

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE LARBI BEN M'HIDI D'OUM EL BOUAGHI
FACULTÉ DES SCIENCES EXACTES ET SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE

THESE

Présentée pour obtenir le diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : PHYSIQUE

Option : PHYSIQUE DE LA MATIERE CONDENSEE

Par :

FARH Hichem

THEME

ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE ET DES PROPRIETES THERMOMECHANIQUES D'UNE SERIE D'ALLIAGES AlMgSi

Soutenue le 03/07/2012

Devant le Jury :

Président	Cherifa AZIZI	Professeur, Université Larbi Ben M'hidi-Oum El Bouaghi
Rapporteur	Rebai GUEMINI	Professeur, Université Larbi Ben M'hidi -Oum El Bouaghi
Examineurs	Hamid DJBAILI	Professeur, Université Abbes Laghrour-Khenchela
	Kamel ZIDANI	Professeur, Université Hadj Lakhdar de Batna
	Abdelkader NOUIRI	Professeur, Université Larbi Ben M'hidi-Oum El Bouaghi
	Rabah MANAA	Maître de Conférence université Hadj Lakhdar de Batna
Invité	Mourad ZAABAT	Directeur du Laboratoire de Recherche «Composants Actifs et Matériaux», Université Larbi Ben M'hidi-Oum El Bouaghi

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Ma chère mère

Pour son affection et son amour

Mon frère Salim

Pour ses encouragements, son soutien moral et matériel.

A tous les membres de ma famille

Pour leur bienveillante attention, leurs encouragements et leurs aides

A mon ami Karim

Pour ses encouragements et son amitié

A tous mes amis et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce travail

Remerciements

Je remercie tout d'abord le grand puissant dieu qui m'a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

Mes remerciements s'adressent au directeur de thèse Monsieur **R. Guemini** professeur à l'Universitaire Larbi Ben Mhidi d'Oum El Bouagui, à qui je rends un vibrant hommage pour ses conseils toujours sûrs et son soutien constant qui m'ont été bénéfiques à plus d'un titre. Comme je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour m'avoir fait profiter de son expérience.

J'adresse mes sincères remerciements à Madame **C. AZIZI**, professeur à l'Universitaire d'Oum El Bouaghi, pour l'intérêt qu'elle a porté à mon travail en me faisant l'honneur de présider le jury de ma soutenance.

Le fait que Messieurs : **H. DJBAILI**, professeur à l'Université Abbes Laghrour-Khenchela, **A. NOUIRI**, professeur à l'Universitaire d'Oum El Bouaghi **R. MANAA**, Maître de Conférences à l'Universitaire Hadj Lakhdar de Batna, **K. ZIDANI**, professeur à l'Universitaire Hadj Lakhdar de Batna et **M. ZAABAT**, directeur du Laboratoire de Recherche « Composants Actifs et Matériaux » à l'Universitaire d'Oum El Bouaghi font partie du jury de soutenance, est un honneur pour moi et je les remercie vivement.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux membres du Laboratoire de Recherche « Composants Actifs et Matériaux » à l'Universitaire d'Oum El Bouaghi ainsi qu'à l'ensemble des attachés de recherche de l'Unité de Recherche en Technologie Industrielle d'Annaba et plus particulièrement messieurs **YAZID AYAB DIT LAKSIR**, **HASSAN NEZZARI GUITOUM. DJAMEL EDDINE** pour tout le soutien qu'ils m'ont apporté pour la réalisation de ce travail.

J'exprime ma profonde reconnaissance à **K. DJEMMAL** qui m'a guidé, conseillé et aidé.

Table des matières

Liste des figures et des tableaux	6
Introduction générale	11
Chapitre I : Généralités sur l'aluminium et ses alliages	
I.1 Introduction	13
I.2 Propriétés physiques de l'aluminium pur	14
I.3 Principales utilisations de l'aluminium	15
I.3.1: Transports	15
I.3.2: Bâtiment	16
I.3.3: Emballage	16
I.3.4: Équipements électriques	17
I.3.5: Équipements mécaniques	17
I.3.6: Autres applications	17
I.4: Désignation des différents alliages d'aluminium	18
I.5: Classification des alliages d'aluminium	19
I.5.1: Alliages sans durcissement structural	19
I.5.2: Alliages à durcissement structural	20
I.5.2.1: Alliages Al-Mg-Si, Série 6000	20
I.6: Applications des alliages d'Aluminium	21
I.6.1 : Les alliages Al-Mg-Si (Cu) et l'industrie	22
I.7: Traitements thermiques	23
I.7.1: Système de désignation des états métallurgiques	23
I.7.2: Traitements thermiques de la série T.....	23
I.7.3: Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium	26
I.7. 3.1: Traitement d'homogénéisation	26
I.7.3.2: Traitement d'adoucissement	26
I.7.3.3: Traitement de durcissement structural	27
I.7.3.4: Vieillissement	28
Chapitre II : Précipitation et recristallisation dans les alliages AlMgSi	
II.1: Généralité sur les processus de précipitation.....	32
II.2:Germination	33
II.3: Croissance des précipités	35

II.3.1 Précipités cohérents	35
II.3.2 Précipités semi cohérents	36
II.3.3 Précipités incohérents	36
II.4: Coalescence des précipités	38
II.5: Cinétique de transformation de phases (la théorie d'Avrami).....	38
II.5.1. Détermination de l'énergie d'activation	40
II.6: La précipitation dans les alliages AlMgSi	41
II.7: La précipitation dans les alliages AlMgSi(Cu).....	46
II.7.1: Mécanismes de durcissement dans les alliages AlMgSi(Cu)	46
II.8: Structure cristallographique des principales phases	49
II.9: Effet des différents paramètres sur la précipitation dans les alliages AlMgSi	50
II.9.1: Effet des éléments d'addition	50
II.9.1.1: Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si	51
II.9.1.2: Excès de magnésium	52
II.9.1.3: Excès de silicium	53
II.9.1.4: Les dispersoïdes	53
II.9.2 : Effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si.....	54
II.10: Déformation plastique dans les alliages d'aluminium	56
II.10.1: Étape de recristallisation	57
II.10.2: Recristallisation primaire	57
II.10.2.1: Germination	57
II.10.2.2: Croissance	59
II.10.3. Recristallisation secondaire	60
II.10.4: Précipitation dans un alliage déformé	61
II.10.4.1: Ségrégation du soluté	61
II.10.5: Thermodynamique de la recristallisation	62
II.10.5.1: Notion de force chimique	62
II.10.6: Influence des précipités sur la germination de la recristallisation	63
II.10.7: Effets des précipités sur la croissance	64
Chapitre III : Matériaux étudiés et techniques de caractérisations	
III.1: Traitements thermomécaniques	65
III.1.1: Traitements thermiques	65
III.1.2: Ecrouissage	65

III.2: Préparation des échantillons	65
III.3: Méthodes expérimentales utilisées	66
III.3.1: Microscopie optique	66
III.3.2: Microscopie électronique à balayage(MEB)	69
III.3.3: Microscopie électronique à transmission (MET)	69
III.3.4: Diffraction des rayons X (DRX).....	69
III.3.5: La dureté	71
III.3.5.1: La microdureté	72
III.3.5.1.a: Essai Vickers	72
III.3.6: La calorimétrie différentielle a balayage (DSC).....	73
Chapitre IV : Résultats expérimentaux et interprétations	
IV.1: Etude micrographique par microscope optique	74
IV.1.1: Etat brut	74
IV.1.2: Etat d'homogénéisation	74
IV.1.3: Etat de vieillissement	75
IV.2: Etude micrographique par microscope électronique	79
IV.2.1: Microscope électronique à balayage (MEB)	79
IV.2.2: Microanalyse X des alliages	79
IV.2.3: Caractérisation par microscopie électronique à transmission	84
IV.3: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 01	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 02	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 03	88
IV.4: Cinétique de transformation.....	92
IV.5: Microdureté.....	98
IV.5.1: Effet des traitements thermiques sur la microdureté des alliages	98
IV.5.2 : Effet de vieillissement artificiel sur la microdureté des alliages.....	101
IV.5.1: Effet de vieillissement naturel sur la micro dureté	103
IV.6: Diffraction des rayons X.....	106
IV.7: Effet du taux de déformation sur les propriétés mécaniques et Microstructurales.....	111
Conclusion	114

Références	116
Résumé	122
Abstract.....	123
ملخص	124

Liste des figures et des tableaux

Liste des figures

Figure I.1 : Forme cristalline de l'Aluminium	14
Figure I.2: Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structural	27
Figure II.1: Variation de l'enthalpie libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction de son rayon r.....	34
Figure II.2: Schématisation des trois types d'interfaces existantes entre un précipité et la matrice.....	37
Figure II.3: Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β''	44
Figure II.4: Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al	44
Figure II.5: Diagramme de phase de Al-Mg-Si-Cu à température ambiante	47
Figure II.6: Projection du diagramme de phase d'Al-Mg-Si-Cu à température ambiante....	47
Figure II.7: Courbe DSC obtenue avec une vitesse de chauffage 100°C/min après trempe..	48
Figure II. 8: Thermo grammes de DSC de l'alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement pour différentes périodes	56
Figure II.9: Schéma de la recristallisation.....	59
Figure II.10: Croissance anormale du grain	60
Figure II.11: Joint séparant deux grains (1) et (2) d'énergie libre par unité de volume	62
Figure III.1: Procédure de calcul de la taille moyenne des grains	68
Figure III.2: Microscope optique OLYMPUS BX51M	68
Figure III.3 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg.....	70
Figure III.4: Diffractomètre de type (BRUKER - AXS type D8).....	71
Figure III.5: Microdurometre Zwick.....	73
Figure III.6: DSC SETARAM 92	74
Figure IV.1 Microstructure des alliages (1), (2) et (3) à l'état brut	76
Figure IV.2 Microstructure des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés pendant une heure à 530°C	77

Figure IV.3 : Microstructure des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure.	78
Figure IV.4: Micrographies obtenues par MEB des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés à 530°C pendant une heure	80
Figure IV.5 : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (1) observés par MEB	81
Figure IV.6 : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (2) observés par MEB	82
Figure IV.7 : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (3) observés par MEB	83
Figure IV.8 : Micrographie obtenues par MET de l'alliage 03 montre la présence de la phase β''	84
Figure IV.9 : Micrographie obtenues par MET de l'alliage 03 montre la présence de la phase β'	85
Figure IV.10 : Micrographie obtenues par MET de l'alliage 03 homogénéisé à 530°C pendant une heure	85
Figure IV.11 : 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	87
Figure IV.12 : 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	88
Figure IV.13 : Courbe de DSC de l'alliage 03, homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min	90
Figure IV.14: Courbes de DSC des trois alliages. Effet de la vitesse de chauffage	91
Figure IV.15 : Variation de la fraction transformée de l'alliage 01 en fonction du temps et en fonction de Log t.	94
Figure IV.16 : Variation de la fraction transformée de l'alliage 02 en fonction du temps et en fonction de Log t	95
Figure IV.17 : Variation de la fraction transformée de l'alliage 03 en fonction du temps et en fonction de Log t	96
Figure IV.18 : Courbes $\ln(T^2/\Phi)$ en fonction de $1/T$ des alliages 01, 02 et 03	97
Figure IV.19 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 01	99
Figure IV.20 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 02	99
Figure IV.21 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 03 ..	100
Figure V.22 : Variation de la microdureté en fonction de la température des trois alliages 01, 02 et 03	100

Figure IV.23 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C	101
Figure IV.24 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 150°C	102
Figure IV.25 : Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°C	103
Figure IV.26 : Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°C, après une maturation de 21jours	104
Figure IV.27 : Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°C, après une maturation d'un mois.....	105
Figure IV.28 : Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 à l'état brut..	108
Figure IV.29: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 homogénéisés à 530°C pendant une heure	109
Figure IV.30: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieillie 175°C pendant une heure	110
Figure IV.31 :Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation de l'alliage 02 à l'état brut	112
Figure IV.32 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 180°C de l'alliage 02.....	113
Figure IV.33 : Microstructure de l'alliage 02 homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure, trempé puis déformé 5%, de 10% de 25%, et de 50% (réduction en épaisseur)	113

Liste des tableaux

Tableau I.1: Séries de traitements thermiques standards	24
Tableau I.2: Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium	25
Tableau II.1: Résumé des différents points significatifs de la courbe DSC.....	49
Tableau II.2: Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages AlMgSi(Cu)	49
Tableau III.1: Composition chimique des alliages étudiés	65
Tableau IV.1: Taille moyenne des grains des échantillons homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure	75
Tableau IV.2: Les énergies d'activation des trois alliages	93

Introduction Générale

Introduction générale

L'aluminium pur présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossibles son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition avec des traitements thermiques provoque la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice α -aluminium. La faible masse volumique des alliages d'aluminium associée à leurs bonnes caractéristiques mécaniques intéresse l'industrie du transport (ferroviaire, navale, routière, aéronautique). 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).

Les alliages d'aluminium de la série 6000 (famille Al-Mg-Si) sont parmi les plus utilisées dans l'industrie. Ce choix est dû principalement à l'acquisition de cette famille d'alliages de bonnes propriétés mécaniques et une assez bonne résistance à la corrosion. Les alliages d'Al-Mg-Si sont faciles à mettre en forme par tréfilage et laminage. Les excellentes performances de ces alliages concernant principalement les propriétés électriques et mécaniques qui jouent un rôle très important dans leur utilisation dans l'industrie automobile, aéronautique et la construction électrique. La grande étendue de ces propriétés peut être obtenue grâce aux modifications structurales obtenues suite aux traitements thermiques et thermomécaniques, comme tous les alliages légers et à la réduction du poids et du coût du produit industriel.

On sait que suites à aux traitements thermiques des modifications structurales se produisent par la décomposition de la solution sursaturée constituant l'alliage. Ce phénomène est appelé généralement « durcissement structural ».

Les alliages d'aluminium occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Nous proposons dans la présente étude d'apporter une contribution à la compréhension du phénomène de précipitation et dissolution ainsi que le comportement des alliages d'aluminium avec les traitements thermiques et

thermomécaniques. L'effet de différentes teneurs des éléments d'addition sur l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si a été aussi étudié.

Notre étude expérimentale est basé essentiellement sur la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la microscopie électronique à transmission, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), les mesures de la microdureté et la diffraction des rayons X.

La présente de cette thèse comporte une introduction générale et quatre chapitres:

- Le premier chapitre traite, un rappel théorique sur l'aluminium et ces alliages
- Le deuxième chapitre relate une étude bibliographie sur les différents types de précipités en tenant compte des différents éléments d'addition ainsi que les effets causés par les éléments d'addition sur les propriétés mécaniques.
- Le troisième chapitre est limité à la présentation des matériaux étudiés, à la préparation des alliages ainsi qu'à la description des techniques expérimentales utilisées.
- Le quatrième chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus et à leurs interprétations.
- Enfin, nous terminons par une conclusion et par les références bibliographiques qui ont été un support de base de notre travail.

Chapitre *I*

Généralités sur l'aluminium et ses alliages

I.1	Introduction	13
I.2	Propriétés physiques de l'aluminium pur	14
I.3	Principales utilisations de l'aluminium	15
I.3.1:	Transports	15
I.3.2:	Bâtiment	16
I.3.3:	Emballage	16
I.3.4:	Équipements électriques	17
I.3.5:	Équipements mécaniques	17
I.3.6:	Autres applications	17
I.4:	Désignation des différents alliages d'aluminium	18
I.5:	Classification des alliages d'aluminium	19
I.5.1:	Alliages sans durcissement structural	19
I.5.2:	Alliages à durcissement structural	20
I.5.2.1:	Alliages Al-Mg-Si, Série 6000	20
I.6:	Applications des alliages d'Aluminium	21
I.6.1 :	Les alliages Al-Mg-Si (Cu) et l'industrie	22
I.7:	Traitements thermiques	23
I.7.1:	Système de désignation des états métallurgiques	23

I.7.2: Traitements thermiques de la série T.....	23
I.7.3: Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium	26
I.7. 3.1: Traitement d'homogénéisation	26
I.7.3.2: Traitement d'adoucissement	26
I.7.3.3: Traitement de durcissement structural	27
I.7.3.4: Vieillissement	28

I.1 Introduction

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

L'élément aluminium a été découvert en 1825. C'est l'élément métallique le plus présent à la surface de la terre. Sa production ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal (et ses alliages) arrive en seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit sa place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable. Les conductivités électrique (62 % de celle du cuivre) et thermique de ce matériaux 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, notamment pour des applications dans le secteur de l'aéronautique. La bonne ductilité de l'aluminium et ses alliages, à l'état recuit, est liée à sa structure cristalline cubique à faces centrées. On peut aisément le mettre en forme par déformation plastique. Les alliages d'aluminium ont comme trait principal une excellente résistance à la corrosion

Ainsi, il apparaît intéressant et nécessaire de développer des alliages d'aluminium ; le choix des éléments d'additions se fait dans le but d'obtenir une amélioration de certaines caractéristiques par rapport aux propriétés de l'aluminium pur. Il existe de nombreux domaines d'applications pour ces alliages et de nombreuses nuances ont donc été développées afin de satisfaire les caractéristiques requises. La modification de la composition chimique d'un alliage dans le but d'améliorer une performance donnée s'accompagne souvent d'une chute en ce qui concerne une autre propriété.

Une grande variété d'alliages d'aluminium a été ainsi développée afin d'améliorer davantage les propriétés de ce métal en ce qui à trait à ses propriétés physiques, mécaniques, électriques et autres. Les différentes nuances des alliages d'aluminium sont réparties en séries. Chacune de celles-ci est basée sur un ou deux éléments alliant principaux. Ainsi, chaque série possède des propriétés quelques peu différentes des autres séries. Les grandes améliorations apportées aux alliages

d'aluminium ont contribué à leur grande utilisation dans la conception et la fabrication d'avions militaires, civils et commerciaux.

I.2: Propriétés physiques de l'aluminium pur

L'aluminium est un métal dont la structure est et 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 [1, 2].

- Paramètre de maille: 0.405 nm à 25°C.
- Masse volumique à 25°C: 2.698 g/cm³
- Point de fusion: 660°C.
- Température d'ébullition: 2270°C.
- Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C: $2,55 \cdot 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$.
- Conductivité thermique à 20 °C: $\lambda = 217.6 \text{ W/m.K}$
- Résistivité électrique à 20°C: $\rho = 2.63 \mu\Omega\text{cm}$.
- Module d'élasticité: 68000 MPa
- Limite d'élasticité (0,2%): 30 à 40 MPa

L'étendue domaine liquide de l'aluminium est responsable de ses bonnes propriétés de fonderie. L'aluminium pur est un bon conducteur électrique et thermique.

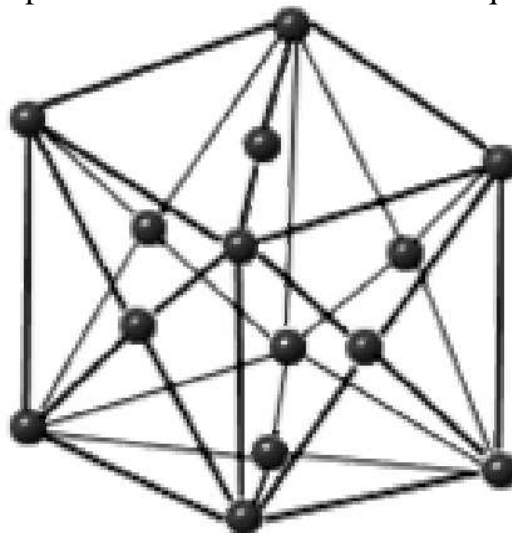


Figure I.1 : Forme cristalline de l'Aluminium (CFC)

I.3: Principales utilisations de l'aluminium

Les principales applications actuelles de l'aluminium sont résumées ci-dessous [3-5]:

I.3.1: Transports (25 %)

L'aluminium est léger, il peut être obtenu avec des caractéristiques mécaniques élevées ce qui est déterminant pour les matériaux utilisés dans les transports. De ce fait, les avions actuels sont constitués à 80 % d'aluminium. L'aluminium est aussi utilisé dans les transports terrestres rapides comme les trains à grande vitesse (TGV), les bateaux à grandes vitesses (NGV) et dans la carrosserie automobile (des véhicules plus légers consomment moins de carburant et polluent moins l'atmosphère). En fait, dans ce créneau, ce nouveau développement est une renaissance car l'aluminium était déjà utilisé il y a 60 ans dans la voiture française Dyna-Panhard (1952-1955), mais il avait disparu de ce marché parce que la tôle aluminium coûtait 20 à 25 % plus chère que la tôle équivalente en acier. Ce retour en grâce de l'aluminium provient du changement des réglementations qui obligent maintenant les fabricants de voitures à recycler leurs voitures en fin de vie. Donc en fin de vie, les voitures retourneront chez le fabricant où elles seront démontées en séparant les matériaux constitutifs : acier, aluminium, verre et plastiques, qui seront réutilisés pour la fabrication de nouvelles voitures. Si le recyclage est pris en compte, l'aluminium redevient compétitif parce que le recyclage de l'aluminium est plus rentable que celui de l'acier pour au moins deux raisons :

- les déchets d'aluminium contiennent le tiers de l'énergie nécessaire à la fabrication d'aluminium à partir de minerais .
- de plus comme la température de fusion de l'aluminium (658 °C) est plus basse que celle de l'acier (1538 °C), il est plus économique à fondre pour élaborer de nouveaux alliages.

Notons qu'un tiers de l'aluminium utilisé actuellement, de par le monde, est de l'aluminium recyclé.

I.3.2: Bâtiment (21 %)

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.3.3: Emballage (21 %)

Beaucoup d'emballages sont produits en aluminium, on peut en citer les boîtes de conserve, les boîtes de boisson ou encore les feuilles minces pour l'emballage alimentaire. L'aluminium n'est pas toxique. Il est facile à mettre en forme. Il a une bonne résistance à la corrosion et peut être recyclé économiquement. Pour ces raisons, l'aluminium est très utilisé pour les boîtes boissons (100 % aux États-Unis, 50 % en Europe) et beaucoup de produits sont enveloppés dans de la feuille mince d'aluminium avec ou sans papier (aluminium ménager, beurre, cigarettes, chocolat etc...).

Les petites boîtes de conserves et les boîtes de boissons sont en aluminium car ce matériau a été le premier à permettre la fabrication de couvercles à ouverture facile (sans outil). Cela résulte de deux avantages de l'aluminium par rapport aux autres matériaux :

- possibilité de faire une incision par un coup de presse qui diminue localement l'épaisseur du métal (permettant l'ouverture du couvercle par déchirement).
- possibilité de filer un rivet intégré dans le couvercle donnant la possibilité de fixer un anneau d'ouverture sur le couvercle sans le perforer donc sans risque de fuite et de contamination extérieure.

I.3.4: Équipements électriques (9 %)

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.

I.3.5: Équipements mécaniques (7 %)

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

I.3.6: Autres applications (17 %)

Il s'agit d'un grand nombre d'applications diverses et variées qui constituent individuellement de faibles tonnages et qui vont des meubles de bureau ou d'appartement aux panneaux de signalisation routière, etc...

Pour la plupart de ces utilisations, la bonne résistance à la corrosion de l'aluminium est un avantage apprécié. De plus, les propriétés mécaniques de l'aluminium sont bien différentes de celles de l'acier. Parmi les principales différences avec l'acier, notons l'élasticité et la densité qui sont trois fois moins élevées. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. C'est pourquoi il est important de bien connaître les limites du matériau avant de l'utiliser pour la construction des bateaux. Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés. En premier lieu, il faut retenir ce paradoxe « Plus on soude l'aluminium, plus on l'affaibli ». Cette situation se produit en raison d'un changement des propriétés métallurgiques de l'aluminium de base dans une zone localisée dite: Zone Affectée Thermiquement (ZAT). Cette zone détrempeée apparaît inévitablement dans chacune des zones soudées. La chaleur du bain de fusion provoque un cycle thermique tout autour des cordons de soudures (s'étendant sur 25 millimètres de chaque côté de l'axe du cordon).

I.4: Désignation des différents alliages d'aluminium

Conformément aux directives de l'Aluminium Association (Washington DC, USA), les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres [6].

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.5: 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 alliée 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 : Les alliages à durcissement structural et les alliages sans durcissement structural [7].

I.5.1: Alliages sans durcissement structural

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

- Le durcissement par écrouissage, 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.

Les alliages Al-Mn (série 3000) et Al-Mg (série 5000) sont les principales familles d'alliages d'aluminium sans durcissement structural. Le manganèse augmente les caractéristiques mécaniques par la précipitation de phases dispersées. En effet, le manganèse augmente la résistance et la température de recristallisation de

l'aluminium grâce à la précipitation de Mn sous forme de fins précipités de type Al_6Mn

I.5.2: Alliages à durcissement structural

Le durcissement structural obtenu par un processus comportant :

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

Les principales familles d'alliages à durcissement structural sont : Al-Cu (série 2000), Al Mg Si (série 6000), et Al-Zn-Mg (série 7000).

Dans le cas des alliages d'aluminium de la série 6000, les principaux éléments d'alliage sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour former le composé Mg_2Si . Le durcissement est assuré principalement par la précipitation de la phase métastable $\beta''(Mg_2Si)$. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Ces alliages ont une bonne aptitude aux transformations à chaud (laminage, filage) et au soudage. Leurs applications sont très variées: secteur automobile, naval et aéronautique [8].

I.5.2.1: Alliages Al-Mg-Si, Série 6000

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

Les alliages Al-Mg-Si sont des alliages à solution solide type $Al-Mg_2Si$ [9], série 6000 qui fait partie de la catégorie des alliages à durcissement structural. Ces alliages sont généralement livrés après homogénéisation, trempe et vieillissement naturel.

Les alliages Al-Mg-Si(Cu) sont largement utilisés comme des alliages structuraux de moyenne résistance qui allient les avantages suivants : une bonne

formabilité, une bonne soudabilité et une résistance remarquable à la corrosion (passivation à la corrosion sous tension) [10]. Les éléments d'alliage de cette série sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si). Cette famille d'alliage a une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ils ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit. Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2000 et 7000. Ces caractéristiques peuvent être améliorées par addition de silicium qui formera avec le Mg, le précipité durcissant Mg_2Si . Ils présentent une bonne résistance à la corrosion notamment atmosphérique. Ils se soudent très bien (soudure à l'arc ou brasage). On peut les classer en deux groupes [11] :

- 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 [11].

I.6: Applications des alliages d'Aluminium

Les recherches intéressantes sur les alliages d'aluminium dans les récentes années, peuvent être dues aux grandes demandes de l'utilisation des matériaux légers dans l'industrie d'automobile. Les alliages d'aluminium ont une importance spéciale pour les panneaux externes d'automobile, où la haute résistance et la résistance de bosselure sont exigées et pour les amortisseurs, où la bonne résistance et le choc d'absorption sont nécessaires. Dans les deux cas, la bonne formabilité est une exigence importante. Les alliages Al-Mg-Si sont largement utilisés pour la résistance moyenne des applications structurales et dans les sections architecturales. Et ils sont la plupart du temps employés dans les produits extrudés d'aluminium en Europe de l'ouest, aussi

bien que pour la construction des moteurs des véhicules [12]. Les alliages Al-Mg-Si-(Cu), de durcissement par précipitation, ont été choisis pour la fabrication des panneaux de revêtements. Les alliages AA6111, développée par la société canadienne de l'aluminium « ALCAN » en 1983, ont été choisis pour des applications à des panneaux de revêtements dans les usines de l'Amérique du nord parce qu'ils ont une combinaison de bonne formabilité et du potentiel élevé de renforcement. Récemment, les alliages de la série 6XXX sont aussi considérés pour des applications aérospatiales.

I.6.1: Les alliages Al-Mg-Si (Cu) et l'industrie

Récemment, un regain d'intérêt pour les alliages Al-Mg-Si-(Cu) de la série 6000 a été motivé par leur utilisation dans l'industrie d'automobiles, du fait de leur bon compromis densité - propriétés mécaniques [13].

Ces alliages ont des propriétés distinctives en partie, dû à l'addition du cuivre responsable de la formation des phases Q et Q', [14-17]. Cette phase Q est stable seulement en composé quaternaire avec une stœchiométrie différemment rapportée. Il a été rapporté, que tous les alliages de la série 6000 sont principalement durcis par la phase β'' pendant le vieillissement artificiel à la température 180 °C [18]. Egalement, dans l'utilisation pour tôles d'automobiles, le durcissement par vieillissement est exécuté pendant le cycle de cuisson de la peinture (environ 30 min à 175 °C) [19]. Ainsi les alliages sont employés dans l'état sous vieilli. Un constat peut être fait pour les alliages contenant une quantité excédentaire de Si par rapport à la composition quasi binaire Al-Mg₂Si. Ceux-ci ont atteint des niveaux satisfaisants de dureté pendant cette période limitée de vieillissement.

En revanche, ces alliages présentent un durcissement en maturation plus élevé. Ceci est indésirable dans le contexte de la fabrication des tôles automobiles, on souhaite un alliage qui ne durcit pas en cours de mise en forme. Seul, l'opération de cuisson de la peinture peut constituer le revenu de vieillissement [20]. Actuellement, les alliages 6016 et 6111 (développé par ALCAN en 1983) livrés en état T4 [21-24, 25] sont respectivement employés dans la fabrication de la majorité des panneaux internes et externes des véhicules en Europe.

I.7: Traitements thermiques

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 ou les tensions résiduelles dans une pièce. 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).

I.7.1 : Système de 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 1.2.

I.7.2 Traitements thermiques de la série T

Les traitements thermiques de la série T, Tableau I.3, donnent en général comme résultat un matériau très résistant. En effet, ce type de traitements thermiques modifie les propriétés générales d'un alliage, suite aux exigences de son application.

Désignation	Traitement ou état
F	<p>Brut de fabrication</p> <p>Cet état s'applique aux produits issus de procédés de transformation au cours desquels aucun contrôle de durcissement structural ou d'écrouissage n'a été utilisé. Pour les produits de corroyage dans cet état, on ne donne aucune limite de propriété.</p>
O	<p>Recuit</p> <p>Cet état s'applique aux produits corroyés, recuits pour obtenir l'état avec la plus faible résistance mécanique. Il s'applique aussi aux produits moulés, recuits pour augmenter leur ductilité et leur stabilité dimensionnelle.</p>
H	<p>Écroui</p> <p>Cet état s'applique aux produits dont la résistance augmente par écrouissage, avec ou sans traitements thermiques supplémentaires, pour produire des diminutions de résistance.</p>
W	<p>Traitement de mise en solution</p> <p>Cet état instable s'applique uniquement aux alliages qui vieillissent spontanément à température ambiante après un traitement thermique de mise en solution. Cette désignation est spécifique seulement lorsqu'on indique la période de vieillissement à température ambiante</p>
T	Autres traitements thermiques

Tableau I.1: Séries de traitements thermiques standard [8]

Désignation	Traitements thermiques
T1	Refroidi après transformation à chaud et mûri jusqu'à l'obtention d'une condition stable : s'applique aux produits non écrouis après la trempe
T2	Refroidi après transformation à chaud, écroui, et mûri jusqu'à l'obtention d'une condition stable : s'applique aux produits écrouis après la trempe
T3	Traitement thermique de dissolution, trempé, écroui, et mûri jusqu'à l'obtention d'une condition stable : s'applique aux produits écrouis
T4	Traitement thermique de dissolution, trempé et mûri jusqu'à l'obtention d'une condition stable : s'applique aux produits non écrouis
T5	Refroidi après transformation à chaud et revenu : s'applique aux produits non écrouis suivant la trempe
T6	Traitement thermique de dissolution, trempé et revenu : s'applique aux produits non écrouis après la trempe
T7	Traitement thermique de dissolution, trempé et sur-revenu : matériau apporté au-delà du point de résistance maximale afin de contrôler une autre propriété du matériau trempé
T8	Traitement thermique de dissolution, trempé, écroui, et revenu : s'applique aux produits écrouis
T9	Traitement thermique de dissolution, revenu et écrouissage: s'applique aux produits écrouis
T10	Refroidi après transformation à chaud, écroui, et revenu : s'applique aux produits écrouis

Tableau I.2: Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium [8].

