

République algérienne démocratique et populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Larbi Ben M'hidi d'OUM EL BOUAGHI



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



THÈSE

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : physique

Option : physique des Matériaux

Présentée par

BELGHIT Hana

THÈME

**Etude de l'influence des traitements thermique et thermomécaniques
sur les propriétés des alliages de la série 6000 contenant différentes
teneurs des éléments d'additions**

Soutenue le : 02/03/2020

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mr. Rebai GUEMINI	Professeur	Univ. D'Oum El Bouaghi	Président
Mr. Hichem FARH	MCA	Univ. De Tebessa	Encadreur
Mr. Nacer HEBBIR	MCA	Univ. D'Oum El Bouaghi	Examinateur
Mr. Mamoun FELLAH	MCA	Univ. De Tebessa	Invité
Mr. Abdelkader HAFDALAH	MCA	Univ. De Tebessa	Invité
Mr. Toufik ZIAR	MCA	Univ. De Tebessa	Invité

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

A la mémoire de ma mère

A mon père

A ma sœur

A mon mari et à mes frères

A mon fils et à mes petites filles

A tous les êtres qui me sont chers

A tous ceux qui ont apporté leur contribution pour la réalisation de ce mémoire.

Remerciements

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

Je tiens surtout à exprimer mes sincères remerciements à mon encadreur Monsieur Hichem FARH Maître de conférence à l'Université de Tébessa. Son savoir scientifique de qualité, sa gentillesse et sa patience font de lui un directeur de d'une grande valeur.

Je voudrais remercier en premier lieu le président de jury Monsieur le professeur Rebai GUEMINI, professeur à l'Université d'Oum El Bouaghi.

Je remercie les membres du jury, Monsieur Nacer HEBBIR Maître de Conférence à l'Université d'Oum El Bouaghi, Monsieur Mamoun FELLAH Maître de Conférence à l'Université de Khenchela, qui ont accepté de juger ce travail. Je tiens à remercier également Monsieur Abdelkader HAFDALAH Maître de Conférence à l'Université de Tébessa et Monsieur Toufik ZIAR Maître de Conférence à l'Université de Tébessa qui ont accepté de juger mon travail, malgré leurs nombreuses obligations.

Un grand merci aussi à ma sœur Takoua, Je tiens à remercier également mon père et mon mari. Je n'oublierais pas, Kheiri, Abderrazak et Khelifa .

Résumé

Dans ce travail, nous avons étudié les alliages Al-Mg-Si de la série 6000, qui ont une grande importance industrielle et possèdent une très bonne aptitude à la mise en forme à froid.

L'objectif essentiel de cette étude est d'étudier d'une part l'effet des traitements thermiques sur le durcissement structural et la cinétique de la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différents teneurs des éléments d'additions (particulièrement le cuivre et l'excès de silicium) sans déformation et d'autre part, l'influence de la déformation plastique sur la séquence et la cinétique de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si de la même série qui a été laminés à froid jusqu'à une réduction d'épaisseur de 75,33 %.

Au cours de ce travail, des techniques expérimentales nombreuses et variées ont été utilisées pour le suivi de l'évolution microstructurale et les propriétés thermomécaniques telle que la microscopie optique, les microscopies électroniques à balayage (MEB) et à transmission (MET), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la microdureté Hv et la diffraction des rayons X (DRX).

L'analyse des résultats expérimentaux obtenus par ces méthodes a montré que l'excès du Si et la déformation à froid par le laminage accélère la précipitation, tandis que l'addition du cuivre et la déformation à froid par le laminage augmente la dureté de ces alliages. La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si a été déterminée avant et après déformation. Enfin les distributions de grains sont allongées le long de la direction de laminage.

Mots clés: Alliages Al-Mg-Si, excès de Si, précipitation, DSC, durcissement par précipitation, déformation, laminage.

Abstract

In this work, we have undertaken the studied on Al-Mg-Si alloys of 6000 series. These alloys arouse great interest for their privilege use in the industry and have very good cold rolling formability.

Our mainly objective of this study is to investigate, on one hand, the effect of the heat treatments on the hardening and the precipitation kinetics in Al-Mg-Si alloys containing different contents additions elements (especially copper and excess silicon) no deformation and, on the other hand, the effect of cold rolled on the precipitation sequence and kinetics in an Al-Mg-Si alloy. Several experimental methods were used in this study: Optical microscopy, scanning electron microscopes (SEM) and transmission (TEM), differential scanning calorimetry (DSC), the microhardness and X-ray diffraction.

The analysis of experimental results obtained by these methods showed that the excess of Si and the cold deformation by rolling accelerates precipitation, and while the addition of copper and the cold deformation by rolling increases the hardness of these alloys. Precipitation sequence in the Al-Mg-Si alloys was determined before and after deformation. Finally grain distributions are elongated along the rolling direction.

Key words: Al-Mg-Si alloys, excess of Silicon, precipitation, DSC, precipitation by hardening, cold deformation rolling.

ملخص

في إطار هذا العمل المنجز درسنا سبائك Al-Mg-Si ضمن السلسلة 6000 لفائدتها الكبيرة في الصناعة وقابليتها الجيدة للتشكيل على البارد.

العمل يهدف أساسا إلى دراسة تأثير كل من المعالجات الحرارية على التصليد البنيوي وحركية الترسيبات في هذه السبائك قبل التشوه، بحيث تحتوي على النحاس والفرط في السليسيوم. من ناحية أخرى تم دراسة تأثير التشوه اللدن على التصليد البنيوي وحركية الترسيبات في سبيكة مدرفلة على البارد بتخفيض سمك 75.35%.

استعملت عدة تقنيات تجريبية مثل: المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح، المجهر الإلكتروني النافذ، التحليل الحراري التفاضلي "DSC"، قياس الصلادة وانعراج الأشعة السينية.

أظهر تحليل النتائج التي حصلنا عليها أن الفرط في السليسيوم يسرع تشكل الترسيبات وإضافة نسبة قليلة من النحاس ترفع من صلادة السبائك. الدرفلة على البارد تؤثر على توزيع الحبيبات وتسرع من حركية الترسيبات في السبيكة المشوهة Al-Mg-Si.

الكلمات الدالة : سبائك Al-Mg-Si، الفرط في السليسيوم، الترسيبات، التشوه، الدرفلة، الترسيبات بواسطة التصليد البنيوي، الماسح الحراري التفاضلي DSC.

Liste des figures

Chapitre I

Figure I _{A.1} : La Bauxite	4
Figure I _{A.2} : Obtention de l'aluminium par le procédé Bayer	5
Figure I _{A.3} : Obtention de l'aluminium par le procédé d'électrolyse	6
Figure I _{A.4} : Structure cristalline de l'aluminium	7
Figure I _{A.5} : Répartition de la consommation d'aluminium	12
Figure I _{A.6} : Schéma représentatif du traitement thermique de durcissement par précipitation pour les alliages d'aluminium 2xxx, 6xxx ou 7xxx	20
Figure I _{A.7} : Schémas représente les traitements thermiques de durcissement structural appliqué aux alliages Al-Mg-Si. T _S =540°C: la température minimale de mis en solution et T _V = 100°C - 200°C: la température de vieillissement	21
Figure I _{B.1} : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation	28
Figure I _{B.2} : Variation de l'enthalpie libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction de son rayon r	30
Figure I _{B.3} : Représentation schématique des trois types de précipitation (a) : Précipités cohérents. (b) : Précipités semi cohérents. (c) : Précipités incohérents	32
Figure I _{B.4} : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement	34
Figure I _{B.5} : Structure de fluorure de calcium CaF ₂	36
Figure I _{B.6} : Évolution schématique de la résistance avec la morphologie des précipités durcissant en fonction du temps de revenu pour la série 6000	37
Figure I _{B.7} : Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β''	39
Figure I _{B.8} : Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al	39
Figure I _{B.9} : Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si	40
Figure I _{B.10} : Précipitation de la phase β (Mg ₂ Si) d'un alliage Al-Mg-Si et le modèle de sa structure	41
Figure I _{B.11} : 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))	43

Chapitre II

Figure II _{B.1} : Dislocations vis et coin (glissement et monté)	49
Figure II _{A.2} : Déformation orientée du grain (a) Grain avant écrouissage (b), Grain après écrouissage et (c) Grain recristallisé	52

Liste des figures

Figure II _{A.3} : Polygonisation d'un cristal contenant des dislocations coins dans le cas de : a) faible déformation [44] et b) forte déformation	53
Figure II _{A.4} : Représentation schématique de : a) état déformé, b) état restauré, c) état partiellement recristallisé, d) état complètement recristallisé, e) croissance normale des grains et f) croissance anormale des grains	55
Figure II _{A.5} : Schéma de la recristallisation	56
Figure II _{B.1} : Procédé d'emboutissage	59
Figure II _{B.2} : Schéma du filage : a) filage inverse, b) filage direct	60
Figure II _{B.3} : Schéma de principe de tréfilage et fil dans la filière	61
Figure II _{B.4} : Les différentes formes des produits du laminage de l'aluminium	62
Figure II _{B.5} : le laminage des tôles métalliques	62
Figure II _{B.6} : Principe de laminage d'une tôle entre deux cylindres d'un laminoir duo	63
Figure II _{B.7} : Schéma de principe de laminage à froid et laminage à chaud	64
Chapitre III	
Figure III.1 : Four de traitement thermique NABERTHERM.	66
Figure III.2 : Laminoir de type électrique 160 mm plaque + fil triphasé	68
Figure III.3 : Polisseuse mécanique (FORCIPOL 2).	69
Figure III.4 : Le microscope optique de type EUROMEX	70
Figure III.5 : Schéma d'interaction faisceau d'électrons-surface d'un échantillon.	71
Figure III.6 : Microscope Electronique à Balayage Jeol-JSM-6360 LV	71
Figure III.7: (DSC) SETARAM 131	73
Figure III.8 : Microdureté AFFRI	74
Figure (III.9) : principe de mesure de la microdureté Vickers	74
Figure III.10 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg	75
Figure III.11 : Diffractomètre ARL EQUINOX	76
Chapitre VI	
Figure IV _{A.1} : Microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages étudiés à l'état de réception (état brut)	79
Figure IV _{A.2} : Microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages étudiés homogénéisés pendant une heure à 550°C	80
Figure IV _{A.3} : Micrographies obtenues par MEB des trois alliages étudiés homogénéisés pendant une heure à 550°C	82
Figure IV _{A.4} : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (1) observée par MEB	83
Figure IV _{A.5} : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (2) observée par MEB	83

Liste des figures

Figure IV _A .6 : Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (3) observée par MEB	83
Figure IV _A .7 : Courbe DSC de l'alliage 01 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min	85
Figure IV _A .8 : Courbe DSC de l'alliage 02 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min	86
Figure IV _A .9 : Courbe DSC de l'alliage 03 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min	87
Figure IV _A .10 : Courbe DSC de trois alliages enregistrée avec une vitesse de 5°C/min	88
Figure IV _A .11 : Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β'' .	89
Figure IV _A .12 : Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β'	89
Figure IV _A .13 : Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β	90
Figure IV _A .14 : Variation de la microdureté en fonction de la température	91
Figure IV _A .15 : Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 à l'état de réception	93
Figure IV _A .15 Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 homogénéisés à 550°C pendant une heure	95
Figure IV _B .1 : Microstructures obtenues par le microscope optique de l'alliage 3 laminés à froid avec différents taux de déformation : (a) 8%; (b) 15, 25 %; (c) 35, 48%; (d) 64%; (e) 75, 33%	97
Figure IV _B .2 : Microstructures obtenues par MEB de l'alliage 3 laminés à froid avec différents taux de déformation : (a) 8%; (b) 15, 25 %; (c) 35, 48%; (d) 64%; (e) 75, 33%	98
Figure IV _B .3 : Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation	99
Figure IV _B .4 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C	100
Figure IV _B .5 : Courbe DSC enregistrée avec une vitesse de 5°C/min pour l'alliage laminés à froid jusqu'à une réduction d'épaisseur de 50 %	101
Figure IV _B .6 : Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage 03 laminé à froid avec un taux de déformation de 50%	103

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I _A .1 : Production mondiale de l'aluminium en kilo tonnes _____	6
Tableau I _A .2 : Propriétés physiques de l'aluminium _____	9
Tableau I _A .3 : Propriétés mécaniques de l'aluminium _____	10
Tableau I _A .4 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium ____	14
Tableau I _A .5 : Classification des alliages d'aluminium de corroyage _____	14
Tableau I _A .6 : Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium _	17
Tableau I _A .7 : Compositions chimiques des alliages Al-Mg-Si les plus utilisés _	24
Tableau I _B .1 : Compositions des précipités dans le système Al-Mg-Si _____	41
Tableau I _B .2 : Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages Al-Mg-Si(Cu) _____	44

