon le rapport et la quantité d'éléments d'alliage. En effet, les alliages Al-Mg-Si-(Cu) ont des propriétés caractéristiques, dû à

Chapitre II : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

l'addition du cuivre, élément responsable de la formation des phases Q et Q', Cette phase Q est seulement stable en composé quaternaire avec une stœchiométrie différemment rapportée. Plusieurs alliages commerciaux de la série 6000, largement répandus, contiennent du cuivre qui est ajoutée pour améliorer la résistance mécanique [67]. La présence de Cu améliore les propriétés mécaniques des alliages 6000. Certains auteurs [68]. Ont montré que Cu induit la formation de précipités lamellaires Q et de son précurseur appelé Q'. Actuellement, les précipités bâtonnets dans les alliages 6000 contenant Cu sont les mêmes que ceux observés dans les alliages 2000 contenant uniquement Si. Les phases métastables dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu) sont les précurseurs de la phase stable Q - $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ appelée λ' . Sa structure est la même que celle de la phase stable Q. Cette dernière a une structure hexagonale de paramètres $a=1.03$ nm et $c=4.04$ nm. La relation d'orientation est : $(210) Q' // (001)Al$ et $[001] Q' // [001]Al$. Tance mécanique [67].

Immédiatement après l'homogénéisation et trempe, les séquences proposées pour différentes compositions sont :

- ✓ La séquence de précipitation de l'alliage avec excès de Si et qui contient une faible teneur de Cu (0.07 % en poids):



- ✓ La séquence de précipitation de l'alliage avec excès de Silicium et qui contient une forte teneur de Cu (0.91% en poids) est :



f) La phase d'équilibre Q- $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$

C'est la phase stable dans les alliages Al-Mg-Si-Cu. Elle est connue comme Q [49], W, λ ou h [50,61]. Sa structure a été déterminée par rayons X. Elle est hexagonale P6 avec $a=1.03932$ nm et $c=0.40173$ nm.



**Chapitre III:
Matériaux et
techniques
expérimentales**

Chapitre III: Matériaux et techniques expérimentales

III.1 introduction

Dans ce chapitre sera d'abord présenté l'alliage que nous avons étudié (sa composition chimique), les différents traitements thermiques appliqués puis les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons telles que le microscope optique, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microdureté et la diffraction des rayons X (DRX).

III.2 Compositions chimiques des alliages étudiés

Dans ce travail notre choix s'est porté sur deux alliages du système Al-Mg-Si sont réceptionnés sous formes des tôles à base d'aluminium par le département de métallurgie (Université de Manchester). contiennent les mêmes éléments d'addition mais les concentrations de certains éléments différents d'un alliage à un autre. Leur composition chimique est donnée par le **tableau III.1**.

Alliage	Mg%	Si%	Cu%	Fe%	Mn%	Cr%	Zn%	Ti%	B%	Al%
(1)	0.35	0.30	0.001	0.17	0.030	0.001	0.003	0.010	0.0011	Balance
(2)	0.51	0.79	0.1	0.17	0.030	0.001	0.003	0.010	0.0010	Balance

Tableau III.1 : la composition chimique de l'alliage étudié.

III.3 Traitements thermiques Appliqués

Les traitements thermiques ont été effectués dans un four du type NABERTHERM. Les alliages ont subi les traitements thermiques avec une vitesse de chauffage de 5°C/min. Le choix d'une vitesse lente de montée de la température permet la mise en solution des éléments d'addition dans la matrice. Afin de provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, les deux alliages étudiés ont subi un traitement thermique comportant les trois étapes suivantes :

- ✓ Traitement d'homogénéisation pendant une heure à 530°C, la vitesse de chauffage utilisée à 5°C/min.
- ✓ Trempe à l'eau afin d'obtenir une solution solide sursaturée.
- ✓ Vieillissements naturels afin de déterminer les mécanismes des premiers stades de la décomposition de la solution solide sursaturée. À la température ambiante pendant un mois.
- ✓ Vieillissements artificiel de à 175°C pendant une heure.



Figure III.1: Four de traitement thermique NABERTHERM.

III.4 Préparation des échantillons

Pour l'étude métallographique, l'observation en microscope optique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons traités ont subi un polissage mécanique et ensuite une attaque chimique.

a) Polissage des échantillons

Les échantillons sont polis mécaniquement sur une polisseuse mécanique (FORCIPOL 2), avec des papiers abrasifs en carbure de silicium, du grade 100 jusqu'au grade 2000, placés sur un disque rotatif puis la finition avec la pâte diamantée de granulométrie 6 μm et 3 μm . Suivi d'un nettoyage à l'eau distillée et séché à l'air, à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient se griffer sur la surface.



Figure III.2 : polisseuse mécanique (FORCIPOL 2).

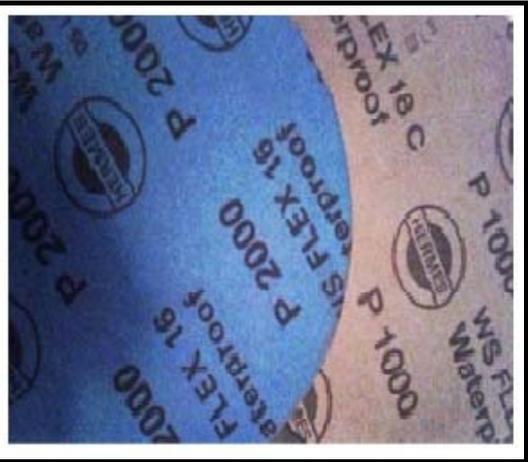


Figure III.3 : papiers abrasifs.

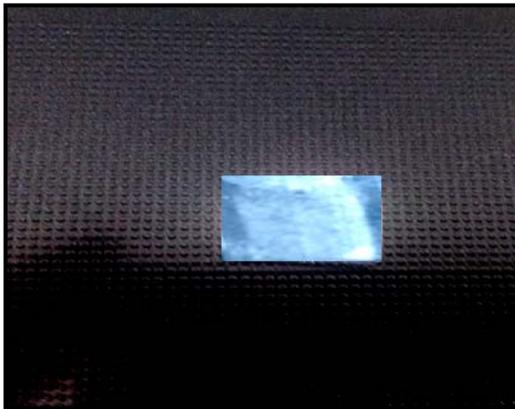


Figure III.4 échantillon avant polissage



Figure III.5 échantillon après polissage

b) attaque chimique

La mise en évidence des phases présentes et les joints des grains est obtenue suite à une attaque chimique. Pour nos alliages, nous avons utilisé le réactif Keller dont la composition est de 17 ml d'acide nitrique (HNO_3), 9 ml d'acide chlorhydrique (HCL), 5 ml d'acide fluorhydrique (HF) et 78 ml d'eau distillée (H_2O).

III.5 Techniques expérimentales utilisées

III.5.1 Microscopie optique

L'étude de la microstructure à comme objectif est de suivre la caractérisation des différents types de précipités et de vérifier les effets des traitements thermiques (isotherme et isochrone).

Les microscopes optiques métallographiques permettent l'observation par réflexion d'une surface métallique parfaitement plane, obtenue par polissage mécanique et ayant subi des traitements thermiques voulus. On colore différemment les phases composant des alliages étudiés par un réactif.

Chapitre III: Matériaux et techniques expérimentales

Pour notre étude métallographique. Les échantillons sont observés avec un microscope optique de type EUROMEX équipé d'une caméra photographique qui permet la production d'un grand nombre de différentes images microscopiques avec des grossissements différents (1000-500 ...) comme on peut l'observer par ordinateur (**Figure III.6**).