I.7.3: Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium

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

- 1) traitement d'homogénéisation
- 2) traitement d'adoucissement
- 3) traitement de durcissement structural
- 4) traitement de vieillissement

I.7.3.1: 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 [26], 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.7.3.2: 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.7.3.3: Traitement de durcissement structural

Ce type de traitement comprend généralement trois étapes distinctes:

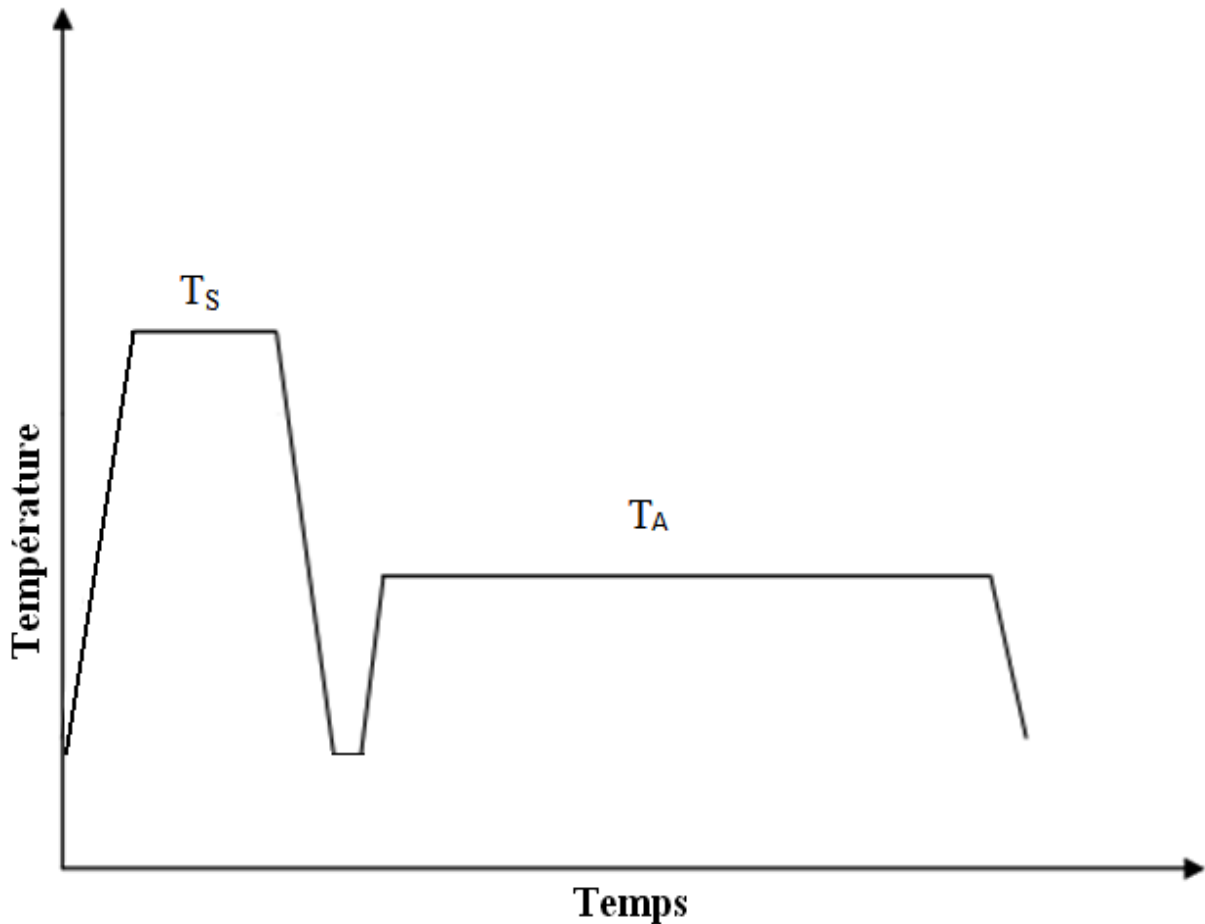


Figure I.2: Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structural

T_S : Température minimale de mise en solution

T_A : Température d'adoucissement (ou de vieillissement)

1: Mise en solution :

Maintien d'une pièce à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue pour que les éléments d'alliage soient distribués de façon homogène. Le temps de chauffage varie selon la géométrie de la pièce. Il peut

aller d'une minute pour une feuille mince à 20 heures pour une grosse pièce de fonderie au sable. Il faut accorder une attention particulière à la disposition des pièces dans le four pour assurer un chauffage homogène. On respectera les paramètres de mise en solution puisqu'une surchauffe entraînera la perte des propriétés et une dégradation de la pièce. Au contraire, un chauffage insuffisant ou inégal signifiera que la pièce n'atteindra pas les propriétés mécaniques souhaitées.

2: Trempe :

Refroidissement rapide d'une pièce pour l'amener à la température ambiante afin de préserver l'effet de la mise en solution. On va donc amener l'alliage le plus rapidement possible à la température ambiante de manière à immobiliser les atomes dans leur position en solution solide. La trempe est, de bien des façons, l'étape la plus critique dans le procédé de traitement thermique parce que le refroidissement rapide introduit des contraintes. Cela explique que bien que la trempe se réalise le plus souvent par immersion dans l'eau fraîche, il arrive que les pièces complexes, ayant de grandes variations dans l'épaisseur de ses parois, soient trempées dans un milieu procurant un refroidissement moins rapide, comme l'eau chaude, une solution aqueuse de glycol, de l'air forcé ou un brouillard (parfois au détriment des propriétés métallurgiques optimales).

3 : Traitements thermiques de revenu :

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

I.7.3.4: Vieillessement :

Juste après la trempe (on dit : état de trempe fraîche), l'alliage se trouve dans un état très malléable et, dépendamment de l'alliage, reste dans cet état pour quelques minutes, quelques heures ou quelques jours. Au cours de cette période, on procédera à des opérations de dégauchissement ou de mise en forme.

a) Vieillissement naturel

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 d'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 [27].

b) Vieillissement artificiel

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 - 240°C] dans le cas des alliages d'aluminium AlMgSi.

Chapitre *II*

Précipitation et recristallisation dans les alliages AlMgSi

II.1: Généralité sur les processus de précipitation.....	32
II.2: Germination	33
II.3: Croissance des précipités	35
II.3.1 Précipités cohérents	35
II.3.2 Précipités semi cohérents	36
II.3.3 Précipités incohérents	36
II.4: Coalescence des précipités	38
II.5: Cinétique de transformation de phases (la théorie d'Avrami).....	38
II.5.1. Détermination de l'énergie d'activation	40
II.6: La précipitation dans les alliages AlMgSi	41
II.7: La précipitation dans les alliages AlMgSi(Cu).....	46
II.7.1: Mécanismes de durcissement dans les alliages AlMgSi(Cu)	46
II.8: Structure cristallographique des principales phases	49
II.9: Effet des différents paramètres sur la précipitation dans les alliages AlMgSi	50
II.9.1: Effet des éléments d'addition	50
II.9.1.1: Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si	51
II.9.1.2: Excès de magnésium	52
II.9.1.3: Excès de silicium	53
II.9.1.4: Les dispersoïdes	53

II.9.2 : Effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si	54
II.10: Déformation plastique dans les alliages d'aluminium	56
II.10.1: Étape de recristallisation	57
II.10.2: Recristallisation primaire	57
II.10.2.1: Germination	57
II.10.2.2: Croissance	59
II.10.3. Recristallisation secondaire	60
II.10.4: Précipitation dans un alliage déformé	61
II.10.4.1: Ségrégation du soluté	61
II.10.5: Thermodynamique de la recristallisation	62
II.10.5.1: Notion de force chimique	62
II.10.6: Influence des précipités sur la germination de la recristallisation	63
II.10.7: Effets des précipités sur la croissance	64

II.1: Généralités sur les processus de précipitation

Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir biphasé à des températures plus basses [28]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phase, est habituellement désigné par le terme de précipitation. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable car ils modifient profondément les propriétés de l'alliage. Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées : qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation continue et la précipitation discontinue.

La précipitation continue nécessite la germination et la croissance des cellules constituées des produits biphasés comme le cas des lamelles de la seconde phase noyée dans la matrice. La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration du soluté de la phase mère diminue progressivement jusqu'à sa valeur d'équilibre. Ce type de précipitation conduit dans le premier stade à l'obtention d'un certain nombre de précipités qui grossissent par la suite par le drainage des atomes de soluté.

Dans le cas de la précipitation discontinue, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites tels que les dislocations, les joints de grains [29].

Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possède au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente. Une phase a une structure proche de la phase initiale (la matrice ou phase mère) et l'autre est généralement composée de phases dispersées à l'intérieur de la matrice. Elle est caractérisée par une germination et une croissance. Les précipités jouent le rôle d'obstacles aux glissements susceptibles de se produire dans le réseau cristallin. Les précipités fins et bien dispersés sont plus efficaces pour bloquer les glissements. Le traitement thermique

contrôle la dispersion et la taille des précipités qui ont un grand effet sur les propriétés mécaniques du matériau.

II.2: Germination

Deux types de germination sont possibles : la germination homogène, c'est-à-dire la solidification d'un noyau d'atomes du liquide grâce à des fluctuations statistiques dues à l'agitation thermique, ou la germination hétérogène. C'est en général cette seconde qui se produit car dans ce cas, la barrière d'enthalpie de germination est plus faible : celle-ci peut se faire sur des particules présentes dans le liquide que l'on appelle inoculant ou affinant, ou sur les parois du moule en fonderie. Celles-ci vont augmenter le nombre de sites de germination et donc permettre d'avoir une taille de grains plus faible.

La germination d'une nouvelle phase aux dépens d'une phase homogène selon un processus de germination homogène implique la formation d'une interface. Le processus d'apparition du germe s'accompagne d'une variation d'enthalpie libre (ΔG) donné par l'expression suivant :

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

Avec :

ΔG_v Enthalpie libre volumique.

ΔG_s Enthalpie libre superficielle.

ΔG_d Enthalpie libre de déformation.

Le terme ΔG_d est négligeable, en première approximation, à cause de sa faible contribution au premier stade de germination (germe de très petite dimension). La variation d'enthalpie libre est exprimée comme suit:

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s \dots\dots\dots (II-2)$$

Dans le cas d'un grand germe sphérique on a :

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

$$\Delta G_s = 4\pi r^2 \delta \dots\dots\dots(\text{II})$$

Où $G\beta$ et $G\alpha$ sont les enthalpies libres spécifiques des phases β et α respectivement et δ l'enthalpie libre superficielle à l'interface $\frac{\alpha}{\beta}$.

Par substitution dans l'équation (II-2) on a alors :

$$\Delta G = \frac{4\pi r^3}{3} (G\beta - G\alpha) + 4\pi r^2 \delta \dots\dots\dots(\text{II.5})$$

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

$$\frac{d\Delta G}{dr} = 4\pi r^2 (G\beta - G\alpha) + 8\pi r \delta = 0 \dots\dots\dots(\text{II.6})$$

$$r_c = \frac{-2\delta}{G\beta - G\alpha} \dots\dots\dots(\text{II.7})$$

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 (I.1) représente la Variation d'enthalpies libre associée à la formation d'un germe sphérique en fonction de son rayon.

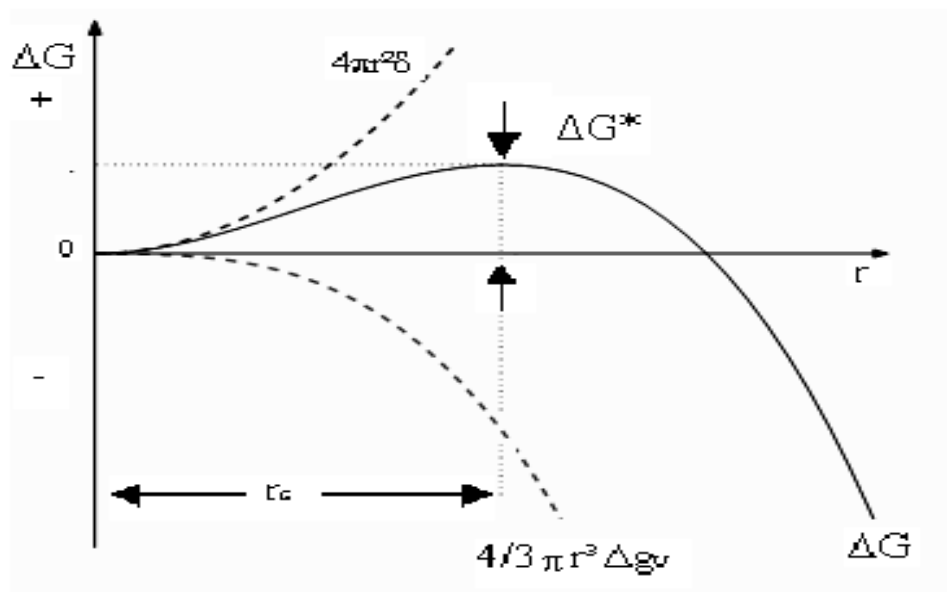


Figure II.1: Variation de l'enthalpie libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction du son rayon r [30]

La germination hétérogène tend à s'opérer de préférence, et en premier lieu, sur les hétérogénéités de la phase mère afin d'abaisser l'enthalpie libre de formation des germes et réduisant l'énergie surfacique et / ou l'énergie de déformation.

Les deux principaux types de germination hétérogènes sont: la germination sur les joints de grains et la germination sur les dislocations. Dans le cas de la germination sur les joints de grains, une partie du joint de grains disparaît et réduit, ainsi l'énergie de formation du germe. En ce qui concerne la germination sur les dislocations, la croissance d'un germe critique est favorisée par la migration facile des atomes de soluté par biais à travers les dislocations.

L'interface entre la matrice mère et le précipité peut être: cohérente, semi cohérente, incohérente.

II.3: Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules au niveau de l'interface qui délimite 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 surface 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. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur les différents types d'interfaces existantes entre la phase mère et le précipité. D'après Hornbogen, il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la Figure II.2 [31].

II.3.1 Précipités cohérents

Ces précipités forment une interface cohérente avec la phase mère 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, ceci est schématisé dans la figure II.4.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 sont généralement complètement cohérentes avec la matrice.

II.3.2 Précipités semi cohérents

Lorsque le germe atteint une dimension critique au delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus importante que l'énergie interfaciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans certains endroits de l'interface. Le précipité devient à ce moment semi-cohérent représenté schématiquement dans la figure II.2.b.

II.3.3 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 niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque d'une structure à l'autre au niveau de cette interface représenté schématiquement dans la figure II.2.c.

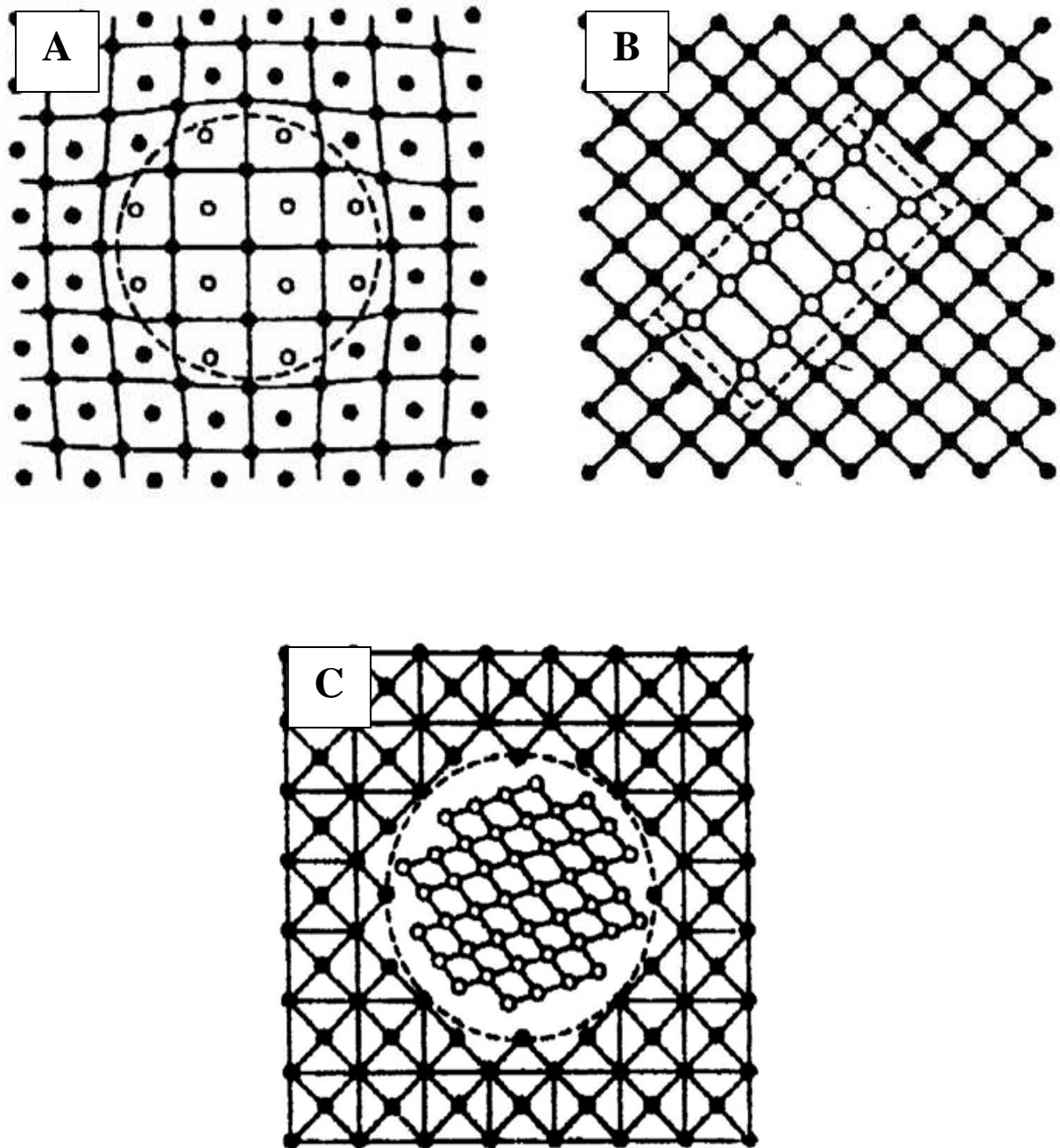


Figure II.2: Schématisation des trois types d'interfaces existantes entre un précipité et la matrice [31]

- A- Interface cohérente
- B- Interface semi cohérente
- C- Interface incohérente.

II.4: Coalescence des précipités

A la fin de la croissance, les proportions de phase dans un alliage polyphasé tendent vers les rapports prévus par le diagramme d'équilibre. La croissance des gros précipités se fait aux dépens des plus petits précipités qui finissent par disparaître. Ce phénomène est expliqué comme suit: au voisinage des petits précipités qui sont plus dispersés, la concentration des atomes de soluté est plus grande que celle dans le volume adhérent aux grosses particules. Cette différence en concentration confirme que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grosses particules. Et les atomes du composant de diffusion de base de la grosse particule à la particule fine. Une telle distribution des composants de diffusion s'effectue près des gros cristaux de la seconde phase la solution solide α devient sursaturée, ce qui conduit à leur croissance [32]. Ce phénomène est appelé coalescence. Par contre, au voisinage des particules plus dispersées, la solution solide devient pauvre et les particules se dissolvent.

II.5: Cinétique de transformation de phases (la théorie d'Avrami)

Les cinétiques de transformation de phases (liquide – solide et solide – solide) qui procèdent par un mécanisme de germination obéissant généralement à une loi de transformation proposée par Avrami. Le traitement d'Avrami donne une équation qui permet de calculer le degré d'avancement de la transformation de phases en fonction du temps [33].

L'apparition et le développement d'une nouvelle phase β au sein d'une phase α préexistante peuvent être imaginés de la manière suivante: initialement, un germe apparaît au sein de la phase mère α . Ce germe constitue un élément de la phase β .

Dans une deuxième étape, les germes croissent aux dépens de la phase α et contribuent à l'avancement de la transformation.

La croissance de la phase nouvelle ne procède pas nécessairement à la même vitesse dans toutes les directions de l'espace. Dans les cas les plus simples on peut imaginer une croissance uniforme (croissance sphérolithique) suivant trois directions de l'espace. Un germe apparu au temps $t = 0$ aura atteint, au temps $t > 0$, un volume égal à :

$$V = \frac{4\pi(vt)^3}{3} \dots\dots\dots(\text{II.8})$$

v est la vitesse de croissance et (vt) , le rayon de la sphère au temps t , un grain β qui commence à se développer après un temps $t = \tau$ aura atteint, au temps $t > \tau$, un volume :

$$V' = \frac{4\pi(v(t-\tau))^3}{3} \dots\dots\dots(\text{II.9})$$

La croissance de la phase nouvelle s'effectue librement durant les premiers temps de la transformation. Ce comportement se modifie à un certain taux de conversion, lorsque les phases en croissance entrent en contact les unes avec les autres.

En tenant compte de cette caractéristique et en se basant sur les lois de germination et de croissance, on obtient une équation générale qui donne le taux de conversion (fraction volumique Y) en fonction du temps de transformation :

$$Y = 1 - \exp(-kt)^n \dots\dots\dots(\text{II.10})$$

k est la constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance. Ainsi, dans le cas d'une croissance sphérolithique amorcée par une germination homogène sporadique de vitesse I , l'exposant $n = 4$, et on calcule que :

$$k = \left(\frac{\pi}{3}\right) Iv^3 \dots\dots\dots(\text{II.11})$$

La relation (II.10) est appelée équation d'Avrami et n varie suivant le type de transformation de 1 à 4, et k dépend des processus de germination et de croissance qui sont fortement dépendants de la température.

II.5.1. Détermination de l'énergie d'activation:

La cinétique de transformation (précipitation ou dissolution des précipités) est toujours reliée aux concepts de l'énergie d'activation et de l'ordre de réaction. Les études des processus de précipitation sont associées aux processus de germination et de croissance qui dominent en alliages sursaturés. En général, les énergies d'activation séparées doivent être identifiées avec différentes étapes de germination et de croissance dans une transformation.

Les études de la précipitation en alliages sursaturés sur le chauffage ont été réalisées par l'utilisation des mesures calorimétriques à balayage anisotherme. Dans la méthode anisotherme l'échantillon est chauffé à un taux fixe, et la chaleur évoluée est enregistrée en fonction de la température.

Il y a quatre méthodes différents qui ont été appliquées pour évaluer l'énergie d'activation efficace pour la précipitation et la dissolution (d'Ozawa; Ozawa Chen; Gupta; Kissinger) [34].

Dans notre travail, nous avons utilisé la méthode d'Ozawa [35] ; cette méthode repose sur l'hypothèse selon laquelle, au cours de la montée en température, la réaction passe par un maximum avant de décroître, grâce à la relation suivante :

$$\ln \left[\frac{T_j^2}{\phi} \right] = \frac{E}{R T_j} + C \quad \dots\dots\dots(\text{II. 12})$$

D'où T est la température, j indique la position du pic considéré, R constante des gaz parfaits, E l'énergie d'activation, Φ la vitesse de chauffage et C est une constante.

La représentation de $\ln \left[\frac{T_j^2}{\phi} \right]$ en fonction de $\frac{1}{T_j}$, en échelle semi-logarithmique, nécessite la connaissance de température de pic en question (T_j) correspondante à chaque vitesse de chauffage, pour laquelle la transformation (précipitation ou

dissolution) est maximale, dont le coefficient $\frac{E}{R}$ représente la pente de la droite ainsi obtenue.

II.6: La précipitation dans les AlMgSi

La séquence de précipitation dans ces alliages est rendue plus complexe par la présence de phases métastables et d'au moins deux éléments d'additions distincts (Mg et Si).

La séquence de précipitation communément admise pour les alliages pseudo-binaires Al-(Mg₂Si) [36-38] est la suivante :

Amas d'atomes de (SSS) → zones GP (Guinier-Preston) → précipités β'' → précipités β' → β(Mg₂Si)

Ainsi, on peut distinguer d'autres séquences proposées, selon la composition de l'alliage considéré :

- Pour le cas des alliages à excès de Si, contenant 0,07% Cu (%masse), la séquence de précipitation proposée est la suivante [37,38] :

Amas d'atomes de (SSS) → zones GP → précipités β'' → précipités β' → Q' → β + Si

- Pour le cas des alliages à excès de Si, contenant 0,19% Cu (%masse), la séquence de précipitation proposée est la suivante [37] :

Amas d'atomes de (SSS) → zones GP → précipités β'' → Q' → Q + Si

Solution solide sursaturé SSS:

Au cours du maintien d'un alliage d'aluminium à durcissement structural à la température ambiante après la trempe, la solution solide sursaturée se trouve en état métastable. Au cours de ce stade, appelé maturation, l'alliage durcit progressivement, spontanément et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation, à partir de la matrice, de germes stables de petits amas d'atomes de soluté (les zones de Guinier-Preston), en très grande densité (de l'ordre de 10^{17} à 10^{18} /cm³) [39], dont la taille est supposée comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. L'observation en microscopie électronique en transmission conventionnelle d'objet de telle taille est rendue presque

impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électronique de l'aluminium, du magnésium et du silicium [24]. Des récents travaux utilisant des techniques de caractérisations modernes mieux adaptées à l'étude de ces objets, telle la sonde atomique, ont été menés par différents auteurs [24, 38, 40, 41]. Ces amas d'atomes sont toujours situés aux noeuds du réseau de la matrice d'aluminium et sont constitués de petites portions de plans cristallographiques du réseau d'aluminium enrichis en atomes de soluté. A cette étape, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques [42]. Ils contiennent en majorité des atomes d'aluminium en plus des atomes de Mg et/ou Si. Ils sont orientés selon les directions $[100]_{Al}$. Ils sont d'abord désordonnés puis organisés en alternance de couches d'atomes de silicium entourés de deux couches d'atomes de magnésium. Gueuser [24] rapporte que lorsque l'on parlera d'amas homo-atomiques, il s'agira d'amas enrichis en un seul type de soluté en plus des atomes de solvant et non pas d'objets contenant 100% du soluté en question. Edwards et al [38] ont détecté à la fois des amas de Mg, des amas de Si et des hétéroamas contenant Mg et Si caractérisés par l'apparition d'un large pic à basse température dans les diagrammes de (DSC). En revanche, les travaux [40,41], affirment que leurs profils de concentration ne laissent apparaître que des homo- amas de Mg dans l'état brut de trempe. Ils suggèrent qu'une maturation à température ambiante et/ou un pré-revenu à une température inférieure à 100°C verraient la formation d'amas de Si, puis de co-amas Mg -Si. Les deux équipes sont cependant d'accord pour affirmer que les co-amas formés pendant le pré-revenu servent très probablement de sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β'' qui leur fait suite dans la séquence de précipitation. Vaumousse et al [43] en étudiant des alliages de la série 6000 sont parvenus 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'hétéroamas. Leur méthode inclue le choix d'un nombre d'atomes minimal pour la définition d'un amas. L'efficacité de détection d'un amas paraît cependant limitée.

La phase durcissante β''

β'' est une phase cohérente avec la matrice mère conserve une morphologie similaire à celle des amas de soluté (zones GP) [39], en se formant ainsi en aiguilles au dépens de ces précurseurs qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$. En effet, elle a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP (zone GP-II), car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de la matrice d'aluminium. Ces traînées étaient interprétées de la même façon que pour les zones GP des alliages Al-Cu comme étant la trace de zones iso structurales très fines [24]. La dénomination par β'' et la structure de β'' ont été initialement présentés par Esmaili [23] suite à une étude par diffraction des rayons X d'un alliage Al-Mg-Si. Elle a déterminé que la structure de β'' est du type monoclinique, avec $a = b = 0.616$ nm, $c = 0.71$ nm et $\beta = 82^\circ$. Selon les travaux menés par les auteurs [14, 17, 22, 44], cette phase cohérente est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans les alliages Al-Mg-Si (Cu) modèles industriels à faible teneur en cuivre. De nombreuses études ont proposé des structures cristallines plus ou moins concordantes [45,46]. Les structures proposées pour la phase β'' sont présentées comme suit :

- Monoclinique bc, $a = 1.534$ nm, $c = 0.689$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta = 106^\circ$, Edwards [38]
- Monoclinique $a = 0.30$ nm, $c = 0.33$ nm, $b = 0.40$ nm, $\beta = 71^\circ$, Lynch [46]
- Monoclinique C2/m $a = 1.516$ nm, $c = 0.674$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta : 105.3^\circ$, Andersen [47]
- Monoclinique (P2/m) $a = 0,770$ nm, $c = 0,203$ nm, $b = 0,670$, $\gamma = 75^\circ$ [10]

Les figures II.3 et II.4 illustrent les observations faites par la microscopie à transmission à haute résolution (HRTEM) qui révèlent l'orientation des atomes de Mg et Si observé sur une aiguille de β'' ainsi que le modèle construit par Anderson et al [47], simultanément.

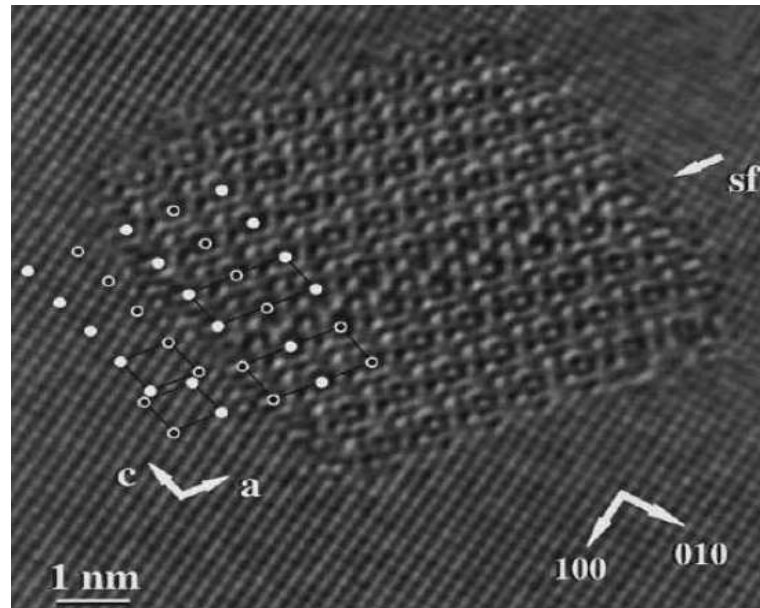


Figure II.3: Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β'' [47].

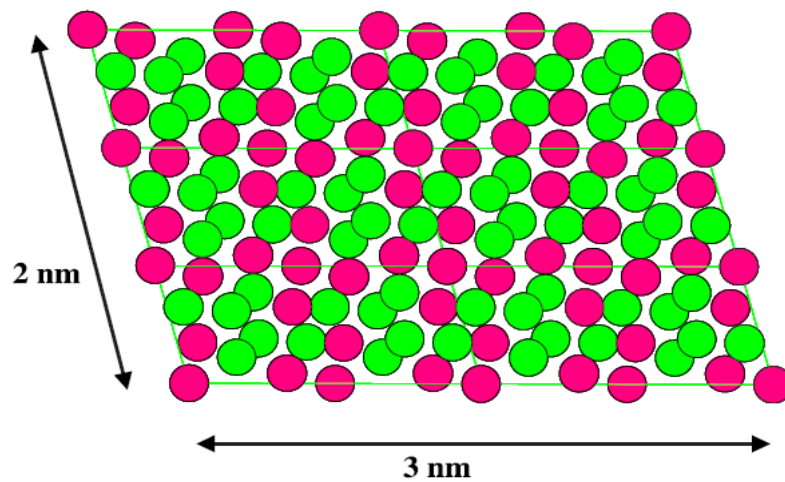


Figure II.4: Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al. [47].



La Phase β'

Cette phase intermédiaire, ayant un rapport $\frac{Mg}{Si}$ plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports $\frac{Mg}{Si}$ trouvés dans la littérature sont pratiquement identiques à celles mesurés de la phase β' (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase précipite sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. La structure de cette dernière a été bien déterminée par diffraction électronique [34]. Elle s'agit d'une maille hexagonale de paramètres :

$$a = 0,705 \text{ nm}, c = 0,405 \text{ nm}, \text{ rapport } \frac{Mg}{Si} = 1.73 \text{ [34]}$$

$$a = b = 0,407 \text{ nm}, c = 0,405 \text{ nm}, \text{ rapport } \frac{Mg}{Si} = : 1.54 \text{ [34]}$$

Les aiguilles β'' , les bâtonnets β' sont semi cohérents avec la matrice α -aluminium le long des grands axes. Anderson et al. [47], proposent la stoechiométrie suivante $Mg_{18}Si_{10}$. Des travaux [46-16] en utilisant le MET à haute résolution ont montré que cette phase pouvait coexister avec β'' dans un même précipité.