Chapitre III

Tableau III.1 : Composition chimique des alliages étudiés (%pds)._____	65
Tableau III.2 : Les différents taux de réduction _____	67

Chapitre IV

Tableau IV.1 : illustration des pics résultant des éléments d'addition _____	94
--	----

Table Des matières

Dédicaces

Remerciements

Résumé

Abstract

ملخص

Liste des figures	i
Liste des tableaux	iv
Table des matières	ix
Introduction générale	1

Chapitre I : Revue bibliographique

Partie A: Généralités sur l'aluminium et ces alliages.....	3
IA.1 Introduction	3
IA.2 Aluminium	3
IA.2.1 Historique de l'aluminium.....	4
IA.2.2 Production de l'aluminium.....	6
IA.2.3 Propriétés de l'aluminium pur	7
IA.2.3.1 Les propriétés physiques.....	7
IA.2.3.2 Les propriétés mécaniques.....	8
IA.2.3.3 Résistance à la corrosion.....	10
IA.2.3.4 Propriétés de mise en forme	10
IA.2.3.5 Le recyclage.....	10
IA.2.4 Secteurs d'utilisation de l'aluminium	11
IA.3 Les alliages d'aluminium	12
IA.3.1 Propriétés de mise en forme	12
IA.3.2 Principaux alliages d'aluminium.....	13
IA.3.2.1 Les alliages de fonderie.....	13
IA.3.2.2 Les alliages de corroyage	13
IA.3.3 Désignation des alliages d'aluminium	13
IA.3.4 Classification des alliages d'aluminium	14
IA.3.4.1 Les alliages à durcissement structural.....	15
IA.3.4.2 Les alliages sans durcissement structural.....	15

Tables des matières

I.A.3.5 Traitements thermiques appliqués dans les alliages d'aluminium.....	15
I.A.3.5.1 But de traitements thermiques.....	15
I.A.3.5.2 Système de désignation des états métallurgiques.....	16
I.A.3.6 Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium.....	17
I.A.3.6.1 Traitements d'homogénéisation.....	17
I.A.3.6.2 Traitement d'adoucissement.....	18
I.A.3.6.3 Traitement de durcissement structural.....	18
I.A.3.6.3.1 Mise en solution.....	19
I.A.3.6.3.2 Trempe.....	19
I.A.3.6.3.3 Traitements thermiques de revenu.....	19
I.A.3.6.4 Traitements de vieillissement.....	20
I.A.3.7 Application des différentes séries des alliages d'aluminium.....	21
I.A.4 Alliages Al-Mg-Si (Série 6000).....	22
I.A.4.1 Les alliages du type AGS.....	23
I.A.4.2 Les alliages du type ASG.....	23
I.A.5 Alliages Al-Mg-Si-Cu.....	24
I.A.6 Applications des alliages Al-Mg-Si (serie6000).....	25
Partie B: Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....	26
I.B.1 Généralités sur les processus de précipitation.....	26
I.B.1.1 Introduction.....	26
I.B.1.2 Définition de la précipitation.....	26
I.B.1.3 Différent type de la précipitation.....	27
I.B.1.4 Mécanismes de précipitation.....	28
I.B.1.4.1 Germination.....	28
I.B.1.4.1.1 Germination Homogène.....	28
I.B.1.4.1.2 Germination Hétérogène.....	30
I.B.1.4.2 Croissance des précipités.....	31
I.B.1.4.2.1 Précipités cohérents.....	31
I.B.1.4.2.2 Précipités semi cohérents.....	31
I.B.1.4.2.3 Précipités incohérents.....	32

Tables des matières

I _B .1.4.3 Coalescence des précipités.....	32
I _B .1.5 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques.....	33
I _B .2 La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si (serie6000).....	34
I _B .2.1 Introduction.....	34
I _B .2.2 La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....	34
I _B .2.3 Les différentes phases de précipitation.....	37
I _B .2.3.1 Solution solide sursaturé SSS et les zones GP.....	37
I _B .2.3.2 La phase durcissante β''	38
I _B .2.3.3 La Phase β'	39
I _B .2.3.4 La Phase d'équilibre $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$	40
I _B .3 La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si(Cu).....	42
I _B .4 Effet des éléments d'addition sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....	44
I _B .4.1 Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si.....	45
I _B .4.2 Excès de magnésium.....	45
I _B .4.3 Excès de silicium	46
Chapitre 2 : Déformation et procédés de mise en forme des métaux	
Partie A : Déformation plastique et recristallisation dans les alliages.....	47
II _A .1 Introduction.....	47
II _A .2 Déformation plastique	47
II _A .2.1 L'état déformé.....	48
II _A .2.2 Dislocations et mécanismes de déformation plastique	49
II _A .2.3 Types de déformation.....	50
II _A .2.3.1 Déformation à froid.....	50
II _A .2.3.2 Déformation à chaud.....	50
II _A .3 Déformation plastique dans les alliages d'aluminium	51
II _A .4. Recristallisation dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si	52
II _A .4.1 Restauration	53
II _A .4.2 Recristallisation.....	54
Partie B: Procédés de mise en forme	58
II _B .1 Introduction.....	58
II _B .2 Les Procédés de mise en forme des métaux	58
II _B .2.1 Procédé de forgeage	59

Tables des matières

II _B .2.2 Procédé d'Emboutissage.....	59
II _B .2.3 Procédé de Filage	60
II _B .2.4 Procédé de tréfilage	60
II _B .3 Traitements mécaniques des alliages d'aluminium.....	61
II _B .3.1 Procédé de Laminage.....	61
II _B .3.2 Principe de laminage	62
II _B .3.3 Types de laminage	63
Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales	
III.1 Introduction	65
III.2 Présentation des alliages étudiés	65
III.3 Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués	66
III.3.1 Traitements thermiques	66
III.3.2 Traitements thermomécaniques	67
III.4 Préparation micrographique des échantillons... ..	68
III.4.1 Polissage des échantillons.....	68
III.4.2 Attaque chimique	69
III.5 Techniques expérimentales utilisées.....	69
III.5.1 La microscopie optique.....	69
III.5.2 La microscopie électronique à balayage (MEB).....	70
III.5.3 La microscopie électronique à transmission (MET)	71
III.5.4 La calorimétrie différentielle (DSC)	72
III.5.5 La microdureté Vickers (H _v)	73
III.5.6 Diffraction des rayons X (DRX).....	75
Chapitre 4 : Résultats et discussion	
Partie A : Etude et Caractérisation des alliages sans déformation	77
IV _A .1 Etude micrographique par microscope optique	77
IV _A .1.1 Etat brut	77
IV _A .1.2Etat d'homogénéisation	77
IV _A .2 Etude micrographique par microscopie électronique à balayage (MEB)	81
IV _A .3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	83
IV _A .4 Caractérisation par microscopie électronique à transmission.....	88
IV _A .5 Microdureté.....	90
IV _A .6 Diffraction des rayons X	91
Partie-B : Etude et Caractérisation de l'alliage 3 laminé à froid	96

Tables des matières

IV _{B.1} Etude micrographique par microscope optique et par microscopie (MEB)	96
IV _{B.2} Microdureté.....	98
IV _{B.3} Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	100
IV _{B.4} . Diffraction des rayons X	102
Conclusion générale.....	104
Références bibliographies.....	106
Annexes	

Introduction général

Introduction générale

Aujourd'hui, l'aluminium représente un très important secteur industriel ; sa légèreté et sa bonne conductivité thermique et électrique en font le deuxième métal le plus utilisé après le fer. On ajoute d'autres éléments pour former des alliages. L'aluminium ainsi que ses alliages, font de plus en plus partie de notre quotidien. Ils se retrouvent dans une grande variété d'applications, que ce soit sous forme d'emballage. 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), chaque série possède des propriétés quelque peu différentes des autres séries.

Les alliages Al-Mg-Si (série 6000) font partie comme les alliages de la série 2000 et la série 7000 des alliages à durcissement structural ou trempants. Leur durcissement est obtenu par une suite de traitements thermiques : remise en solution solide, trempage puis revenu. Ils 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. 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.

La séquence de précipitation dans les alliages d'aluminium est donc surtout liée aux éléments d'alliages et aux traitements thermiques appliqués. Elle se décompose suivant les éléments en présence susceptibles de former des phases stables (β -Mg₂Si et Q). 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 de 175 à 180 °C.

Notre étude concerne essentiellement l'effet des éléments d'addition sur l'évolution de la microstructure et la séquence de précipitation d'une série d'alliages Al-Mg-Si(Cu) sous forme de tôles suite à différents traitements thermiques et thermomécaniques.

Introduction générale

De plus, nous nous proposons d'étudier l'influence de la déformation plastique produite par laminage à froid pour un taux de réduction de 75,33%), sur la cinétique et la séquence de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si(Cu). Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur le même alliage non déformé.

Cette thèse comporte une introduction générale et quatre chapitres:

Le premier chapitre se décompose en deux parties A et B, la première partie est un rappel très général sur l'aluminium et ses alliages et plus particulièrement sur les alliages de la série 6000, on présente les propriétés de l'aluminium puis les multiples utilisations le concernant ainsi que les différents alliages d'aluminium et les traitements thermiques spécifiques appliqués à ces alliages, on focalise sur les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) et leurs domaines d'applications. La deuxième partie est réservée à des généralités sur les processus de précipitation, nous nous intéresserons à la précipitation dans les alliages de la série 6000 et l'influence des différents paramètres sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu) et surtout l'influence des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques avec une présentation des phases métastables des alliages étudiés.

Le second chapitre est sous forme d'une synthèse bibliographique sur la déformation plastique des matériaux métalliques. Ce chapitre est constitué de deux parties A et B. La partie A décrit l'état déformé ainsi que les de restauration et de recristallisation, Une attention particulière est donnée à l'influence des précipités sur la cinétique de recristallisation. Nous présentons aussi un rappel sur les procédés de mise en forme des métaux basés sur le principe de la déformation plastique; précisément le procédé de laminage dans la deuxième partie.

Le troisième chapitre décrit les matériaux étudiés, la préparation des échantillons d'alliages et les techniques de caractérisations.

Le dernier chapitre est consacré à la présentation et interprétation des résultats obtenus.

A la fin de ce mémoire nous avons résumé l'essentiel de cette étude dans une conclusion générale.

Nous terminons par les références bibliographiques qui ont été un support de base de notre travail.

Chapitre I

Revue bibliographique

Partie A: Généralités sur l'aluminium et ces alliages

Nous avons commencé, comme il est de coutume, par une étude bibliographique sur l'aluminium et ses alliages et plus particulièrement sur les alliages de la série 6000, concernant la cinétique de précipitation et les différentes phases formées dans ces alliages.

Dans cette première partie de ce premier chapitre, on présente les propriétés générales de l'aluminium pur et ses alliages puis les multiples utilisations le concernant ainsi que les traitements thermiques spécifiques appliqués à ces alliages, on focalise sur les alliages de la série 6000 utilisant le magnésium et le silicium (Al-Mg-Si) et leurs domaines d'applications.

I_A.1. Introduction

L'aluminium est un métal bien connu, car il est présent dans beaucoup d'objets que nous manipulons quotidiennement pour sa légèreté, pour sa résistance à l'oxydation et ses bonnes propriétés physiques. Cependant, les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont médiocres. Pour pallier ce problème, des éléments sont ajoutés pour obtenir des alliages, le choix de ces éléments d'addition est déterminant pour l'obtention des propriétés recherchées. Alors 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), chaque série possède des propriétés quelques peu différentes des autres séries. La faible masse volumique des alliages d'aluminium associée à leurs bonnes caractéristiques mécaniques jouent un rôle très important dans l'industrie du transport (ferroviaire, navale, aéronautique). De plus Ces types d'alliages sont largement utilisés dans la fabrication des conducteurs massifs du courant électrique, le secteur du bâtiment, l'emballage et toutes les autres industries.

I_A.2. Aluminium

L'aluminium est un métal blanc argent, léger et ductile, il est assez mou et malléable. C'est l'élément métallique le plus abondant dans la croûte terrestre (8%) [1] après l'oxygène et le silicium, mais il n'existe pas à l'état natif. Pourtant ce métal a été récemment découvert et il faut attendre la fin du XIX^{ème} siècle pour qu'il soit utilisé industriellement. Sa légèreté, sa formabilité et son inaltérabilité pratique, sa bonne

conductivité électrique et thermique, sa facilité de décoration et la grande résistance mécanique de certains alliages lui donnent des débouchés tels, dans les transports, le secteur du bâtiment, l'industrie électrique, l'emballage et toutes les autres industries. C'est le métal le plus employé après le fer et l'acier [2].