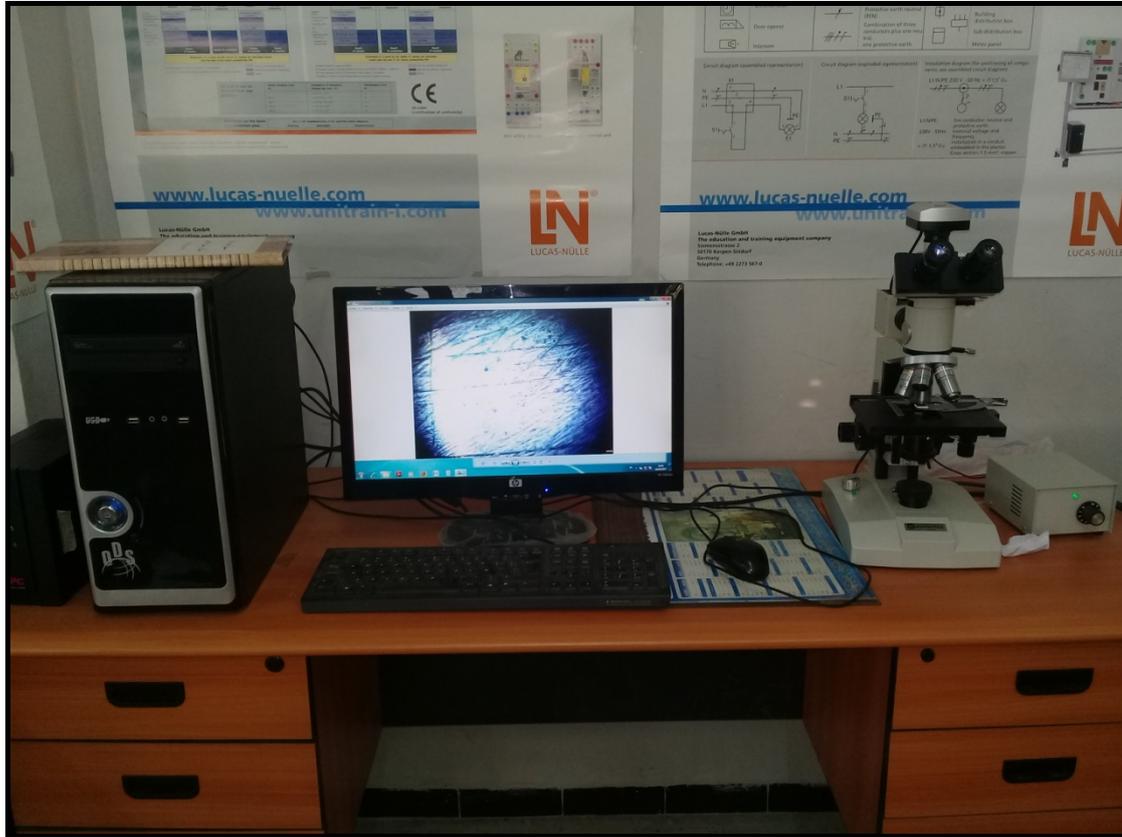


Figure III. 6 : Le microscope optique de type EUROMEX.

III.5.2 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'on les chauffe ou on les refroidit, on a utilisé l'analyse calorimétrique différentielle.

Le principe de cette méthode est basé sur la mesure des dégagements ou des absorptions de chaleur liés à une transformation de phases. Ainsi, en mesurant la différence entre le flux thermique vers l'échantillon et un matériau inerte (référence). En général, le phénomène de précipitation est caractérisé par une réaction exothermique puisqu'il conduit à un dégagement de chaleur, alors que la dissolution est caractérisée par une réaction endothermique, puisqu'elle conduit à une absorption de chaleur.

Nous avons utilisé dans ce travail un DSC de type SETARAM DSC131 (**figure III.8**). Chaque essai de DSC a été commencé à partir de la température ambiante jusqu'à la température de 550°C avec une vitesse de chauffage 5°C/min, puis un refroidissement jusqu'à

Chapitre III: Matériaux et techniques expérimentales

l'ambiante avec la même vitesse de chauffage, ce dernier est relié à Un ordinateur, donnant accès à toutes les fonctions de l'appareil et permettant l'affichage des résultats.

Le diagramme de DSC comporte deux types de pics : réaction exothermique et réaction endothermique. Le premier type se situe au-dessus et le second en-dessous de la ligne de base.

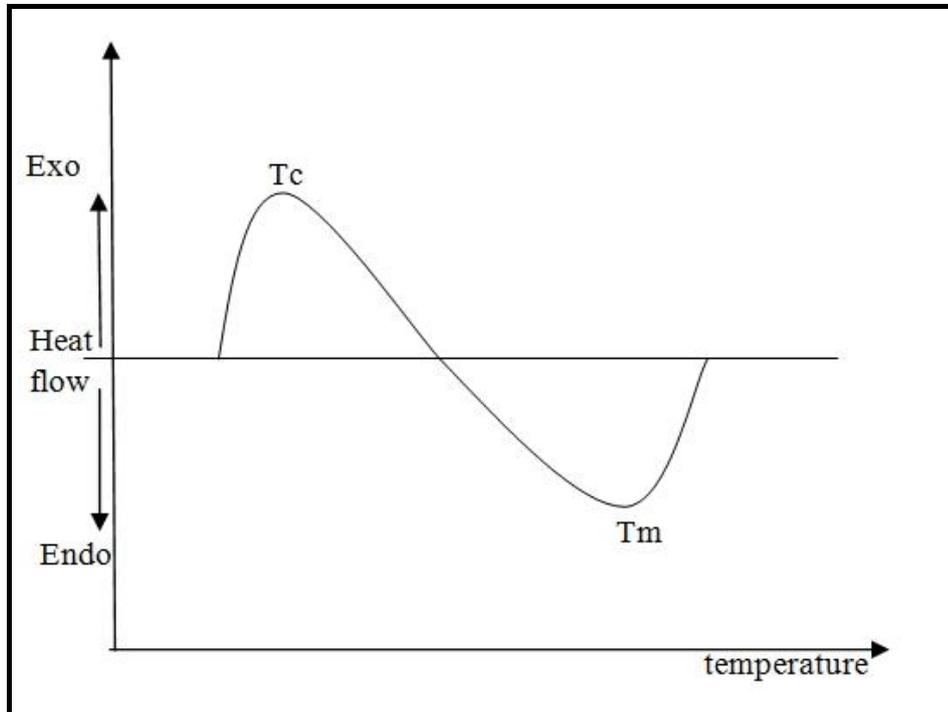


Figure III.7: Courbe de DSC représente les pics endothermiques et exothermiques.



Figure III.8 : (DSC) SETARAM 131.

III.5.3 Mesures de la microdureté Vickers (Hv)

❖ Principe de mesure

La microdureté Vickers est une caractéristique mécanique des alliages suivie durant les traitements thermique ou thermomécaniques.

Les essais de microdureté Vickers consistent à estimer la valeur de la microdureté Hv, à partir de la longueur de diagonale d'une empreintes (ou indentation) laissée, par pénétrateur sur la surface de l'échantillon.

L'essai de dureté de Vickers, qui est couramment utilisé, s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée, d'angle au sommet 136°, sous une charge F présélectionnée et une durée d'action déterminée (**Figure III.9**).

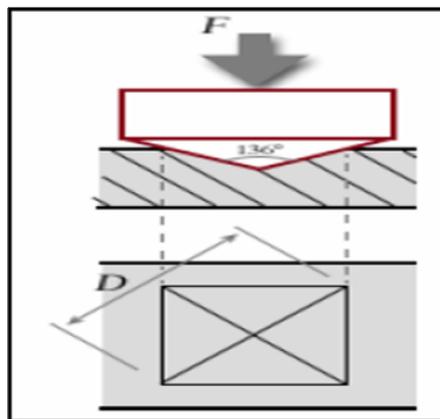


Figure III.9: Principe de la mesure de microdureté Vickers.

La dureté Vickers Hv est liée à la charge appliquée (P) et la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) par la relation :

$$Hv = 1854.4 \times (P/d) \dots \dots \dots (III.1)$$

Avec P en kg et d en μ m.

Le pénétrateur de type Vickers est utilisé pour les essais de dureté et les essais de microdureté. Les essais de dureté correspondent à des charges comprises entre 5 et 100 Kg force et les essais de microdureté correspondent à des charges inférieures à 1000 g et relatent la dureté sur des domaines microscopiques.

Dans notre étude, les échantillons prélevés pour la microdureté Vickers ont été tout d'abord été polis jusqu'à un polissage à la pâte diamantée de granulométrie 1 μ m. Les mesures sont réalisées sous une charge de 300 g appliquée pendant 15 secondes, à l'aide d'un

Chapitre III: Matériaux et techniques expérimentales

microduremètre Vickers de marque " AFFRI" (**figure III.10**). Pour chaque échantillon, la valeur de la microdureté correspondant représente la moyenne de six mesures prises sur la coupe longitudinale de nos échantillons.



Figure III.10 : Microdureté AFFRI

III.5.4 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est principalement utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans un matériau et d'étudier les phénomènes de précipitations.

Quand la différence de marche entre les rayons incidents et les rayons diffractés par les plans atomiques est égale à un nombre entier de fois la longueur d'onde, il y a interférence constructive. Soit 2θ l'angle entre la direction des rayons incidents et celle des rayons diffractés (**figure III.11**), il y a donc interférence constructive quand la loi de Bragg est satisfaite :

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

n : Ordre de la diffraction.

λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d_{hkl} : Distance réticulaire.

θ : Angle d'incidence des rayons X.