La Phase d'équilibre $\beta(Mg_2Si)$

La Phase d'équilibre $\beta(Mg_2Si)$ est habituellement formée de petites plaquettes sur les plans $\{100\}$ dans la matrice Al ayant la structure CFC du type CaF_2 avec $a = 0.636 \text{ nm}$ (la fluorure de calcium).

Cependant, des études [38-41], notamment en utilisant des sondes atomiques, suggèrent que les premières étapes de la précipitation sont plus complexes. Le premier stade verrait la formation d'amas d'atomes de Si et d'amas d'atomes de Mg. Puis des co-amas de Mg et Si apparaîtraient avec la même composition chimique que les zones GP à qui ils donneraient naissance.

L'excès de silicium par rapport à la stoechiométrie de la phase Mg_2Si change considérablement les phases en présence dans les alliages Al-Mg-Si [48], Matsuda a observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la

phase β . Enfin les phases d'équilibre sont soit β si l'excès de silicium n'est pas trop important, soit du silicium le cas échéant.

II.7: La précipitation dans les alliages AlMgSi(Cu)

II.7.1: Mécanismes de durcissement dans les alliages AlMgSi(Cu)

De même que pour les alliages AlMgSi, le durcissement des alliages de la série 6000 au cuivre se fait grâce à la phase métastable β'' . Cependant l'addition de cuivre entraîne la formation de la phase Q qui possède plusieurs précurseurs successifs [41]. L'une des phases se présentant sous forme de lattes semble participer elle aussi au durcissement structural des alliages AlMgSi(Cu) [17].

Dans les alliages AlMgSi(Cu), la séquence de précipitation dépend du rapport des concentrations en silicium et magnésium mais aussi du taux de cuivre. Les phases métastables qui suivent l'apparition de la phase β'' sont nombreuses et encore mal appréhendées [49]. Nous nous attacherons donc simplement à mieux comprendre les phases qui se forment à l'équilibre en fonction des concentrations en éléments d'alliages. Les phases à l'équilibre dans les alliages AlMgSiCu peuvent être représentées grâce à trois tétraèdres de composition. Dans chacun d'entre eux, un équilibre à quatre phases peut être trouvé. A chaque fois, on retrouve la solution solide à base d'aluminium α et la phase quaternaire Q. La composition de Q n'est pas encore connue parfaitement, plusieurs compositions sont proposées comme par exemple $\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7$ [50]. En plus de α et Q, deux autres phases sont présentes parmi $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$, β et (Si). La figure II.5 présente le diagramme de phase de l'alliage Al-Mg-Si-Cu à température ambiante [17].

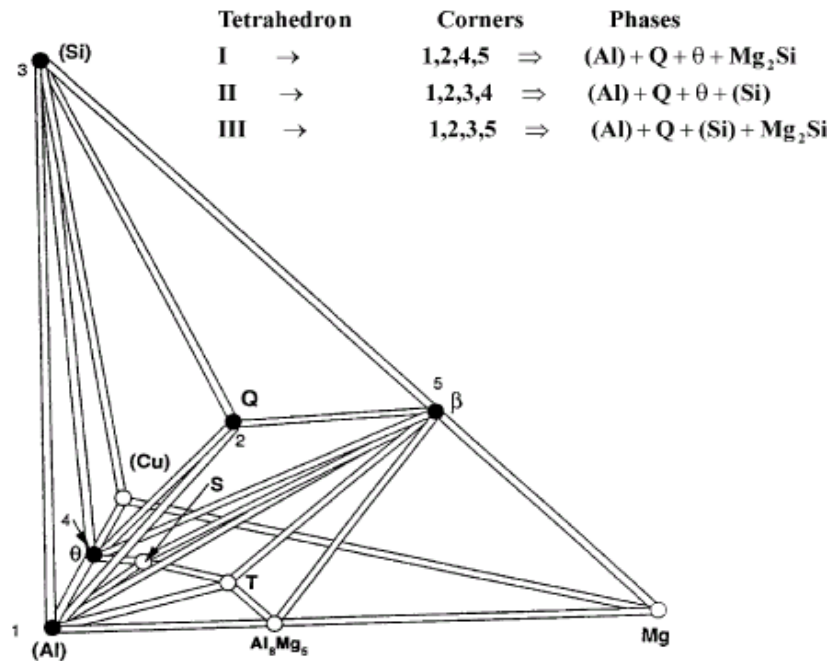


Figure II.5: Diagramme de phase de Al-Mg-Si-Cu à température ambiante [17].

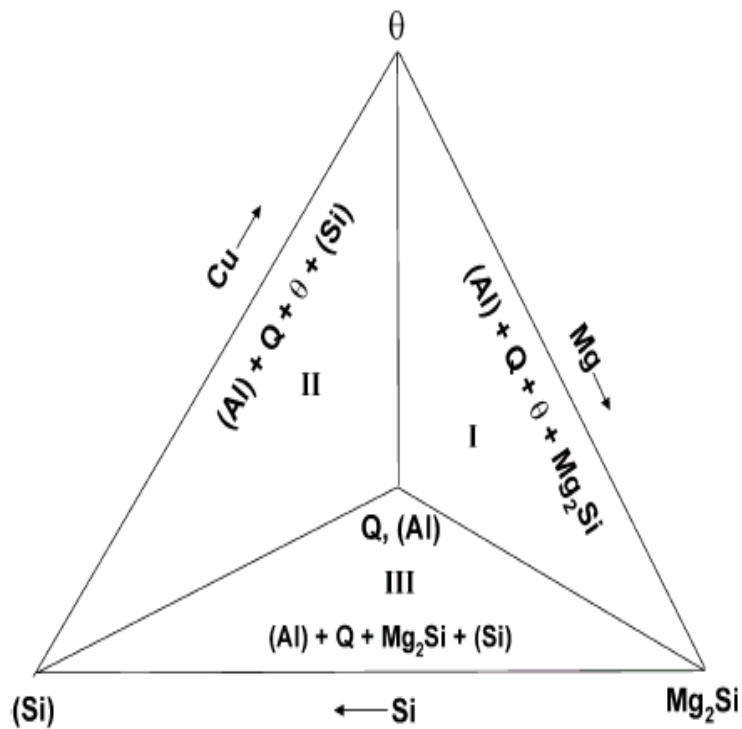


Figure II.6: Projection du diagramme de phase d'Al-Mg-Si-Cu à température ambiante. (La ligne verticale représente le cas de Mg/Si=1 (en poids)) [17].

Selon la composition de l'alliage, on peut se trouver dans l'un ou l'autre des tétraèdres. Le tétraèdre I est défini par les phases d'équilibre α , Q, θ et β . Le deuxième est défini par α , Q, θ et Si. Enfin les sommets du tétraèdre III sont constitués par α , Q, Si et β . On peut représenter le diagramme de manière plus simple en considérant le ratio Mg:Si en poids. Si celui-ci est supérieur à 1, la composition de l'alliage se trouve dans le tétraèdre I. Si le rapport est inférieur à 1, on se déplace vers le tétraèdre II. Enfin si la concentration en Cu est faible (0.2-0.5%), on se trouve dans le tétraèdre III. On peut donc projeter les tétraèdres sur une surface perpendiculaire à la droite reliant α et Q (figure II.6).

Par l'analyse calorimétrique différentielle Laughlin et Miao [51] ont étudié les effets de la précipitation et la dissolution des alliages suivants:

- a) Al 0.50%Mg Si 1.28% 0.07Cu (%masse)
- b) Al 0.55%Mg Si 1.26% 0.9 Cu (%masse).

Immédiatement après l'homogénéisation, trempe et vieillissement à des températures convenables, les résultats obtenus sont représentés dans la figure ci-dessous, et le tableau ci-après récapitule les significations des pics apparent dans (figure II-7).

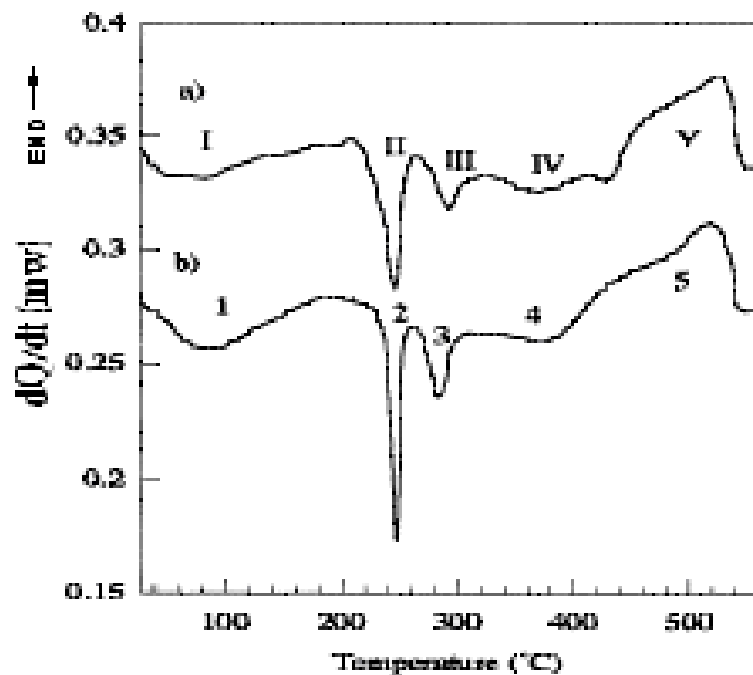


Figure II.7: Courbe DSC obtenue avec une vitesse de chauffage 100°C/min après trempe

Pic	Réaction Exo/Endo	Domaine de température approximatif (°C)	Identification de l'origine de l'effet l'effet
I (1)	Exo	80-100	Formation des zones GP
	Endo	150	Dissolution des zones GP
II(2)	Exo	250	Formation de précipités β''
III (3)	Exo	250-260	Formation β'
IV (4)	Exo	380-400	Formation β
V (5)	Endo	440-530	Dissolution β et Si

Tableau II.1: Résumé des différents points significatifs de la courbe DSC dans la figure II.7

Exo → Exothermique

Endo → Endothermique

II.8: Structure cristallographique des principales phases

Les structures des principales phases stables et métastables rencontrées dans les alliages AlMgSiCu sont regroupées dans le tableau II.2 [49,52].

Phase	β''	β'	β	Q'	Q	θ
Structure	Monoclinique	Hexagonale	CFC	Hexagonale	Hexagonale	Tétragonale
Paramètres (nm)	a = 1.52 b = 0.405 c = 0.67 $\alpha = 105^\circ$	a = 0.705 c = 0.405	a = 0.639	a = 1.03 c = 0.404	a = 1.04 c = 0.402	a = 0.607 b = 0.487

Tableau II.2: Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages AlMgSi(Cu)

- Les précipités β'' se présentent sous la forme d'aiguilles cohérentes, allongées selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice α .
- Les phases β' sont des tiges allongées dans les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice α et le plan (0001) de β' est parallèle au plan (001) de α .
- La phase β Mg_2Si est sous forme de plaquettes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de α .
- La phase Q' se présente sous la forme de lattes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Le plan (001) de la matrice est parallèle au plan (0001) de Q' .
- Le plan (001) de θ est parallèle au plan (001) de la matrice d'aluminium.

II.9: Effet des différents paramètres sur la précipitation dans les alliages AlMgSi

II.9.1: Effet 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 comme :

les caractéristiques mécaniques (charge de rupture R_m , limite élastique, l'allongement à la rupture A%, la dureté) .

- * la masse volumique.
- * les conductivités électrique et thermique.
- * la résistance à la corrosion.
- * l'aptitude au soudage.

- * l'usinabilité.
- * l'aptitude à la déformation.
- * l'aptitude à l'anodisation.

L'aluminium est capable de s'associer avec grand nombre d'autres éléments donnant ainsi naissance à beaucoup d'alliages différents ayant un faisceau de propriétés très larges et permettant de satisfaire un grand nombre d'applications.

L'étude des alliages Al-Mg-Si a été considérée pendant une longue période comme équivalente à l'étude de l'alliage binaire Al-(Mg₂Si). On sait à présent que la composition de l'alliage joue un rôle important, en particulier parce que la composition des phases métastables qui se forment n'est pas seulement celle de la phase stable β -Mg₂Si. Les écarts à la stœchiométrie ainsi que la présence d'autres éléments d'addition vont favoriser l'apparition de plusieurs séquences de précipitation.

II.9.1.1: Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si

Généralement le cuivre est toujours présent, dans les alliages d'aluminium industriels de la série 6xxx, 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 [17,53]. En générale l'addition du cuivre s'avère pour augmenter la cinétique de la précipitation durcissante et améliorer la microstructure. Le Cu change la morphologie des précipités en lattes plus fines [37].

S. Esmail et J. Lloyd montrent que le cuivre améliore la cinétique de vieillissement à température ambiante faisant suite à la trempe [54] Ceci pourrait être du à une forte interaction avec les lacunes [55]. 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 [18, 54, 55]. L'augmentation de la teneur en cuivre de l'alliage conduit à des modifications importantes de la séquence. Epicier *et al* montrent que la phase β' disparaît au profit

de la phase Q' dans un alliage 6061 riche en cuivre [56]. Outre les modifications sur la séquence de précipitation, le cuivre modifie également la composition chimique des précipités. En effet, on a pu mesurer un rapport Cu/Mg de 0,25 dans les précipités durcissants d'un alliage 6056 [18]. De même, la composition des précipités β' ou Q' montre la présence du cuivre suite au revenu à 300°C dans différents variants d'alliages de la série 6xxx [57]. La présence de cuivre dans les précipités et son influence sur la finesse de la précipitation ont conduit à une interrogation sur la position du cuivre dans les précipités. Des études au MET filtré en énergie (EFTEM) ont montré une ségrégation de cuivre à l'interface entre la phase Q' et la matrice [58,59]. L'addition du Cu dans un alliage équilibré supprime la précipitation des précipités β'' et retarde les phases de précipités β' et β [60].

Des additions du Cu sont censées pour réduire le taux de vieillissement naturel pendant le stockage et ceci mène à une précipitation plus fine pendant le vieillissement artificiel. Joka buha rapporté que la détérioration des propriétés mécaniques dues au stockage des alliages Al-Mg-Si à la température ambiante entre l'extinction et le vieillissement artificiel pourrait être réduite par l'addition de 0.24% Cu [61]. La valeur de la dureté d'un alliage de la série 6xxx avec 0.6% Cu est toujours distinctement plus haute que cela d'un alliage sans Cu pendant le traitement isotherme à 250°C [62].

II.9.1.2: Excès de magnésium

Les alliages d'aluminium AlMgSi dits "à excès de magnésium" ont un rapport Mg/Si supérieur à 2. Ces alliages sont peu étudiés. En effet, les études concernant le durcissement structural cherchent en général à obtenir au pic de dureté une microstructure correspondant à une dispersion fine de précipités durcissants β'' . Il semble qu'un excès de Mg ait tendance à favoriser l'apparition de la phase stable au dépend des phases métastables plus intéressantes du point de vue des propriétés mécaniques [17]. En effet, les phases métastables durcissantes ont un rapport Mg/Si inférieur à 2. La présence de magnésium en excès aurait tendance à favoriser la phase stable Mg_2Si au dépend des phases de rapport Mg/Si inférieur [24].

II.9.1.3: Excès de silicium

Les alliages d'aluminium AlMgSi dits "à excès de silicium" ont un rapport Mg/Si inférieur à 2. Ils ont un pic de dureté supérieur aux alliages dits stœchiométriques [22]. Un excès de silicium augmente également le durcissement par maturation à l'ambiante. Il semble cependant que, dans ce cas, le silicium n'influe pas sur la cinétique, mais uniquement sur la dureté de départ [63]. Comme dans le cas de la présence de cuivre, la composition des précipités durcissants est également affectée par un excès de silicium. D'une manière générale, on peut dire qu'un excès de silicium favorise les phases à rapport Mg/Si inférieur à 2. (les phases métastables, au dépend de la phase stable). On montre que le pic de dureté est moins stable et qu'un adoucissement apparaît plus rapidement. Ceci est dû à une déstabilisation plus rapide de la phase β'' et à l'apparition de précipités de silicium [63,64]. La séquence de précipitation est également modifiée par un excès de silicium. La phase quaternaire Q et son précurseur Q' sont présents [90] dans les alliages à excès de Si contenant également du cuivre. Une phase de structure identique à Q' est également observée dans les alliages sans cuivre [65]. Plusieurs compositions chimiques des précipités dans les alliages de la série 6xxx dépendant de la composition chimique de l'alliage ont été déterminées par différents auteurs [41, 63, 65, 66].

II.9.1.4: Les dispersoïdes

La plupart des alliages d'aluminium contiennent des éléments de transition en faibles quantités tels que Mn, Cr, Zr et Ti. Ces éléments de transition modifient de façon générale la forme, la taille des grains et retardent la recristallisation [23,67]. Comme les éléments de transitions ont une faible solubilité et une très faible diffusivité dans l'aluminium à l'état solide, ces éléments précipitent sous forme de particules dispersées. 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 [68] ont montré que la dispersion homogène de phase α' (Al₃Zr) observée dans les alliages 7000 réduisent fortement le taux de recristallisation. 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 [69]. Cette phase permet de diminuer fortement le taux de recristallisation tout en améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage. Selon Robson et al [70], l'ajout simultané de zirconium et de scandium dans les alliages d'aluminium de la série 7000 a pour effet de former la phase $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ qui est distribuée de façon plus homogène que les dispersoïdes Al_3Zr . Une faible addition de 0.02wt% de scandium permet d'éliminer complètement le phénomène de recristallisation dans des conditions normales de laminage [70]. et aussi de garder la texture de laminage [71].

Les éléments de transition ont différents effets sur la précipitation dans les alliages d'aluminium à durcissement structural.

La germination hétérogène de phases d'équilibre est favorisée aux interfaces incohérentes entre les particules de dispersoïdes et la matrice si la trempe est insuffisamment rapide, et ceci est d'autant plus facilement que la sursaturation est importante. Cela explique la plus grande sensibilité à la trempe des alliages à haute résistance (par exemple, Al-Zn-Mg-Cu) contenant du chrome et à un degré moindre du manganèse par rapport à celle des alliages au zirconium.

Les interfaces incohérentes entre les particules de dispersoïdes et la matrice sont des puits à lacunes pouvant conduire à une cinétique ralentie de la précipitation lors de la maturation ou de revenus après trempe. La cinétique de précipitation à basse température n'est cependant pas affectée par la présence de ces éléments secondaires, notamment par la fraction de ceux-ci restant en solution dans la matrice, en raison de la faible énergie d'interaction entre les lacunes et les atomes de ces éléments de transition. En revanche, on constate un ralentissement de la cinétique de croissance de la phase θ' - Al_2Cu lors du revenu à haute température (170°C ou plus) ainsi qu'un ralentissement de la coalescence de cette phase dans les alliages Al-Cu-Mn [72,73].

II.9.2 Effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si

Zhen [74] a étudié l'influence du vieillissement naturel sur les processus globaux de précipitation de deux alliages d'Al-Mg-Si par une série d'analyses de la calorimétrie différentielle à balayage DSC. La figure II. 8 montre les thermogrammes de DSC de

l'alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement pour différentes périodes avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min [74]. La forme des thermogrammes de DSC change distinctement avec l'augmentation des périodes de vieillissement naturels: il y a sept pics exothermiques à l'état trempé, alors que, il y a seulement trois pour des spécimens naturellement vieilli pendant plus de quatre semaines.

La raison de l'influence forte du vieillissement naturel sur le comportement de la précipitation des deux alliages Al-Mg-Si est supposée d'être la formation des clusters pendant le vieillissement naturel. Le vieillissement naturel a l'influence distincte sur processus suivants de précipitation des alliages Al-Mg-Si, particulièrement ceux de l'alliage avec le contenu élevé de silicium. Avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, le nombre de pics exothermiques a changé de sept pics à l'état trempé à trois pics après vieillissement naturel pendant quatre semaines (figure II. 8).

Les noyaux des précipités de silicium et la phase de β sont formé par la formation des clusters et des Co-clusters des atomes de silicium et de magnésium à l'aide des lacunes dans pendant le vieillissement naturel, menant au l'influence distinct de temps de vieillissement naturel sur le comportement de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si. L'augmentation de concentration de silicium dans les alliages Al-Mg-Si accélère non seulement les clusters des atomes de silicium mais également les co-clusters des atomes de silicium et de magnésium.

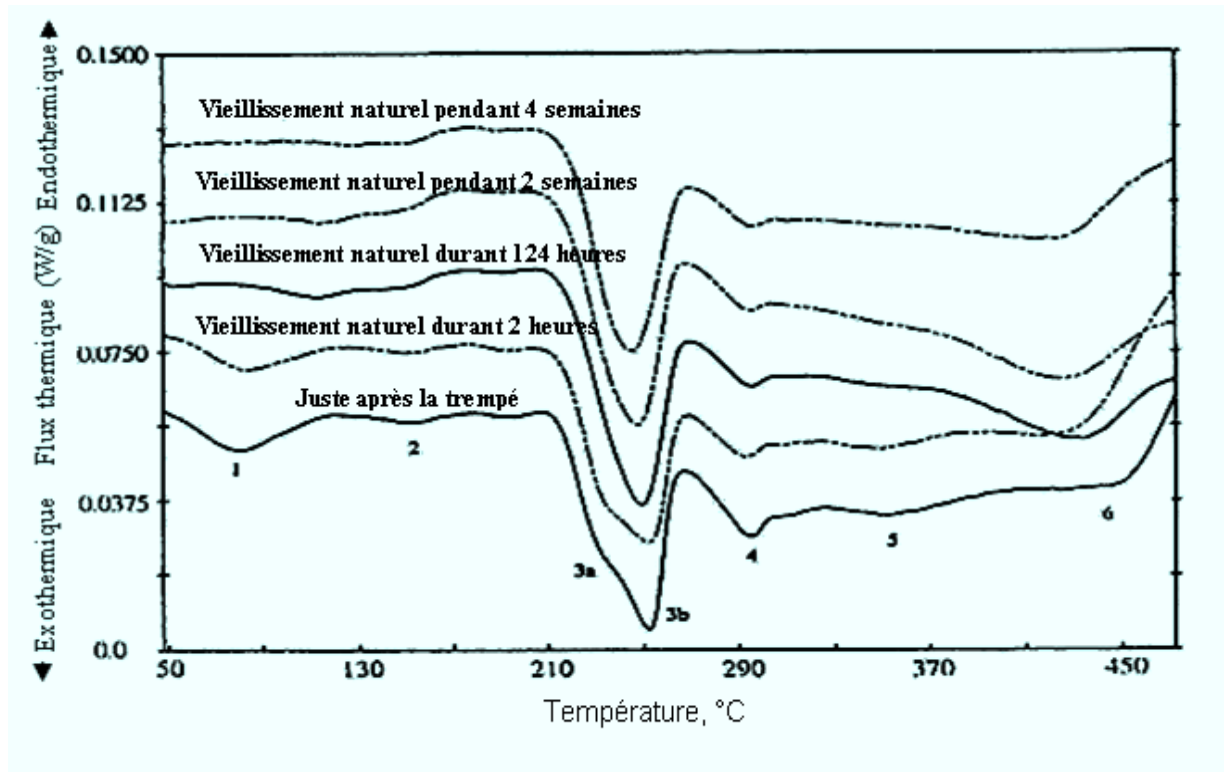


Figure II. 8 : Thermo grammes de DSC de l'alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement pour différentes périodes avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min [74].

II.10: Déformation plastique dans les alliages d'aluminium

La déformation plastique d'un alliage métallique augmente son énergie interne par accroissement de la densité des défauts de structure: lacunes, interstitiels, dislocations, etc.

Les défauts formés lors de la déformation ne se trouvent pas généralement en équilibre thermodynamique [75]. En effet, l'état d'un métal écroui est thermodynamiquement instable. Mais pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie telle que le chauffage est nécessaire. Ceci entraîne en générale une réduction du nombre des défauts. Pour des déformations plastiques importantes cette réduction se fait par la formation de nouveaux grains, connue ce le nom de recristallisation.

Du point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal conduit a une augmentation de la dureté (H_V), de la résistance de la rupture (R_e) et de la limite élastique, mais conte

partie conduit à la diminution de l'allongement à la rupture (A%) et de l'aptitude à la déformation [76].

Dans les alliages, les défauts de structure induits par la déformation plastique interagissent avec les atomes étrangers se trouvant, soit en solution solide, soit sous forme de précipités. Ainsi, la recristallisation sera influencée par les évolutions propres de l'alliage : précipitation ou mise en solution. Pour mieux définir la nature de ces interactions, il est nécessaire de rappeler brièvement les caractéristiques de la recristallisation et de la précipitation.

II.10.1 Étape de recristallisation:

La déformation plastique d'un alliage altère ses propriétés physiques et mécaniques. Après déformation (par exemple : laminage, tréfilage, emboutissage ou tout autre procédé de mise en forme), l'alliage est dans un état dit "écroui". Cet état se caractérise par une densité de défauts supérieure à la densité d'équilibre.

Le réarrangement et l'élimination des défauts d'écrouissage lors du recuit à des températures supérieures à la température de déformation, conduisent à la formation de nouveaux cristaux d'orientations différentes de celle de la matrice dont ils sont issus : c'est la recristallisation.

L'évolution de l'état écroui à l'état recristallisé est marquée par plusieurs stades qui sont : la restauration, la germination et la croissance des grains.

II.10.2. Recristallisation primaire:

La recristallisation se distingue de la "restauration" par la germination et la croissance de nouveaux grains.

II.10.2.1. Germination:

La création d'un germe de recristallisation est possible lorsque l'énergie de distorsion du réseau est plus grande que l'énergie interfaciale du nouveau grain. Les sites préférentiels de nucléation des nouveaux grains se situent donc dans des zones de forte déformation.

Plusieurs modèles de germination ont été élaborés.

a: Germination de nouveaux grains par croissance de sous grains (modèle de Cahn-Cottrell):

Ce modèle a été suggère indépendamment par Cahn [77] et par Beck [78]. Il a été étudié par la suite par Cottrell [79].

Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations s'accumulent aux sous joints et accroissent la désorientation de ces derniers. Les sous joints se transforment alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faible densité de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer.

b: Germination par coalescence des sous grains:

La coalescence de deux ou plusieurs sous grains a été observée par Fujita [80]. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [81] et par Li [82]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule formée. Cette nouvelle cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles. Les travaux de Hu et Li ont été complétés par ceux de Ryum [83]. Ce dernier a montré que les sous joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation.

c: Germination des nouveaux grains par migration d'un joint préexistant à la déformation plastique.

Ce mécanisme apparaît lorsque le matériau est moyennement déformé. Un ou plusieurs sous grains adjacents à un joint préexistant à la déformation vont croître par migration de cet ancien joint. Ce processus a été observé en microscopie optique par Beck et Sperry [84], et en microscopie électronique par Bailey et Hirsch [85-87] qui

ont donné une explication du mécanisme. Lors de la déformation plastique, deux grains d'orientations différentes se déforment différemment. Après déformation plastique, les densités de dislocations sont très différentes des deux côtés d'un joint de grain. Ce dernier peut alors migrer sous l'effet d'une force due à cette différence des densités de dislocations.

II.10.2.2. Croissance :

Dans des conditions de recuit isotherme, la recristallisation primaire (Figure II.9) présente un temps d'incubation lié à la croissance des germes jusqu'à la taille critique de stabilité. Ensuite, la vitesse de recristallisation augmente, définissant le stade de croissance des nouveaux grains dans la matrice écrouie. La migration du joint de grain ou du front de recristallisation entraîne l'élimination des dislocations d'écroutissage.

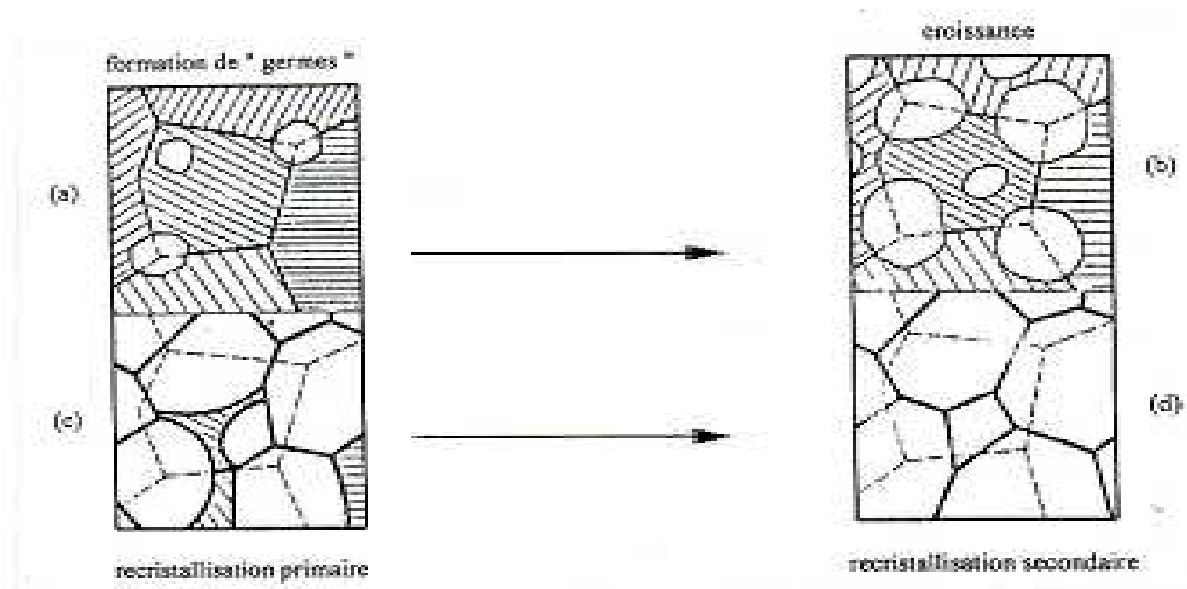


Figure II.9 : Schéma de la recristallisation.

La vitesse de migration du joint de grain (vitesse de croissance du grain) dépend de la désorientation de la zone recristallisée par rapport à la matrice écrouie et de la pureté du métal. En effet, lorsque le front de recristallisation se déplace, il entraîne avec lui les impuretés. Sa vitesse de migration est contrôlée par la diffusion de ces dernières aux basses températures. Aux températures élevées, le joint de grain migre

indépendamment des atomes d'impuretés qu'il laisse derrière lui. Dans ces conditions la vitesse du déplacement front dépend de la diffusion intergranulaire.

II.10.3. Recristallisation secondaire:

Au terme de la recristallisation primaire, toute la matrice écrouie a été remplacée par de nouveaux grains. L'élimination des dislocations d'écrouissage a conduit à une diminution sensible de l'énergie libre du métal. Si toutefois, il subsiste une forte énergie libre due à l'énergie de surface des joints de grains, le matériau continuera à évoluer de façon à réduire l'aire de ces interfaces.

La croissance de certains grains au dépend des autres dont le rapport de l'énergie de volume sur l'énergie de surface est plus défavorable, caractérise le phénomène de "recristallisation secondaire". La croissance très forte d'une partie seulement des grains est dite anormale ou discontinue (Figure II.10) [88]. Elle diffère de la croissance normale ou continue, ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains.

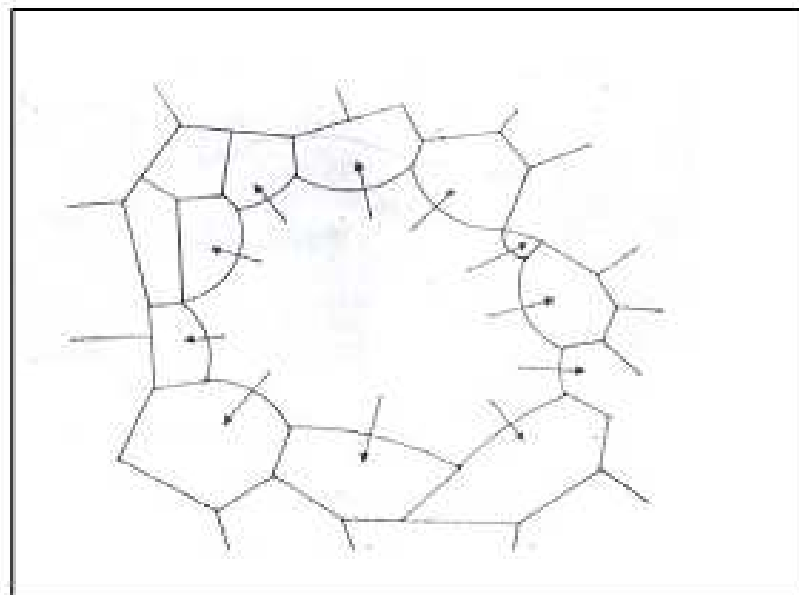


Figure II.10 : Croissance anormale du grain.