I_A.2.1. Historique de l'aluminium

L'aluminium n'existe pas dans la nature à l'état métallique, puisqu'il s'associe à d'autres substances chimiques au sein de différents minerais. Le principal minerai d'aluminium est la bauxite qui contient 40 à 60 % d'oxyde d'aluminium ou alumine [3] mélangé à de la silice et à de l'oxyde de fer (Figure I_A.1), ce minerai a été découverte dans le village des Baux-de-Provence en 1821 par le minéralogiste français Pierre Berthier, on l'appela bauxite. La découverte de l'aluminium date de 1825 quand Hans Christian Oersted obtient une poudre d'aluminium grise très impurifiés, après deux ans le scientifique allemand Friedrich Wöhler obtient la même poudre mais contenant moins d'impuretés. En 1854 le chimiste français Sainte Claire Deville a obtenu un lingot d'aluminium, réalisé par voie chimique. L'invention du procédé d'électrolyse a été découverte en 1886 par le Français Paul Héroult et l'Américain Charles Martin Hall [3]. Il reste aujourd'hui le seul procédé utilisé dans le monde.



Figure I_A.1: La Bauxite [4].

Pour obtenir de l'aluminium, on utilise deux sources:

La première source est l'aluminium primaire qui est obtenu par deux phases, la première consiste à extraire l'alumine de la bauxite par un procédé chimique et la seconde, à réduire l'alumine en aluminium par un procédé électrolytique.

Dans le procédé chimique appelé procédé Bayer, la bauxite est broyée puis mélangée à de la soude à haute température et sous pression, on utilise une opération chimique pour séparer le mélange obtenu l'aluminate de sodium après séparation des oxydes de fer et de silicium (boues rouges). On obtient alors de l'alumine hydratée celui-ci est alors calciné à 1300° pour obtenir une poudre blanche fine (l'alumine) destinée à la production d'aluminium (Figure I_A.2).

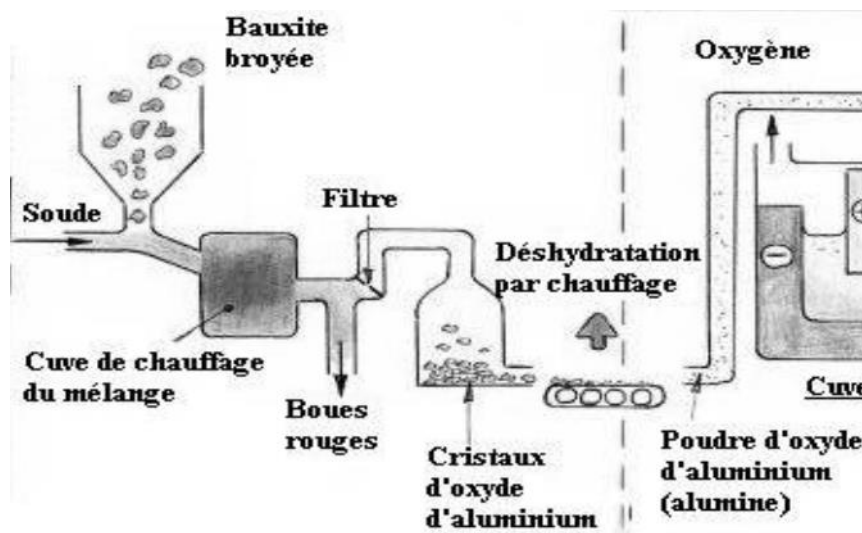


Figure I_A.2: Obtention de l'aluminium par le procédé Bayer [5].

Dans le procédé d'électrolyse, l'alumine est composée d'oxygène et d'aluminium on utilise la technique de l'électrolyse pour séparer ces deux composants pour ne garder que l'aluminium. Dans une cuve comportant un garnissage en carbone (cathode) et des anodes en carbone pur, on mélange l'alumine avec un solvant, la cryolithe, chauffée à 960° puis on fait circuler un courant électrique entre l'anode et la cathode, l'électrolyse de l'alumine donne de l'aluminium, qui se dépose au fond de la cuve (cathode), et l'oxygène, qui réagit avec le carbone des anodes pour former de l'oxyde de carbone (Figure I_A.3).

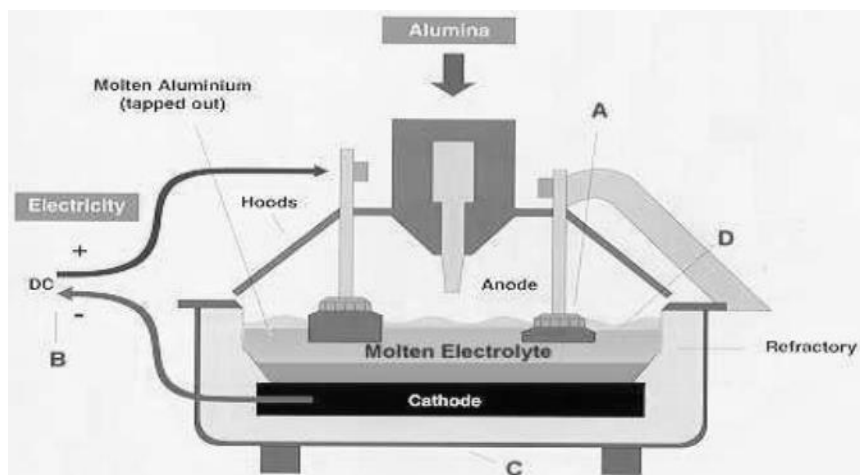


Figure I_{A.3}: Obtention de l'aluminium par le procédé d'électrolyse [5].

La deuxième source est l'aluminium secondaire qui est alors obtenu par recyclage.

I_{A.2.2}. Production de l'aluminium

La présence de l'aluminium se manifeste dans tous les secteurs de l'activité économique, sa production dépasser celle des autres métaux non-ferreux, elle a été multipliée par plus de 30 depuis la fin de la deuxième guerre mondiale. La production mondiale totalisait 41,0 millions de tonnes en 2010 (Tableau I_{A.1}), elle a augmenté au cours des dix années suivantes, atteignant 60,0 millions de tonnes en 2018.

Tableau I_{A.1}: Production mondiale de l'aluminium en kilo tonnes [6].

Année	Production	Année	Production
1900	5,7	1970	10000
1910	44	1980	16700
1930	269	1990	19400
1940	780	2000	22000
1950	1500	2005	32500
1960	4500	2010	41400

I_A.2.3. Propriétés de l'aluminium pur

I_A.2.3.1 Les propriétés physiques

- L'aluminium est devenu le premier des métaux non ferreux, cristallise dans le système cubique à face centrées pour toute température inférieure à sa température de fusion (660°C).

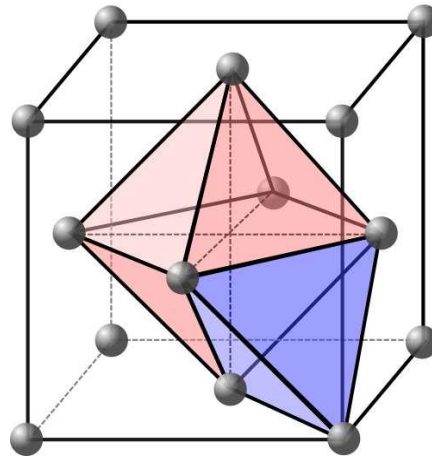


Figure I_A.4: Structure cristalline de l'aluminium.

- C'est le métal le plus léger de tous les métaux a une densité de 2.7, il est presque trois fois plus léger que l'acier, de masse volumique 2.698 g/cm^3 à 25°C . Sa masse volumique est fortement influencée par la température et faiblement influencée par la présence d'impuretés. Cette propriété intéressante dans les transports.

- L'aluminium possède un coefficient de dilatation très élevé, il se dilate deux fois plus que le fer, son coefficient de dilatation est de $25,5 \cdot 10^{-6} \text{ mm/}^\circ\text{C}$ entre 20°C et 300°C .

- Il présente aussi une très bonne conductivité thermique, sa conductivité thermique très élevée environ 60 % de celle du cuivre, ce qui explique son utilisation pour la production d'échangeurs thermiques (les capteurs solaires, les éléments frigorifiques, les disques de frein).

- Ce métal offre une conductivité électrique deux fois supérieure à celle du cuivre, il conduit très bien l'électricité. Les éléments d'addition ont une influence importante sur sa conductivité électrique.

- Le pouvoir réflecteur de l'aluminium poli est excellent et varie avec la longueur d'onde ce qui le favorise pour la construction des appareils optiques. Cette propriété peut être améliorée par des traitements de surface comme le polissage et le brillantage.

- De plus l'aluminium est paramagnétique il n'y a donc pas de phénomène d'hystérésis. Sa susceptibilité magnétique décroît avec la température, peut être influencé par la présence des éléments d'addition.

I_A.2.3.2 Les propriétés mécaniques

- L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques médiocres. Le coefficient de Poisson indique qu'il est ductile et le module d'Young montre qu'il est peu rigide. Ce métal ductile et malléable et possède une limite d'élasticité très basse, de plus l'allongement à la rupture est fort. Les propriétés mécaniques sont très réduites et insuffisants pour son utilisation dans des diverses domaines, peut améliorer ces propriétés par écrouissage (déformation à froid), traitements thermiques ou avec l'addition d'éléments d'alliages, selon les cas [7,8,9].

- L'allongement à la rupture de l'aluminium pur ou presque est de l'ordre de 30 %. Il en va de même pour les alliages n'ayant subi ni écrouissage ni traitement thermique; dans ces cas, l'allongement à la rupture est compris entre 20 et 40 %.

- Le défaut de l'aluminium est sa faible résistance mécanique, sa résistance peut être augmentée par l'addition d'autres métaux formant des alliages 2,3 fois plus forte que celle du bronze et 1,5 fois plus forte que celle d'un acier trempé ou par traitement à froid.

- Le module d'Young montre que l'aluminium est peu rigide mais cela peut être compensé par des traitements ou des alliages.

- La charge de rupture de l'aluminium diminue très nettement avec la température, sa valeur est extrêmement faible, d'autre part les allongements croissent avec la température.

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium diminuent lorsque la température augmente. Ainsi à basse température, grâce à leur structure cristalline CFC, ces alliages ont une bonne ductilité.

Les Tableaux I_A.2 et I_A.3 résument les principales valeurs des propriétés physiques et mécaniques de l'aluminium pur respectivement.

Tableau I_A.2: Propriétés physiques de l'aluminium [10,11].

Propriété	Valeur	Remarque
Numéro atomique	13	
Paramètre de maille	0.405 nm	à 25°C
Masse volumique	2.698 g.cm ⁻³	à 25°C
Densité	2,7	
Point de fusion	660,45°C	Sous 1013.10 ⁻³ bar
Point d'ébullition	2270°C	Sous 1013.10 ⁻³ bar
Coefficient de dilatation linéique α	23,1.10 ⁻⁶ K ⁻¹	à 25°C
Conductivité thermique λ	217.6 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	à 20°C
Résistivité électrique ρ	26,3.10 ⁻⁹ Ω.m	à 20°C
Pouvoir réflecteur	85 à 90 % dans le spectre visible, 90% à 98% dans l'infrarouge	aluminium poli
Susceptibilité magnétique χ	0.6.10 ⁻⁶	aluminium pur à 99,99% à 25°C

Tableau I_A.3: Propriétés mécaniques de l'aluminium [10,11].

Propriété	Valeur
Module d'élasticité E	68000 MPa
Limite d'élasticité (0,2%)	30 à 40 MPa
Coefficient de Poisson ν	0,33
Module de torsion	27GPa
Allongement à la rupture	20% à 30%
Limite de résistance à la rupture	60 à 125Mpa

I_A.2.3.3 Résistance à la corrosion

A l'état pur l'aluminium présente une très bonne résistance à la corrosion atmosphérique grâce à sa couche d'alumine très protectrice, qui lui donne une très bonne utilisation dans le bâtiment, l'équipement des territoires ou la construction navale. La couche protectrice peut être améliorée par différents types de traitement de surface (anodisation).

I_A.2.3.4 Propriétés de mise en forme

La température de fusion de l'aluminium est relativement basse (660 °C), ce qui présente pour les opérations de fonderies. L'aluminium peut être facilement travaillé à basse température et déformé sans se rompre, ce qui permet de lui donner des formes très variées. Il est malléable et ductile, on peut facilement le mettre en forme à l'état solide, par déformation plastique (laminage, filage, matriçage, moulage, étirage,) soit à chaud soit à température ambiante, en fait un matériau de premier choix.