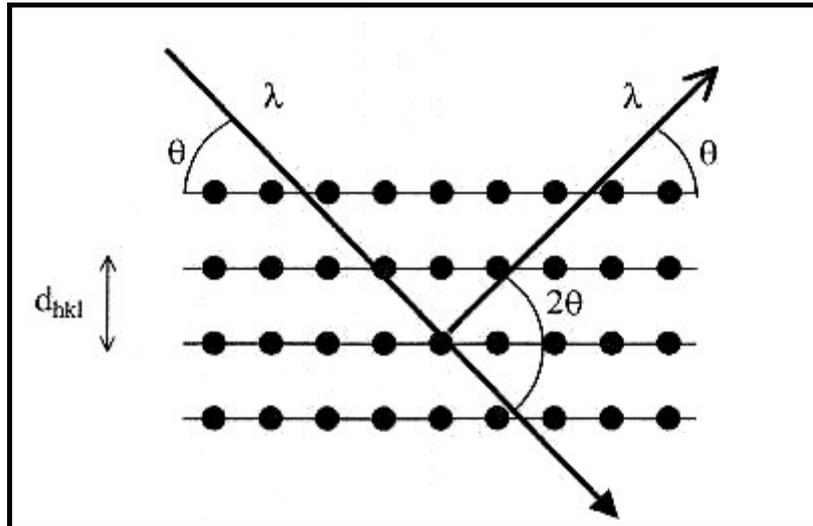


Figure III.11 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg.

Dans ce travail, l'enregistrement de nos spectres a été effectué à l'aide du diffractomètre automatisé Siemens de type BRUKER D8 ADVANCE opérant en géométrie Bragg-Brentano (**figure III.12**), suivant les conditions suivantes :

- ✓ la source des rayons X est produite par une anticathode cuivre Cu avec une longueur d'onde $\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$ et qui est séparé à l'aide d'un monochromateur au Germanium, alimentée par une génératrice tension – courant de 35kV-20mA.
- ✓ L'échantillon est placé sur une tête goniométrique.
- ✓ Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour 2θ compris entre 20° à 120° avec un pas de 0.02° .
- ✓ L'identification des phases présentes dans les spectres de DRX a été faite par l'utilisation des fiches ASTM.



Figure III.12 : Diffractomètre BRUKER D8 ADVANCE.



Chapitre IV :
Résultats et
Discussions

IV.1 Etude micrographique par microscope optique

La figure IV.1 montre la microstructure typique des deux alliages d'aluminium Al-Mg-Si à l'état brut (état de réception). On observe des particules, de taille hétérogène. Elles sont plus particulièrement réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. Quelques particules observées ont une taille pouvant excéder les 3 μm . Concernant la taille des grains on remarque la taille des grains dans le cas de l'alliage (02) est plus petite comparée à celle de l'alliage (01). Cet affinement est attribué à la présence de cuivre dans l'alliage (02) qui affine la précipitation. Ceci est en bon accord avec les résultats obtenu par d'autres auteurs [70,71].

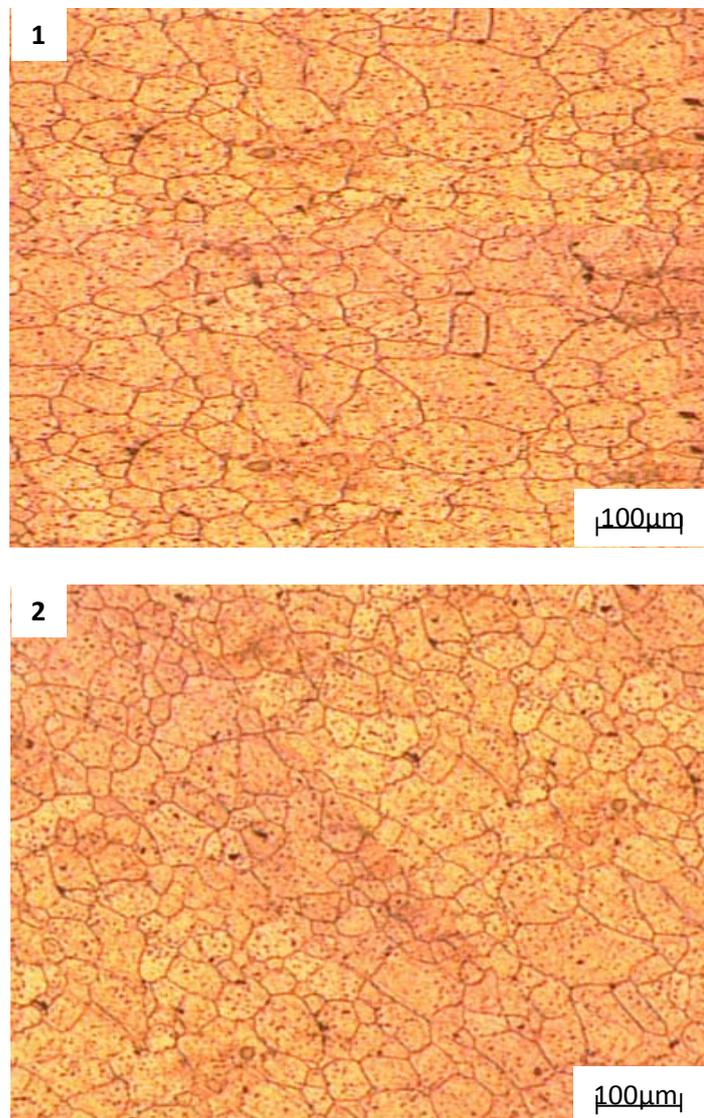


Figure IV.1 : Microstructure des échantillons des deux alliages à l'état brut.

IV.2 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)**IV.2.1 Cas de l'alliage 01**

La figure IV.2 présente le thermogramme de DSC de l'alliage (01) homogénéisé à 530°C pendant une heure suivi d'une trempe à l'eau. Les balayages de DSC ont été effectués de la température ambiante jusqu'à 500°C en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min. Six processus principaux peuvent être identifiés du ce thermogramme de DSC. Trois pics exothermiques marqués (I), (III) et (V), et trois pics endothermiques marqués (II), (IV) et (VI). Les pics exothermiques étaient centrés autour de 108°C (pic I), 272°C (pic III) et 432°C (pic V). Les pics endothermiques (II), (IV) et (VII) apparaissaient à environ 225°C, 344°C et 485°C respectivement.

L'interprétation des pics de réaction observés peut être la suivante :

- ✓ Le pic exothermique (I) est dû à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Ceci est en bon accord avec des travaux précédents [67,70, 18].
- ✓ Le pic endothermique (II) peut être attribué à la dissolution des zones GP et des clusters de Mg et Si.
- ✓ Le pic exothermique (III) est attribué à la formation des deux phases β'' et β' qui sont formée aux dépens des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Le résultat obtenu est en bon accord avec les travaux obtenus par d'autres auteurs. [49, 72,73].
- ✓ Le pic endothermique (IV) est attribué à la dissolution des deux phases métastables β'' et β' .
- ✓ Le pic exothermique (V) est attribué à la formation de la phase stable β (Mg_2Si). Guemini [74] a confirmé l'existence de cette phase à 450°C par le MET tandis que Farh [71] a révélé par la calorimétrie la présence de cette phase à 418°C dans un alliage Al-Mg-Si.
- ✓ Le pic endothermique (VI) correspond à la dissolution de la phase stable β (Mg_2Si).

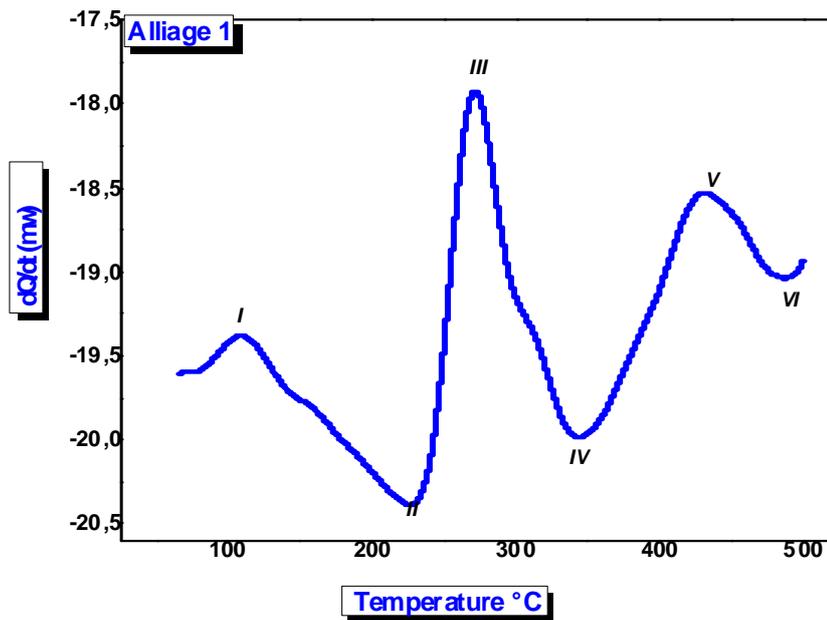


Figure IV.2: Courbe de DSC de l'alliage (01), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

IV.2.2: Cas de l'alliage 02

La figure IV.3 montre la courbe de DSC de l'alliage (02) homogénéisé à 530°C pendant une heure suivi d'une trempe à l'eau. Les balayages de DSC ont été effectués de la température ambiante jusqu'à 500°C en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min. On observe quatre pics exothermiques marqués (I), (III), (V) et (VII) situés aux températures 90°C, 261°C, 294°C et 413°C respectivement et quatre pics endothermiques marqués (II), (IV), (VI) et (VIII) situés aux températures 193°C, 286°C, 336°C et 478°C respectivement.