II.10.4: Précipitation dans un alliage déformé:

Dans un alliage déformé, on observe une ségrégation des atomes de soluté sur les défauts de structure tels que dislocations ou joints de grains, qui donne lieu au phénomène de précipitation discontinue (précipitation préférentielle sur les défauts de structure)

II.10.4.1: Ségrégation du soluté:

La ségrégation aux interfaces telles que sous-joints et joints de grains ou sur les dislocations s'explique par le fait que la distorsion élastique due aux atomes de soluté peut être relaxée sur les défauts de structure. Il en résulte une force attractive F entre les atomes de soluté et les dislocations ou les joints. Les atomes de soluté vont alors migrer vers le joint avec une vitesse V donnée par l'équation d'Einstein.

$$V = \frac{DF}{kT} \dots\dots\dots(\text{II.12})$$

D : Coefficient de diffusion du soluté à la température T

k : Constante de Boltzmann.

Il est généralement admis [89] que pour un alliage dilué la concentration d'atomes à l'interface immobile est donnée par une distribution de Boltzmann, c'est-à-dire de type :

$$C_{\text{int}} = C_0 \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \dots\dots\dots(\text{II.13})$$

Où U est l'énergie d'interaction.

Lorsque les sous-joints ou les joints sont mobiles, l'énergie d'interaction conduit à un drainage des atomes de soluté par l'interface.

Dans le cas d'une solution solide sursaturée, la concentration à l'interface augmente jusqu'à la saturation de celle-ci. À ce stade on peut observer la formation de précipités sur les sous-joints et les joints de grains, ou encore le grossissement de précipités antérieurement formés selon un mécanisme décrit par Russel et Aaronson [90].

II.10.5: Thermodynamique de la recristallisation

II.10.5.1: Notion de force chimique:

La recristallisation est due à la migration d'une interface (sous joint ou joint de grains). Ce déplacement entraîne une restauration des défauts induits par l'écroutissage, donc une diminution de l'énergie libre du cristal. La force motrice du mouvement de l'interface est due à cette diminution de l'énergie libre G . Pour définir cette force, considérons un matériau constitué de deux grains séparés par un joint dont la surface est S (figure II.11)

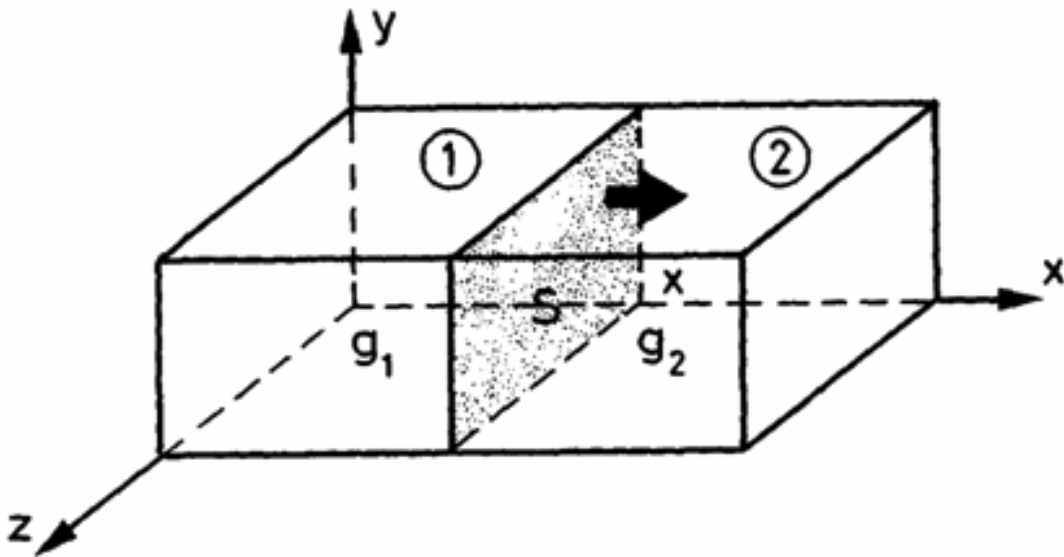


Figure II.11 : Joint séparant deux grains (1) et (2) d'énergie libre par unité de volume g_1 et g_2

L'énergie libre totale du matériau vaut :

$$G_{TOT} = g_1 \cdot s \cdot x + g_2 \cdot s \cdot (1 - x) \dots\dots\dots(\text{II.14})$$

Et sa variation selon x :

$$\frac{dG_{TOT}}{dx} = g_1 s - g_2 s = s (g_1 - g_2)$$

Pour que le joint migre dans la direction x , il faut :

$$\frac{dG_{TOT}}{dx} < 0 \text{ C'est-à-dire } g_1 < g_2$$

La force motrice de migration du joint dans la direction x se définit alors par :

$$F_m = \frac{-1}{s} \frac{dG}{dx} = g_2 - g_1 = \Delta g \text{ (J/m}^3\text{)} \dots\dots\dots(\text{II.15})$$

II.10.6: Influence des précipités sur la germination de la recristallisation:

a) Effet de la densité des précipités:

1) Cas des grands précipités:

La germination de la recristallisation se fait dans des zones de fortes désorientations dans la structure écrouie. La formation des sites de germination est favorisée par l'existence dans la matrice de gros précipités incohérents, suffisamment espacés qui jouent le rôle de source de dislocations et créent localement de très fortes distorsions du réseau [91,92]. La germination de la recristallisation stimulée par la présence des gros précipités a souvent été observée. Humphreys [93] a étudié le cas des monocristaux d'alliages d'aluminium et a montré que la germination de la recristallisation a lieu lorsque la taille des précipités est supérieure à une valeur critique et qu'elle augmente avec le taux de déformation plastique. La germination se fait par une polygonisation rapide dans les zones de forte densité de dislocations et de grande désorientation qui entourent les précipités. Il a établi un modèle qui tient compte de la déformation hétérogène en présence de précipités non déformables.

Les grands précipités peuvent être des sites préférés pour la germination et la croissance de la recristallisation. Dermarkar et Strudel [94] ont observé ce cas dans des alliages à base de nickel.

2) Cas des petits précipités:

A l'inverse des gros précipités suffisamment espacés, les petits précipités rapprochés freinent le processus de germination de la recristallisation [95,96]. Les études de

l'influence des petits précipités sur la germination rassemblées et discutées par Hornbogen [91], puis par Humphreys [97,98] ont mis en évidence deux effets inhibiteurs de la germination.

- les petits précipités non déformables favorisent une distribution homogène des dislocations avec des sous-grains peu désorientés les uns par rapport aux autres. Cette absence de désorientation locale du réseau peut réduire fortement la germination.
- les petits précipités très efficaces dans l'ancrage des sous-joints gênent fortement et peuvent même empêcher leur déplacement.

II.10.7: Effets des précipités sur la croissance:

Mould et Cotterill [99] ont montré que la croissance des grains peut être aussi affectée par la présence de précipités dans la matrice. Ils ont établi que la taille de précipités n'influence pas la croissance; le seul paramètre important est la distance moyenne entre les précipités. Lorsque cette distance est supérieure à une valeur critique, d_0 qui dépend de la taille des sous grains, les précipités n'ont qu'une faible influence sur la croissance des grains. En effet les joints se freinent mutuellement les uns les autres avant d'être en contact avec les précipités. Par contre, l'influence des précipités sur la migration des joints de grains est grande lorsque la distance entre précipités est inférieure à d_0 . Dans ce cas les joints doivent rencontrer beaucoup de précipités avant d'être en contact les uns avec les autres.

Chapitre *III*

Matériaux étudiés et techniques de caractérisations

III.1: Traitements thermomécaniques	65
III.1.1: Traitements thermiques	65
III.1.2: Ecouissage	65
III.2: Préparation des échantillons	65
III.3: Méthodes expérimentales utilisées	66
III.3.1: Microscopie optique	66
III.3.2: Microscopie électronique à balayage(MEB)	69
III.3.3: Microscopie électronique à transmission (MET)	69
III.3.4: Diffraction des rayons X (DRX).....	69
III.3.5: La dureté	71
III.3.5.1: La microdureté	72
III.3.5.1.a: Essai Vickers	72
III.3.6: La calorimétrie différentielle a balayage (DSC).....	73

Les trois alliages AlMgSi(Cu) ont été fournis sous forme de tôles. Leur composition chimique est donnée par le tableau IV.1

Alliage	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	B
01	0.50	0.37	0.01	0.17	0.03	0.001	0.003	0.011	0.001
02	0.49	0.37	0.10	0.17	0.03	0.001	0.003	0.010	0.001
03	0.35	0.68	0.02	0.17	0.03	0.001	0.003	0.012	0.001

Tableau III.1: Composition chimique des alliages étudiés (%pds)

III.1: Traitements thermomécaniques

III.1.1: Traitements thermiques

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/mn. 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 suivre l'évolution du phénomène de précipitation de la solution solide sursaturée, les alliages étudiés ont subi différents traitements thermiques isothermes et isochrones suivi d'une trempe à la température ambiante

III.1.2: Ecrouissage :

Dans ce travail, nous nous proposons aussi d'étudier l'influence de la déformation plastique à froid effectuée à l'aide d'un laminoir. Cette opération de laminage consiste à déformer le métal en le faisant passer entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale de l'échantillon. La réduction de l'épaisseur des échantillons est obtenue par des passes successives suivant la direction de laminage.

III.2: Préparation des échantillons

Les échantillons, destinés à l'observation par la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage, sont polis mécaniquement à l'aide d'une

polisseuse mécanique avec des papiers abrasifs en carbure de silicium, du grade 100 jusqu'au grade 1000, puis à la pâte diamantée de granulométrie 6 μm et 3 μm . La mise en évidence des phases présentes et les joints des grains est obtenue suite à une attaque chimique. Pour nos alliages (01), (02) et (03) 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.3: Méthodes expérimentales utilisées

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- La microscopie optique
- La microscopie électronique à balayage (MEB)
- La microscopie électronique à transmission (MET)
- La diffraction des rayons X
- La microdureté Vickers (HV)
- L'analyse thermique différentielle (DSC)

III.3.1: Microscopie optique

Pour suivre la répartition des précipites et l'évolution microstructurale des alliages étudiées en fonction des traitements thermiques nous avons utilisé un microscope optique ***OLYMPUS BX51M***

Parmi les méthodes de la détermination de la taille de grains, on peut citer :

- Méthode de la distribution des grains basée sur un raisonnement mathématique; elle permet de grouper les grains en différentes classes selon leur forme.
- Méthode de comptage dont le principe est le comptage du nombre des grains soit par la technique planimétrique de JEFFERIES, soit par la technique de la longueur interceptée de HEYN.
- Méthode de comparaison qui utilise un oculaire de comparaison, sur lequel on superpose, partiellement à l'image de la structure, l'image sur cliché pour la comparaison selon la méthode ASTM, ou selon les échelles Européennes de comparaison AFNOR (France), UNIMET (Italie).

Dans notre travail nous avons utilisé une méthode de comptage basée sur la technique

Planimétrie de JEFFERIES. Cette technique est la plus usuelle lorsqu'on cherche une estimation quantitative de la taille de grains, que ce soit dans le contrôle de la production ou dans la recherche. Elle consiste à inscrire sur l'image de l'échantillon un cercle d'aire connue (dans notre cas c'est un cercle de 60 mm de diamètre (figure III.1) tracé sur écran dépoli du microscope optique. On compte le nombre de grains situés entièrement à l'intérieur du cercle (N_i) et on l'ajoute ensuite à la moitié du nombre des grains coupés par la circonférence (N_c) de ce cercle.

Le nombre total de grains, (NT) sera donc:

$$NT = N_i + N_c / 2$$

L'aire vraie divisée par le nombre total de grains comptés donne l'aire moyenne des grains.

Si G est le grossissement de l'image qui apparaît sur l'écran dépoli, la vraie surface, A_v explorée sur l'échantillon est :

$$A_v = A_{\text{observée}} / G^2$$

D'où l'aire moyenne réelle du grain qui est donnée par:

$$A_g = A_v / NT$$

La détermination de la taille des grains sur des échantillons métallographiques est réalisée à un grossissement adapté à la taille de grains. Ce grossissement est choisi de façon à avoir un nombre suffisant de grains dans l'image.

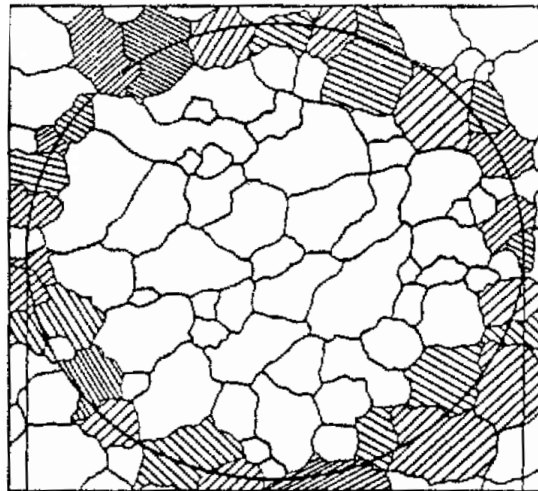


Figure III.1: Procédure de calcul de la taille moyenne des grains
(Méthode de JEFFERIES)



Figure III.2: Microscope optique OLYMPUS BX51M

III.3.2: Microscopie électronique à balayage (MEB)

La fonction principale de cet appareil (le MEB) est de fournir une image en relief d'un objet balayé par un faisceau électronique. Elle doit permettre un examen des propriétés structurales des matériaux étudiés.

Dans notre cas nous avons utilisé un microscope électronique à balayage Philips du type PSEM 500. La grande profondeur du champ du microscope électronique à balayage, liée à la faible ouverture du faisceau primaire, permet des observations plus faciles qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.

Le microscope électronique à balayage (MEB) est équipé du system EDX (Analysis. Energy dispersive X-ray spectroscopy) qui a permis de faire une étude qualitative et quantitative des différentes phases intermétalliques observées suite aux différents traitements thermiques qu'ont subi les alliages d'aluminium étudiés.

III.3.3: Microscopie électronique à transmission (MET)

Les échantillons destinés pour l'observation par MET ont une forme de disque de diamètre de 3mm. Ces disques ont été perforés en utilisant une unité Struers Tenupol avec une solution de 33% HNO₃ dans le méthanol pur à -10 Volts et à une température aux environs de -30°C. Les études de la microstructure et de la diffraction électronique des échantillons ont été faites en utilisant un microscope électronique à transmission Philips EM 400 équipé par le système EDX.

III.3.4: Diffraction des rayons X (DRX) :

L'utilisation des méthodes diffraction des rayons de X nous permet déterminer la structure des phases intermétalliques.

Lorsqu'une espèce cristalline est irradiée par un rayonnement X de longueur d'onde λ incliné d'un angle θ . Le rayonnement diffracté doit vérifier la relation de Bragg :

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

- d_{hkl} est la distance inter-réticulaire séparant les plans définis par les indices de Miller (h,k,l),
- θ est l'angle d'incidence et donc aussi de réflexion par rapport à ces plans.
- λ est la longueur d'onde du rayonnement X.

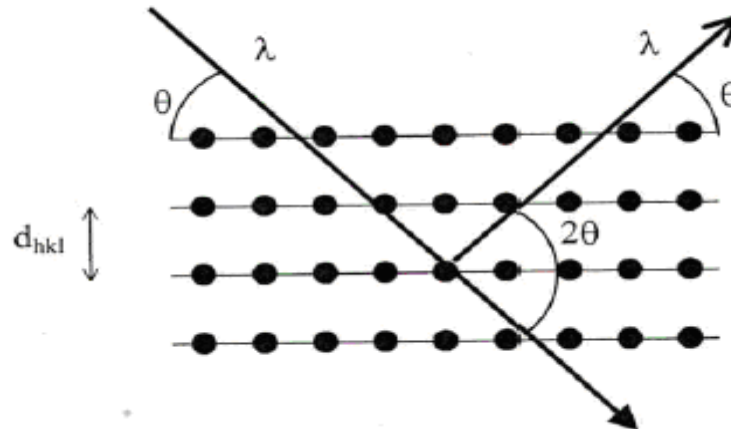


Figure III.3 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg

Dans notre cas nous avons utilisé un diffractomètre RX qui est un outil très performant et universel * **BRUKER - AXS type D8***. Les spectres de diffraction RX ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre. Le balayage a été fait entre 10° et 120° en 2θ



Figure III.4: Diffractomètre de type (BRUKER - AXS type D8)

III.3.5: La dureté

La dureté d'un métal est définie comme la résistance qu'il oppose la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal est d'autant plus grande que la pénétration du corps est plus faible.

Dans des essais de dureté, on exerce sur un poinçon une force constante pendant un temps donné. Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même et ils ne diffèrent que par la forme du pénétrateur utilisé.

Les trois techniques les plus répandues sont la mesure selon Brinell, selon Vickers et selon Rockwell.

1- Essai Brinell : L'essai Brinell utilise comme poinçon une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre. Pour mesurer la dureté, on mesure la surface de l'empreinte.

2- Essai Vickers : Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base quadratique avec angle d'ouverture de 136° ,

3- Essai Rockwell : Dans cette méthode le pénétrateur est soit un cône en diamant d'angle au sommet 120° et ayant une extrémité sphérique de 0.2 mm en diamètre.

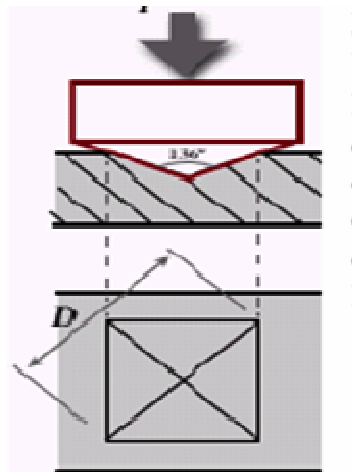
III.3.5.1: La microdureté

L'étude de la microdureté a été faite à l'aide de l'essai Vicker's

III.3.5.1.a: Essai Vicker's

La dureté Vickers a été conçue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un pénétrateur sous une charge donnée durant 15 secondes. Le pénétrateur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° . La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 kg. Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope. La dureté Vickers (HV) est

calculée à l'aide de la formule suivante :
$$Hv = \frac{1.854 F}{D^2}$$



Dans notre cas nous avons utilisé un microduromètre du type **ZWICK**



Figure III.5: Microdurometre zwick

III.3.6: La calorimétrie différentielle a balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet d'étudier les transitions physiques et chimiques mettant en jeu des effets thermiques dans un matériau. On assure une montée linéaire de la température de l'échantillon et de la référence, puis on ajuste la puissance de chauffe de l'échantillon à chaque instant, de sorte que la température de l'échantillon soit la même que celle de la référence, en compensant les effets exothermiques ou endothermiques. La compensation de la puissance calorifique est mesurée en fonction de la température.

$$\frac{dQ}{dT} = f(T)$$

La DSC est une méthode d'analyse en balayage de température, à la chauffe comme au refroidissement. Elle peut être utilisée pour effectuer des mesures d'isothermes pour étudier la cinétique des transitions. La mesure de $\frac{dQ}{dT}$ en fonction du temps nous permet d'étudier l'énergie d'activation des transitions.

Dans notre cas, nous avons utilisé un analyseur DSC SETARAM 92 équipé d'un logiciel de traitement, d'une cellule de mesure et d'un traceur. Les échantillons analysés sont préparés sous forme cylindrique (3 mm de hauteur, 5 mm de diamètre et une masse de 180 mg, les vitesses de chauffage allant quant à elles de 5°/min à un maximum de 60°/min. sur une gamme de température allant de 15°C à 550°C.



Figure III.6: DSC SETARAM 92

Chapitre *IV*

Résultats expérimentaux et interprétations

IV.1: Etude micrographique par microscope optique	74
IV.1.1: Etat brut	74
IV.1.2: Etat d'homogénéisation	74
IV.1.3: Etat de vieillissement	75
IV.2: Etude micrographique par microscope électronique	79
IV.2.1: Microscope électronique à balayage (MEB)	79
IV.2.2: Microanalyse X des alliages	79
IV.2.3: Caractérisation par microscopie électronique à transmission	84
IV.3: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 01	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 02	86
IV.3.1: Cas de l'alliage 03	88
IV.4: Cinétique de transformation.....	92
IV.5: Microdureté.....	98
IV.5.1: Effet des traitements thermiques sur la microdureté des alliages	98
IV.5.2 : Effet de vieillissement artificiel sur la microdureté des alliages.....	101
IV.5.1: Effet de vieillissement naturel sur la micro dureté	103

IV.6: Diffraction des rayons X.....	106
IV.7: Effet du taux de déformation sur les propriétés mécaniques et Microstructurales.....	111

IV.1: Etude micrographique par microscope optique

L'évolution de la microstructure des échantillons a été suivie à l'aide d'un microscope optique à grand champ 500 du type OLYMPUS BX51M équipé d'une caméra photographique. L'observation de la microstructure permet de déterminer la taille des grains et la présence de précipités formés, suite aux différents traitements thermiques et thermomécaniques.

IV.1.1: Etat brut

La figure IV.1 représente la microstructure typique des trois alliages d'aluminium Al-Mg-Si à l'état brut (état de réception). On observe la présence de précipités, de taille hétérogène, répartis d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. La taille des grains des trois alliages étudiés est hétérogène. Quelques particules observées ont une taille pouvant excéder les 3 μm . Ces particules sont formées durant l'élaboration des alliages étudiés.

IV.1.2: Etat d'homogénéisation

La figure IV.2 montre la microstructure des échantillons des alliages étudiés après un traitement d'homogénéisation pendant une heure à 530°C, La vitesse de montée de la température est de 5°C/min. On observe des particules fines, réparties d'une façon plus au moins homogène. Ces particules pouvant être des précipités α -AlFeSi et α -AlFe(Mn)Si. Même après le traitement d'homogénéisation, quelques grandes particules du type AlSiCuMgFe qui ont été observées déjà à l'état brut restent insolubles. Cependant on remarque une légère diminution de leur taille. En effet le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition, responsable de la formation et du grossissement des précipites observés à l'intérieur des grains. Ceci a été aussi observé par Miao et al. [28].

IV.1.3: Etat de vieillissement

Les microstructures des échantillons des alliages étudiés homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure sont présentées dans la figure IV.3. La taille moyenne des grains est résumée dans le tableau IV.1. on remarque que la taille moyenne des grains dans le cas de l'alliage 02 est plus petite comparée à celle des deux autres alliages. Cet affinement est attribué à la présence de cuivre dans l'alliage 02 qui affine la microstructure. Ceci est en bon accord avec les résultats obtenu par d'autres auteurs [23, 37, 100, 101].

Alliage	1	2	3
La taille moyenne des grains (μm)	66	53	62

Tableau IV.1 Taille moyenne des grains des échantillons homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure

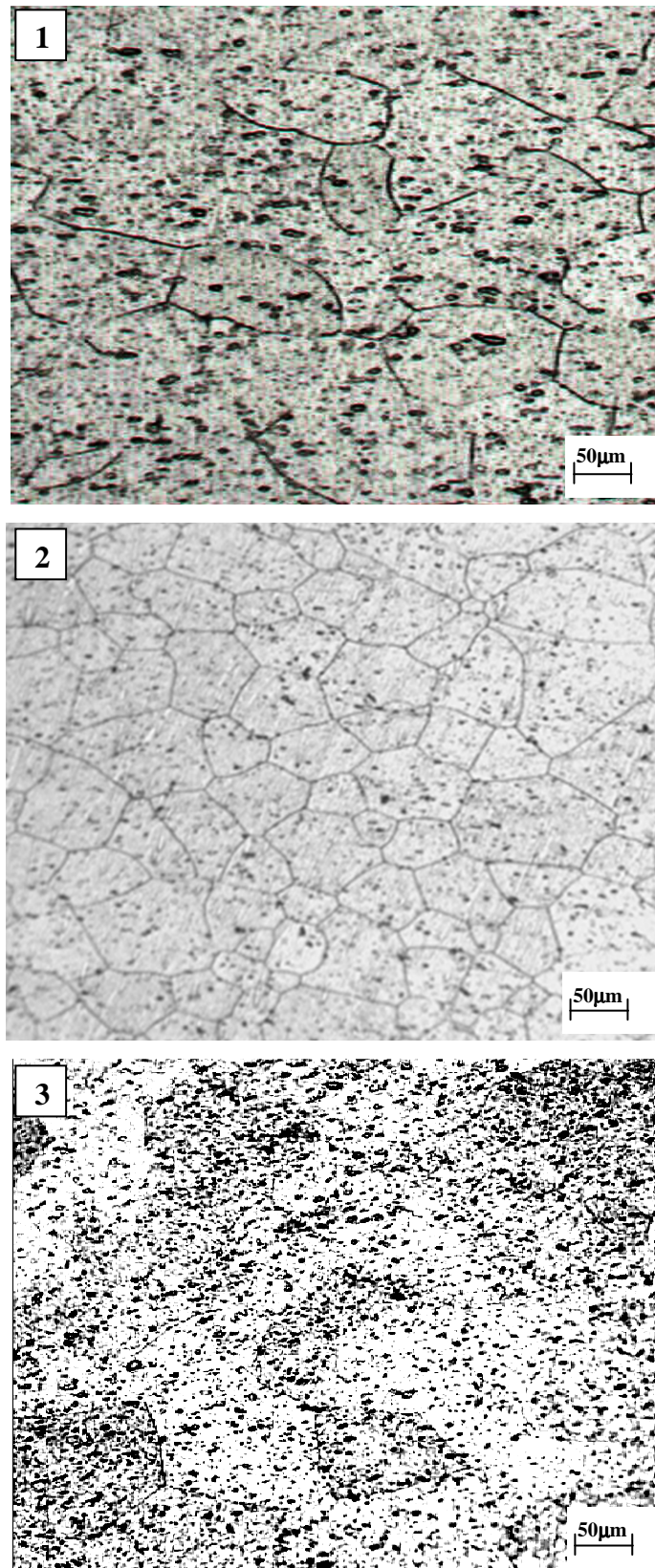


Figure IV.1 Microstructure des échantillons des alliages (1), (2) et (3) à l'état brut

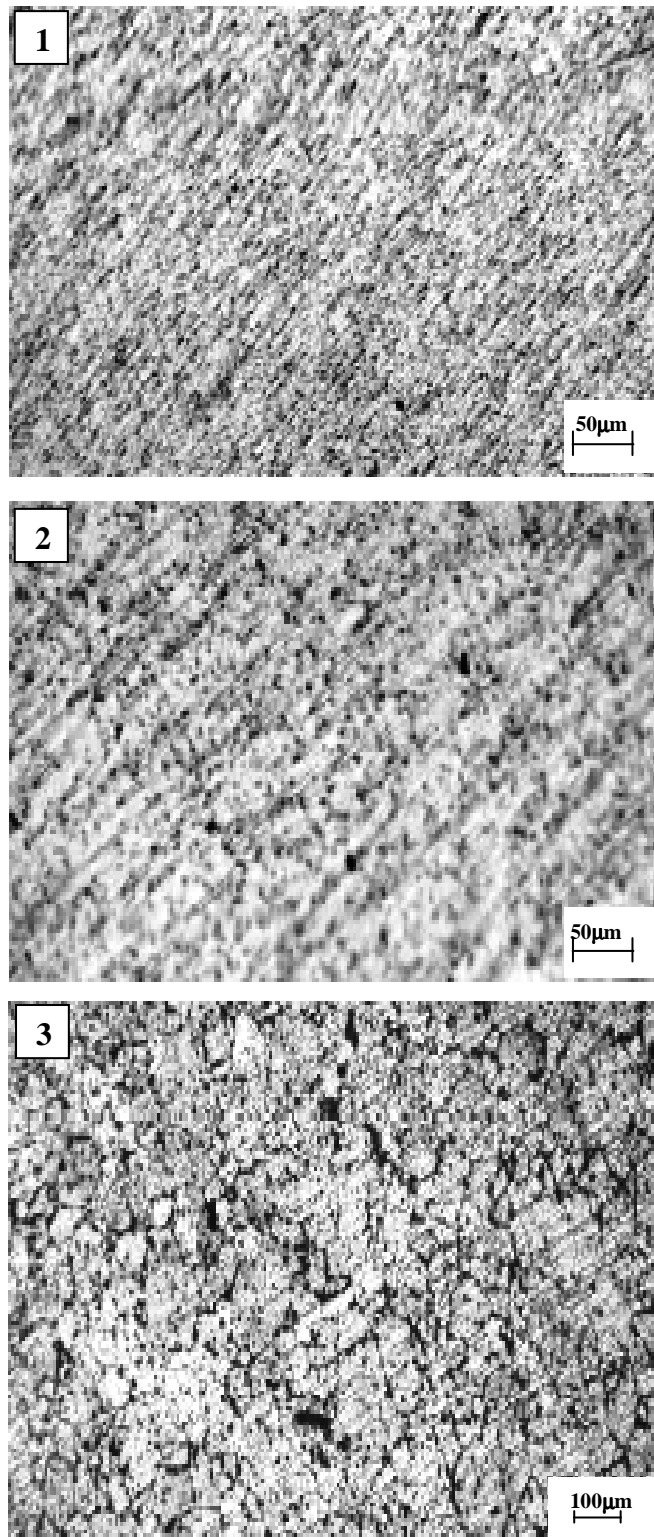


Figure IV.2 Microstructure des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés pendant une heure à 530°C

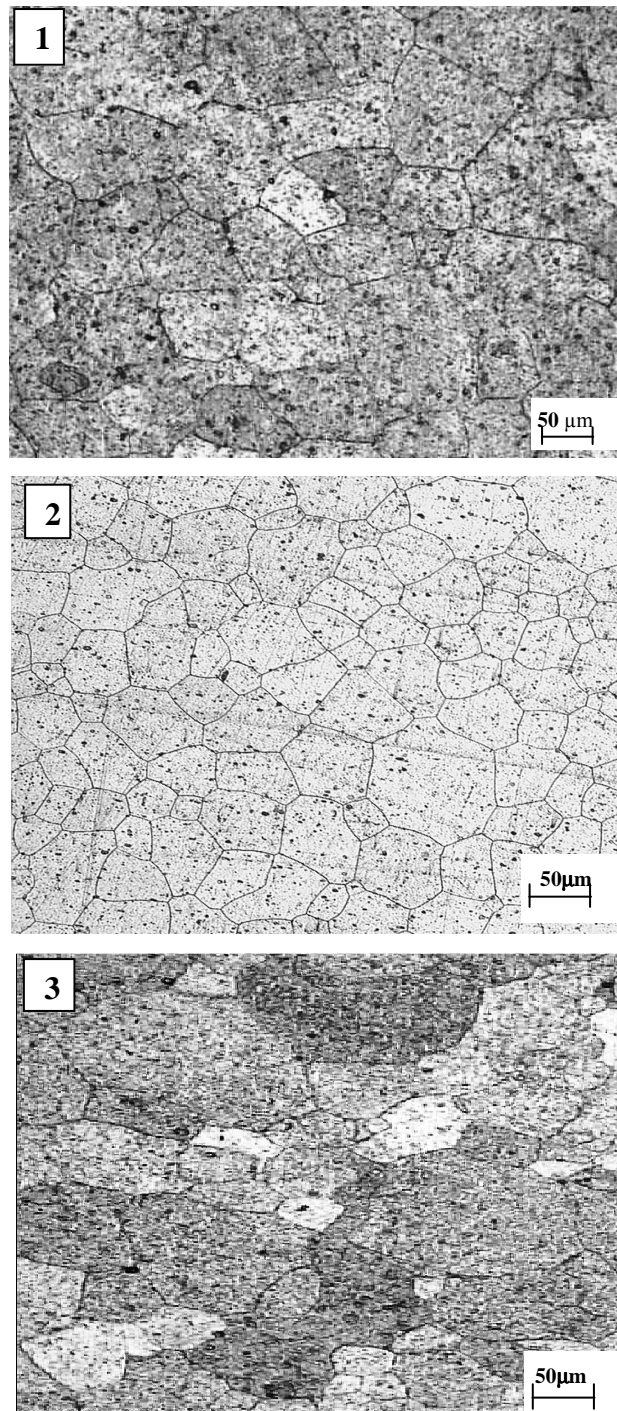


Figure IV.3 Microstructure des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure

IV.2: Etude micrographique par microscopie électronique.