I_A.2.3.5 Le recyclage

L'aluminium est facilement recyclable sans dégradation de ses propriétés, ce métal est obtenu par retraitement de produits usés à base d'aluminium. Son recyclage

d'un part permet d'économiser 95% d'énergie par rapport à sa production et d'autre part protège la réserve de bauxite. On peut recycler l'aluminium plusieurs fois sans être altéré.

I_A.2.4. Secteurs d'utilisation de l'aluminium

La combinaison des diverses propriétés de l'aluminium explique la vaste gamme d'applications économiques de ce produit, il est utilisé dans de nombreux domaines, comme le secteur du bâtiment, l'emballage et principalement dans le domaine des transports. Il est très utilisé aussi dans la construction électrique, la construction mécanique, et autre applications différents (Figure I_A.5). Les principaux domaines sont détaillés ci-dessous [10,13].

- Sa légèreté, et Son comportement à l'air lui permettent d'être utilisé dans Les transports. En effet, l'aluminium est beaucoup utilisé dans les industries automobiles, aéronautique, ferroviaire TGV (trains à grande vitesse), maritimes NGV (les navires à grande vitesse).

- L'emballage en aluminium est largement répandu du fait de son faible coût de production, sa légèreté et son caractère isolant. Une mince feuille d'aluminium suffit à isoler le produit du monde extérieur : Imperméabilité à la lumière, à l'air, aux rayons ultraviolets. En outre, la résistance à la corrosion et la stabilité métallurgique de l'aluminium le protège des détériorations infligées par certains produits. En effet, l'aluminium est utilisé pour la fabrication de boîtes de conserve, de cannettes pour boissons, d'aérosols, de capsules de bouchage alimentaire.

- Sa légèreté et sa bonne résistance à la corrosion et son aspect décoratif lui permettent d'être utilisé dans l'industrie du bâtiment on peut citer les toitures, les bardages, les panneaux d'isolation, les cadres de fenêtres et de portes, volets, vérandas, pare-soleil, cloisons, faux plafonds, cabines de douche.

- Sa bonne conduction électrique, sa légèreté et sa bonne tenue à la corrosion, l'aluminium lui permettent d'être utilisé dans le transport d'électricité sur des lignes à haute tension sur grande distance. L'aluminium est utilisé pour les pièces de moteur de l'industrie automobile ainsi que pour les échangeurs thermiques car il conduit bien la chaleur.

- Filtrant dans les crèmes solaires, texturant et colorants alimentaires dans les laitages, immunisant dans les vaccins et purifiant dans le traitement des eaux, l'aluminium est également utilisé à plus faibles quantités dans l'industrie chimique.

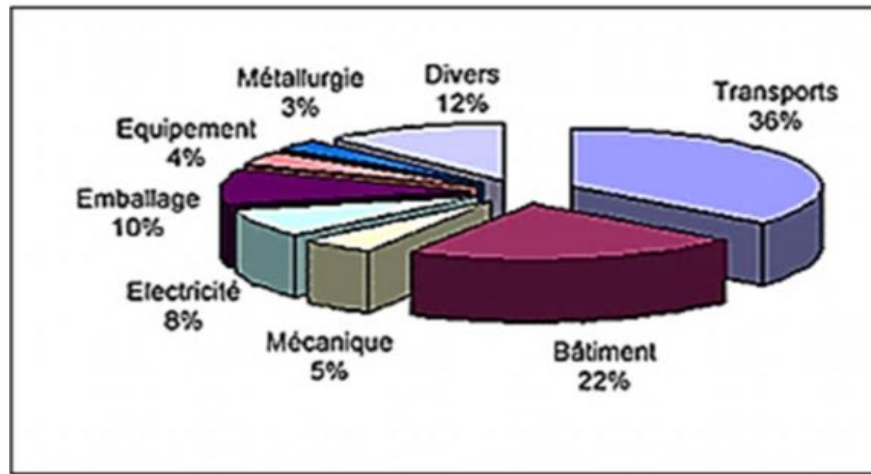


Figure I_A.5: Répartition de la consommation d'aluminium [12].

I_A.3. Les alliages d'aluminium

Un alliage d'aluminium est une composition chimique où d'autres éléments sont ajoutés à l'aluminium pur afin d'améliorer ses propriétés, seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Les cinq éléments les plus répandus les alliages d'aluminium sont: le cuivre, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. L'action d'un élément sur les propriétés de l'aluminium dépend bien de sa nature et de la quantité ajoutée. Mais, pour certains d'entre eux, leur influence sur les propriétés de l'alliage peut aussi dépendre de la présence d'un, ou plusieurs autres éléments, parce qu'ils peuvent former des composés intermétalliques entre eux.

I_A.3.1. Propriétés de mise en forme

Les alliages d'aluminium permettent un avantage pour les opérations de fonderie à cause de sa basse température de fusion. Ils peuvent être mise en forme selon trois procédés :

- Mise en forme par fonderie, les pièces obtenues par procédé de moulage seulement.

- Mise en forme par corroyage, les produits obtenus par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid.
- Mise en forme par frittage, suivant la méthode de métallurgie des poudres.

I_A.3.2. Principaux alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux catégories [14] :

I_A.3.2.1 Les alliages de fonderie

Les alliages de fonderie sont des alliages d'aluminium destinés à être modifiés par des techniques de moulage. Dans cette famille, deux familles se distinguent. Il y a la famille des alliages de première fusion, d'un autre côté la famille de seconde fusion. Il existe différents types de moulage : le moulage en sable, le moulage en coquille, la coulée sous pression. Ces alliages ne subissant par définition aucun traitement de forgeage, l'obtention de leurs caractéristiques mécaniques est toujours le fruit d'un durcissement structural.

I_A.3.2.2 Les alliages de corroyage

Ces alliages sont destinés à être modifiés par des techniques de déformation plastique à chaud ou à froid telles que laminage, tréfilage, matriçage, forgeage. Ces techniques sont choisies en fonction de la forme finale désirée. On distingue parmi eux les alliages trempant et les alliages non trempant.

I_A.3.3. Désignation des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium corroyés sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Ils sont désignés par un nombre à quatre chiffres dont le premier désigne le numéro de série [15]. Le deuxième chiffre correspond les modifications successives de l'alliage de base, brevetées pour des applications particulières, exemple: 7175, 7475 variantes du 7075. Les deux derniers chiffres sont des numéros d'ordre et indiquent l'identification de l'alliage, sauf pour la série 1000, ces deux chiffres y indiquant le pourcentage d'aluminium. Les alliages de la série 1000 sont constitués d'aluminium pur à 99% ou plus. Les différents alliages d'aluminium sont: Al-Cu (avec une sous-famille Al-Cu-Mg), Al-Mn, Al-Si, Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg (avec une sous-famille Al-Zn-Mg-Cu). Dans l'état d'équilibre tous les alliages Al-Cu, Al-Si, Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Si, Al-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu

forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques telles que Al_2Cu (phase θ), Mg_2Si (phase β) (Tableau I_A.5).

Tableau I_A.4: Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [16].

Série	Désignation	Élément d'addition principale	Phases principales
1000	1xxx	99% d'aluminium	-
2000	2xxx	Cuivre (Cu)	Al_2Cu , $\text{Al}_2\text{Cu/Mg}$
3000	3xxx	Manganèse (Mn)	Al_6Mn
4000	4xxx	Silicium (Si)	-
5000	5xxx	Magnésium (Mg)	Al_3Mg_2
6000	6xxx	Magnésium(Mg) et Silicium (Si)	Mg_2Si
7000	7xxx	Zinc (Zn)	MgZn_2
8000	8xxx	Lithium (Li) et autre	-

I_A.3.4. Classification des alliages d'aluminium

Parmi ces huit séries on distingue deux catégories selon le type de transformation: Les alliages à durcissement structural (alliages trempant) et les alliages sans durcissement structural (alliages non trempant). Différents mécanisme peuvent être adoptés pour améliorer les propriétés mécaniques, selon la classe des alliages.

Tableau I_A.5: Classification des alliages d'aluminium de corroyage [15].

	Alliages à durcissement structural	Alliages sans durcissement structural
Série	2000, 4000, 6000, 7000	1000, 3000, 5000, 8000

I_A.3.4.1 Les alliages à durcissement structural

Le durcissement structural est un procédé en trois étapes:

- La mise en solution, à une température convenable suffisamment élevée mettre en solution solide, les éléments d'addition présents dans l'alliage en phases dispersées.
- La trempe, c'est à dire un refroidissement rapide qui permet de conserver à froid l'état métallurgique obtenu à chaud après le traitement de mise en solution.
- Vieillessement à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers les conditions d'équilibre.

I_A.3.4.2 Les alliages sans durcissement structural

Avec ces alliages, le durcissement est obtenu par différents mécanismes pour améliorer les propriétés mécaniques tels que:

- Le durcissement par écrouissage, L'écrouissage est le durcissement qui se caractérise par une augmentation de la limite d'élasticité et de la dureté sous l'effet de la déformation à froid telles que laminage, tréfilage, matriçage, l'étirage. La restauration des propriétés initiales des alliages peut être obtenue suite aux traitements thermiques appropriés.
- Le durcissement par addition en solution : la présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement un écrouissage.
- Le durcissement par l'effet de phase dispersée : lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la matrice et que leur taille est petite.

I_A.3.5. Traitements thermiques appliqués dans les alliages d'aluminium

I_A.3.5.1 But de traitements thermiques

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage et de refroidissement appliqués à des métaux et alliages dans le but de modifier les propriétés mécaniques en les augmentant ou en les diminuant, les propriétés physiques et les propriétés

chimiques. Les alliages non traités ont des caractéristiques mécaniques médiocres. Pour les alliages d'aluminium, les traitements thermiques ont particulièrement été appliqués aux alliages à durcissement structural afin d'augmenter leurs propriétés mécaniques. On désigne ces familles d'alliages comme pouvant être traitées thermiquement pour les distinguer des familles d'alliages à durcissement par écrouissage dont les propriétés mécaniques (limites élastiques et résistances à la traction) ne sont que peu ou pas augmentées par les traitements thermiques.

I_A.3.5.2 Système de désignation des états métallurgiques

Pour compléter la désignation des alliages d'aluminium, une lettre représentant le traitement thermique subi par l'alliage ou l'état fondamental de l'alliage est ajoutée à la suite de sa désignation [14]:

- F : état brut de livraison pas de traitement thermique
- O: état recuit obtenu par le traitement dit de recuit. Il s'agit de l'état le plus ductile.
- H: état écroui obtenu par déformation du matériau avec ou sans maintien ultérieur à température suffisante pour provoquer un durcissement du matériau. Cet état se traduit par un durcissement du matériau.
- W: état trempé non stabilisé obtenu en appliquant au matériau une mise en solution suivi d'une trempe. Le matériau continue d'évoluer à température ambiante. Il s'agit donc d'un état métallurgique instable.
- T: état durci par traitement thermique peut être obtenu par différents traitements thermiques ou combinaison de ceux-ci : mise en solution, trempe, maturation, revenu avec application éventuelle de déformations plastiques. Ces états fondamentaux peuvent être subdivisés. Pour différencier toutes les subdivisions, un chiffre est ajouté à la désignation de l'alliage, à la suite de la lettre représentant l'état fondamental de l'alliage. Par exemple, le symbole T est toujours suivi de un ou plusieurs chiffres dont la signification est donnée dans le (Tableau I_A.7).

Tableau I_A.6: Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium [17].

Désignation	Traitements thermiques	Désignation	Traitements thermiques
T1	Refroidi après transformation à chaud et mûri	T2	Refroidi après transformation à chaud, écroui, et mûri
T3	Traitement thermique de dissolution, trempé, écroui, et mûri	T4	Traitement thermique de dissolution, trempé et mûri
T5	Refroidi après transformation à chaud et revenu	T6	Traitement thermique de dissolution, trempé et revenu
T7	Traitement thermique de dissolution, trempé et sur-revenu	T8	Traitement thermique de dissolution, trempé, écroui, et revenu :
T9	Traitement thermique de dissolution, revenu et écrouissage	T10	Refroidi après transformation à chaud, écroui, et revenu

I_A.3.6. Principaux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium

Les traitements thermiques appliqués aux certaines famille alliages d'aluminium peuvent être classés en quatre différents types:

- traitement d'homogénéisation
- traitement d'adoucissement
- traitement de durcissement structural
- traitement de vieillissement

I_A.3.6.1 Traitements d'homogénéisation

Les traitements d'homogénéisation sont extrêmement répandus et tendent à se généraliser à la fois dans le cas des alliages d'aluminium et dans le cas de l'aluminium non allié [18,19]. Ce sont des traitements consistent à chauffer les matériaux à une température relativement élevée appliqués à certains produits de fonderie ou corroyés et visent le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid. La température d'homogénéisation varie entre 450 ° C à 500 ° C pour l'aluminium et de

450 ° C à 590 ° C pour l'alliage d'aluminium [20], et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures) dans but de faciliter leur transformation ou d'améliorer les propriétés des produit obtenus. Les effets de ce traitement sont: la dissolution de phases intermétalliques en excès, le nivellement des concentrations dans la solution solide, la coalescence de phases intermétalliques et la précipitation de nouvelles phases.