- ✓ Les pics exothermiques représentent la formation des zones G.P et à la formation des phases β'' , β' et β .
- ✓ Les pics endothermiques représentent la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases β'' , β' et β .

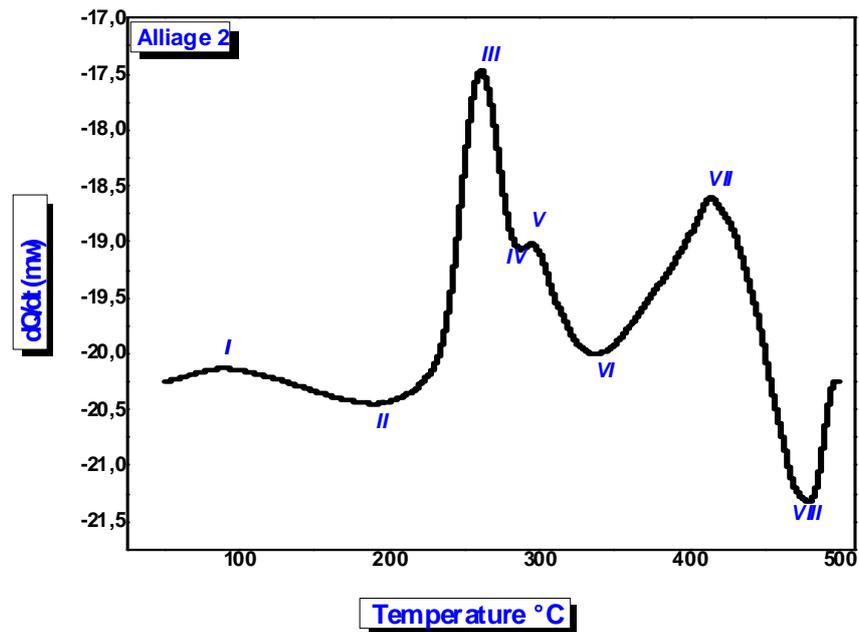


Figure IV.3: Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

La figure IV.4 représente une superposition des deux courbes de DSC des alliages (01) et (02). On remarque que les pics observés dans le cas de l'alliage (02) sont décalés vers les basses températures, par rapport à ce que trouvés dans l'alliage (01). Et on peut remarquer aussi que le pic correspond à la formation des deux phases β'' et β' dans le cas de l'alliage (01) est devenu deux pics chacun de les correspond à la formation de chaque phase. Ces remarques peuvent être liées à l'excès de silicium contenu dans l'alliage (02), et par le fait que le silicium accélère la précipitation, le résultat obtenu est en bon accord avec cela obtenu par Farh et al. [75 ,76].

Il est très important de remarquer que les pics enregistrés sur les courbes de DSC. Correspondent ainsi aux transformations de phase:



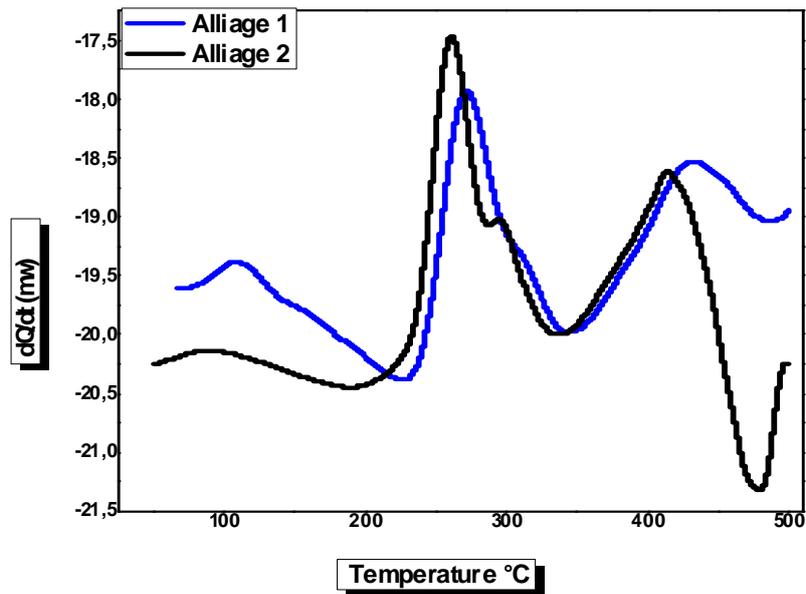
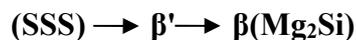


Figure IV.4: Superpositions des deux courbes de DSC.

IV.2.3 L'identification des pics à l'état vieilli artificiellement

Les deux figures (Figure IV.5, Figure IV.6) montrent les courbes de DSC des alliages homogénéisés à 530°C pendant une heure et trempés à l'eau et des alliages homogénéisés à 530°C pendant une heure et trempés à l'eau suivis d'un vieillissement artificiel à 175°C, dans les deux alliages (01) et (02), on constate l'absence des deux pics correspondant à la formation de zone G.P et à la formation de la phase β'' . L'absence de ces pics est probablement due à la dissolution totale de ces phases pendant le vieillissement artificiel avec un long temps de maintien. En conséquence, la séquence de précipitation devenue comme suit:



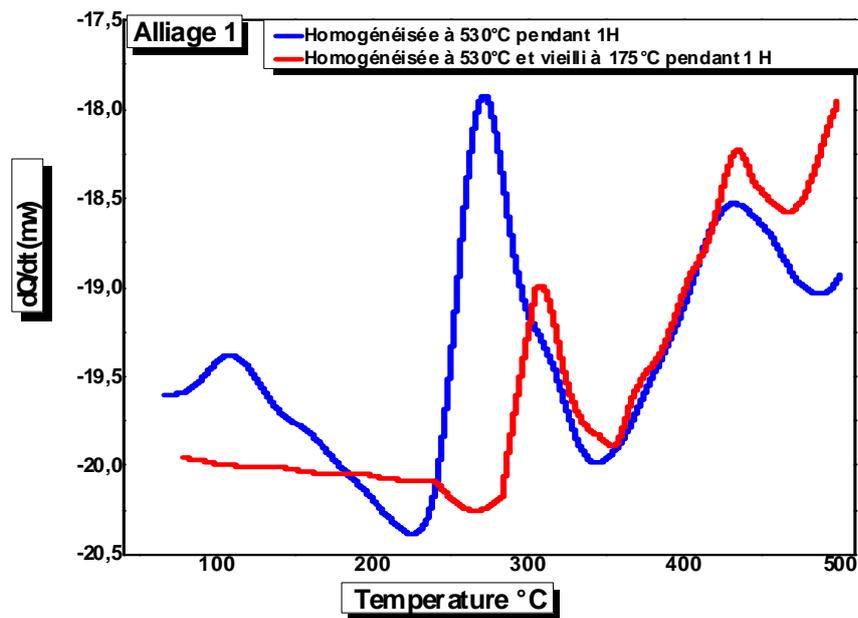


Figure IV.5: Courbe de DSC de l'alliage (01), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieillie une heure à 175°C suivie d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

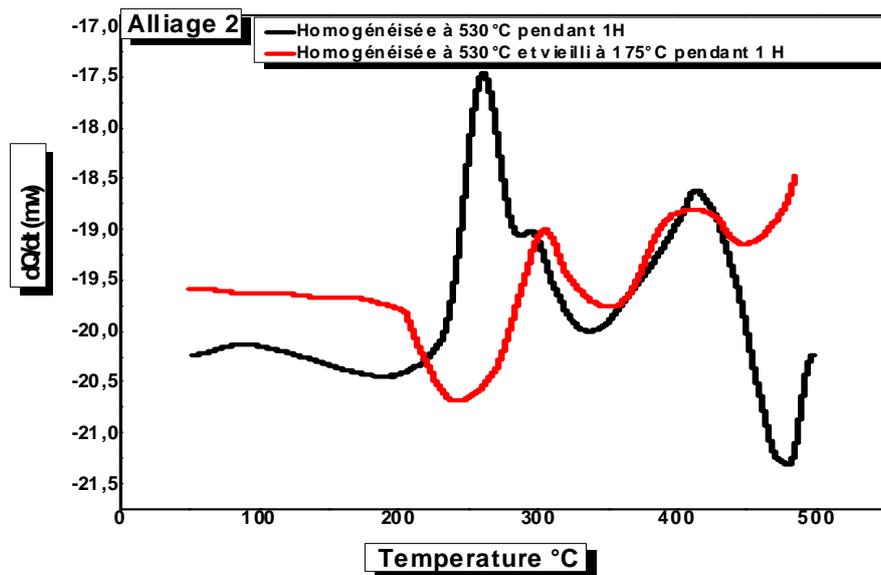


Figure IV.6: Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieillie une heure à 175°C suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

IV.2.4 L'identification des pics à l'état vieilli naturellement

La figure IV.7 présente le thermogramme de DSC de l'alliage (02) homogénéisé à 530°C pendant une heure et trempé à l'eau suivis d'un vieillissement naturel pendant un mois, on remarque une dissolution continue des zones GP. C'est-à-dire l'absence du pic correspondant à la formation de zone G.P. En résultat, la séquence de précipitation devenue comme suit:



Le résultat obtenu est en bon accord avec cela obtenu par Hamdi [77].