Pour une étude microstructurale approfondie des échantillons des alliages étudiés nécessite l'utilisation de la microscopie électronique à balayage et microscopie électronique à transmission

IV.2.1: Microscopie électronique à balayage (MEB)

La figure IV.4 présente la micrographie obtenue par le microscope électronique à balayage des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés à 530°C pendant une heure. On observe une coexistence des précipités et des grandes particules de différentes tailles. Les précipités sont dispersés aléatoirement à l'intérieur des grains. La taille moyenne de ces précipités change d'un alliage à un autre. Elle est plus importante dans le cas de l'alliage 03 contenant l'excès de silicium. En effet l'excès de silicium accélère la précipitation [102].

IV.2.2: Microanalyse X

Les compositions chimiques des phases intermétalliques observés par MEB sont obtenus par l'analyse EDX (Energy Dispersive X-ray analysis).

La figure IV.5 présente le spectre typique de la composition chimique d'une des grandes particules observées dans l'alliage 01. Les principaux éléments présents dans cette particule sont Al, Fe, et Si. La présence du fer favorise la formation de précipités (α -AlFeSi).

La figure IV.6 montre le spectre typique de la composition chimique d'une particule observée dans l'alliage 02, Cette particule est du type (AlCuMgSi), connue sous le nom de la phase Q. Parmi les différentes compositions chimiques déterminées de cette phase Q, on peut noter : (Al₅Cu₂Mg₈Si₆) [103], (Al₄CuMg₅Si₄) [104], (Al₄Cu₂Mg₈Si₇) [105], (Al₁₃Cu₂Mg₉Si₇) [106].

Quelques particules observées dans l'alliage 03 sont du type α (AlFeMnSi). La figure IV.7 montre le spectre typique de la composition chimique d'une particule observée dans l'alliage 03.

L'augmentation ou diminution des propriétés mécaniques des alliages AlMgSi est liée à la taille et l'asymétrie en morphologie des précipités [101, 102]

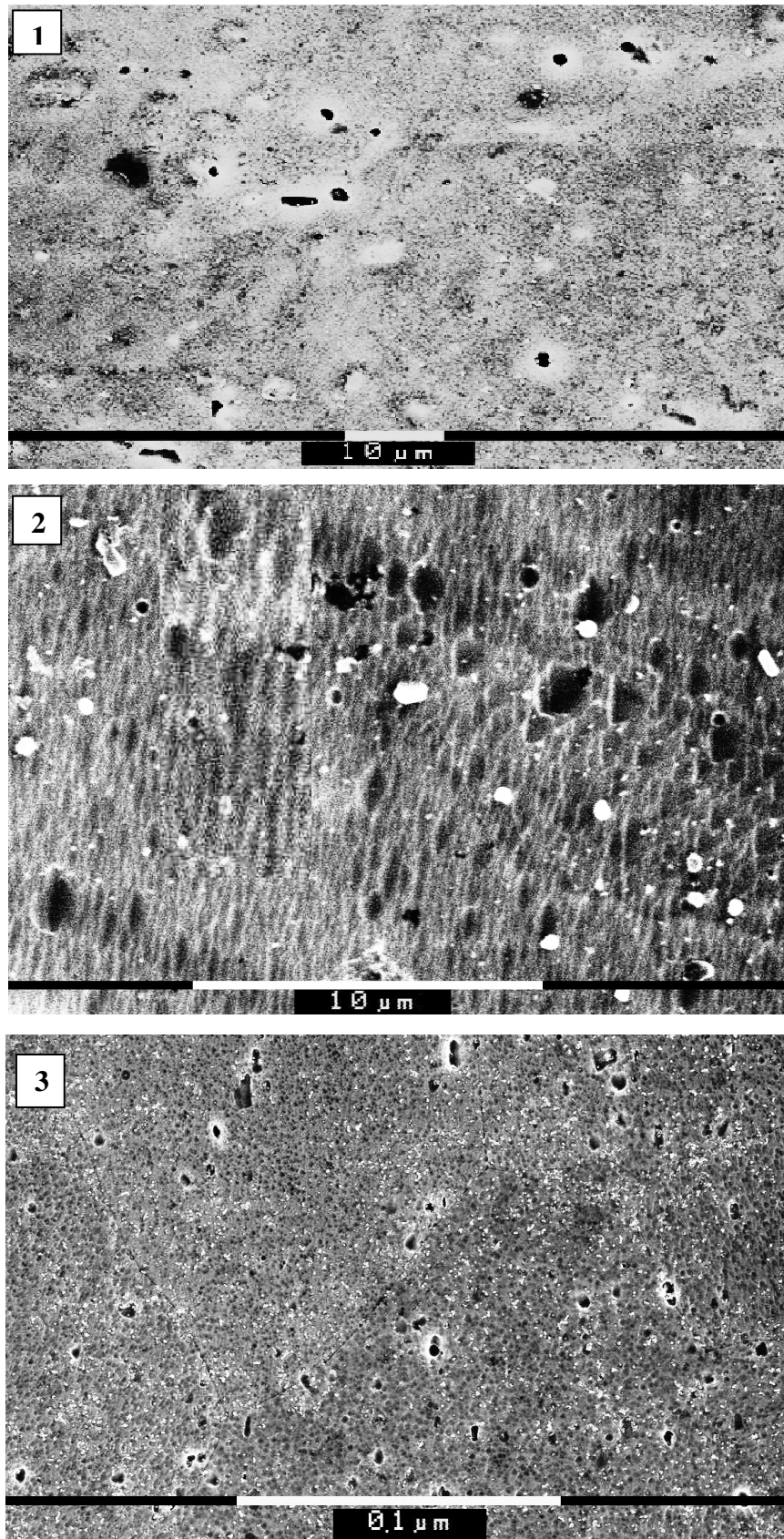


Figure IV.4 Micrographies obtenues par MEB des échantillons des alliages (1), (2) et (3) homogénéisés à 530°C pendant une heure

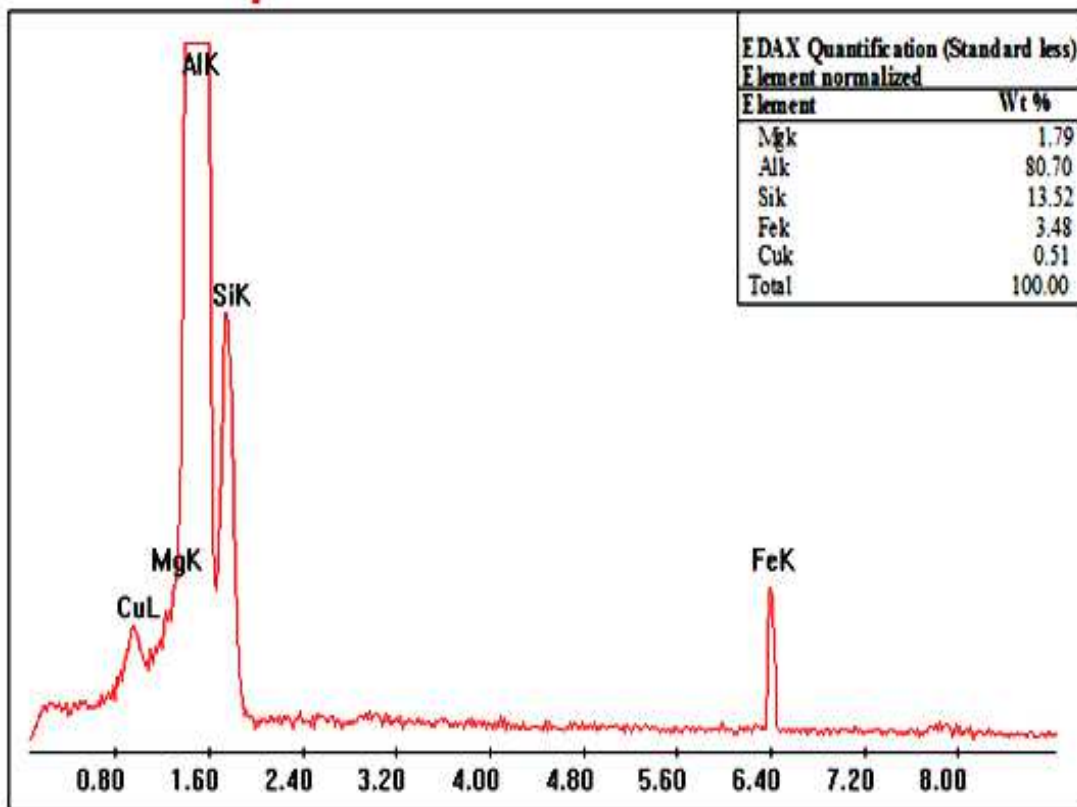
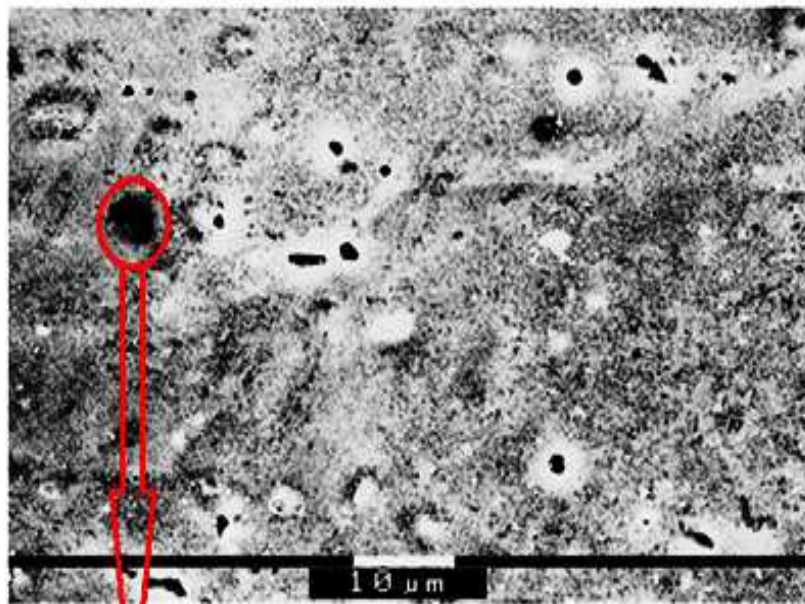


Figure IV.5 Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (1) observée par MEB

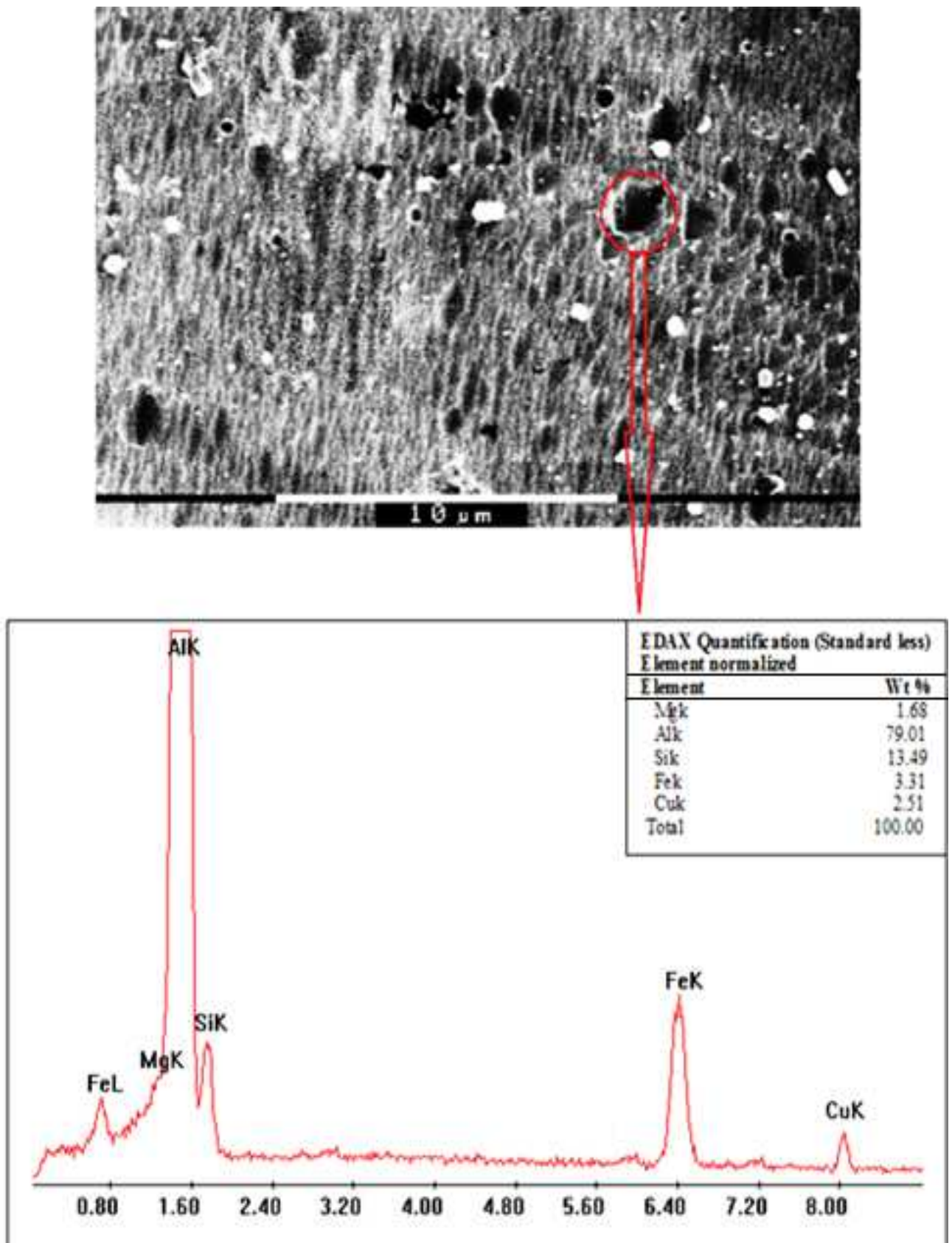


Figure IV.6 Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (2) observée par MEB

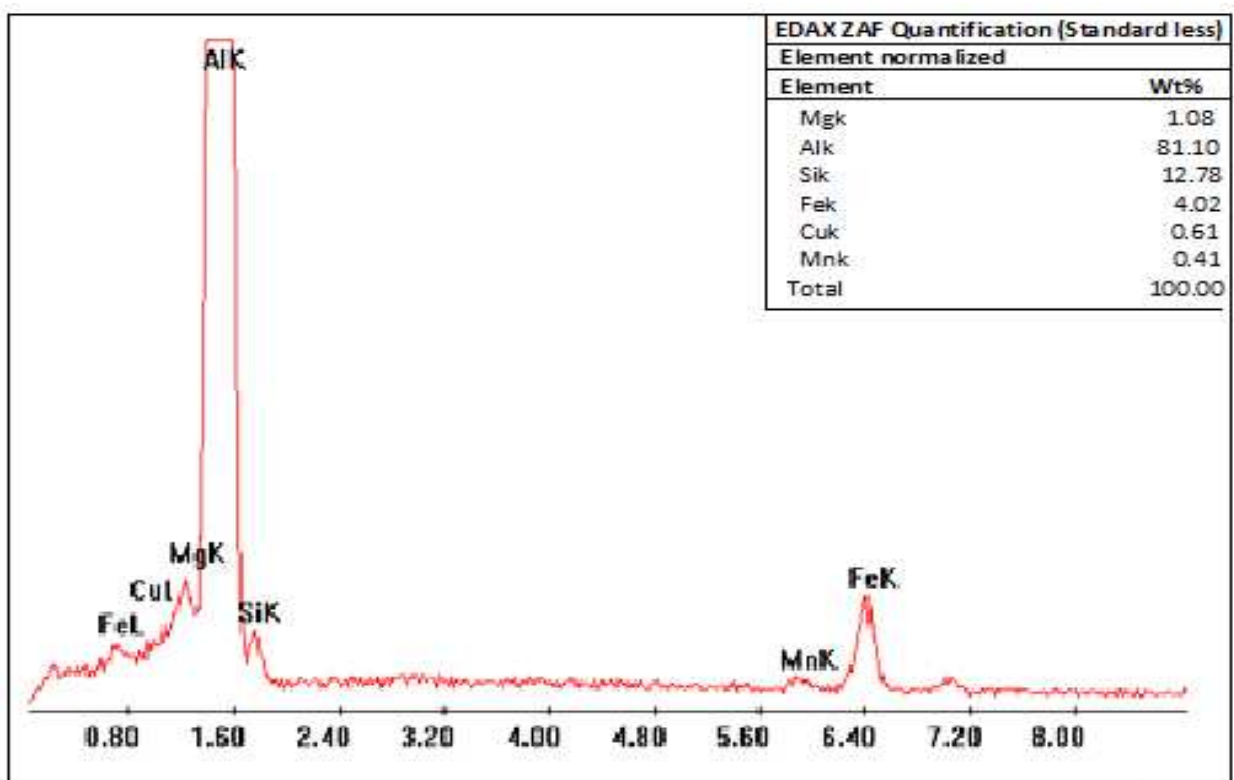
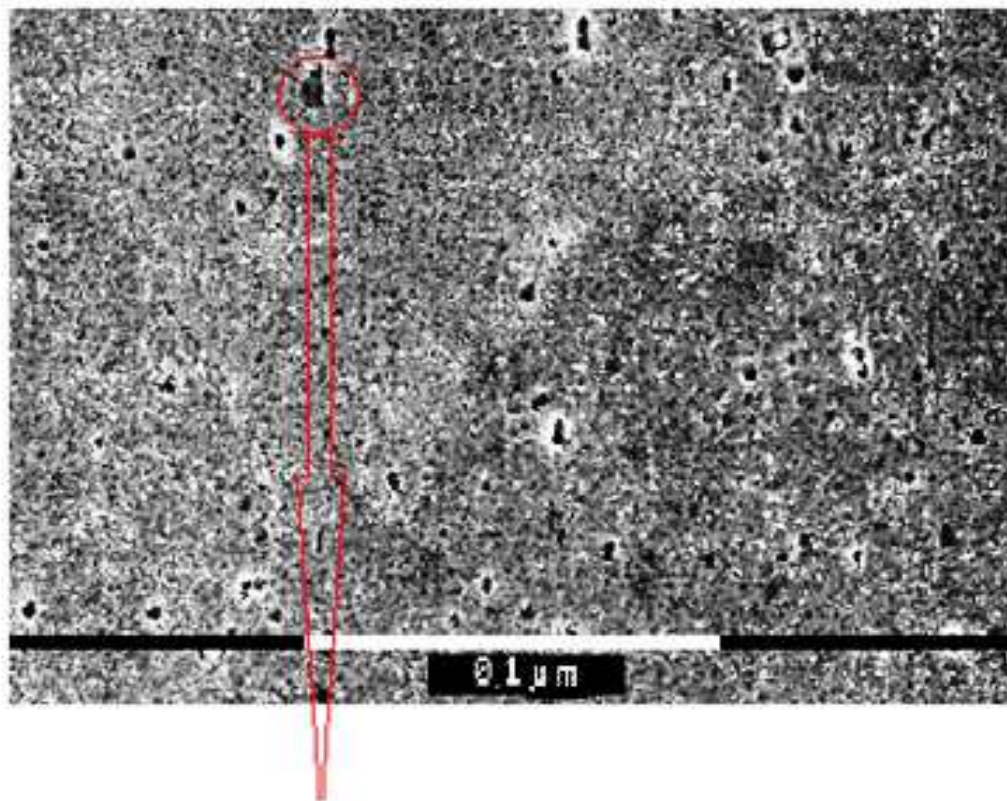


Figure IV.7 Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (3) observée par MEB

IV.2.3: Caractérisation par microscopie électronique à transmission

Les figures IV.8 et IV.9 présentent les micrographies de l'alliage 03 obtenues par la microscopie électronique à transmission, en utilisant un faisceau électronique parallèle à la direction [001] de la matrice α -aluminium, respectivement. Ces deux figures sont obtenues aux températures 244°C et 290°C correspondant aux sommets des pics des réactions de transformations des phases β'' , β' (figure VI.13).

- La figure IV.8 montre les aiguilles de la phase β'' distribuées suivant les traces des directions (100) de la matrice α -aluminium
- La Figure IV.9 montre la présence des bâtonnets de la phase β' .

La figure IV.10 présente la micrographie obtenue par la microscopie électronique à transmission de l'alliage 03 homogénéisé à 530°C pendant une heure. On observe des précipités de différentes tailles. L'observation par le MET confirme que les précipités sombres sont du type α -AlFeSi, comme ceci est déterminé qualitativement par le système EDAX du MEB, figure IV.5. Les précipités clairs pourraient être du type α -AlFeMnSi [107]

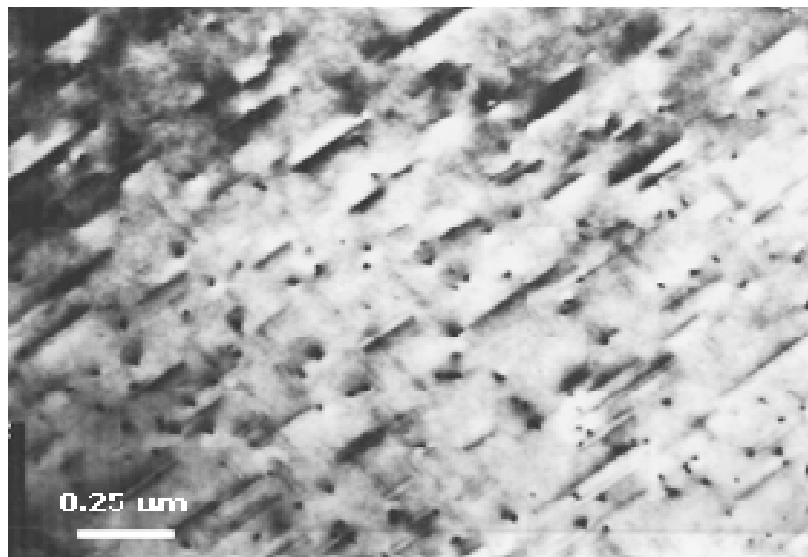


Figure IV.8 Micrographie obtenue par MET de l'alliage 03 montrant la présence de la phase β''

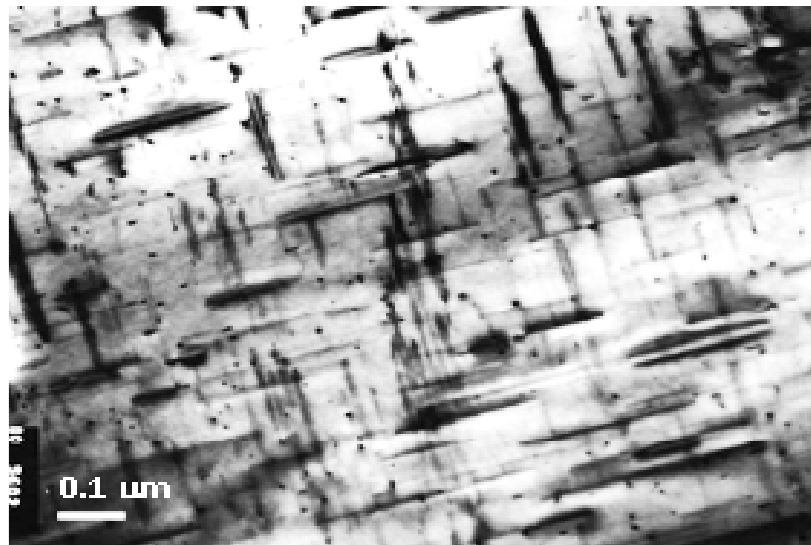


Figure IV.9: Micrographie obtenue par MET de l'alliage 03 montrant la présence de la phase β'

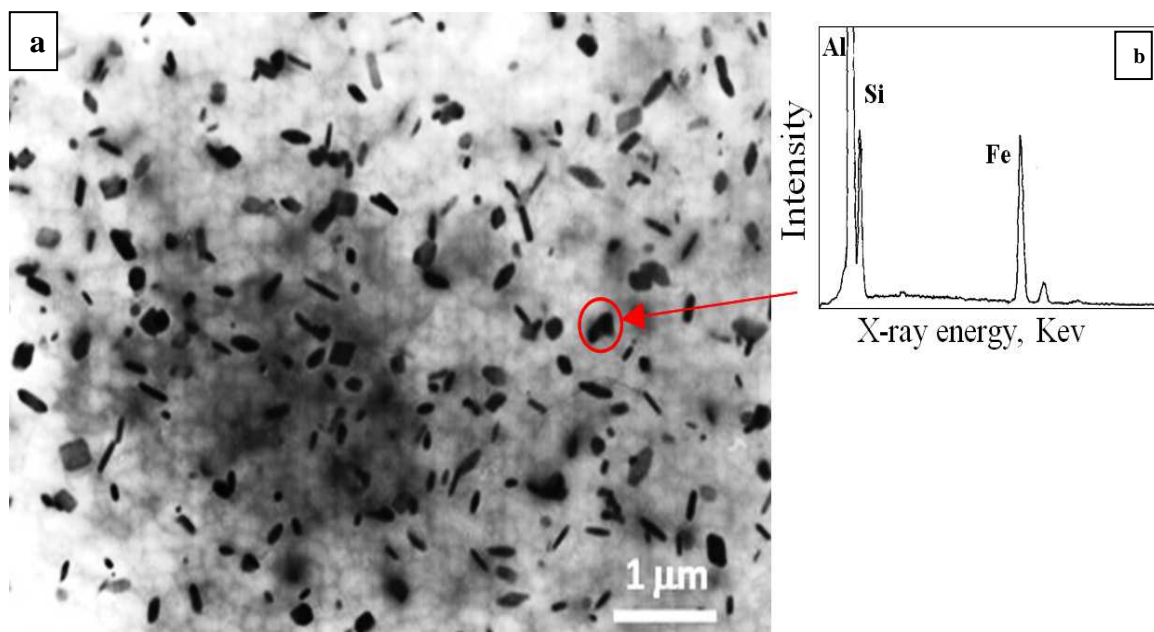


Figure IV.10: a)- Micrographies obtenues par MET de l'alliage 03 homogénéisé à 530°C pendant une heure
b)- Spectrogramme des rayons X représentant les pics caractéristique des éléments composant la particule

IV.3: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

IV.3.1: Cas de l'alliage 01:

La figure IV.11 représente 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 550°C en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min. Six processus principaux peuvent être identifiés du thermogramme de DSC. Trois pics exothermiques marqués (I), (II) et (III), et trois pics endothermiques marqués (a), (b) et (c).

- Le pic (I) situé à la température 110°C est attribué à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si, le résultat obtenu est en bon accord avec cela obtenu par Chakrabarti et al. [17].
- Le pic (II) situé à la température 294°C est attribué à la formation des phases β'' et β' . Ceci est en bon accord avec les résultats de Gaffar et al. [106].
- Le pic (III) situé à la température 416°C est attribué à la formation de la phase stable β .

Passons aux pics endothermiques qui s'apparaissent aux températures: 206°C pic(a), 380°C pic(b) et 436°C pic(c), sont attribuées respectivement à la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases β' et β . La séquence de dissolution est en bon accord avec les travaux obtenus par d'autres auteurs [17, 23].

IV.3.2: Cas de l'alliage 02:

La figure IV.11 représente le thermogramme 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 550°C en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min. On observe quatre pics exothermiques marqués (I), (II), (III) et (IV) et quatre endothermiques marqués en (a), (b), (c) et (d).

Le pic (I) situé à la température 113°C correspond à la formation des zones GP, le pic (II) situé à la température 269°C est dû à la précipitation de phase β'' [14], le pic (III) situé à la température 306°C est associé à la précipitation de la phase (β') et/ou la phase Q', le pic (IV) situé à la température 418°C est attribué à la formation de la

phase d'équilibre β . Enfin, Les pics endothermiques (a), (b) (c) et (d) apparaissent aux températures : 214°C, 299°C, 381°C et 482°C respectivement, représentent la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases β' , β'' , β''' et Q' [108].

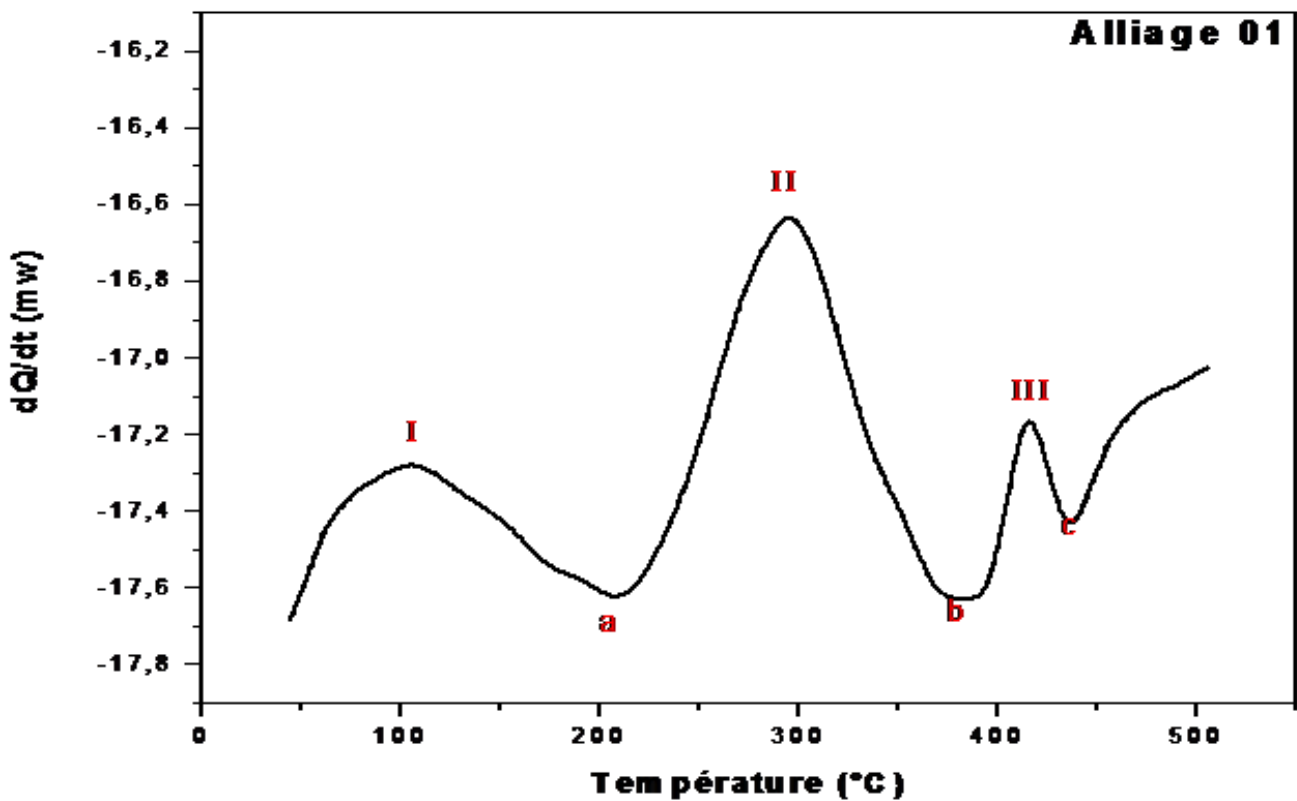


Figure IV.11 Courbe de DSC de l'alliage 01, homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

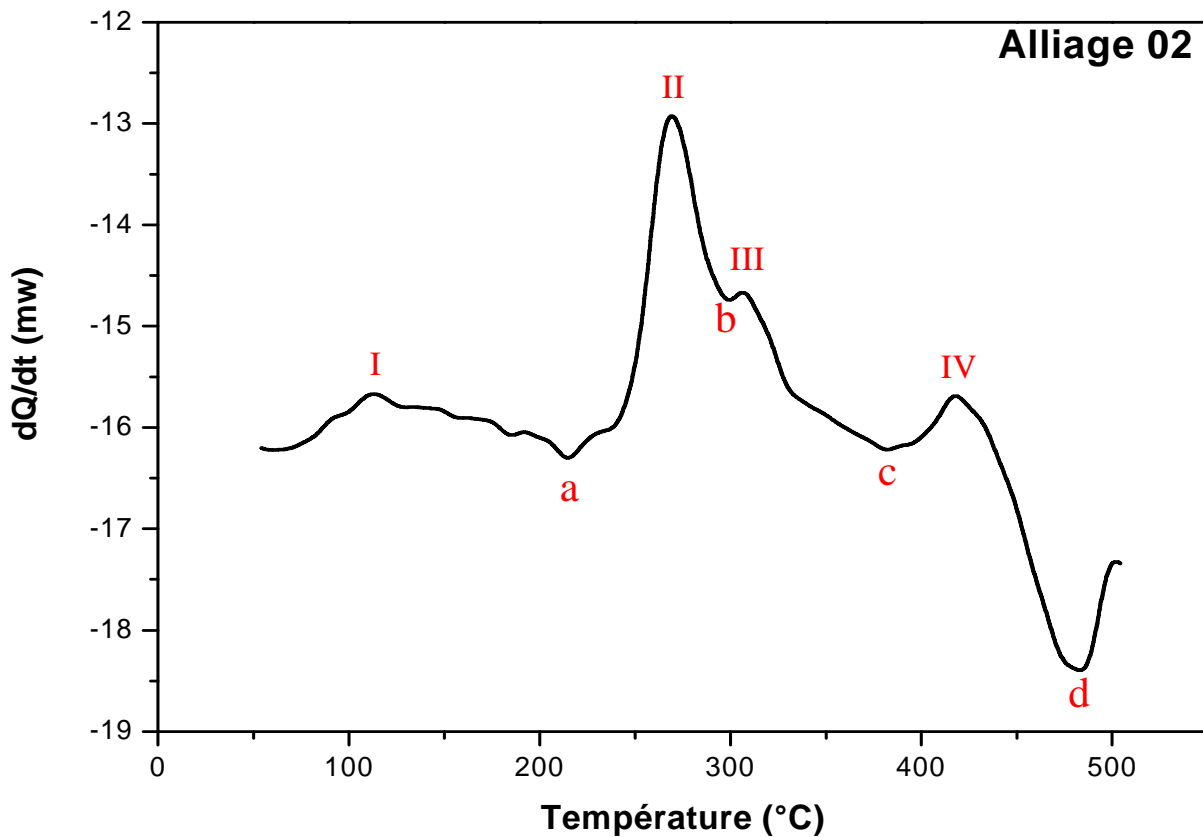


Figure IV.12 : Courbe de DSC de l'alliage 02, homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5 °C/min.