I_A.3.6.2 Traitement d'adoucissement

Les traitements d'adoucissement par recuit ou par restauration sont appliqués en cours ou en fin de transformation par déformation plastique [18, 19]. Le but d'un traitement d'adoucissement est d'améliorer ou de régénérer la plasticité d'un alliage par écrouissage ou par trempe structurale. Parmi ces traitements thermiques on remarque le traitement de restauration et le traitement de recristallisation dans le cas de matériaux écrouis, et le traitement de recuit de précipitation dans le cas de matériaux trempés. Le traitement de restauration s'effectue à une température inférieure à celle du seuil de recristallisation.il correspond à un perfectionnement du réseau d'un métal écroui, qui se réalise soit par restauration de la structure, soit par recristallisation, soit par grossissement de grain, soit par transformation de phase. Par un traitement d'adoucissement par restauration, le risque de recristallisation grossière est éliminé. Le traitement de recuit consiste à porter en température l'alliage pour une durée déterminée suivi d'un refroidissement contrôlé après avoir atteint les caractéristiques désirées. Le couple durée température choisi est spécifique pour chaque type d'alliage et dépend du niveau d'écrouissage du matériau [21].

I_A.3.6.3 Traitement de durcissement structural

Le phénomène de durcissement a une très important dans la métallurgie des alliages d'aluminium car c'est le processus par excellence qui permet d'obtenir des niveaux élevés de résistance mécanique. Ce processus nécessite trois conditions [21] :

- Les éléments d'alliage doivent être solubles dans l'aluminium et leur solubilité doit diminuer avec la baisse de la température.
- Après trempe fraîche, la solution solide sursaturée (α SS) doit apparaître.
- Des précipités durcissant se forment pendant le traitement thermique de revenu.

Le traitement thermique comprend trois étapes principales : une mise en solution solide, un refroidissement rapide et un maintien soit à la température ambiante, appelé maturation (vieillessement naturel), soit à une température élevée, dit revenu (vieillessement artificiel) (Figure I_A.6).

I_A.3.6.3.1 Mise en solution

Consiste en un maintien à une température suffisamment élevée pendant une durée suffisante pour atteindre un équilibre thermique afin que tous les atomes de soluté soient se retrouvent en solution solide (les éléments d'alliage soient distribués de façon homogène). La température de mise en solution est comprise, en général, entre 400 et 600 °C; la température optimale dépend surtout de la composition chimique de l'alliage bien évidemment. La durée de mise en solution est également très importante, elle doit être suffisante pour mettre en solution solide le plus grand nombre possible d'intermétalliques sans toutefois être trop longue [18, 21].

I_A.3.6.3.2 Trempe

C'est une opération de refroidissement suffisamment rapide après l'étape de mise en solution de manière à garder la solution solide sursaturée à la température ambiante. Le refroidissement doit être effectué rapidement pour éviter la décomposition de la solution solide dans toute la pièce. Après la trempe, à la température ambiante, une solution solide sursaturée en atomes de soluté en substitution et en lacunes est donc obtenue. La trempe influe sur les caractéristiques mécaniques et sur la sensibilité à la corrosion de l'alliage.

I_A.3.6.3.3 Traitements thermiques de revenu

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

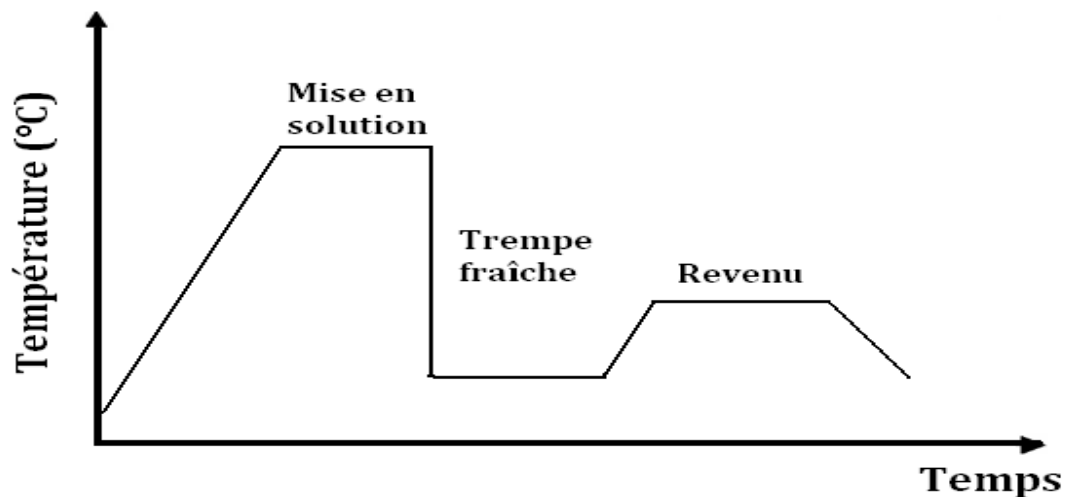


Figure I_A.6: Schéma représentatif du traitement thermique de durcissement par précipitation pour les alliages d'aluminium 2xxx, 6xxx ou 7xxx [18].

I_A.3.6.4 Traitements de vieillissement

Immédiatement après trempe, l'alliage est dit dans un état de trempe fraîche, l'alliage se trouve dans un état très malléable et présente une résistance mécanique relativement faible. L'alliage peut rester dans cet état pendant quelques minutes, quelques heures ou quelques jours, Au cours de cette période, des opérations de dégauchissement ou de mise en forme seront effectuées.

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés variées une fois retourne à la température ambiante après leur traitement thermique. C'est ce qu'on appelle le vieillissement naturel. Le taux de vieillissement varie en fonction de l'alliage. Le vieillissement naturel est stable et peut durer de quelques jours à plusieurs années. En général quelques jours pour les alliages de la série 2000, une à quelques semaines pour les alliages de la série 6000, quelques mois pour les alliages série 7000. Certains alliages de la série 6000 peuvent atteindre leur dureté maximale après un mois à température ambiante. Ainsi, il a été observé que le vieillissement naturel augmente la dureté [22]. Le vieillissement artificiel est donc l'étape de chauffage à des températures inférieures à la température ambiante. Il est effectué généralement à des températures variant dans l'intervalle [100°C - 240°C] dans le cas des alliages d'aluminium Al-Mg-Si (Figure I_A.7). Ce type de vieillissement accélère la précipitation et confère une microstructure différente de celle du vieillissement naturel et conduit à des caractéristiques supérieures, en particulier pour la limite d'élasticité.

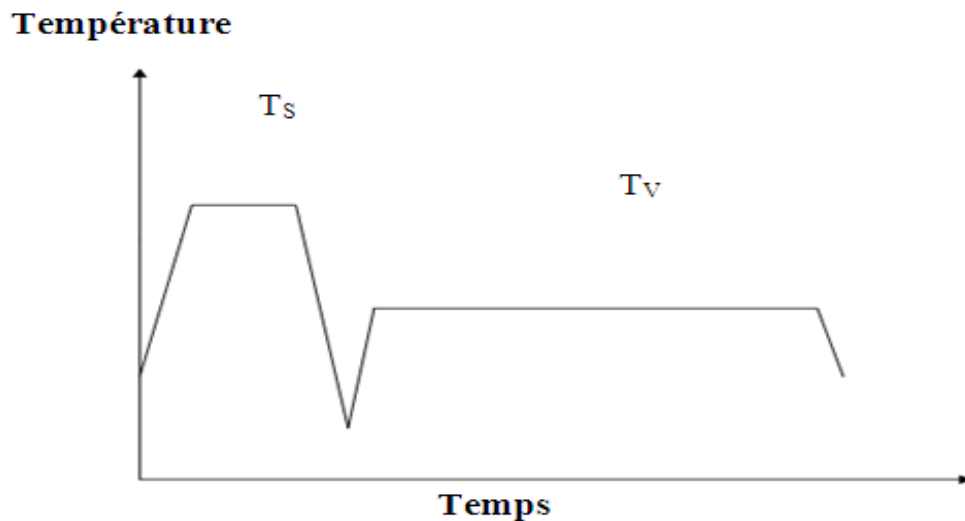


Figure I_A.7: Schémas représente les traitements thermiques de durcissement structural appliqué aux alliages Al-Mg-Si. $T_S=540^{\circ}\text{C}$: la température minimale de mise en solution et $T_V= 100^{\circ}\text{C} - 200^{\circ}\text{C}$: la température de vieillissement.

I_A.3.7. Application des différentes séries des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium possèdent des propriétés mécaniques et électroniques intéressantes qui leur permettent d'être utilisés dans de très nombreuses applications, on peut citer les principales utilisations de chaque série [23].

- La série 1000 présente une excellente résistance à la corrosion et possède une grande conductibilité électrique et faibles propriétés mécaniques, l'alliage 1050 est le plus représenté, il est utilisé dans l'emballage, bardage pour bâtiment, matériel ménager ou encore les échangeurs de chaleur et les casseroles. De plus l'alliage 1199 est utilisé dans l'industrie de l'électronique ou de l'optique : condensateur, microprocesseur mais également dans la fabrication de pièces de réflexion.

- Grâce à ses bonnes caractéristiques mécaniques et bonne tenue à chaud, les alliages de la série 2000 ont été choisis pour les applications aéronautiques et mécaniques. L'alliage le plus connu de cette série est le 2024 et qui est utilisé dans le transport militaire et civil.

- La série 3000 possède une bonne résistance à la corrosion et très utilisée en industrie alimentaire, travail de tôles, l'industrie automobile, les emballages, l'électroménager et le bâtiment. Le 3003 est un alliage populaire à usage général et peut être utilisé dans des applications telles que tôles de toiture, réservoirs

d'entreposage, articles ménagers et échangeurs de chaleur. L'alliage 3004 est utilisé dans la fabrication de boîte de boisson et boîte de conserve.

- La série 4000 est la plus utilisée industriellement, Les alliages de cette série font preuve d'une très bonne coulabilité et résistent bien à la corrosion. L'alliage 4043 est l'un des alliages de remplissage les plus utilisés pour la soudure.

- Les alliages de la série 5000 présentent une bonne résistance mécanique, une forte résistance à la corrosion, ainsi qu'une soudabilité efficace. Ces alliages sont utilisés dans le transport, dans les bâtiments, dans l'électronique on peut citer les alliages 5083 et 5083 dans les applications marines et les plates-formes de forage, les alliages 5454, 5754 et 5154 sont utilisée dans les bâtiments, travaux publics, transport et industries mécaniques.

- Les alliages de la série 7000 les plus connus sont 7050 et 7075, largement utilisés dans l'industrie aéronautique.

I_A.4. Alliages Al-Mg-Si (Série 6000)

Les alliages d'aluminium de la série 6000 sont très nombreux, les principaux éléments d'alliage sont le magnésium et le silicium. Ces alliages se différencient par la quantité de ces éléments et principalement par leur teneur en magnésium qui peut varier de 0,3 à 1,5 % et leur teneur en silicium qui peut varier de 0,3 à 1,4 %. Ils comportent également des éléments d'alliage secondaires comme le chrome, le manganèse, le cuivre, le plomb, etc. qui jouent aussi un rôle dans les propriétés des alliages de cette série. Les alliages Al-Mg-Si de la série 6000 sont des alliages à solution solide type Al-Mg₂Si [24], ils sont des alliages à durcissement structural est contrôlée par des traitements thermiques qui est assuré principalement par la précipitation de la phase stable β Mg₂Si et par traitements thermomécaniques. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Les propriétés générales des alliages de la série 6000 sont [15]:

- Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage.

- Une bonne aptitude à la mise en forme à froid en particulier dans les états recuits O et, à un degré moindre, trempé mûri T4.

- Des caractéristiques mécaniques relativement bonnes à l'état trempé revenu T6.
- Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation.
- La possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation.
- Une bonne aptitude au soudage.
- Un bon comportement aux basses ou très basses températures mais une résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud.

Ce qui explique leurs applications dans diverses industries.

I_A.4.1. Les alliages du type AGS

Dans ce type de ces alliages il n'y a pas d'excès de silicium par rapport à Mg₂Si parce que la teneur en magnésium (0.35-1%) supérieure à celle du silicium (0.25-0.8%). L'alliage le plus représentatif est le 6061, cet alliage est souvent utilisé à l'état T6 grâce aux bonnes propriétés mécaniques procurées par le durcissement structural. Il est principalement utilisé dans la construction des structures de véhicules, des structures au sol (charpentes de bâtiment, matériels de manutention, etc.) grâce à ses caractéristiques mécaniques et sa très bonne résistance à la corrosion. De plus, il offre de bonnes aptitudes au soudage. Les alliages de ce type sont utilisés pour le transport de l'énergie électrique.