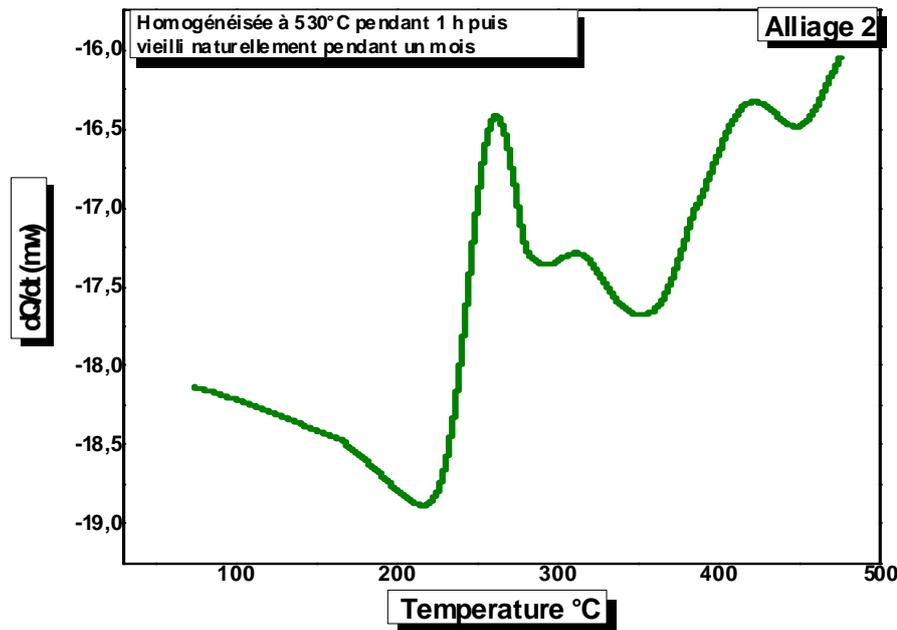


Figure IV.7: Courbe de DSC de l'alliage (02), homogénéisée à 530°C pendant 1 heure puis vieilli naturellement pendant un mois.

IV.3 Mesures de la microdureté

Dans cette partie de notre travail, nous avons étudié la microdureté Vickers (Hv) par l'utilisation d'un microduromètre de type AFFRI. Les alliages sont homogénéisés à 530°C pendant 1 heure puis vieillis artificiellement aux températures allant de 25°C à 475°C, respectivement. Après chaque traitement d'homogénéisation ou de vieillissement les alliages sont trempés à l'eau.

Le traitement d'homogénéisation des deux alliages étudiés à 530°C pendant 1 heure a été suivi par le vieillissement artificiel à différentes températures allant de 25°C à 475°C.

La variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage (01) **figure (IV.8)** montre que la valeur maximale de la microdureté est obtenue à la température de 250°C. Par comparaison de ce résultat avec le résultat trouvé par DSC de l'alliage (01) on peut préciser que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' .

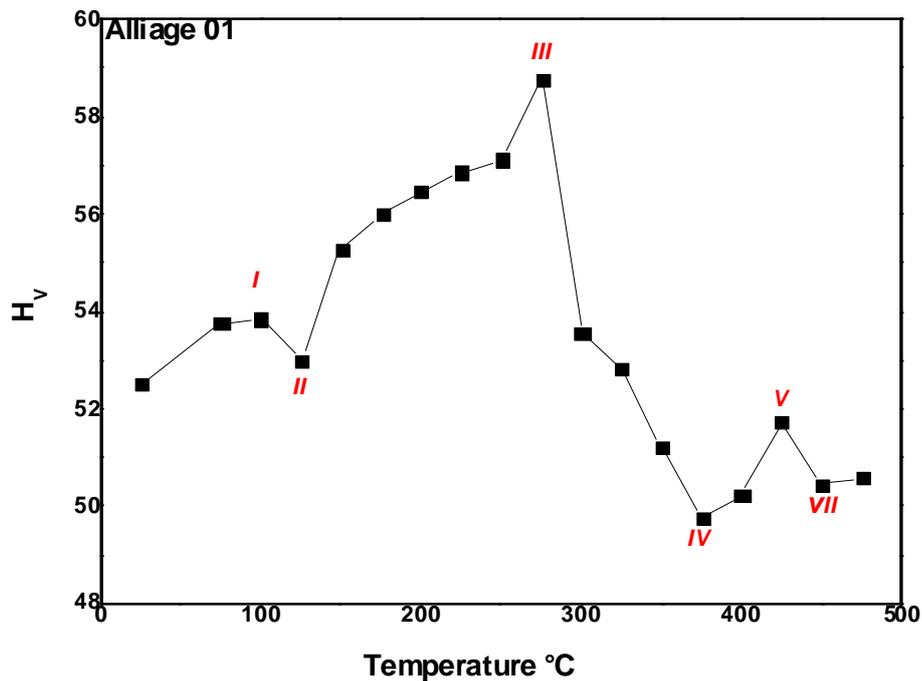


Figure IV.8 : Variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage (01).

La figure (IV.9) montre la variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage (02). On observe quatre pics situés aux températures 100°C, 250°C, 325°C et 425°C.

L'interprétation des pics de réaction observés peut être la suivante.

- ✓ Le pic (I) est dû à la formation des zones GP.
- ✓ Le pic (II) correspond à la formation de la phase β'' .
- ✓ Le pic (III) est attribué à la formation de la phase β' .
- ✓ Le pic (IV) est associée à la formation de la phase d'équilibre β .

Ce résultat confirme ce que obtenues par DSC.

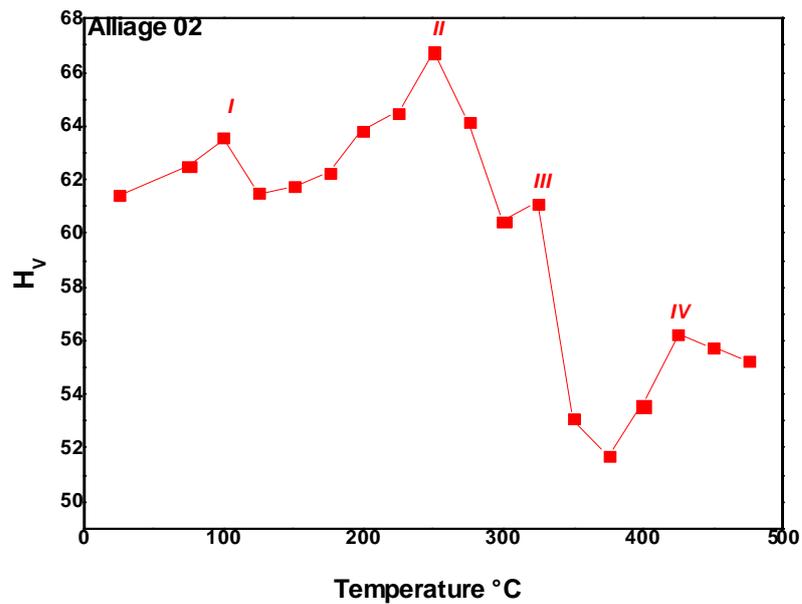


Figure IV.9 : Variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage (02).

La figure (IV.10) est une superposition des courbes de la variation de la microdureté en fonction de la température des deux alliages, elle montre que l'alliage (02) qui contient un excès de silicium et en plus la présence de cuivre présente une dureté plus importante que celle de l'alliage (01). Cette augmentation est due à l'effet d'affinement des grains provoqué par le cuivre. On observe aussi un décalage du pic de formation de la phase β'' dans le cas de l'alliage (02) par rapport à celui obtenue dans l'alliage (01). Ce décalage peut être lié à l'excès de silicium contenu dans l'alliage (02), et par le fait que le silicium accélère la précipitation [78].

La figure (IV.11) représente la superposition de la courbe de la variation de la microdureté en fonction de la température et la courbe de DSC de l'alliage (02). On observe clairement que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' .