IV.3.1: Cas de l'alliage 03:

La figure IV.13 représente le thermogramme de DSC d'alliage 03 homogénéisé à 530°C pendant une heure suivi d'une trempe à l'eau, en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min. Les balayages de DSC ont été effectués de la température ambiante jusqu'à 550°C. Quatre réactions exothermiques et quatre endothermiques.

- Le pic exothermique (I) situé à la température 94°C, est probablement dû à la précipitation des zones G.P Ceci confirme les travaux de Miao et al [14] qui ont révélé l'existence de ces zones G.P vers 95°C dans l'alliage Al-0.58% Mg-1.28%Si. D'autres auteurs [23, 109] ont reporté aussi l'existence de ces zones

vers 100°C dans les alliages Al-Mg-Si, avec des compositions différentes de Mg et de Si.

- Le deuxième pic exothermique (II) observé sur le thermogramme et situé à la température 244°C, est probablement lié à la formation de la phase β'' . Les travaux de Pashley et al [110], Morley et al [111] et Miao et al [14] confirment l'existence de cette phase à 250°C et 240°C, respectivement.
- Le troisième pic exothermique (III) situé à la température 298°C, ne doit être que celui dû à la précipitation de la phase β' . L'existence de ce pic exothermique, présent à la température d'environ 300°C, a été aussi rapportée dans différents travaux [38, 14, 112]. Matsuda et al [112] ont confirmé l'existence de cette phase à 250°C par le MET tandis que Miao et al [14] ont, par la calorimétrie, révélé la présence de cette phase à 280°C dans un alliage Al-Mg-Si-Cu. Chakrabarti et al [44] ont observé cette phase à la température 300°C.
- Le quatrième pic exothermique (IV), situé à la température 411°C, est dû certainement à la présence de la phase d'équilibre β (Mg_2Si) et/ ou du Si.

Enfin, les pics endothermiques

- Le pic (a) situé à la température 151°C
- Le pic (b) situé à la température 280°C
- Le pic (c) situé à la température 365°C
- Le pic (d) situé à la température 431°C

Représentent la dissolution des zones G.P, β' , β'' et β'' respectivement.

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

La comparaison de pic exothermiques de l'alliage (03) correspondants à la précipitation de la phase β'' par rapport aux pics observés dans le cas des alliages (01) et (02), montre qu'il est décalé vers une basse température. Ces observations peuvent être liées à l'excès de silicium contenu dans l'alliage (03), et par le fait que le silicium accélère la précipitation.

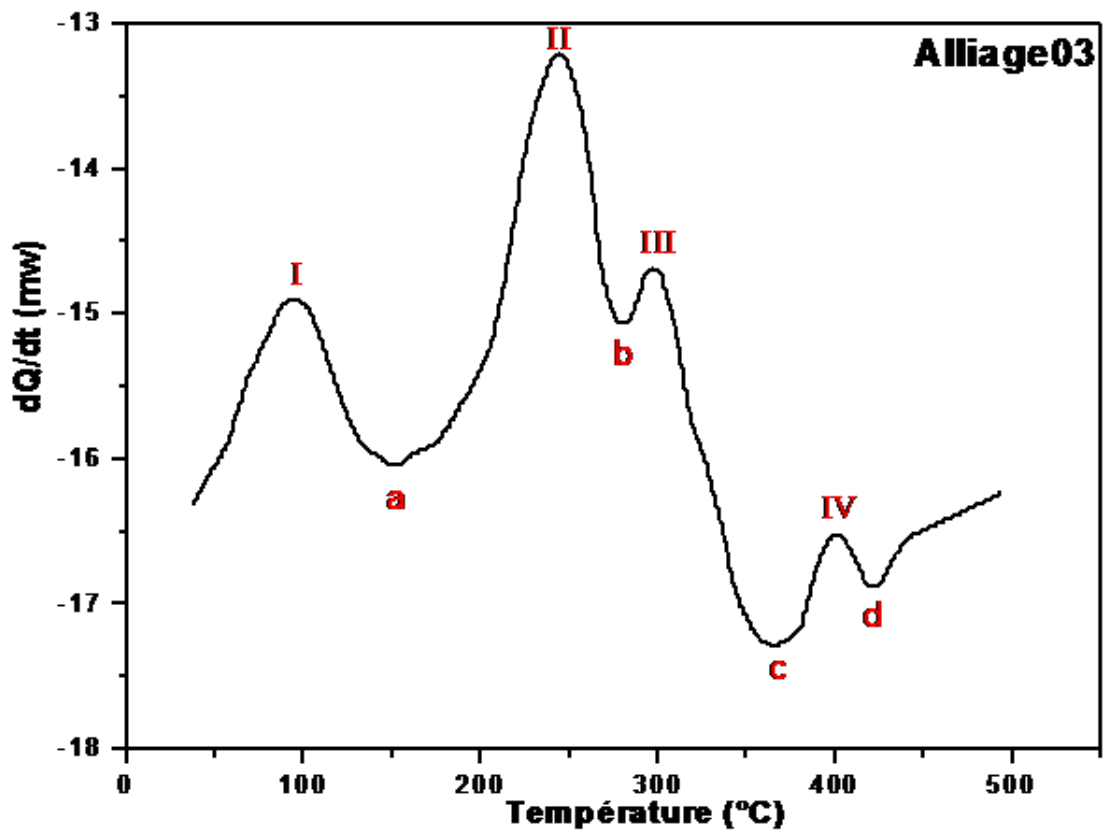


Figure IV.13 : Courbe de DSC de l'alliage 03, homogénéisée à 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5 °C/min.

IV.4: La cinétique de transformation

Dans les réactions de précipitation ou de dissolution, le paramètre le plus important dans la cinétique de ce type de réaction est l'énergie d'activation. Pour déterminer cette énergie d'activation en utilisant la relation {IV.I} qui est linéaire, on implique la température du pic et la vitesse de chauffage.

Différentes méthodes sont appliquées pour évaluer les énergies d'activation efficaces pour la précipitation et la dissolution. La procédure de calcul est proposée premièrement par Ozawa en 1971 [113], et en suite par plusieurs chercheurs [114, 115, 116].

Les pics qui nous intéressent ont été reconstruits à partir de la dérivée numérique de la courbe correspondante. L'intégration numérique de ces pics nous permis de remonter à la fraction transformée en fonction de la température, ou de temps.

Pour les trois alliages 01, 02 et 03 nous avons procédé à une série de trois mesures faites à des vitesses de chauffage : 10, 15 et 20°C/min.

Les thermogrammes des courbes de la DSC des alliages 01, 02 et 03 montrent des pics exothermiques (précipitation) et endothermiques (dissolution). Pour illustrer la procédure de calcul de l'énergie d'activation, nous présentons l'analyse de la précipitation de la phase la plus durcissant β ".

Les figures (IV.15, IV.16 et IV.17) représentent la variation de la fraction transformée en fonction du temps. La présentation a été faite aussi sur une échelle semi-logarithmique afin de vérifier à l'avance la validité de l'analyse. Nous avons remarqué que les courbes sont parallèles et ordonnées, à partir de l'essai obtenu avec une vitesse de chauffage de 20°C/min jusqu'à la vitesse de chauffage de 10°C/min.

La pente des courbes tracées sur l'échelle semi-Logarithmique donne directement la vitesse de réaction qui doit être exprimée en fonction de l'énergie d'activation.

La détermination de l'énergie d'activation de la réaction due à la formation de la phase β'' par la relation IV.I nécessite la connaissance des températures des pics de DSC obtenus par différentes vitesses de chauffage:

$$\ln \frac{T_m^2}{\phi} = \frac{E}{R} \frac{1}{T} + C \dots\dots\dots \{IV.I\}$$

- ϕ : la vitesse de chauffage.
- m: indice indique la position du pic considéré de la courbe de DSC.
- E : l'énergie d'activation.
- R : la constante de gaz.
- C : une constante.

La figure IV.18 représente les courbes de $\ln(\frac{T^2}{\phi})$ en fonction de $1/T$ des trois alliages étudiés qui sont des droites dont la pente donne directement l'énergie d'activation de la réaction.

Les énergies d'activation obtenues sont rapportées dans le tableau IV.2. On remarque, que les valeurs de l'énergie d'activation déterminées sont faibles par comparaison aux valeurs de l'énergie d'activation trouvées par [60, 116]. Cette différence est due aux interactions entre les deux phases β'' et β' dans le cas des deux alliages 01 et 03 et à ceux de, β' et Q' dans le cas de l'alliage 02.

Alliage	Energie d'activation (KJ / mol)
01	165.37
02	119.14
03	113.98

Tableau IV.2: Les énergies d'activation des trois alliages

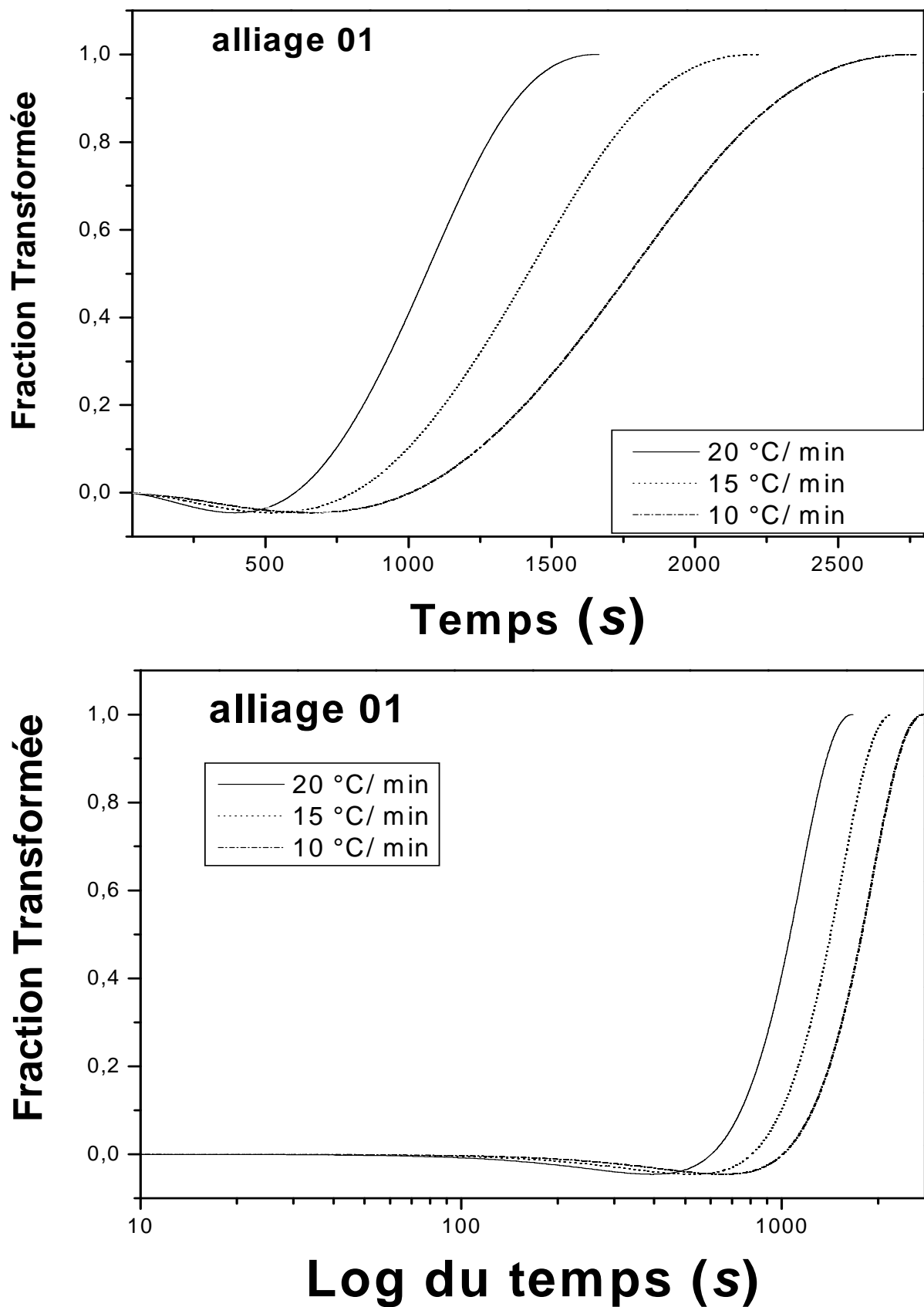


Figure IV.15 : Variation de la fraction transformée de l'alliage 01 en fonction du temps et en fonction de $\text{Log } t$

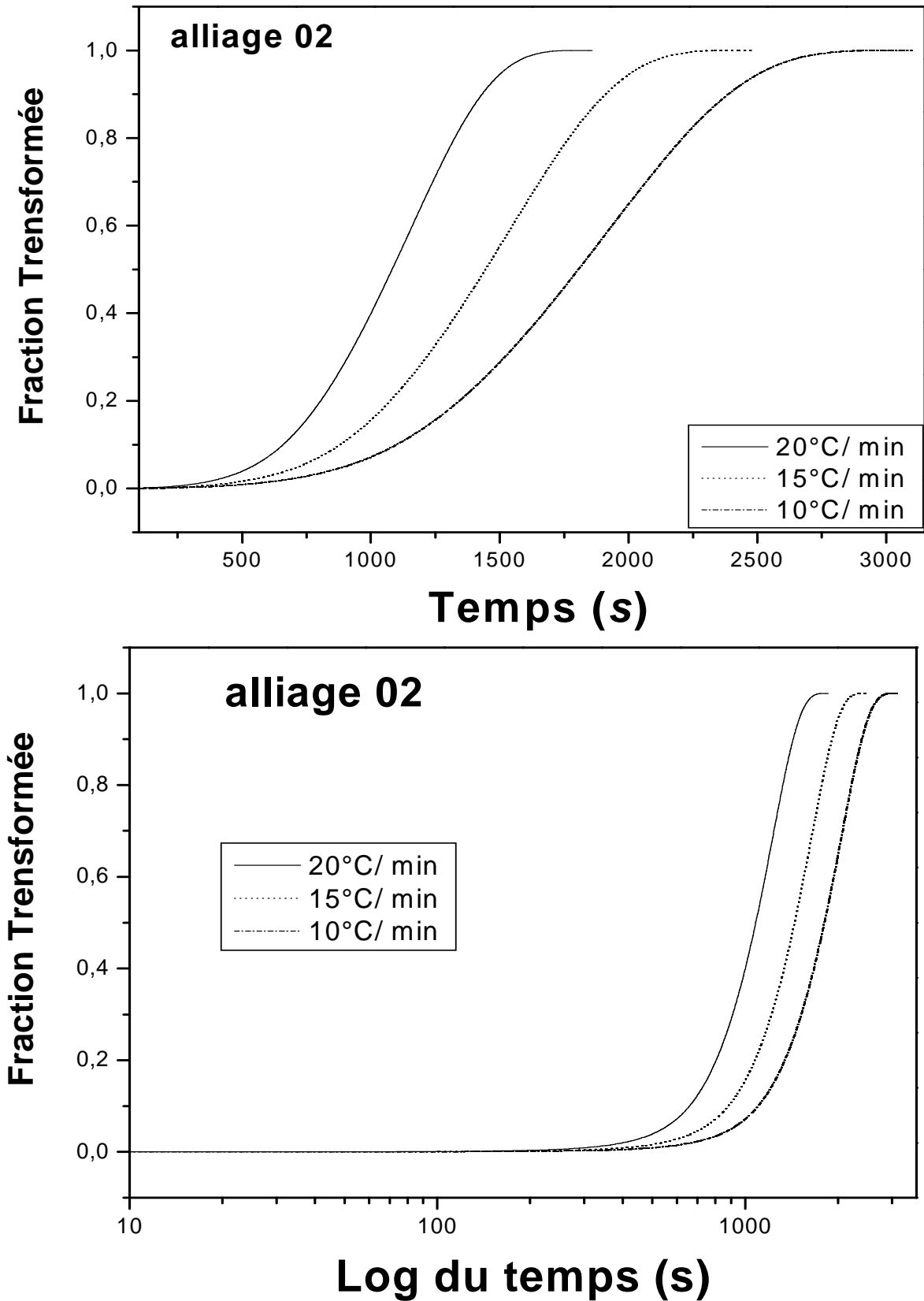


Figure IV.16 : Variation de la fraction transformée de l’alliage 02 en fonction du temps et en fonction de $\text{Log } t$

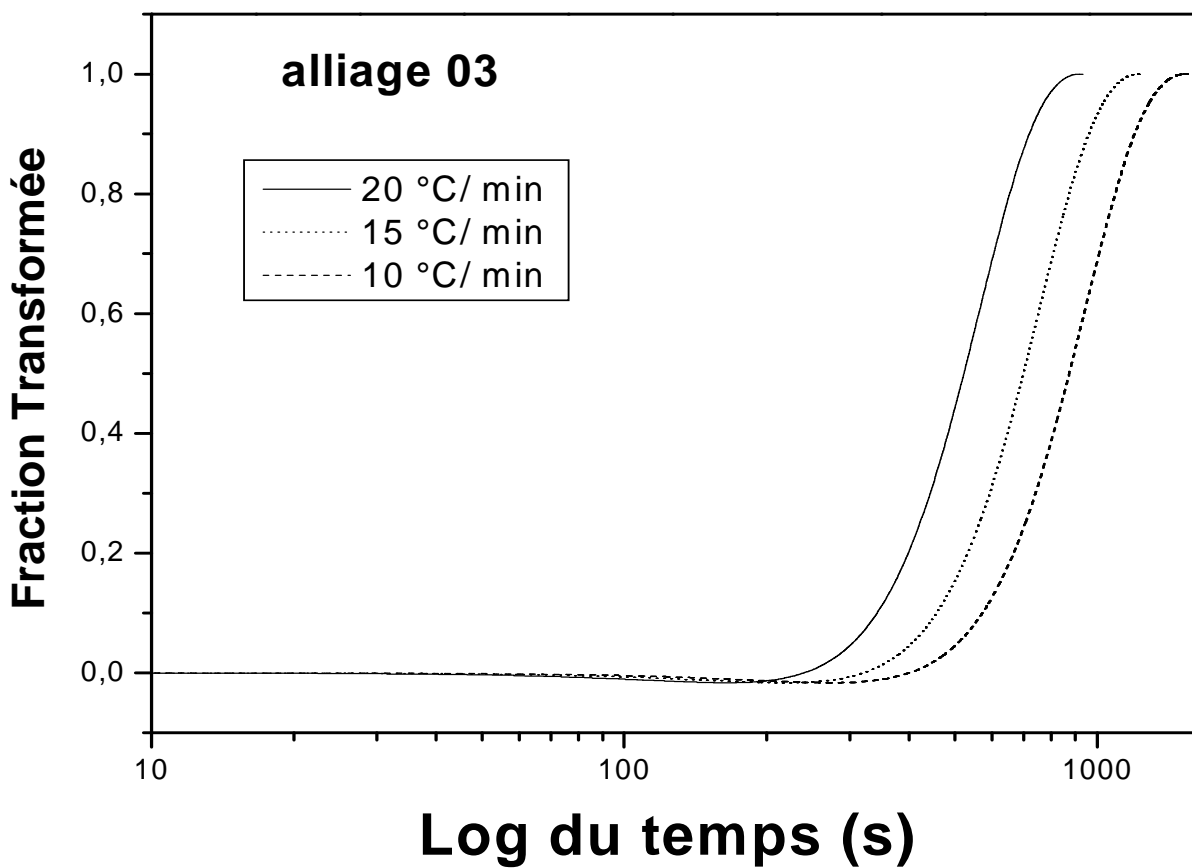
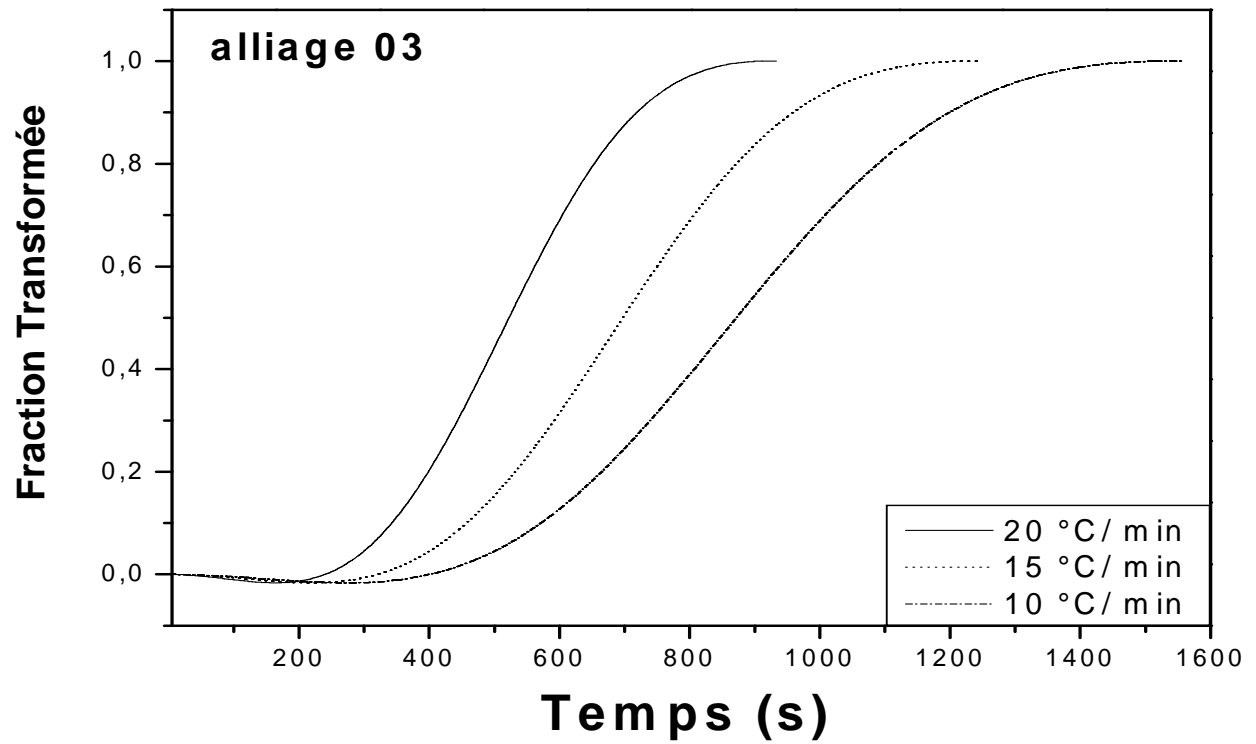


Figure IV.17 : Variation de la fraction transformée de l'alliage 03 en fonction du temps et en fonction de $\text{Log } t$

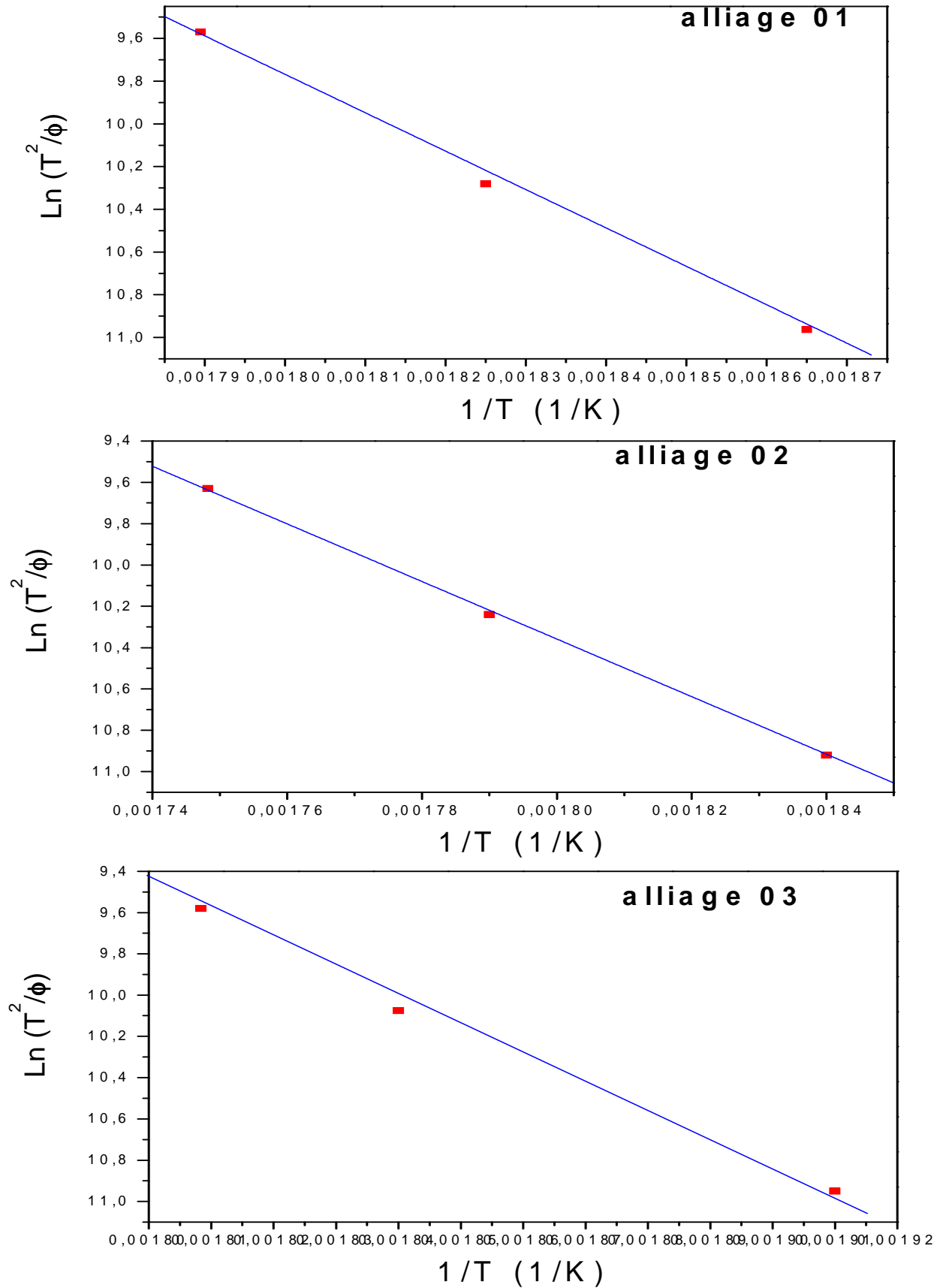


Figure IV.18 : Courbes $\text{Ln}(T^2/\Phi)$ en fonction de $1/T$ des alliages 01, 02 et 03
 (Calcul de l'énergie d'activation par la méthode d'Ozawa)

IV.5: Microdureté

IV.5.1: Effet des traitements thermiques sur la microdureté des alliages

Le traitement d'homogénéisation pendant une heure à 530°C des échantillons des alliages étudiés a été suivi par le vieillissement artificiel à différentes températures allant de 25°C à 500°C.

La variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement (le temps de vieillissement est de 1 min) pour l'alliage 01 (figure IV.19) montre que la valeur maximale de la microdureté est obtenue à la température de 300°C. Si l'on compare ce résultat avec le résultat de DSC d'alliage 01 on peut en déduire que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' (la température correspond à la formation de la phase β'' dans l'alliage 01 est 294°C).

La figure IV.20 présente la variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage 02, la courbe montre deux pics apparaissent aux températures 250°C et 375°C. Le premier pic est dû à la formation de la phase β'' , tandis que le second pic est associée à la formation de la phase d'équilibre β . Ce résultat confirme ceux obtenues par DSC.

La figure IV.21 présente la variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour l'alliage 03. On observe trois à 125°C, 250°C et 400°C. Le premier pic est dû à la formation des zones GP, le second pic est associée à la formation de phase durcissant β'' et le dernier pic correspond à la formation de la phase stable β .

La figure V.22 est une superposition des courbes de la variation de la microdureté en fonction de la température des trois alliages 01, 02 et 03. L'alliage 02 contenant du cuivre présente une dureté plus importante que celle des autres alliages 01 et 03. Cette augmentation est probablement 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 03 par rapport à celui obtenue dans les deux alliages 01 et 02. Ces observations peuvent être liées à l'excès de silicium contenu dans l'alliage 03, et par le fait que le silicium accélère la précipitation [14].