I_A.4.2. Les alliages du type ASG

Ces alliages ont une teneur en silicium supérieure à celle en magnésium, des additions de chrome, de manganèse peuvent améliorer la résistance à la rupture fragile. Les alliages le plus connu sont l'alliage 6005, 6081. Le (Tableau I_A.8) donne les compositions chimiques des alliages le plus connu.

Tableau I_A.7: Compositions chimiques des alliages Al-Mg-Si les plus utilisés [25,26].

Alliage	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Zn	Cr	Ti
6005	0.4-0.7	0.5-0.9	≤ 0.30	≤ 0.35	≤ 0.50	≤ 0.20	≤ 0.30	≤ 0.10
6009	0.4-0.8	0.6-1.0	0.15-0.6	≤ 0.50	0.2-0.8	≤ 0.25	≤ 0.10	≤ 0.10
6010	0.6-1.0	0.8-1.2	0.15-0.6	≤ 0.50	0.2-0.8	≤ 0.25	≤ 0.10	≤ 0.10
6016	0.3-0.6	1.0-1.5	≤ 0.20	≤ 0.50	≤ 0.20	-	0.10	-
6060	0.35- 0.6	0.3-0.6	≤ 0.10	0.10- 0.3	≤ 0.10	≤ 0.15	≤ 0.05	≤ 0.10
6061	0.8-1.2	0.4-0.8	0.15-0.4	≤ 0.70	≤ 0.15	≤ 0.25	0.04- 0.35	≤ 0.15
6082	0.6-1.2	0.7-1.3	≤ 0.10	≤ 0.50	0.40-1,0	≤ 0.20	≤ 0.25	≤ 0.10
6111	0.5-1.0	0.6-1.1	0.5-0.9	≤ 0.40	≤ 0.35	-	≤ 0.10	≤ 0.10

I_A.5. Alliages Al-Mg-Si-Cu

Ces alliages sont formés lorsque le cuivre est ajouté à la série 6000, La conséquence principale de l'addition de cuivre aux alliages Al-Mg-Si est la formation des phases Q et Q', la phase quaternaire $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ (Q) est très stable et peut être distinguée dans les alliages Al-Mg-Si avec excès de silicium même en petites additions de cuivre 0.25 %. Selon Mondolfo [2], cette phase se forme lors de la solidification et est en équilibre avec l'aluminium dans les conditions suivantes: $Si/Mg < 1.73$, $(Mg) > 2(Cu)$, et $(Cu) > 1\%$. Mondolfo a suggéré que la phase de Q est responsable sur le durcissement par vieillissement dans les alliages a excès de silicium et ayant une concentration de cuivre plus bas que celle du magnésium. Depuis cette époque, de nombreuses investigations ont été menées sur la composition de phase des alliages Al-Mg-Si-Cu après vieillissement. Il est clairement révélé que plusieurs phases peuvent simultanément se précipiter suite à la décomposition de la solution solide sursaturée, selon le rapport et la quantité d'éléments d'alliage [27, 28, 29]. En effet, les alliages Al-Mg-Si-(Cu) ont des propriétés caractéristiques, dû à l'addition du cuivre, élément responsable de la formation des phases Q et Q', Cette phase Q est seulement stable en composé quaternaire avec une stœchiométrie différemment rapportée. Plusieurs

alliages commerciaux de la série 6000, largement répandus, contiennent du cuivre qui est ajoutée pour améliorer la résistance mécanique.

I_A.6. Applications des alliages Al-Mg-Si (série 6000)

Les alliages Al-Mg-Si présentent des meilleures propriétés mécaniques quand le Si est en excès par rapport à la composition stœchiométrique de la phase Mg_2Si , ce qui explique leurs applications dans diverses industries. Les produits des alliages Al-Mg-Si, de durcissement par précipitation, ont été choisis pour la fabrication des panneaux de revêtements. Ils sont le premier choix pour les applications architecturales et structurelles. Les alliages 6061 ont le plus utilisé dans les caravanes, les boîtes de camion, les lampadaires et les applications maritimes, les alliages 6063 sont utilisés pour les applications architecturales puisqu'ils ont facilement extrudable comme le 6061. Les alliages 6111 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 6000 sont aussi considérés pour des applications aérospatiales.

Partie B: Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Cette partie a pour but d'expliquer le phénomène de précipitation et les différents types de précipités. Le principe de la précipitation est expliqué ici en s'appuyant sur l'exemple des alliages de la série 6000, on explique comment ces phénomènes métallurgiques peuvent être modélisés et le durcissement structural qui en résulte, ainsi que les effets causés par les éléments d'addition sur les propriétés mécaniques.

I_B.1. Généralité sur les processus de précipitation

I_B.1.1. Introduction

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur, le métallurgiste possède de plusieurs processus pour créer des obstacles à l'intérieur du métal. Parmi ces processus, nous citons la précipitation d'une solution solide sursaturée.

La cinétique de la précipitation d'une solution solide sursaturée est déterminée par plusieurs facteurs, en particulier la présence des défauts du réseau avec leur répartition dans l'alliage et le type de transformation (précipitation continue, précipitation discontinue et décomposition spinodale).

L'intérêt d'étudier des réactions de précipitation est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques (la limite élastique, la charge de rupture et la dureté) des solutions solides dans lesquelles elles se produisent.

I_B.1.2. Définition de la 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 [30]. La précipitation d'une solution solide sursaturée est une transformation caractérisée par une germination et une croissance.

Elle consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée (la matrice mère) en une nouvelle phase et une nouvelle solution solide (la matrice appauvrie).

On peut dire que la précipitation est la formation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée en soluté (la matrice mère), après une diminution de température. La phase sursaturée α est instable mais elle est homogène aux basses températures possède au moins deux constituant, après un certain temps de

vieillissement deux phases d'équilibre apparaissent: une nouvelle solution solide α d'équilibre appauvrie en soluté et la phase d'équilibre β (le précipité) riche en soluté, selon la réaction suivante: $\alpha_{\text{sursaturée}} \rightarrow \alpha + \beta$

La première 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 d'une ou de plusieurs phases.

Le traitement thermique contrôle la dispersion et la taille des précipités qui ont un grand effet sur les propriétés mécaniques du matériau, donc pour provoquer une réaction de précipitation, il faut passer par trois étapes :

La première de ces étapes est le traitement d'homogénéisation qui consiste à l'élimination de toute ségrégation dans l'alliage pour arriver à un système monophasé homogène. On choisit une température convenable suffisamment élevée pour obtenir l'homogénéisation. Après cette étape, l'alliage est trempé rapidement à l'eau dans le but d'avoir une seule phase hors équilibre (solution solide sursaturée), car elle contient, à cette température, plus de soluté que la solution solide d'équilibre; en plus une autre sursaturation en lacunes peut être provoquée. Vient ensuite le vieillissement naturel ou artificiel à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui déclenche l'apparition d'une ou plusieurs phases.

I_B.1.3. Différent type de la précipitation

Dans les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées, le retour à l'équilibre se fait par deux types de précipitation, une précipitation hétérogène (discontinue) ou une précipitation homogène (continue).

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

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 [31].

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

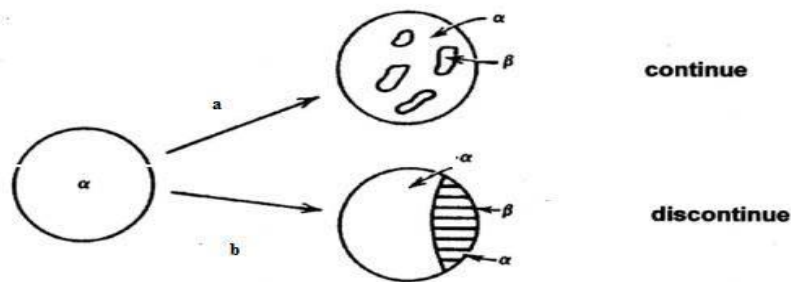


Figure I_B.1: Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [32].

I_B.1.4. Mécanismes de précipitation

I_B.1.4.1 Germination

Il existe deux types de germination: la germination homogène et la germination hétérogène.

I_B.1.4.1.1 Germination Homogène

Une transformation homogène est caractérisée par le passage graduel de l'alliage par une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final. La germination homogène apparaît complètement au hasard à travers tout l'alliage [33]. Aux températures où la mobilité atomique est appréciable, des réarrangements locaux des diverses espèces d'atomes se produisent continuellement. Le modèle le plus simple suppose que les germes produits présentent la même structure et la même composition que la phase d'équilibre [34,35]. La variation d'enthalpie libre (ΔG) nécessaire à la formation d'un germe donné par l'expression suivante:

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

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:

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s \dots\dots\dots(I.2)$$

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

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

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

Où G_β et G_α 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 (I.2) on a alors :

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

La compétition entre le premier terme (volumique) négatif et le second terme (surfaccique) positif donne lieu à un maximum. Le rayon du germe correspondant au maximum est le rayon critique de germination r^* (Figure I_B.2). Ce rayon critique correspond à une taille critique en nombre d'atomes n^* .

La valeur critique du rayon $r^* = r_c$ du germe est déterminée par la condition

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

$$r_c = \frac{-2\delta}{(G_\beta - G_\alpha)} \dots\dots\dots(I.7)$$

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.

Donc, la barrière à franchir pour donner un germe est donnée par l'expression suivante :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\delta^3}{(G_\beta - G_\alpha)^2} \dots\dots\dots(I.8)$$

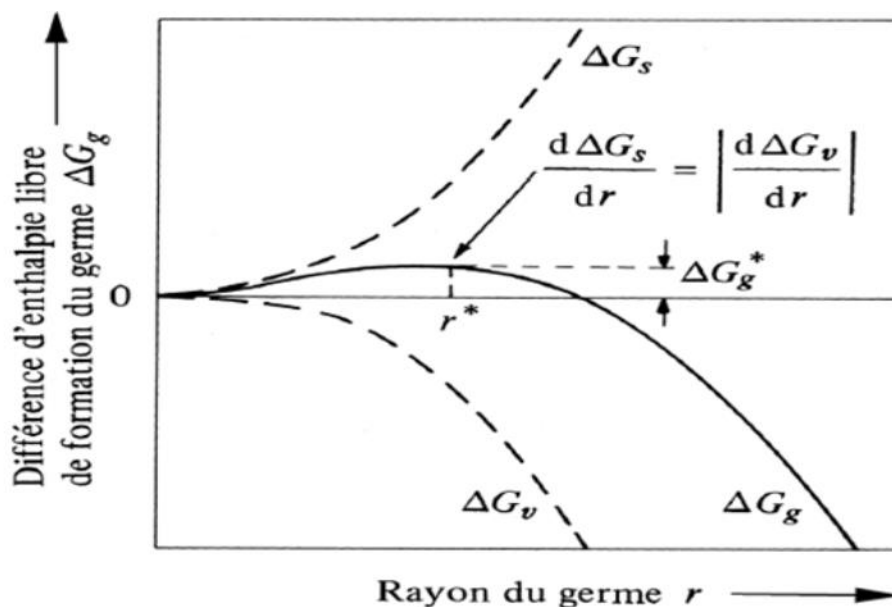


Figure I_B.2: Variation de l'enthalpie libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction de son rayon r [36].

I_B.1.4.1.2 Germination Hétérogène

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

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.

I_B.1.4.2 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 interface entre le précipité et la matrice, de telle sorte, que la différence entre les énergies de liaison atomique dans les deux milieux à cet endroit est appelée énergie d'interface. 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 et al, il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la (Figure I_B.3) [37].

I_B.1.4.2.1 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 I_B.3.a). Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient identiques ou presque identiques. Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté sont généralement complètement cohérentes avec la matrice.

I_B.1.4.2.2 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 I_B.3.b).

I_B.1.4.2.3 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 I_B.3.c).