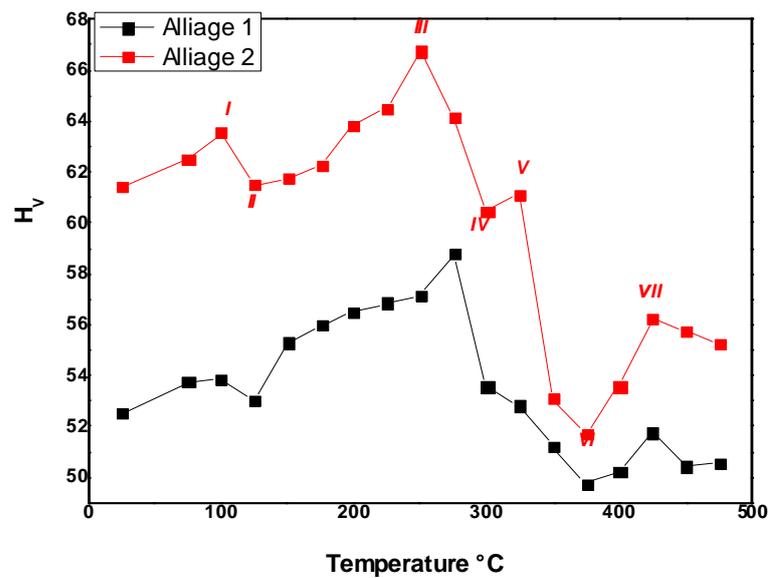


Figure IV.10 : La variation de la microdureté en fonction de la température pour les deux alliages.

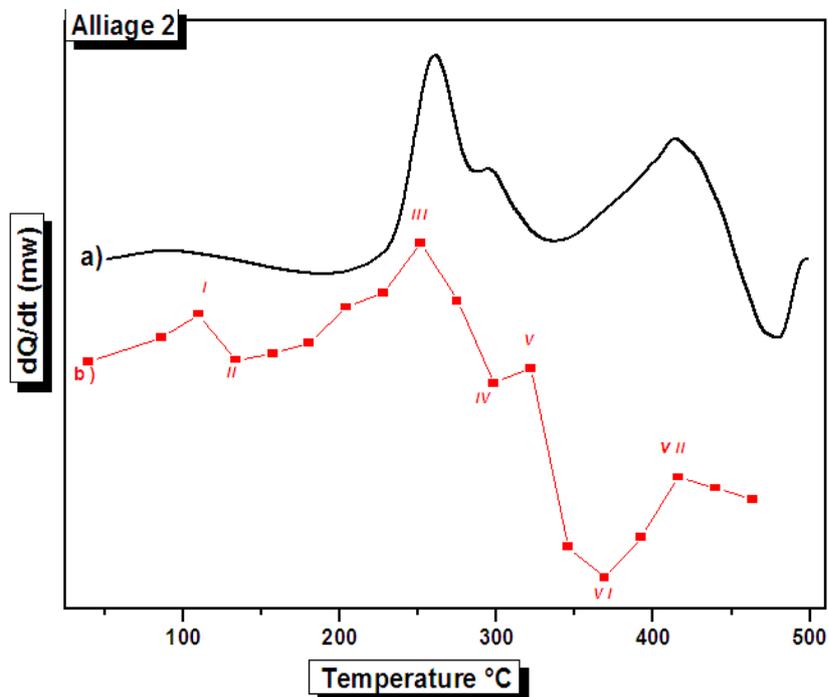


Figure IV.11 : a) Courbe de DSC de l'alliage (02).

b) Variation de la microdureté en fonction de la température pour l'alliage (02).

IV.4 Diffraction des rayons X

La méthode de diffraction des rayons X (DRX) est un outil universel pour la détermination de la structure des cristaux. Elle est très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autre des méthodes de caractérisation par rayons X.

La figure IV.12 représente les Spectres de diffraction des rayons X des deux alliages à l'état brut (état de réception). Les pics correspondent à la structure C.F.C de la matrice α -aluminium. Le résultat obtenu par DRX montre que le pic le plus intense est le pic (111) de l'aluminium pur d'après les fichiers ASTM.

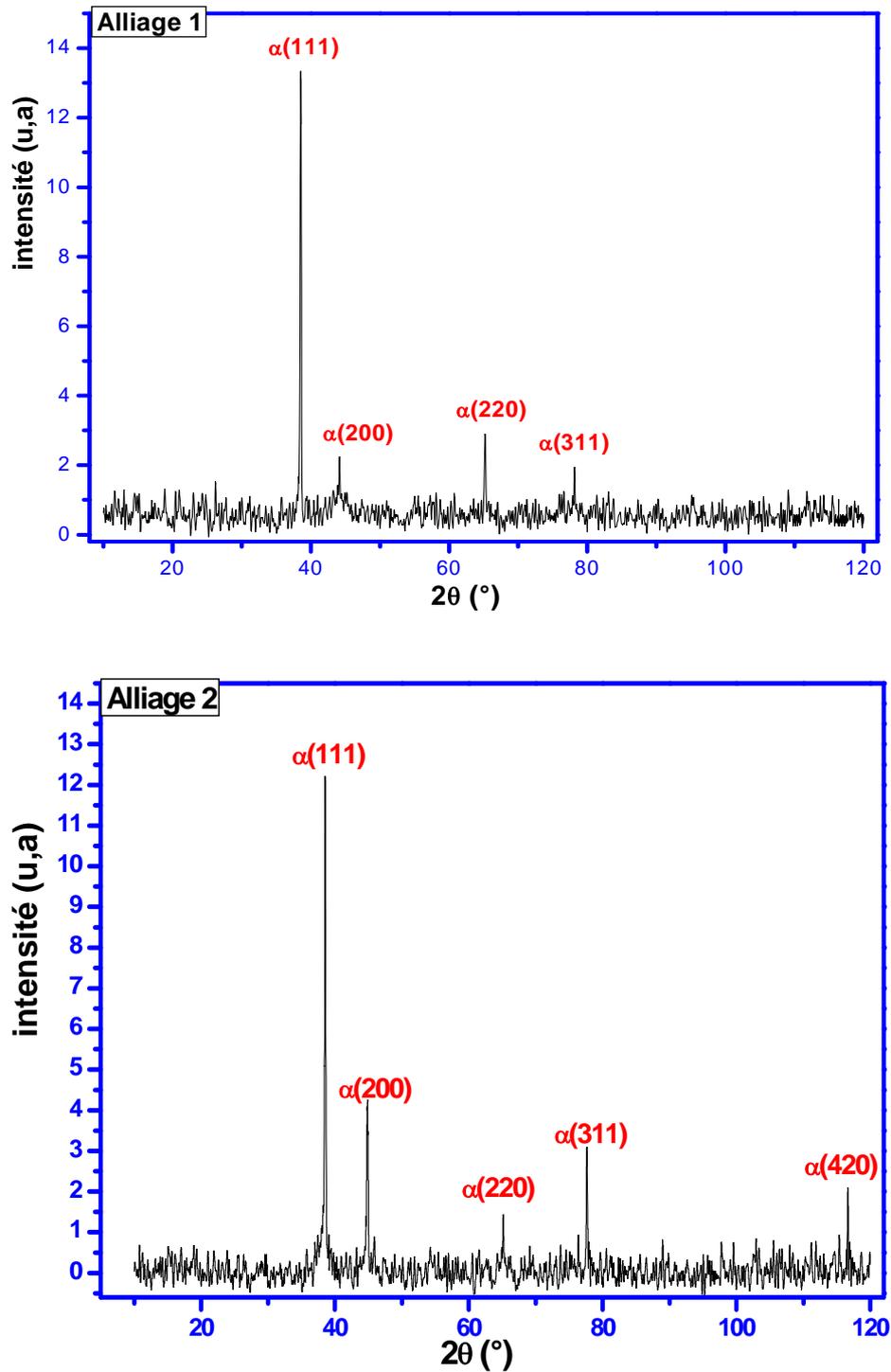


Figure IV.12: Spectres de diffraction des rayons X des deux alliages à l'état brut (état de réception).



**Conclusion
générale**

Conclusion

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif essentiel est l'étude de la séquence de précipitation et aussi l'influence du vieillissement naturel et artificiel sur cette séquence dans deux alliages Al-Mg-Si. Nous avons utilisé des techniques expérimentales tels que : la microscopie optique, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), les mesures de la microdureté et la diffraction des rayons X (DRX).