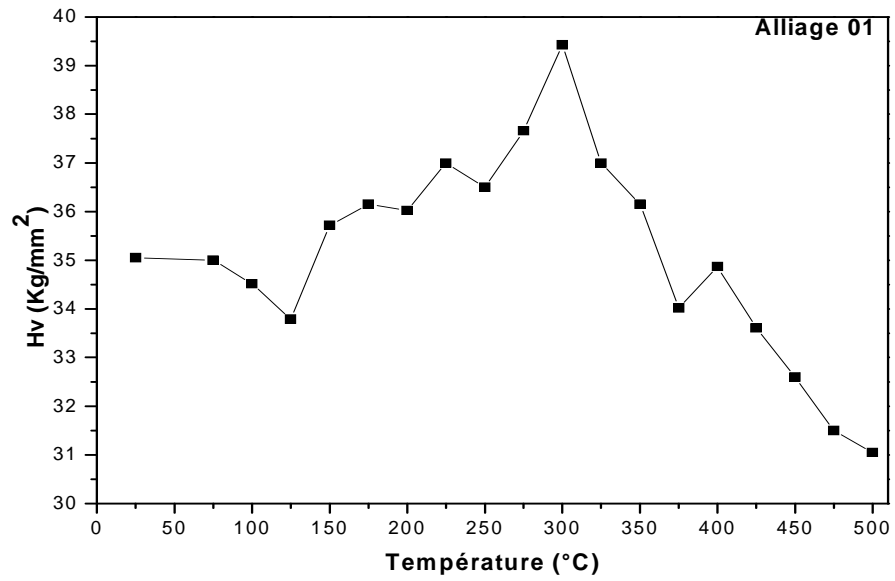


Figure IV.19 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 01

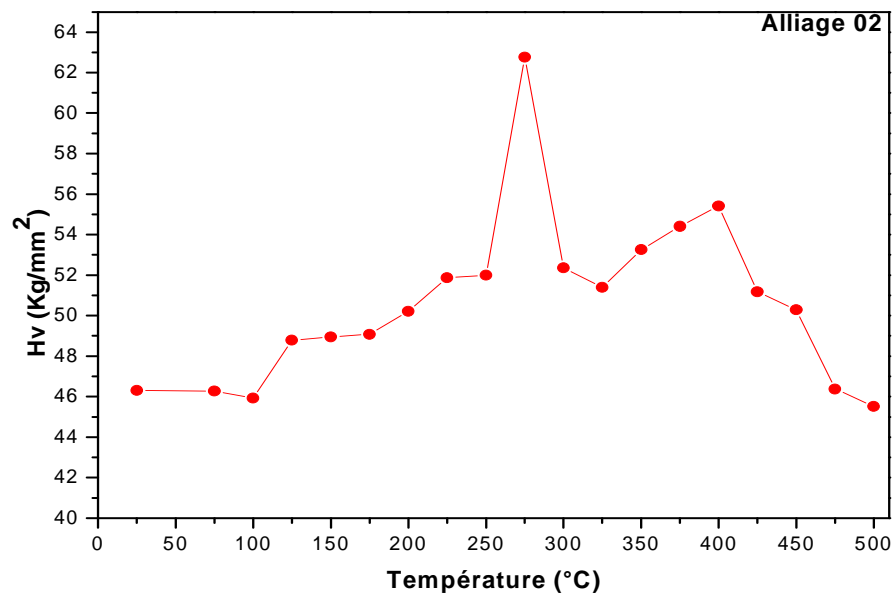


Figure IV.20 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 02

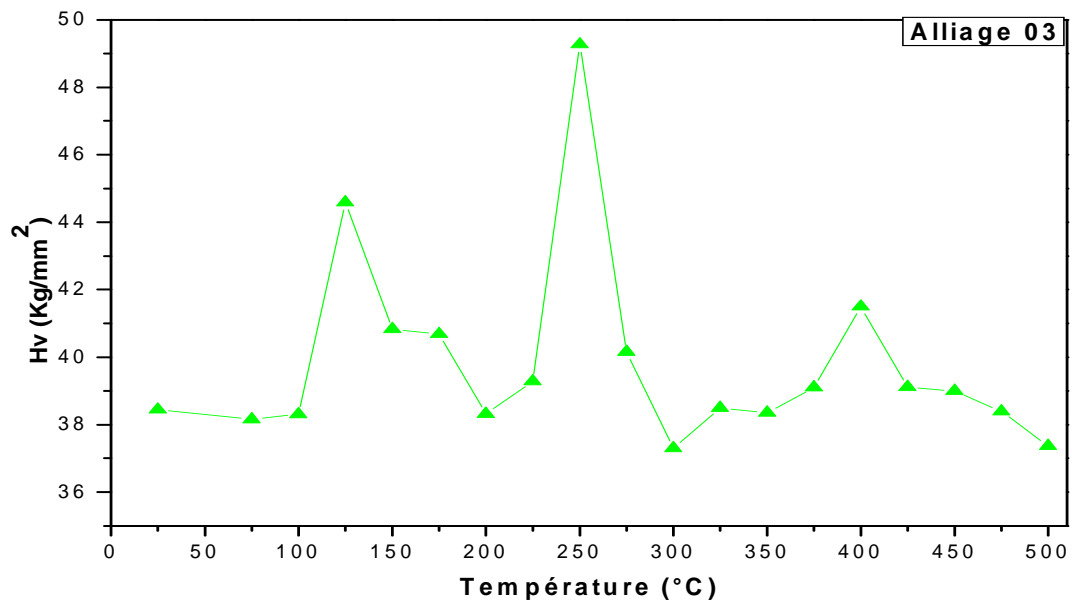


Figure IV.21 : Variation de la microdureté en fonction de la température de l'alliage 03

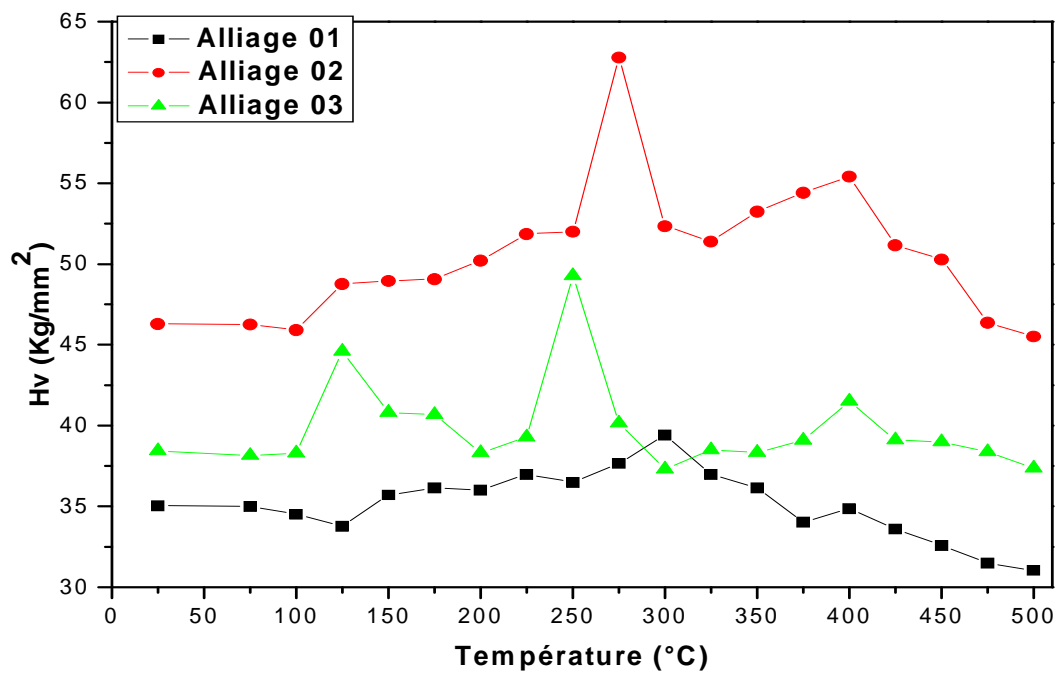


Figure V.22 : Variation de la microdureté en fonction de la température des trois alliages 01,02 et 03.

IV.5.2: Effet du vieillissement artificiel sur la microdureté des alliages

La Figure IV.23 présente la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C pour les trois alliages. On observe que la microdureté de l'alliage (01) augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement jusqu'à une valeur maximale obtenue après 6 heures de maintien. Ceci est probablement dû à la formation des clusters de Si et/ ou Mg. On remarque aussi que l'augmentation de la microdureté dans le cas de l'alliage (02) est relativement rapide par rapport à celle de l'alliage (03). Ceci est dû à la présence du cuivre, tableau III.1

Dans le cas du vieillissement à la température 150°C, figure IV.24, les courbes de la dureté présentées ont la même allure. La dureté atteint une valeur maximale après de 8 heures de maintien. Au-delà de ce temps, elle se stabilise autour de cette valeur. Cette stabilité est probablement liée à la formation de la phase β'' durcissante.

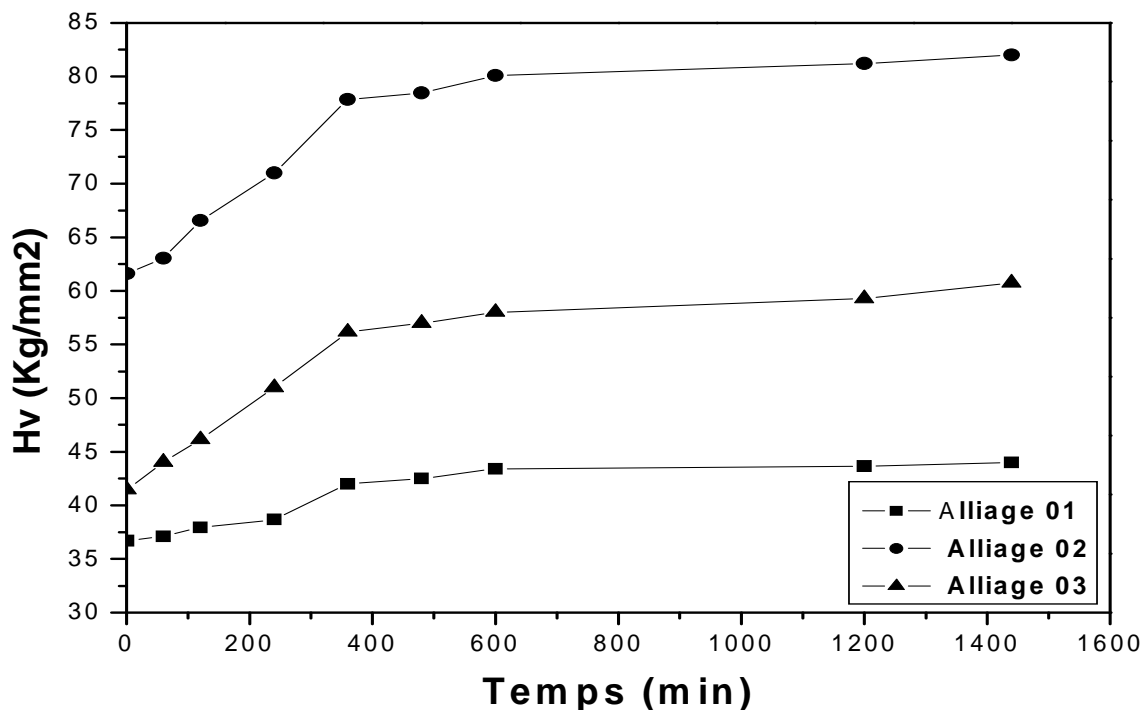


Figure IV.23 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C

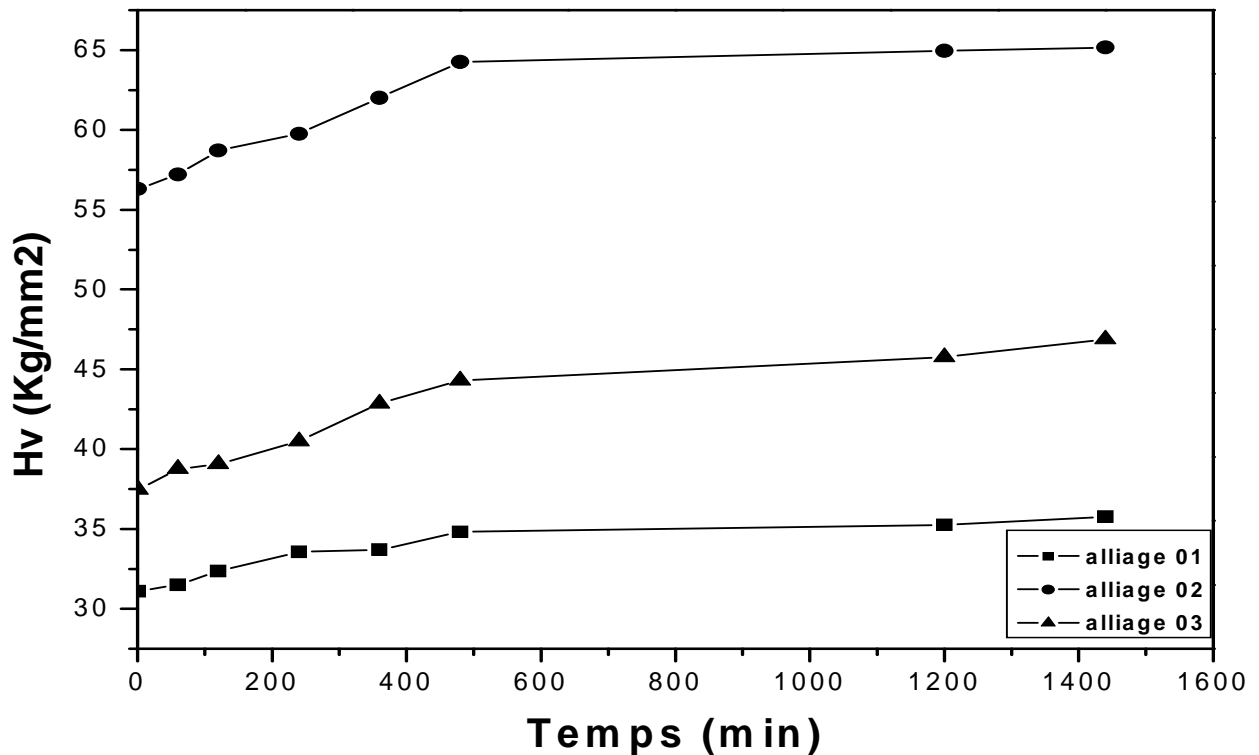


Figure IV.24 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 150°C

La figure IV.25 représente les courbes de la dureté des alliages (1) et (2) en fonction du temps de vieillissement artificiel à 175°C. On observe que la dureté augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement artificiel jusqu'à atteindre une valeur élevée après 10 heures de maintien. Ce temps est nécessaire pour amorcer la précipitation de la phase β'' à cette température. Ceci est bon accord avec les résultats de Murayama et al. [40] (cette augmentation est due à l'effet du cuivre sur la cinétique de précipitation). L'addition de Cu à l'alliage augmente le nombre de précipite et affine la taille moyennes des grains. Les valeurs de dureté de l'alliage (2) contenant un teneur de Cu élevé sont un peu plus grandes que celles de l'alliage (1). Ceci est bon accord avec d'autres travaux de recherche [20,67]

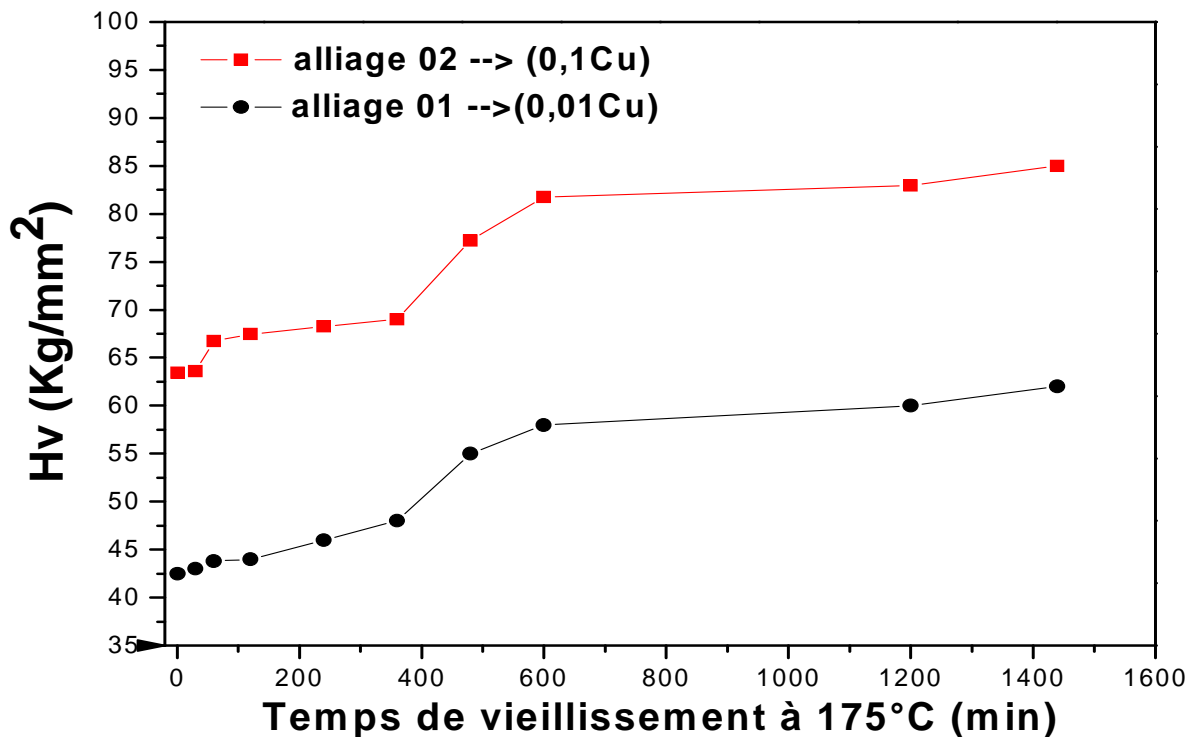


Figure IV.25 : variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°C

IV.5.3: Effet de vieillissement naturel sur la microdureté

Après l'homogénéisation des alliages à 550°C pendant 1 heure suivie d'une trempe à l'eau à la température ambiante, les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant 21 jours et 30 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 175°C.

La figure IV.26 représente la courbe de la microdureté de l'alliage 03 en fonction du temps de vieillissement artificiel à 175°, après une maturation de 21 jours. Nous remarquons que la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur élevée après 16 heures. Ce changement de dureté est attribué aux amas d'atomes qui se sont formés après le traitement de mise en solution et trempe. Cette sursaturation est suffisante pour que les coefficients de diffusion des solutés permettent de former des amas d'atomes qui conduisent à un durcissement important de l'alliage [25].

La variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 175°, après une maturation à l'ambiante pendant 1 mois de l'alliage 03 (figure IV.27) montre que le maximum de la microdureté est moins intense comparé à la maturation de 21 jours. Ceci est dû au retard de formation de précipitation durant le revenu [47]. On remarque que les valeurs de la microdureté dans le cas de la maturation à l'ambiante pendant 21 jours sont supérieures à celles obtenues dans le cas de la maturation à l'ambiante pendant 1 mois.

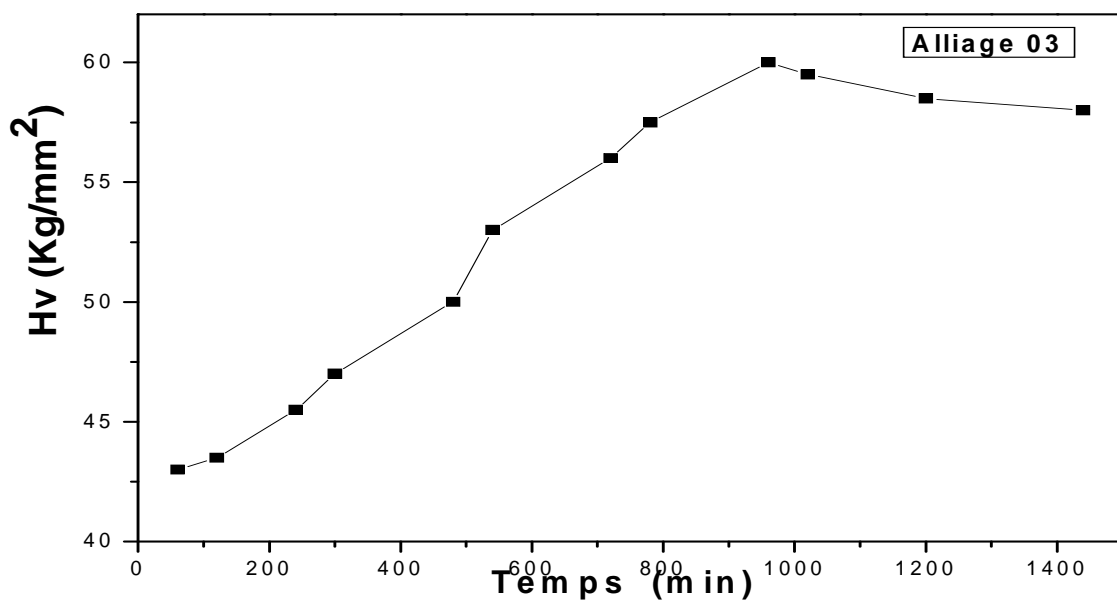


Figure IV.26 : Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°, après une maturation de 21 jours

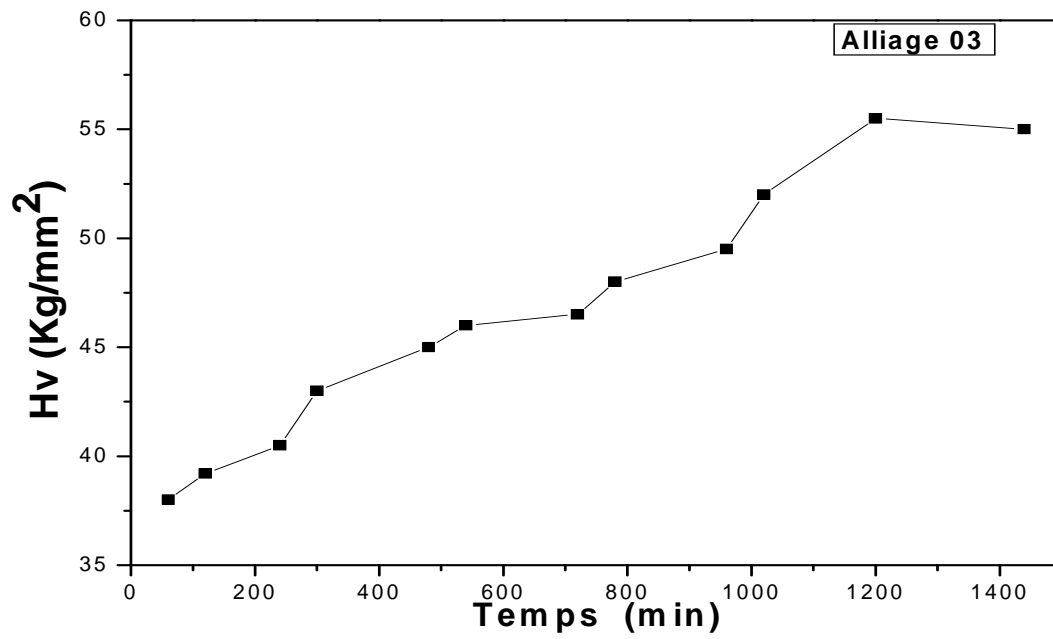


Figure IV.27 : Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°, après une maturation d'un mois

IV.6: Diffraction des rayons X

L'utilisation de la méthode de diffraction des rayons X (DRX) est un outil très performant et universel pour déterminer 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'autres des méthodes de caractérisation par rayons X.

Les Spectres de diffraction des rayons X des échantillons des alliages étudiés 01, 02 et 03 à l'état brut sont représentés dans la figure IV.28. Les pics correspondent à la structure C.F.C de la matrice α -aluminium. Le pic le plus intense n'est pas le pic (111) de l'aluminium pur d'après les fichiers ASTM, mais c'est le pic (220) pour l'alliage 02 et le pic (200) pour les deux autres alliages. Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont été laminées durant le procédé de fabrication. On observe aussi l'existence de certaines raies de faibles intensités. Ceci veut dire qu'il y a un seuil, au delà duquel la technique peut détecter la présence d'une nouvelle phase.

Il est très intéressant de comparer le spectre de diffraction de la figure IV.28 à ceux publiés par Donnadiou et al [117], les principaux pics observés, à part ceux de la matrice correspondent à la phase β .

Les Spectres de diffraction des rayons X des échantillons des alliages étudiés 01, 02 et 03 homogénéisés à 530°C pendant une heure (figure IV.29). Ils apparaissent presque identiques à ceux obtenus dans le cas des échantillons à l'état brut, mais il y a apparition d'autres réflexions de la structure C.F.C de la matrice α -aluminium (d'après les fichiers ASTM). En effet le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition.

Les réactions de précipitation et de dissolution dans les alliages à durcissement structurale induisent des changements dans le paramètre de la maille de la matrice α -aluminium. Cette variation du paramètre de réseau de la maille de la matrice α -aluminium dû à la présence des éléments d'additions [49].

Les Spectres de diffraction des rayons X des échantillons des alliages étudiés 01, 02 et 03 homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieillie 175°C pendant une heure (figure IV.30) donnent les mêmes résultats que ceux obtenus précédemment.

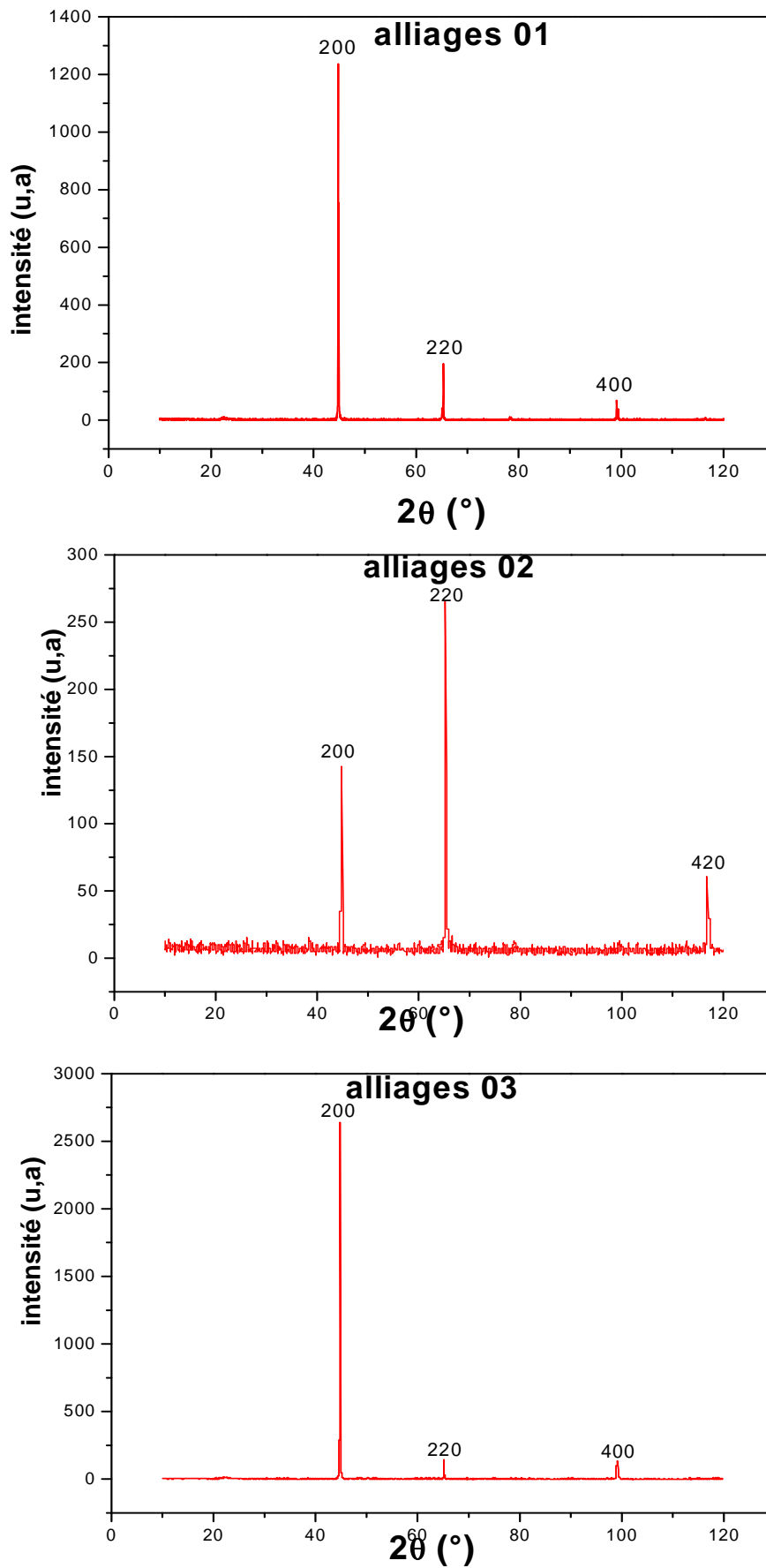


Figure IV.28: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 à l'état brut

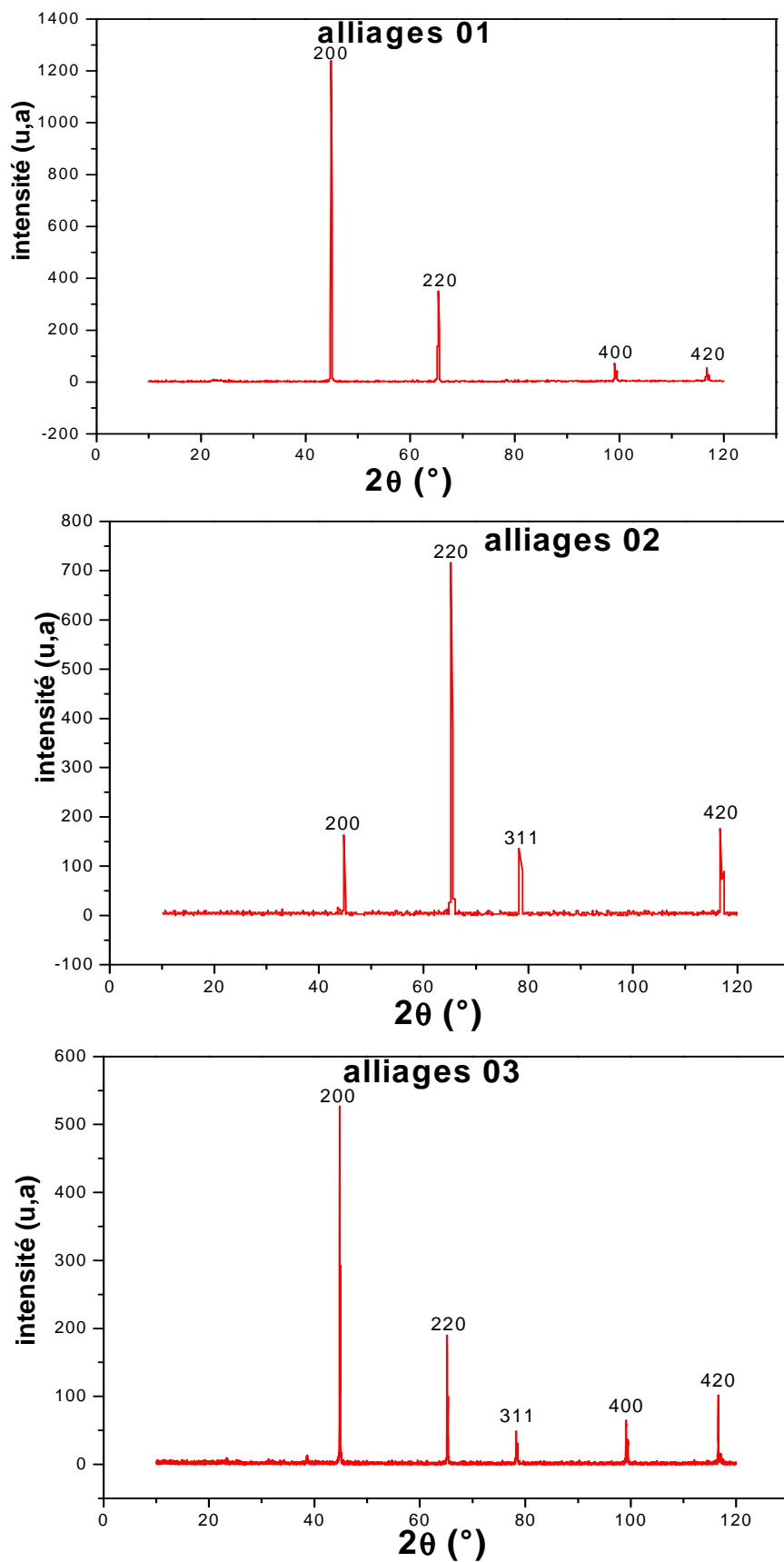


Figure IV.29: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 homogénéisés à 530°C pendant une heure.