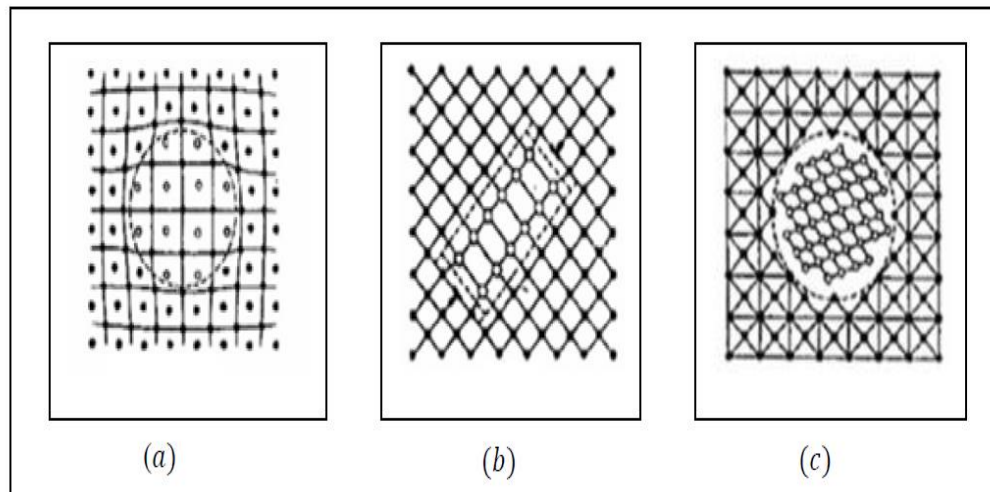


Figure I_B.3: Représentation schématique des trois types de précipitation [37].

(a) : Précipités cohérents. (b) : Précipités semi cohérents. (c) : Précipités incohérents.

I_B.1.4.3 Coalescence des précipités

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grosses particules croissent aux dépens des plus petites [38]. La force motrice de ce changement est la tendance du système à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. Le processus requiert la diffusion des atomes de soluté des régions voisines des petites particules vers les régions entourant les grosses, ce qui implique que la concentration de ce soluté dans la solution en équilibre avec un précipité est plus grande pour une petite particule de précipité que pour une grosse particule. Puisque la proportion des atomes localisés à l'interface augmente lorsque la taille décroît, il s'en suit que l'énergie libre par atome du précipité est plus grande pour les petites particules. Dans un système contenant des particules de diverses tailles, des gradients de concentration existent dans la matrice, ce qui produit la diffusion du soluté des régions entourant les petites particules vers celles adjacentes

aux grosses. La coalescence est généralement accompagnée d'une diminution de la résistance mécanique de l'alliage [38].

I_B.1.5 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques

L'obtention de l'état d'équilibre d'une solution solide sursaturée, se fait par la formation fine des précipités, ce qui augmente leur résistance à la déformation. La vitesse de précipitation augmente que la température augmente. On distingue de types d'alliages ceux qui durcissent à froid et ceux qui durcissent à chaud. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec prolongement du temps de vieillissement. Ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité du soluté dans le solvant augmente avec la température. Ce caractère est observé surtout dans certains alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le fait d'avoir un matériau léger et possède d'importantes des propriétés mécaniques améliorées. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement conditionnée par les mêmes étapes dans de durcissement de la structurale lustrer dans la (Figure I_B.4).

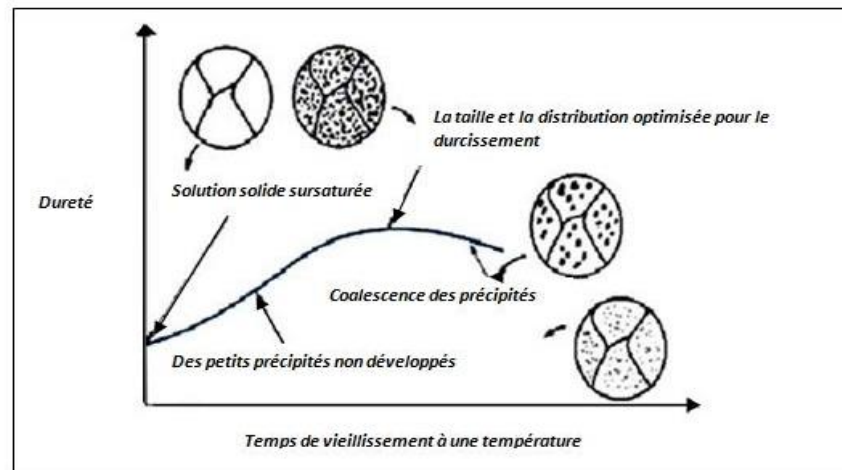


Figure I_B.4: Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement [39].

I_B.2. La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si (serie6000)

I_B.2.1. Introduction

Les précipitations sont des sujets de recherches actuels, concernant surtout leurs mécanismes et leurs cinétiques, le principe de la précipitation est évidemment le même pour les autres alliages à durcissement structural. Les phénomènes métallurgiques rencontrés sont équivalents, seule la nature des phases précipitées change d'un alliage à l'autre. La phase stable ou les autres phases métastables, ayant une structure cristallographique différente de celle de l'aluminium, ne peuvent pas apparaître. Les alliages de la série 6000 sont des alliages à durcissement structural signifient que ses propriétés mécaniques sont contrôlées par l'état de précipitation dans la matrice

I_B.2.2. La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Des éléments chimiques comme le Si, le Mg et le Cu sont ajoutés pour améliorer les caractéristiques mécaniques. Des éléments comme le Zr, Mn et Zn ou Cr sont ajoutés pour contrôler par exemple la recristallisation et la tenue à la corrosion, de diverses études ont été faites sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si, qui peut se produire en plusieurs séquences en introduisant la formation de plusieurs phases stables et métastables. En effet, la composition chimique, la structure cristalline et la morphologie des phases précipitées font l'un des sujets les plus discutés dans la littérature moderne. 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, Par exemple, il est couramment admis que la composition des précipités stables β est Mg_2Si , et la composition de la phase métastable β'' est Mg_5Si_6 .

Les séquences de précipitation dépendent du rapport Mg/Si existant dans les alliages. Bien que plusieurs modèles de séquences de précipitation soient proposés pour un alliage Al-Mg-Si.

La séquence de précipitation généralement acceptée dans le cas des alliages Al-Mg-Si non déformés ne contenant pas de Cu est la suivante [40,41]:

Amas d'atomes de (SSS) \rightarrow Zones GP \rightarrow précipités β'' \rightarrow précipités β' \rightarrow $\beta(Mg_2Si)$.

Cette séquence de précipitation est une fonction décroissante de la cohérence des précipités.

- SSS: est la solution solide sursaturée de la matrice α -aluminium obtenue après la mise en solution suivie d'une trempe.
- GP: représente les zones Guiner Preston apparemment de formes sphériques cohérentes avec la matrice d'Aluminium avec des structures inconnues.
- β'' : phase métastable est cohérente avec la matrice représente les précipités sous forme d'aiguilles très fines, allongés le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$. Sa composition chimique est: Mg_5Si_6 . Sa structure cristallographique est monoclinique. C'est la phase qui assure le maximum de durcissement.
- β' : phase métastable est semi cohérente avec la matrice représente les précipités sous forme de bâtonnets allongés le long de la direction $\langle 100 \rangle_{Al}$ et le plan (0001) de β' est parallèle au plan (001) de la matrice, ayant une structure cristalline hexagonale.
- β : Phase d'équilibre incohérente avec la matrice, à une composition chimique Mg_2Si , sous forme de petites plaquettes selon les directions $\langle 100 \rangle$, ayant une structure CFC du type CaF_2 (Figure I_B.5).

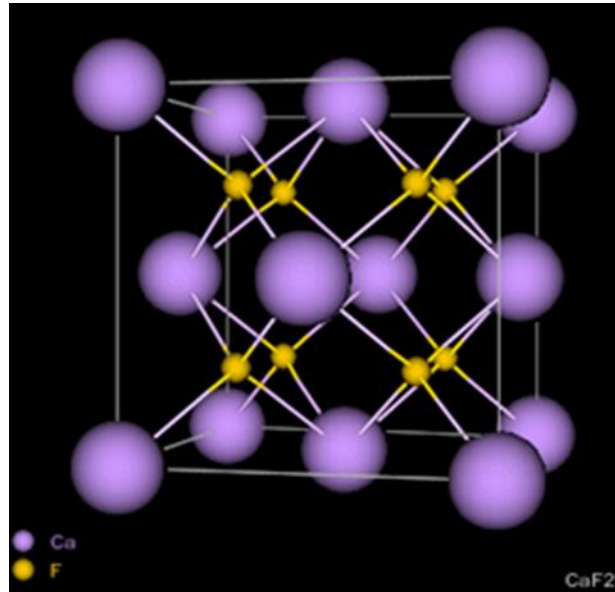


Figure I_B.5: Structure de fluorure de calcium CaF₂.

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 [42,43] :

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 [42]:

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

La phase Q' se présente sous la forme de lattes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Le plan (0001) de la matrice est parallèle au plan (0001) de Q'.

La séquence de précipitation est généralement mise en évidence par analyse thermique (DSC), alors on peut dire que la séquence de précipitation et la nature des phases dépendent de la composition chimique de l'alliage et de son histoire thermomécanique.

I_B.2.3. Les différentes phases de précipitation

Le potentiel durcissant de ces différentes phases est représenté schématiquement sur la (Figure I_B.6).

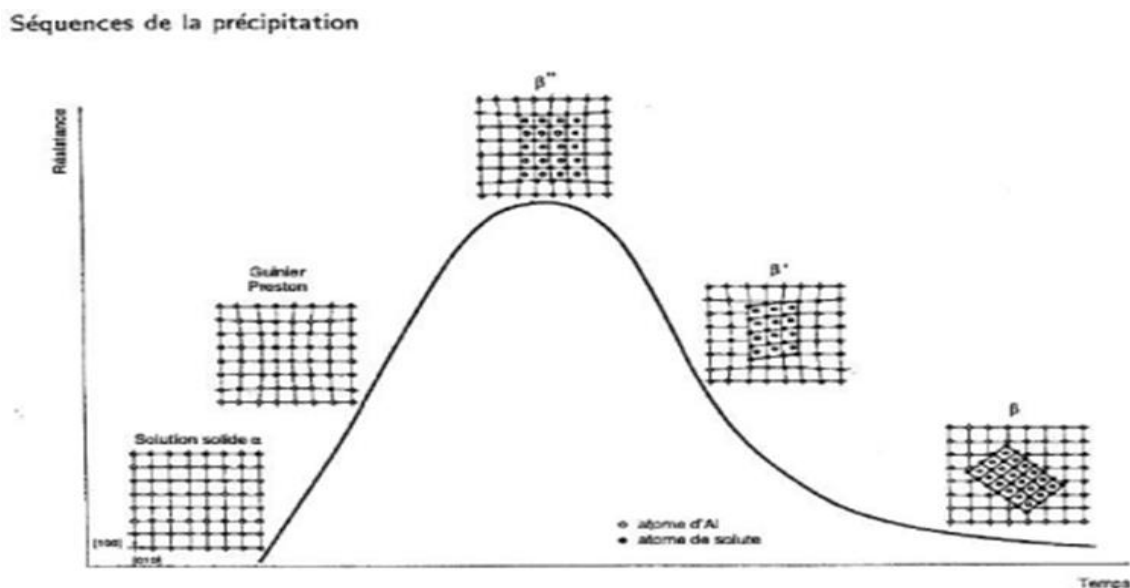


Figure I_B.6: Évolution schématique de la résistance avec la morphologie des précipités durcissant en fonction du temps de revenu pour la série 6000 [44].

I_B.2.3.1 Solution solide sursaturé SSS et les zones GP

La méthode la plus utilisée pour obtenir une précipitation dans un alliage d'aluminium à durcissement structural est d'effectuer une mise en solution suivi d'une trempe, puis une maturation et un revenu. Lors de la mise en solution, seule la phase α est présente. Le refroidissement rapide obtenu grâce à la trempe permet de conserver à température ambiante la solution solide sursaturée en Mg, Si et en lacunes. Cet état, qui est une solution solide de substitution. Dans cette solution solide, les atomes de soluté (Mg et Si) ainsi que les lacunes sont placés de manière aléatoire sur des nœuds du réseau cristallin. Ensuite, lorsque l'alliage est à température ambiante, il est dans sa phase de maturation.

La solution solide sursaturée est métastable. Elle se décompose et forme des petits amas de soluté en grande densité (10^{17} à $10^{18}/\text{cm}^3$) [45]. C'est le début de la germination des précipités. Les amas ainsi formés sont appelés zones de Guinier-Preston (souvent notées zones GP). Elles sont placées de telle manière que la continuité du réseau cristallin soit assurée, comme la montre la (Figure I_B.6) s'agit donc de précipités cohérents. La présence de ces zones GP induit des distorsions élastiques

de la matrice. Suivant l'alliage considéré, ces zones peuvent être de différentes formes. Dans le cas des alliages Al–Mg–Si, elles sont filiformes ou en aiguilles orientées dans les directions $\langle 001 \rangle$ de la matrice. Elles sont tout d'abord désordonnées puis organisées en alternance de couches d'atomes de silicium entourées de deux couches d'atomes de magnésium [14].