Les principaux résultats de ce travail sont appréciables et en bon accord avec les travaux de recherche trouvés par d'autres auteurs. Et se sont résumé de la manière suivante :

- ❖ L'observation au microscope optique montre que le cuivre affine la taille moyenne des grains.
- ❖ L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) nous a permis de suivre les transformations de différentes phases. En peut déduire les séquences de précipitation obtenues dans les deux alliages étudiés comme suit :

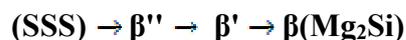
1. Pendant l'homogénéisation :



2. Pendant le vieillissement artificiel:



3. Pendant le vieillissement naturel:



- ✓ L'excès de Si accéléré la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.
- ❖ La mesure de la microdureté nous a permis à préciser les conclusions suivantes :
 - ✓ Le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' . Ce résultat confirme le résultat obtenu par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
 - ✓ L'alliage qui contient un excès de silicium et en plus la présence de cuivre présente une dureté plus importante.
- ❖ Les Spectres de diffraction des rayons X obtenus à partir des alliages Al-Mg-Si montrent que les pics enregistrés et les plus apparents correspondent à la structure de la matrice α - aluminium (CFC).



**Références
bibliographiques**

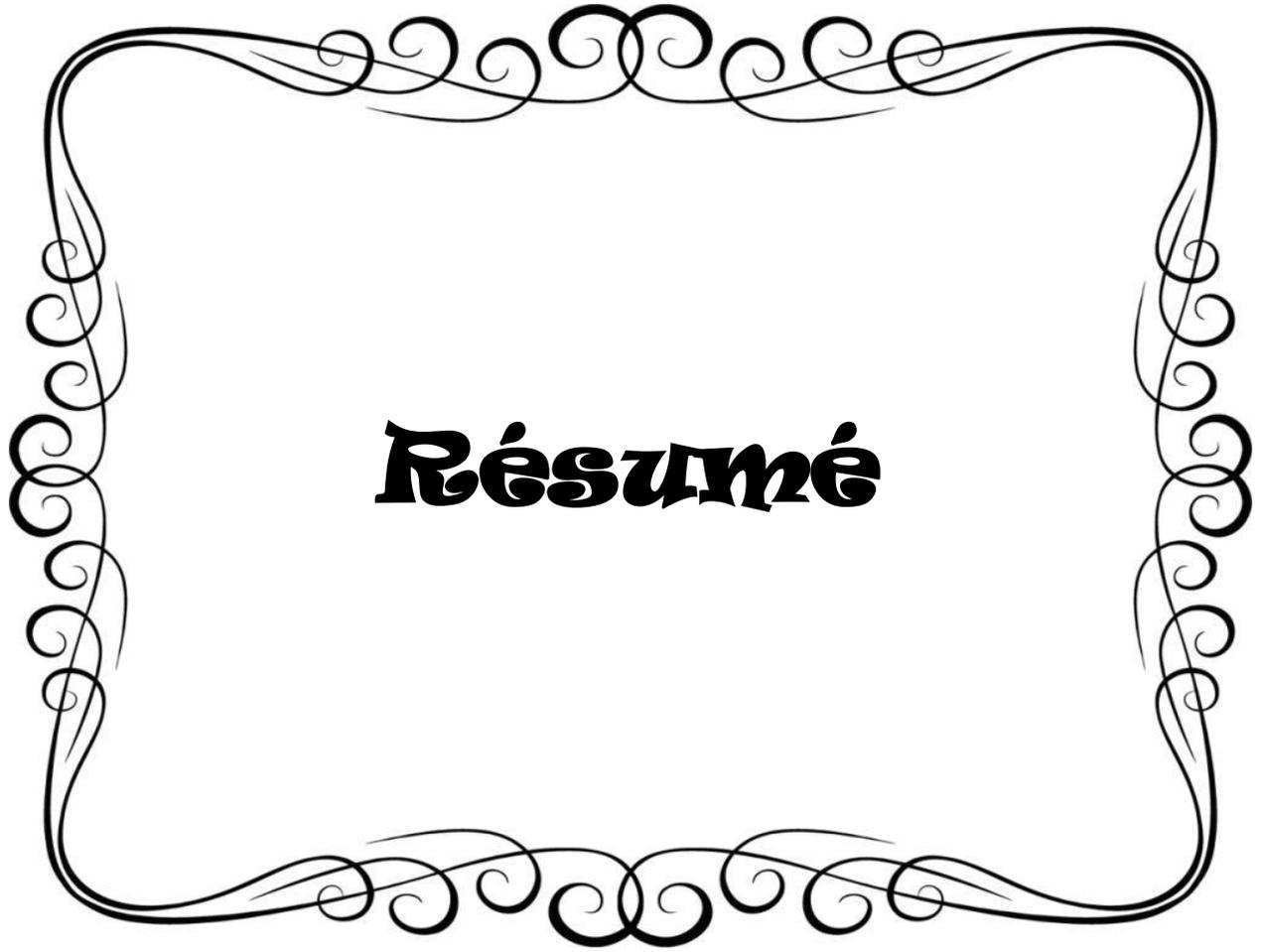
References

- [1] L.F. Mondolfo, *Aluminium Alloys: Structures and Properties*, Butterworth, 1st edition, London, (1976).
- [2] ASM Handbook, *Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys*, (2005)**13B**, 97.
- [3] M. Nicolas, Thèse de doctorat, GRENBLE, (2002).
- [4] G.W. Lorimer, *fizika 2 suppl*, (1970)**2**, 01.
- [5] Y. Birol, *Scripta Materialia*, (2005) **52**, 169-173.
- [6] www.alu.menzeken.com «Alliages d'aluminium » 2004.
- [7] A. Asserin-lebert, Thèse doctorat, Ecole national supérieur des mines de paris, (2005).
- [8] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II, Masson et cie éditeurs, (1971) ,71-92.
- [9] R . Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Doc. M 1290, Techniques de l'ingénieur, (1991).
- [10] G.W. Lorimer, *FIZIKA 2 Suppl*, (1970) **2**, 01-16.
- [11] J.P Baïllon, J.M.Dorlot, Les Matériaux, troisième édition, Montréal, Ecole Polytechnique de Montréal, (2000), 480.
- [12] J.E. Hatch, *Aluminum. Properties and Physical Metallurgy*, Metals Park, (1984), 319.
- [13] C.Vargel, *corrosion de l'aluminium*, paris, Dunod, (1999), 501.
- [14] A. K. Gupta, D. J. Lloyd and S. A. Court, *Mater Sci Eng.A*, (2001) **301**, 140-146.
- [15] C. D. Marioara, S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, *Metal. Mater Trans.A*, (2004) **36/13**, 691–702.
- [16] A. K. Gupta, D. J. Lloyd and S. A. Court, *Materials Science and Engineering A*, (2001) **316**, 11-17.
- [17] K .Matsuda, Y. Sakaguchi, Y.Miyata, Y.Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno, *Journal of Materials Science* , (2000) **35**, 179-189.
- [18] W.F.Miao, D.E.Laughlin, *Met Mater Trans (A)*, (2000) **31**, 361-371.
- [19] S.Esmaeili, J. Lloyd, *Materials Science Forum*, (2006) **519-521**, 169-176.
- [20] S. Esmaeili et J. Lloyd, *Scripta Mater*, (2004) **50**, 155-158.
- [21] A. Perovic, D.D. Perovic, G.C. Weatherly, D.J. Lloyd, *Scripta Mater*, (1999) **41(7)**, 703-708.

- [22] T. Epicier, V. Massardier, P. MERLE *Inst. Phys. Conf. Ser.*, (1999) **161**, 6-10
- [23] H. Farh and R. Guemin, *Applied Physics A, Materials Science & Processing*, (2015) **119**, 285-289.
- [24] Mächler, R., P. J. Uggowitzer, C. Solenthaler, R. M. Pedrazzoli and M. O. Spiedel, *Materials Science and Technology*, (1991) **7**, 447-451.
- [25] Jones, M. J and F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, (2003) **51**, 2149-2159.
- [26] J. D. Robson, *Acta Materialia*, (2004) **52**, 1409-1421.
- [27] Chung, D. S, C. W. Jea, J. N. Park and J. K. Kim, *Materials Science Forum*, (2007) **539-543**, 463-468.
- [28] I. Lakhtine, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, 2^{ème} édition revue. Edition Mir, Moscou, (1986), 367 – 386.
- [29] S. Vyazovkin, D. Dollimore, *J. Chem. Inf. Comput. Sci.*, (1996) **36**, 42-55.
- [30] A.I.Morley, M.W.Zandbergen, A.Cerezo, G.D.W.Smith, *Materials Science Forum*, (2006) **519-521**, 543-548.
- [31] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambili, 2^{ème} édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne ,(1995).
- [32] M. Murayama, K. Hono, D.E. Laughin, *Met. Mater Trans*, (2001) **32 (A)**, 239-246.
- [33] DJ. Chakrabarti, Y. Peng, D.E. Laughlin, *Mater. Sci. Forum*, (2002) **396-402**, 857-862.
- [34] P.M. Derlet, SJ. Andersen, CD. Marioara, A. Froseth, *J. Phys. Condensed Matter*, (2002) **14**, 4011-4024.
- [35] DJ. Chakrabarti, D.E. Laughlin, *Progress Mater. Set*, (2004) **49**, 389-410.
- [36] E. Hornbgen, *Nucleation*, M. Becker, 309, Inc New-york,(1969).
- [37] Y. Ohmori, L.C. Doan, Y. Matsuda, S. Kobayashi, K. Naki, *Mater. Trans*, (2001) **42(12)**, 2476-2583.
- [38] A. Azizi, Thèse de Doctorat d’Etat, Université de Constantine, Algérie, (2012).
- [39] S. Esmaili, D. J. Lloyd et W. J. Poole, *Acta. Mater.* (2003) **51**, 3467–3481.
- [40] N. Maruyama, R. Uemori, N. Hashimoto, M. Saga et M. Kikuchi, *Scripta Mater*, (1997) **36(1)**, 89–93.
- [41] Y. Aouabdia, A. Boubertakh, S. Hamamda, *Mater. Lett*, (2010) **64**, 353–356.
- [42] A. Boushaba, Mémoire de Magistère, Université de Constantine, (2005).
- [43] C. Cayron, P. A. Buffat, *Acta. Mate*, (2000) **48**, 2639-2653.
- [44] S. M. Hirth, G. J. Marshall, S. A. Court, D. J. Lloyd, *Mater. Sci.Eng. A*, (2001) **329-321**, 452-456.