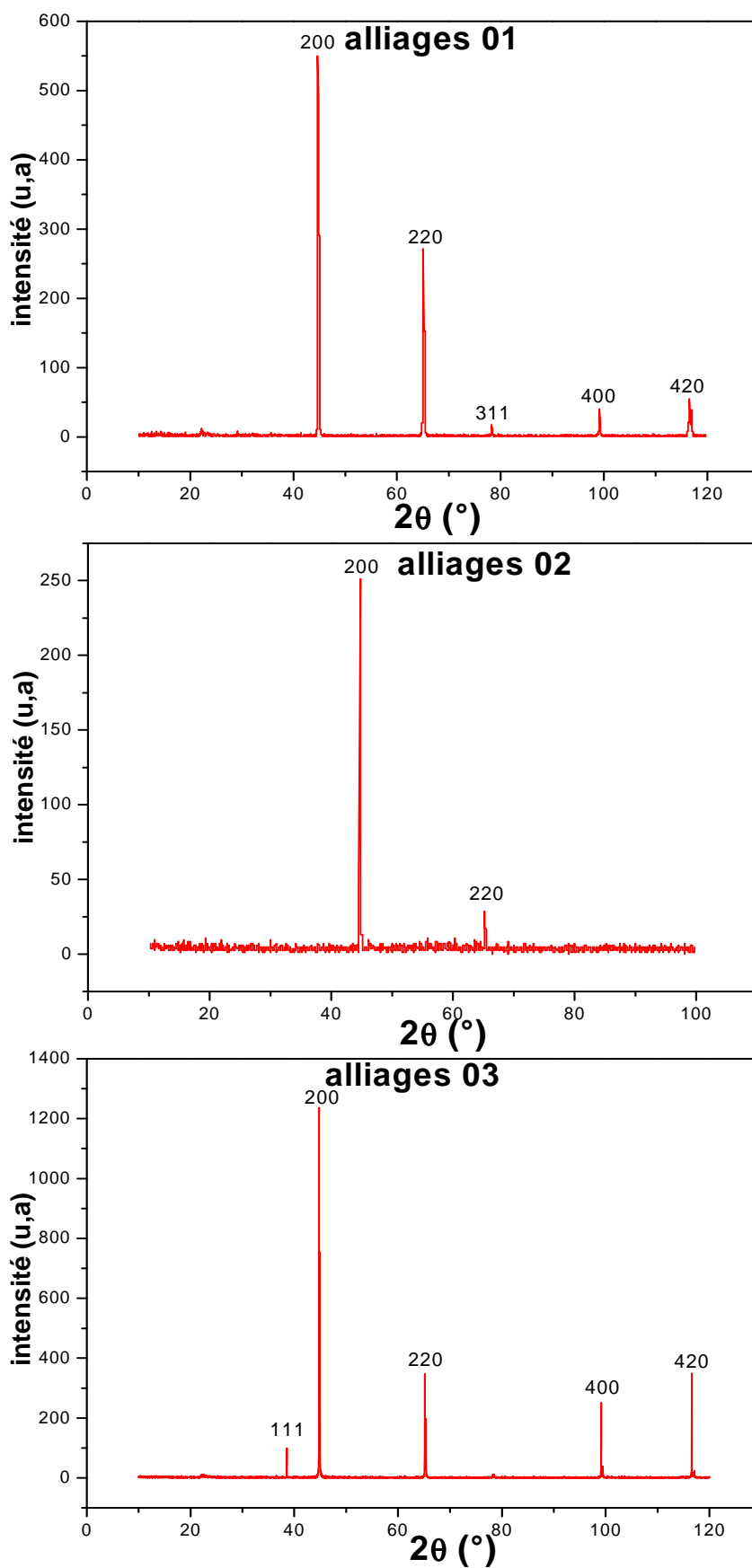


Figure IV.30: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 homogénéisé à 530°C pendant une heure et vieilli 175°C pendant une heure.

IV.7: Effet du taux de déformation sur les propriétés mécaniques et Microstructurales

La figure IV.31 présente la variation de la microdureté en fonction de taux de déformation de l'alliage 02 à l'état brut. On observe que la microdureté augmente avec l'augmentation du taux de déformation. On s'est limité à la déformation de 90%.

La figure IV.32 présente la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 180°C. Elle montre l'effet du taux de déformation durant le vieillissement artificiel de l'alliage 02 juste après homogénéisation puis trempe à la température ambiante. Les courbes montrent que la microdureté augmente avec l'augmentation du taux de déformation. Les courbes de la microdureté de l'alliage pour toutes les conditions expérimentale ont la même forme, la microdureté augmente graduellement et atteint une valeur maximale (HV_{max}) puis diminue graduellement. La variation de la microdureté de l'alliage avec différents taux de déformation en fonction du temps de vieillissement est décrite comme suit :

- Dans le cas de la déformation 25% et 50% la microdureté est supérieure à celle des autres déformations (0%, 5% et 10%). On observe que le maximum de la microdureté pour les déformations 25% et 50% est obtenu pour un temps de vieillissement inférieur à celui des taux de déformations (0%, 5% et 10%). En fait, la déformation accélère les réactions de la précipitation. La microdureté de l'alliage avec un taux de déformation 25% augmente d'environ 15% par rapport à celle de l'alliage sans déformation. Ce résultat est en bon accord avec celui trouvé par [118]

Les différents états structuraux de cet alliage sont présentés sur la figure. IV.33, elles montrent respectivement l'état structural initial des échantillons de l'alliage 02

homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure trempé, puis déformé de 5%, de 10% de 25%, et de 50%. Aux premiers stades de la déformation, la germination et l'affinement du grain sont plus prononcé pour les taux de déformation élevés

Les résultats obtenus montrent d'une part que le taux de déformation à une influence notable sur la taille des grains obtenus après recuit de

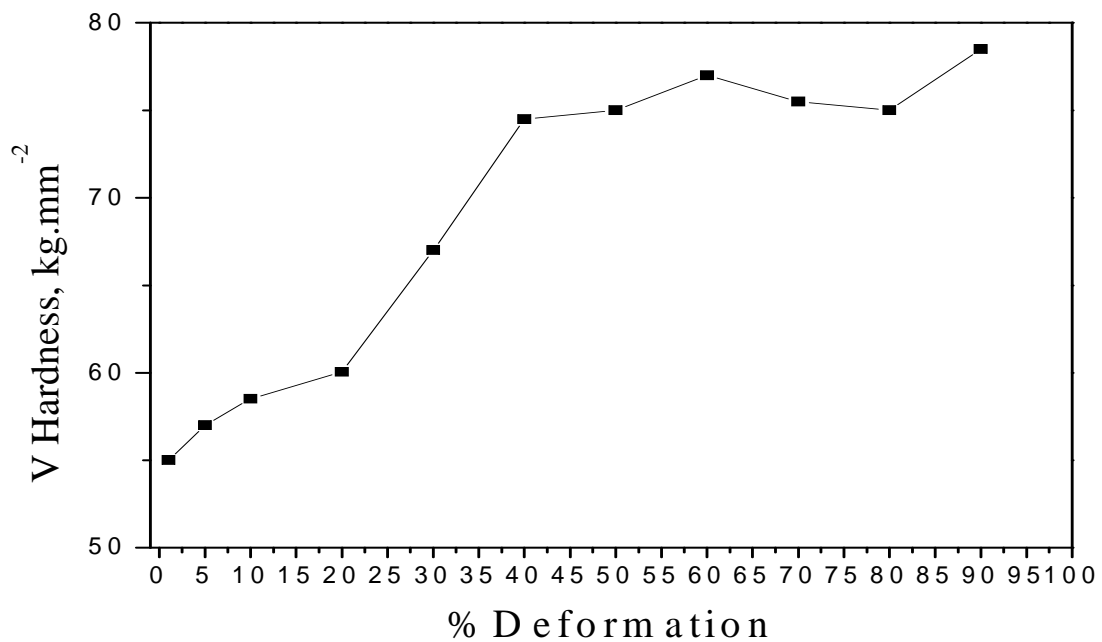


Figure IV.31: Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation de l'alliage 02 à l'état brute

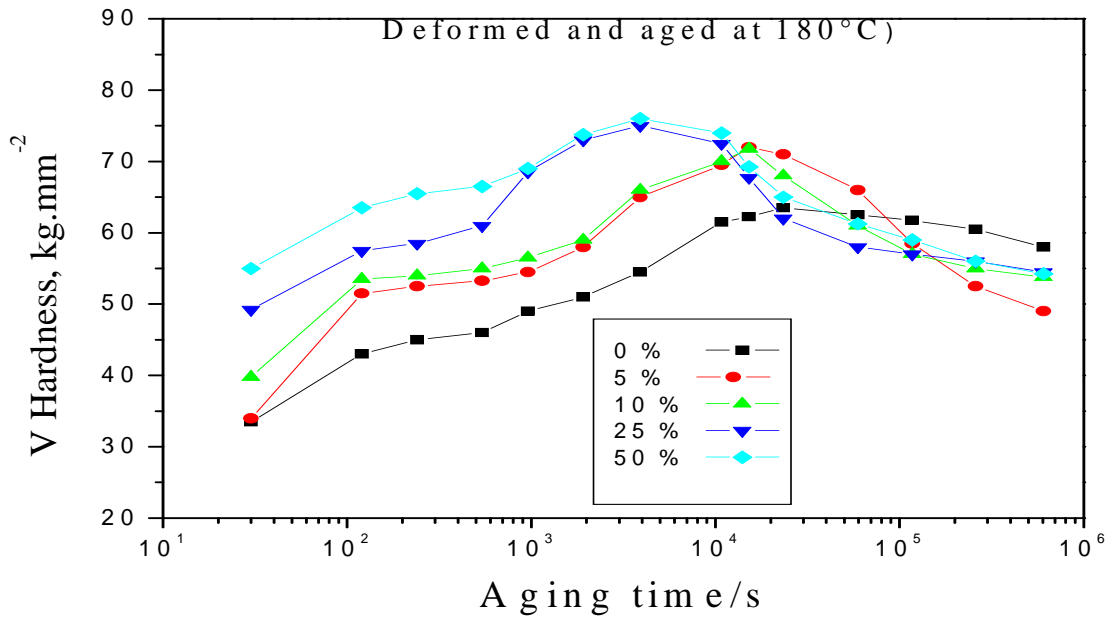


Figure IV.32: Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 180°C de l'alliage 02

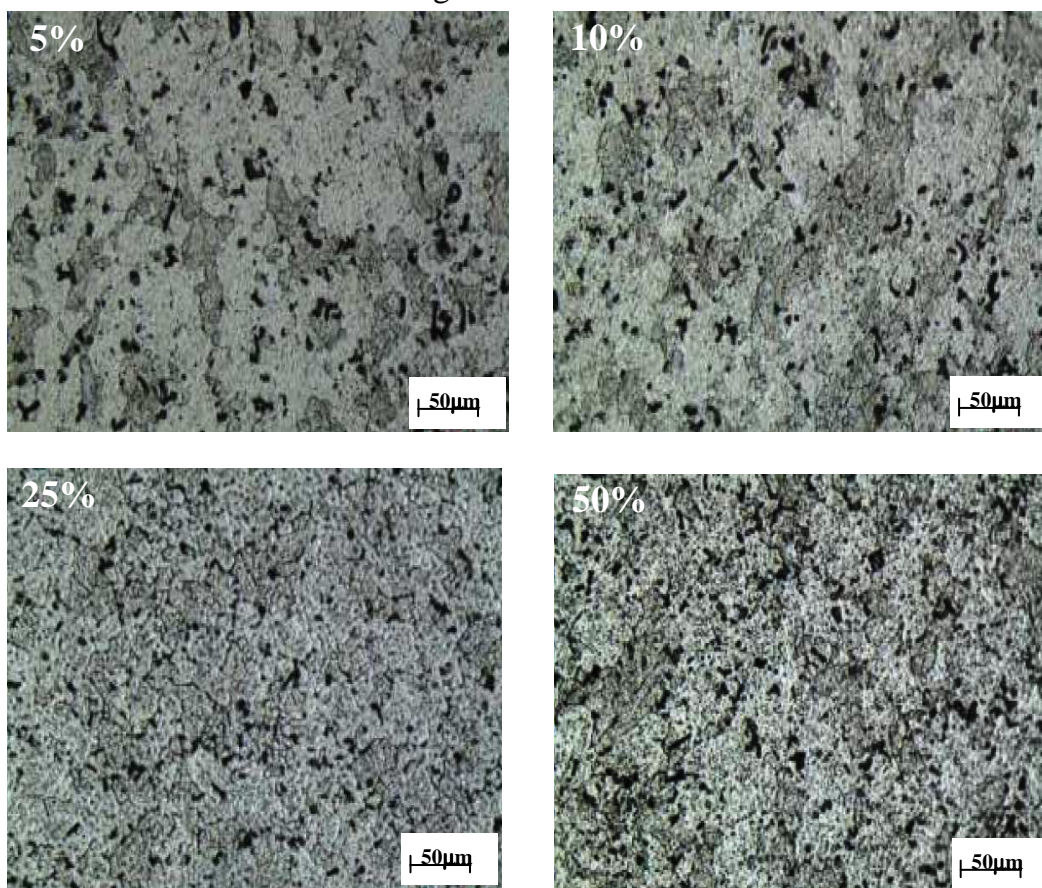


Figure IV.33: Microstructure de l'alliage 02 homogénéisés à 530°C pendant une heure et vieilli à 180°C pendant une heure trempé, puis déformé 5%, 10% de 25%, et de 50%. (réduction en épaisseur)

Conclusion Générale

Conclusion

Cette thèse avait pour but de mieux comprendre l'effet des éléments d'addition sur la microstructure des alliages Al-Mg-Si, ainsi que l'action des traitements thermiques et thermomécaniques sur le durcissement structural et la cinétique de la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si. Pour ce la nous avons utilisé essentiellement des méthodes expérimentales assez sensibles à ce genre de transformations de phases telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la microscopie électronique à transmission, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). Nous avons complété notre étude par quelques mesures de diffraction des rayons X et de microdureté.

Les principaux résultats de la thèse peuvent se résumer de la manière suivante :

- L'observation au microscope optique montre que le cuivre affine la taille moyenne des grains, et donne une microdureté plus élevée.
- Afin de mettre en évidence l'existence des phases précipitées et pour des meilleures observations qu'en microscopie optique surtout pour des grossissements assez élevés, on a fait des observations par microscope électronique à balayage (MEB) et par microscope électronique à transmission (MET), ce qui nous ont révèlé la présence des précipités α -AlFeSi et α -AlFeMnSi. Ces derniers ont été déterminé par le système EDX du MEB.
- Les phases intermétalliques (AlCuMgSi) et (AlFeSi) observées à l'état brut restent insolubles après les différents traitements thermiques.
- L'existence d'une anisotropie dans la direction de laminage des tôles a été révélée par la diffraction des rayons X. Le pic (220) pour l'alliage 02 et le pic (200) pour les deux autres alliages ont été révélés les plus intenses.
- L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) nous a permis de suivre la séquence de précipitation ainsi que la détermination des domaines de température de la formation et la dissolution des phases intermétalliques dans les alliages Al-Mg-Si.

- La microdureté des alliages AlMgSi vieillis à 175°C augmente avec le temps de maintien de vieillissement. Le maximum de la dureté est obtenu après une durée de maintien de 10 heures, nécessaire pour amorcer la précipitation de la phase durcissante β'' .
- L'énergie d'activation de la phase β'' est plus basse dans le cas de l'alliage contenant un excès de silicium Si
- Le temps de maintien suffisant pour la précipitation de la phase β'' a été estimé de 6 et 8 heures pour les alliages vieillis à 100°C et 150°C respectivement.

Références

Références

- [1] B.Barlas Thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines deParis (2004)
- [2] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys, Structures and Properties, Butterworth, 1st edition, London. (1976).
- [3] D.Lebanc, Bsca, "Evaluation de l'effet de surchauffe des alliages d'aluminium par ultrasons et laser-ultrasons" université de Moncton canada, p.10 (1999).
- [4] M.Reboul, Mémoires et Etudes scientifiques, Revue de métallurgie, p.61(1987).
- [5] C.Vargel, "le comportement de l'aluminium et de ses alliages",Ed.Dunod,Paris, p.25 (1984).
- [6] Myriam Nicolas, Thèse doctorat, GRENOBLE, (2002)
- [7] G.W. Lorimer., fizika 2 suppl. 2 (1970), p 01.
- [8] A. Asserin-lebert, Thèse doctorat, Ecole national supérieur des mines de paris, (2005).
- [9] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II,Masson et c^{ie} éditeurs. (1971), p 71.
- [10] C. Cayron, Thèse de doctorat, École polytechnique Lausanne, (2000).
- [11] R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Doc. M 1290. Techniques de l'ingénieur, (1991).
- [12] D. J. Chakrabarti, B-K. Cheong, D. E. Laughlin, " Automotive Alloys II, Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, TX, Feb. 1998, ed. Subodh K. Das, TMS, Warrendale, (1998), p 27.
- [13] A. Boushaba, Mémoire de MAGISTER. Université de Constantine, (2005)
- [14] W. F. Miao et D. E. Laughlin, Scripta Mater., Vol. 40(7), (1999), p 873.
- [15] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffortet , P. A. Buffat, Phil. Mag., Vol. 79(11), (1999), p 2833.
- [16] C. Cayron et P. A. Buffat, Acta Mater., Vol. 48, (2000), p 2639.
- [17] D. J. Chakrabarti et D. E. Laughlin, Prog. in Mater. Sci., Vol. 49, (2004), p 389.
- [18] A. Perovic, D. Perovic, G. C. Weatherly et D. J. Liloyd. Scripta Mater., Vol.41 (7), (1999), p 703.

- [19] G. Kow Quainoo, Ph. D. Thesis, The University of Saskatchewan Saskatoon, (2004).
- [20] G. B. Burger, A. K. Gupta, P. W. Jeffrey et D. J. Lloyd Mater. Chara., Vol. 35, (1995), p 23.
- [21] W. S. Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A. J. Wittebrood, P. Smet Mater. Sci. Eng. A, Vol. 280, (2000), p 37.
- [22] A.K. Gupta, D.J. Lloyd et S.A. Court, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 316, (2001), p 11.
- [23] S. Esmaili, X. Wang, D. J. Lloyd et W. J. Poole, Métal. Mater. Trans., Vol. 34A, (2003), p 751.
- [24] F. Geuser, Thèse de doctorat, Université de ROUEN, (2005)
- [25] Y. Birol, Scripta Mater. Vol. 54, (2006), p 2003.
- [26] I. Lakhtine. Métallographie et traitements thermiques des métaux, 2^{ème} édition revue. Edition Mir. Moscou,(1986), p 367 - 386.
- [27] A.I.Morley, M.W.Zandbergen, A.Cerezo, G.D.W.Smith, Materials Science Forum., 519-521, (2006), p 543.
- [28] W.F.Miao, D.E.Laughlin, Journal of Materials Science Letters., vol.19, (2000), p 201.
- [29] S.Bensaada, Thèse d'état, université El-Hadj Lakhdar, Batna, (2005).
- [30] V. Laaksonen, D. W.talanquer; Ann. Rev. Phys. Chim 46, (1995), p 489.
- [31] E. Hornbgen, Rev. Phys. New-york, (1969), p 309.
- [32] J. Barralis, G. Maeder, Métallurgie Tome 1, ed communication actives, (1982), p 242.
- [33] M. Avrami; J. Chem. Phys; 9, (1941), p 177.
- [34] A. F. Gaber, N. Afify, A. Gadalla and A. Mossad; High temperatures high pressures; 31 (1999), p 613.
- [35] H. E. Kissinger; Anal Chem 29-11, (1957), p 1702.
- [36] G. Kow Quainoo, Ph. D. Thesis, The University of Saskatchewan Saskatoon, (2004)
- [37] W. F. Miao et D. E. Laughlin, Met. Mater. Trans., Vol., 31(A), (2000), p 361.
- [38] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop et M. J. Couper, Acta Mater.,Vol. 46,

- (1998), p 3893.
- [39] B.Dubost et P.Sainfort: "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium", Chapitre M240-M242. Techniques de l'ingénieur. (1991).
- [40] M. Murayama, K.Hono, M Saga et M.Kikuchi, Mater.Sci.Eng, **250**, (1998), p.127
- [41] M. Murayama, K. Hono, Acta Mater, 47(5), (1999), p 1537.
- [42] A. Bigot, Thèse de doctorat, Université de Rouen (1998).
- [43] D.Vaumousse, A.Cerezo, P.J. Warren et S.A. Court, Mater.Sci.Forum, 396, (2002), p 693.
- [44] D.J.Chakrabarti, Y.Peng et D.E-Laughlin, MATER.sci. Forum, **396**, (2002), p 857.
- [45] R.P.Wahi, And M.Von Heimendahl, Phys.stat.sol. **24**, (1974), p 607.
- [46] J.P.Lynch, L.M.Brown ET M.H.Jacobs: Acta Metall. **39**, (1982), p 1389.
- [47] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, Matre. Sci. Engi. A, 390, (2005), p 127.
- [48] K. Matsuda, Y.Uetani, T.Sato, S.Ikeno, Metallurgical and Materials Transactions., vol.32, (2001), p 1293.
- [49] S.Esmaeili, Thèse PhD.UBC, (2002).
- [50] C.Wolverton, Acta Materialia, vol.49, (2001), p 3129.
- [51] D.E.Laughlin, W.F.Miao, L.M. Karabin, D.J. Chakrabarti, Automotive Alloys II, proc. TMS Annual Meeting in San Antonio., (1998), p 63-80.
- [52] D. Fabregue, Thèse d'état, Institut National Polytechnique de GRENOBLE, (2004).
- [53] S.Esmaeili, J. Lloyd, Materials Science Forum ., 519-521, (2006), p 169.
- [54] S. Esmaeili et J. Lloyd, Scripta Mater., 50, (2004), p 155.
- [55] A.Somoza, M.P. Petkov, K.G. Lynn et A. Dupasquier.Phys. Rev. B, 65 (094107), (2002).
- [56] T. Epicier, V. Massardier, P. MERLE.Inst. Phys. Conf. Ser., 6, (1999), p 161.
- [57] M. Tanaka et T. Warner, Mater. Sci. Forum., 331-337, (2000), p 983.

- [58] K. Matsuda, D. Teguri, T. Sato et S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum.*, 396-402, (2002), p 947.
- [59] K. Matsuda, D. Teguri, Y. Uetani, T. Sato et S. IKENO. *Scripta Mater.*, 47, (2002), p 833.
- [60] A.Gaber, A.Mossad Ali, K.Matsuda, T.Kawabata, T.Yamazaki, S.Ikeno, *Journal of Alloys and Compounds.*, 432, (2007), p 149.
- [61] J. Buha, these PHD, University of New South Wales (2005).
- [62] J.Man ,Li Jing, Shao Guang Jie. *journal of alloys and compounds* ; 437, (2007), p 146.
- [63] S.M. Hirth, G.J. Marshall, S.A. Court et D.J. Lloyd, *Mater. Sci. Eng., A*, 319-321, (2001), p 452.
- [64] V. Massardier, T.Epicier, *Mater. Sci. Forum.*, 396-402, (2002), p 851.
- [65] K.Matsuda, S.Ikeno, T.Sato, A.Kamio, *Mater. Sci. Forum.*, (11), 707, (1996), p 217.
- [66] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L.Dunlop,M. J. Couper, *Mater. Sci. Forum.*, 713, (1996), p 217.
- [67] L.Lodgaard, N.Ryum, *Material Science and Engineering*, 283 (A), (2000), p 144.
- [68] Machler, R, P. J. Uggowitzer, C. Solenthaler, R. M. Pedrazzoli and M. O. Spiedel, *Materials Science and Technology*, 7, (1991), p 447.
- [69] M. J. Jones and F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, 51, (2003), p 2149.
- [70] J. D Robson, *Acta Materialia*, 52, (2004), p 1409.
- [71] Chung, D. S., C. W. Jea, J. N. Park and J. K. Kim, *Materials Science Forum*, 539-543, (2007), p 463.
- [72] M. Kanno, H. Suzuki et O. Kanoh, *Jou. of Japan Inst. of Light Metals*, 30, 12, (1980), p 684.
- [73] V. M. Heimendahl, et V. Willig, *Scripta Metall.*, 11, (1977), p 875.
- [74] L. Zhen, S.B. Kang, *Mate. Letter.*, 37, (1998), p 349.
- [75] K. E. Lensyer, *MWT; Bergakademie Freiberg*, (1977), p 87.
- [76] R. Jonck, *Stuttgart*, 39, (1988), p 47.

- [77] R.W. Cahn; Proc. Phys. Soc. 60A, (1950), p 323.
- [78] P.A. Beck; J. Appl. Phys; 2, (1949), p 637.
- [79] A.H. Cottrell; Progress in Metal Physics; Pergamon Press, London 4, (1953), p 225.
- [80] H. Fujita; J. Phys. Soc. Japan 1, (1961), p 397.
- [81] H. Hu; Recovery and Recrystallization of Metals; ed. L. Himmel, John Wiley and Sons, New York, (1964), p 311.
- [82] J. C. M. Li ; J. Appl. Phys, 33, (1962), p 2958.
- [83] N. Ryum; Acta Met; 17, (1969), p 831.
- [84] P. A. Beck and P. R. Sperry; J. Appl. Phys. 2, (1950), p 150.
- [85] J. E. Bailey and P. B. Hirsch; Proc. Roy. Soc. 267 A, (1962), p 11.
- [86] J. E. Bailey; Electron Microscopy and Strength of Crystals; eds. G. Thomas and J. Washburn; Inter science, New York, (1963), p 535.
- [87] J. E. Bailey and P. B. Hirsch; Phil. Mag. 5, (1960), p 485.
- [88] K. Detert, Recrystallization of Metallic Materials; ed. F. Haessner, Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, (1978), p 97
- [89] K. Licke and H. P. Stuwe; Acta Met. 19, (1971), p 1087.
- [90] K. C. Russel and H. I. Aaronson ; Scripta Met. L B, (1974), p 559.
- [91] E. Hornbogen, Fundamental aspects of alloy design; Harrison Hot Springs, B. C. Canada (1975).
- [92] N. Hansen; Sci. Rev. Metallurgie, 3, (1975), p 189.
- [93] F. J. Humphreys; Acta Met, 2, (1977), p 1323.
- [94] S. Dermarker and J. L. Strudel; Proceedings of the first International Symposium of Metallurgy and Materials Science; eds. N. Hansen, A. R. Jones and T. Leffers, (1980).
- [95] R. D. Doherty and J. W. Martin; J. Int. Metals, 9J, (1963), p 332.
- [96] O. Preston and N. J. Grant; Trans Met. Soc, 2-2J, (1961), p 164.
- [97] F. J. Humphreys; Metal Science, 13, (1979), p 136.
- [98] F. J. Humphreys; Acta Met, 21, (1979), p 1801.
- [99] P. R. Mould and P. Cotterill J. Mat. Sci, 2, (1967), p 241.

- [100] A. G. Fros, R. Hoier, *Phys. Rev. B*, 67 (2003), p 106.
- [101] L. Sagalowicz, G. Lapasset, G. Hug, *Phil. Mag. Lett*, 74(2) (1996), p 57
- [102] H. Farh, F. Serradj, R. Guemini, K. Djemmal, *Fundamental Journal of Thermal Science and Engineering*, Volume 1/1 (2011), p 15.
- [103] G. Phragmenm, *Inst Metals*, 489, (1950), p 77.
- [104] L. F. Mondolfo. *Aluminum alloys*, (1979), p 644.
- [105] L. Arnberg, B. Aurivillius, *Acta Chem Scand Series A:1*, 34A, (1980).
- [106] M. A. Gaffar, A. Gaber, M. S. Mostafa, E. F. Abo Zeid, S. Ikenob, *Mater.Sci.Eng*, 45(A), (2007), p 249.
- [107] M. Wierzbinska and G. M. Nowotnik, *Mater.Sci.Eng*, 30(2), (2008), p 85.
- [108] S. Mechri. *Mimoire de Magister*, Université Mentouri-Constantine
- [109] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh, K. Djemmal, *Ann. Chim.Sci. Mat.*, Volume 35, N^o 1, (2010), p 59.
- [110] D. W. Pashley, M. H. Jacobs, J. T. Viertz, *Phil. Mag.*, 16, (1967), p 51.
- [111] A. I. Morley, M. W. Zandbergen, A. Cerezo, G. D. Smith, *Materials Science Forum.*, 519-521, (2006), p 543.
- [112] K. Matsuda, S. Tada, Ikino, A. Kamio, *Scripta Metall. Mater*, 32, (1995), p 1175.
- [113] T. Ozawa, *J. Ther. Anal.*, 2, (1970), p 301.
- [114] Q. Lou, D.G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, *Acta. Metall. Mater.*, 41(3), (1993), P 769.
- [115] A. Fattah, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temp - High Press*, 31, (1999), p 613.
- [116] A.K. Jena, A.K. Gupta, M.C. Chaturvedi, *Acta. Metall.*, 37(3), (1989), p 885.
- [117] P. Donnadiou, M. Harmelin, H. Seifert, G. Effenberg, F. Aldinger, *Metallkd.*, (1997), p 88.
- [118] H. Farh, R. Guemini, F. Serradj, K. Djemmal, *Turk.J.of Phy* (35), (2010), p 116.

Résumé

Notre étude est faite sur les alliages Al-Mg-Si faisant partie de la classe des alliages à durcissement par précipitation. Ce travail a pour but essentiel de mieux comprendre l'effet des éléments d'addition sur la microstructure des alliages Al-Mg-Si (en particulier le cuivre, le fer et l'excès de silicium), ainsi que l'action des traitements thermomécaniques sur le durcissement structural et la cinétique de la précipitation.

Différentes techniques d'analyses ont été utilisées dans cette étude pour le suivi de l'évolution microstructurale et des propriétés thermomécaniques. Nous avons utilisé principalement le microscope optique, la diffraction des rayons X, les microscopes électroniques à balayage (MEB) et à transmission (MET), l'analyse calorimétrique différentielle et la microdureté.

Les résultats que nous avons obtenus concernent essentiellement la séquence des stades d'évolution structurale des alliages étudiés en fonction des différents traitements thermiques et de la température de vieillissement, après l'obtention de la solution solide de l'alliage Al-Mg-Si sursaturée. L'effet des éléments d'addition tel que le cuivre, le fer 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 donne une naissance de la précipitation de la phase métastable Q' qui font augmenter d'une manière globale la dureté des alliages. L'excès du Si accélère les réactions de précipitation.

Mots clés : Alliages Al-Mg-Si, excès de Si, précipitation, énergie d'activation, vieillissement naturel et artificiel, DSC, durcissement par précipitation.

Abstract

Our study is made on the Al-Mg-Si alloys part of the class of precipitation hardening alloys. This work is primarily designed to better understand the effect of the addition elements on the microstructure of Al-Mg-Si alloys (especially copper, iron and excess silicon), and the action of the thermomechanical treatments on the hardening and the precipitation kinetics.

Different analysis techniques were used in this study to monitor the microstructural evolution and thermomechanical properties. We mainly used the optical microscope, X-ray diffraction, scanning electron microscopes (SEM) and transmission (TEM), differential scanning calorimetry and the microhardness.

The results we have obtained concern mainly the sequence of evolutionary stages of structural alloys studied as a function of various heat treatments and the aging temperature, after obtaining the solid solution of the Al-Mg-Si alloy supersaturated. The effect of addition elements such as copper, iron and excess silicon on the microstructural behavior was also studied. The addition of copper to Al-Mg-Si alloys refines the grain size and provides a birth from the precipitation of the metastable phase Q' that increase in a comprehensive manner the hardness of the alloys. The excess Si accelerates the precipitation reactions.

Key words: *AlMgSi alloys, excess of Silicon, precipitation, Activation energy, artificial and natural aging, DSC, precipitation by hardening.*

ملخص

أجريت دراستنا على سبائك AlMgSi المصنفة ضمن سبائك الألمنيوم ذات التصليد البنيوي. هذا العمل يهدف أساسا إلى الفهم الجيد لتأثير العناصر المضافة على البنية المجهرية لسبائك AlMgSi، (خصوصا النحاس، الحديد والإفراط في السيليسيوم) وكذلك أثر المعالجات التارموميكانية على التصليد البنيوي وحركية الترسبات.

لهذا الصدد استعملت عدة تقنيات مختلفة لمتابعة التطور المجهرى للبنية والخصائص التارموميكانية. استعملنا أساسا المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح، المجهر الإلكتروني النافذ، قياس الصلادة، التحليل الحراري التفاضلي "DSC". وانعراج الأشعة السينية (XRD). النتائج التي حصلنا عليها تخص أساسا تسلسل مراحل تطور بنية السبائك التي نقوم بدراستها بدلالة مختلف المعالجات الحرارية ودرجة حرارة التعقيق، بعد الحصول على سبيكة صلبة ل Al-Mg-Si. وقد درس أيضا تأثير العناصر المضافة مثل الحديد والنحاس والفرط في السيليكون. إضافة النحاس إلى سبائك Al-Mg-Si تجعل حجم الحبيبات دقيق وتساهم في تشكل الطور المستقر Q' التي ترفع صلابة السبائك. الفرط في السيليكون يسرع تشكل الترسبات

الكلمات الدالة: سبائك AlMgSi، الإفراط في السيليسيوم، الترسيب، طاقة النشاط، التعقيق الطبيعي والإصطناعي، الماسح الحراري التفاضلي، الصلادة بواسطة الترسبات