- [45] A. Fattah, N. Afifiy, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temp - High Press*, (1999) **31**, 613-625.
- [46] Q. Lou, D. G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, *Acta.Metall.Mater*, (1993) **41(3)**, 769-797.
- [47] R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans JIM*, (1998) **39(3)**, 353-364.
- [48] X. Wang, W. J. Poole, S. Esmaceli, D. J. Lloyd, J. D. Embury, *Met. Mater. Trans*, (2003) **34(A)**, 2913-2918.
- [49] Y. Aoubdia, Thèse doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2011).
- [50] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat, *Phil. Mag*, (1999) **79(11)**, 2833-2851.
- [51] G. A. Edwards, K. Stillep, G. L. Dunlop, M. J. Couper, *Acta.Mate*, (1998) **46(11)**, 3893-3940.
- [52] M. Stipcich, A. Cuniberti, V. Nosedo Grau. *Journal of Alloy and Compounds*, (2012) **542**, 248-252
- [53] C. Cayron, Thèse de Doctorat, Ecole polytechniques, Lausanne, (2000).
- [54] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, *Mater. Sci. Eng.A*, (2005) **390**, 127-138.
- [55] W. F. Miao, D. E. Laughlin, *J. Mater. Sci. Lett*, (2000) **19**, 201-203.
- [56] D. Vaumousse, A. Cerezo, P. J. Warren, S. A. Court, *Mater. Sci. Forum*, (2002) **396-402**, 693-998.
- [57] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, A. Kamio, *Scripta Meter*, (1996) **34(11)**, 1797-1802.
- [58] A. K. Jena, A. K. Gupta, M. C. Chaturvedi, *Acta. Metall*, (1989) **37(3)**, 885-895.
- [59] S. Young, P. Sang, B. L. Nack, J. Kim, *Mater. Trans*, (2003) **44(12)**, 2617-2624.
- [60] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum*, (2002) **396-402**, 941-946.
- [61] F. Dimier, Thèse Doctorat, L'école nationale supérieure Des Mines, Paris, (2003).
- [62] S.J.Andersen, H.W.Zandbergen, J.Jansen, C.traeholt, U.Tundal et O.Reiso, *Acta Mater*, (1998) **46**, 3283.
- [63] Y. Murakami, Structure and Proprieties of Nanoferrous Alloys, (1996) ,196-102.
- [64] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Tlbot, Métallurgie générale, Masson et Cie, Paris, (1969) 325-332.
- [65] J. P. Lynch, L. M. Brown, M. H. Jacobs, *Acta Matall*, (1982) **30**, 1389-1395.
- [66] Y. Aouabdia, Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine, Algérie, (2005).

- [67] T. Abid, Thèse Doctorat, Université Constantine 1, Algérie, (2014).
- [68] A. K. Gupta, A. K. Jean, M. C. Chaturvedi, *Scripta Metall*, (1988) **221**, 369-371.
- [69] S. Esmaeli, L. M. Cheng, A. Deschamps, D. J. Lloyd, W. J. Poole, *Mater. Sci.Eng. A*, (2001) **A 319-321**, 461-465.
- [70] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, *International Journal of Engineering Research in Africa*, (2017) **28**, 1-7.
- [71] H. Farh, Thèse doctorat, Université d'Oum El Bouaghi, (2012)
- [72] A. Gaber, N. Afify, M. S. Mostafa, Gh. Abady, *Alloys and Compd*, (2009) **477**, 295-302.
- [73] A. Gaber, M.A. Gaffar, M.S. Mostafa, E.F. Abo Zeid, *Journal of Alloys and Compounds*, (2007) **429**, 167–175.
- [74] R. Guemini, Thèse d'Etat, Université de Constantine, (2002).
- [75] H. Farh, F.Serradj, R. Guemini, K.Djemmal, *Fundamental journal of thermal science and engineering*, (2011) **01**, 15-23.
- [76] F.Serradj, R. Guemini, H. Farh, K. Djemmal, *Annale de Chimie .Sciences des Matériaux*, (2010) **35/1**, 59-69.
- [77] I. Hamdi, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider- Biskra, (2014).
- [78] N.Bendar, Mémoire du MASTER, Université de Larbi Tebessi -Tebessa, (2015).



Résumé

ملخص

أجريت دراستنا على سبائك Al-Mg-Si المصنفة ضمن سبائك الألمنيوم ذات التصليد البنيوي. هذا العمل يهدف أساسا إلى الفهم الجيد لظاهرة الترسبات في هذه السبائك, لهذا الصدد قمنا بإجراء معالجات حرارية مختلفة على عينات السبائك المراد دراستهما. استعملت عدة تقنيات مختلفة لمتابعة البنية المجهرية وحركية الترسبات مثل : المجهر الضوئي، التحليل الحراري التفاضلي "DSC" ، قياس الصلادة وانعراج الأشعة السينية (XRD).

النتائج التي حصلنا عليها تخص أساسا تسلسل حركية الترسبات للسبائك المدروسة بدلالة مختلف المعالجات الحرارية مثل : التخمير، التعقيق الطبيعي و التعقيق الإصطناعي. وقد تمت أيضا دراسة تأثير النحاس والفرط في السليسيوم على البنية المجهرية. إضافة النحاس إلى سبائك Al-Mg-Si تجعل حجم الحبيبات دقيق و ترفع صلابة السبائك. الفرط في السليسيوم يسرع تشكل الترسبات.

الكلمات الدالة : سبائك Al-Mg-Si، الفرط في السليسيوم ، الترسيب ، التعقيق الطبيعي والإصطناعي، الماسح الحراري التفاضلي DSC.

Abstract

The scope of this work is to study the phenomenon of precipitation in aluminum alloys, precisely in aluminum alloys of 6000 series part of the class of precipitation hardening alloys, for this reason we put our alloys to different heat treatments. To follow the effect of these heat treatments on the microstructure and precipitation sequence we have used various experimental techniques such as: optical microscope, differential scanning calorimetric (DSC), the microhardness and X-ray diffraction (DRX).

The results obtained mainly relate to the precipitation sequence in the studied alloys as a function of the different heat treatments such as Homogenization treatment, artificial aging and natural aging. The effect of copper and the excess of silicon on the microstructural behavior were also studied. The addition of copper to the Al-Mg-Si alloys refines the grain size and increases the hardness. The excess of Si accélérate the précipitation réactions.

Key words: Al-Mg-Si alloys, excess of Silicon, precipitation, artificial and natural aging, DSC.

Résumé

Le travail que nous avons présenté dans ce mémoire a pour but d'étudier le phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium, précisément dans les alliages de la série (6000) Al-Mg-Si faisant partie de la classe des alliages à durcissement par précipitation, à cette raison nous nous mettons nos alliages à différents traitements thermiques. Pour suivre l'effet de ces traitements sur la microstructure et la séquence de précipitation nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales telles que : la microscopie optique, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microdureté (Hv) et diffraction des rayons X (DRX).

Les résultats que nous avons obtenus concernent essentiellement la séquence de précipitation dans les alliages étudiés en fonction des différents traitements thermiques tel que : le traitement d'homogénéisation, le vieillissement artificiel et le vieillissement naturel. L'effet de cuivre et l'excès de silicium sur le comportement microstructurale a été aussi étudié. L'addition du cuivre aux alliages d'Al-Mg-Si affine la taille des grains et augmente la dureté. L'excès du Si accélère les réactions de précipitation.

Mots clés: Alliages Al-Mg-Si, excès de Si, précipitation, vieillissement naturel et artificiel, DSC.