I_B.2.3.2 La phase durcissante β''

Cette phase β'' précipite également lors d'un traitement de revenu. Ce traitement consiste en un maintien à une température modérée (entre 100 et 200 °C). La dénomination par β'' et la structure de β'' ont été initialement présentés par Esmaili [46], elle est du type monoclinique, avec $a = b = 0.616$ nm, $c = 0.71$ nm et $\beta = 82^\circ$. De nombreuses études ont proposé des structures cristallines 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 [43].
- Monoclinique $a = 0.30$ nm, $c = 0.33$ nm, $b = 0.40$ nm, $\beta = 71^\circ$, Lynch [47]
- Monoclinique C2/m $a = 1.516$ nm, $c = 0.674$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta : 105.3^\circ$, Andersen [48].

Dans le cas des alliages de la série 6000, il est généralement considéré que la phase β'' est la plus durcissante.

Les (Figures I_B.7 et I_B.8) 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 [49], simultanément.

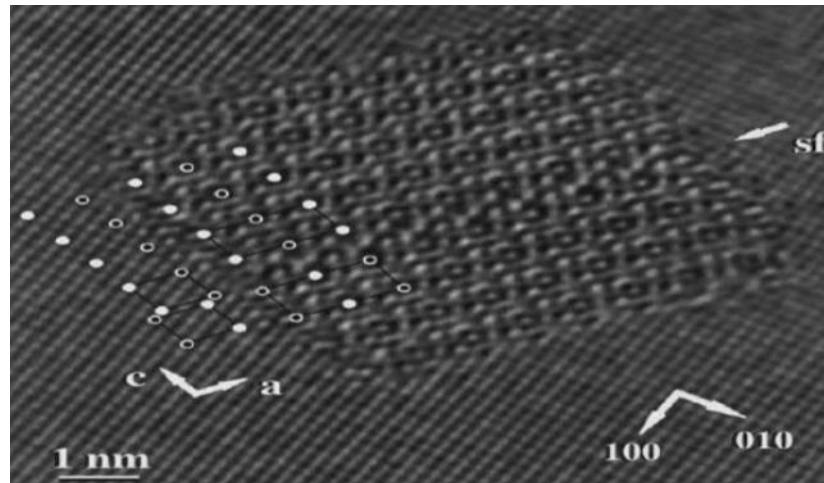


Figure I_B.7: Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β'' [48].

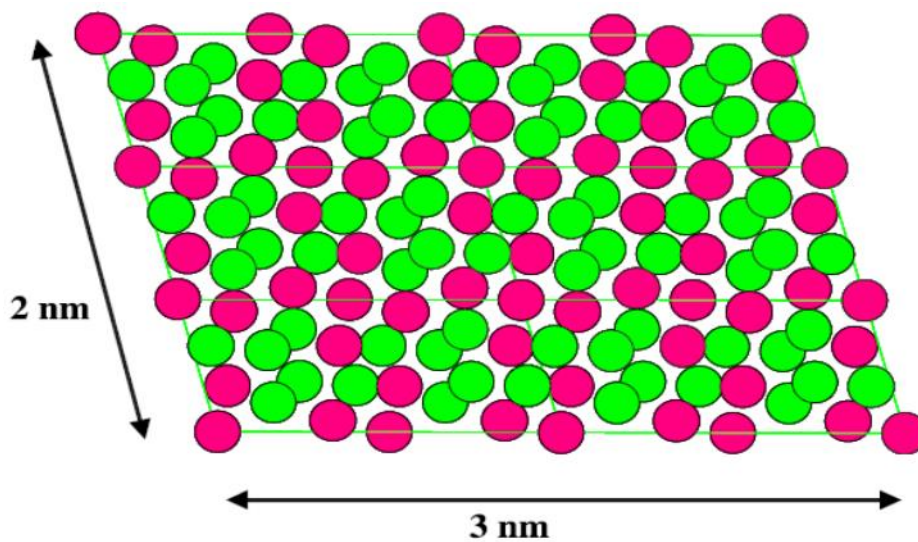


Figure I_B.8: Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al [48].



I_B.2.3.3 La Phase β'

Si le revenu est prolongé, la décomposition de la solution solide est accentuée, les zones GP et la phase β'' sont dissoutes et de nombreuses particules fines sont précipitées. Les particules ainsi créées forment la phase β' (forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre) du composé Mg_2Si , la structure de cette dernière a été bien déterminée par diffraction électronique [49]. Elle s'agit d'une maille hexagonale de paramètres : $a = b = 0,407$ nm, $c = 0,405$ nm, rapport $\frac{Mg}{Si} = 1.54$

[49]. Le rapport $\frac{Mg}{Si}$ de la phase β' est plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les précipités créés sont des composés intermétalliques métastables qui possèdent désormais un réseau cristallin et une composition chimique propres. Ce sont donc des précipités semi-cohérents.

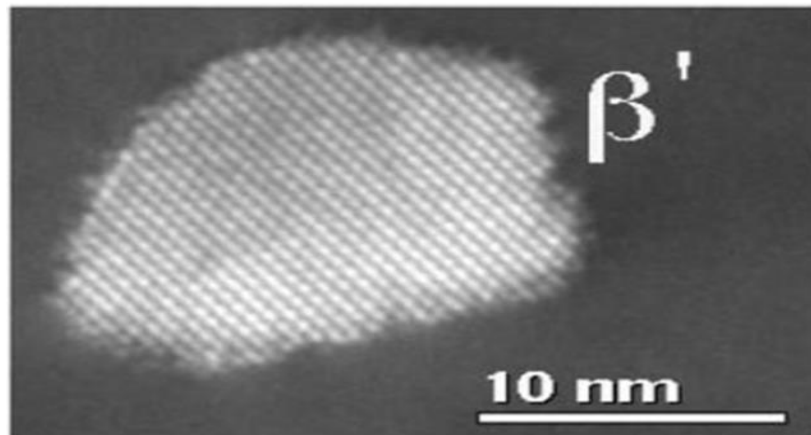


Figure I_B.9: Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si [50].

I_B.2.3.4 La Phase d'équilibre β (Mg₂Si)

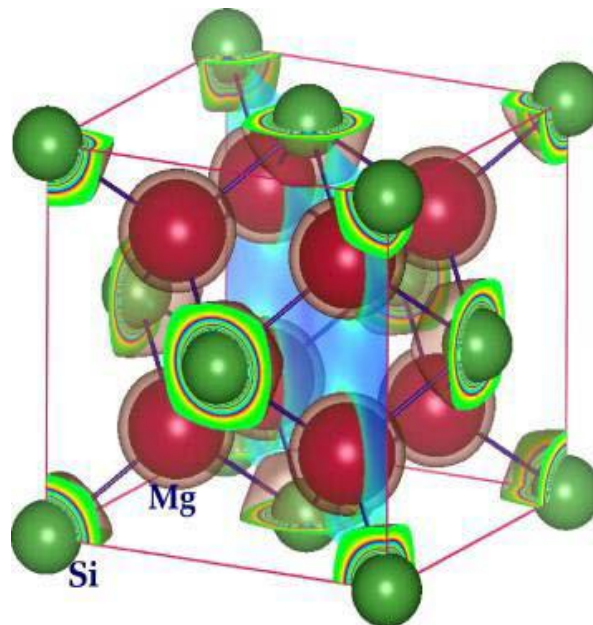
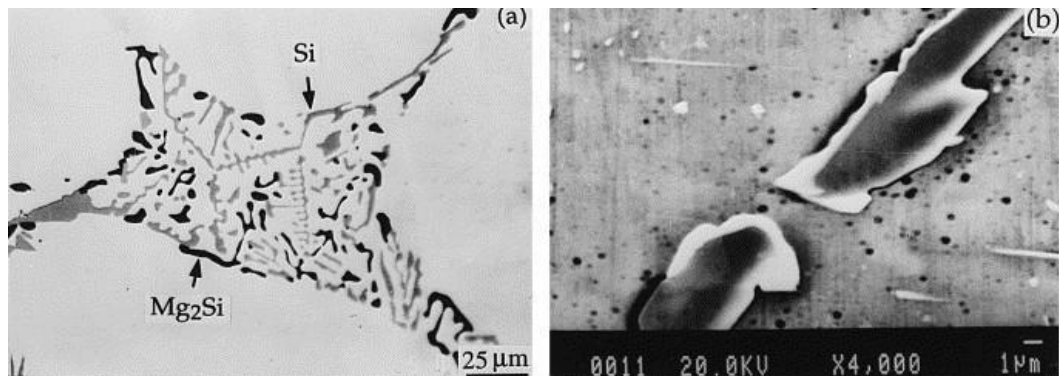
Si un traitement de survenu est effectué, il y a précipitation du composé intermétallique d'équilibre β de composition Mg₂Si. Ce type de traitement est mené à assez haute température (supérieure à 160 °C) pendant un temps de maintien long. Ce traitement induit la coalescence des précipités et la taille des plus gros précipités devient de l'ordre du micromètre. La Phase d'équilibre β (Mg₂Si) est habituellement formée de petites plaquettes sur les plans (100) dans la matrice Al ayant la structure CFC du type CaF₂ (Figure I_B.5) avec $a = 0.636\text{nm}$ (le fluorure de calcium). La (Figure I_B.10) représente la précipitation de la phase β (Mg₂Si) d'un alliage Al-Mg-Si et le modèle de sa structure [50].

Les alliages de la série 6000 ayant fait l'objet de nombreuses études, les auteurs ne présentent pas toujours les mêmes résultats vis à vis des compositions des phases observées. Ravi [51] fait un inventaire détaillé des compositions observées.

Toutefois, les compositions couramment admises pour les précipités les plus étudiés sont listées dans le (Tableau I_B.1).

Tableau I_B.1: Compositions des précipités dans le système Al-Mg-Si [51].

Phase	Composition
Zone GP	Mg_1Si_1
Pré- β''	$(Mg+Al)_5Si_6$
β''	Mg_5Si_6
U_1	$Al_2Mg_1Si_2$
U_2	$Al_4Mg_4Si_4$
β'	Mg_9Si_5
β	Mg_2Si

**Figure I_B.10:** Précipitation de la phase $\beta(Mg_2Si)$ d'un alliage Al-Mg-Si et le modèle de sa structure [50].

I_B.3. La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si(Cu)

Ces alliages sont formés lorsque le cuivre est ajouté à la série 6000 ou quand le silicium est ajouté aux alliages Al-Cu-Mg de la série 2000 [52], les précipités dans les alliages de la série 6000 contenant Cu sont les mêmes que ceux observés dans les alliages de la série 2000 contenant uniquement Si. Le but de l'addition de cuivre aux alliages Al-Mg-Si est amélioré les propriétés mécaniques de ces alliages Certains auteurs [53] ont montré que Cu induit la formation des phases Q et Q'. Ce sont deux phases quaternaires constituées des éléments Al, Mg, Si et Cu ont la même structure cristalline (hexagonale) et se présentent sous forme de lattes, la séquence de précipitation dépend du rapport des concentrations en silicium et magnésium mais aussi du taux de cuivre Selon Mondolfo [2], cette phase se forme lors de la solidification et est en équilibre avec l'aluminium dans les conditions suivantes: $\frac{Si}{Mg} < 1.73$, $(Mg) > 2(Cu)$, et $(Cu) > 1\%$. Mondolfo a suggéré que la phase de Q est responsable sur le durcissement par vieillissement dans les alliages a excès de silicium et ayant une concentration de cuivre plus bas que celle du magnésium. Depuis cette époque, de nombreuses investigations ont été menées sur la composition de phase des alliages Al-Mg-Si-Cu après vieillissement. Il est clairement révélé que plusieurs phases peuvent simultanément se précipiter suite à la décomposition de la solution solide sursaturée, selon le rapport et la quantité d'éléments d'alliage [27, 28, 29]. L'une des phases se présentant sous forme de lattes semble participer elle aussi au durcissement structural des alliages Al-Mg-Si(Cu) [54]. La composition de Q n'est pas encore connue parfaitement, plusieurs compositions sont proposées comme par exemple $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$ [55]. En plus de α et Q, deux autres phases sont présentes parmi $\theta(Al_2Cu)$, β et (Si). La (Figure I_B.11) présente la projection du diagramme de phase de l'alliage Al-Mg-Si-Cu à température ambiante [54]. Les structures des principales phases stables et métastables rencontrées dans les alliages Al-Mg-Si-Cu sont regroupées Dans le (Tableau I_B.2) [31].

- La phase β'' : phase métastable est cohérente avec la matrice représente les précipités sous forme d'aiguilles très fines, allongés le long des directions $\langle 100 \rangle Al$.

- La phase β' : représente les précipités sous forme 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 petites 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.

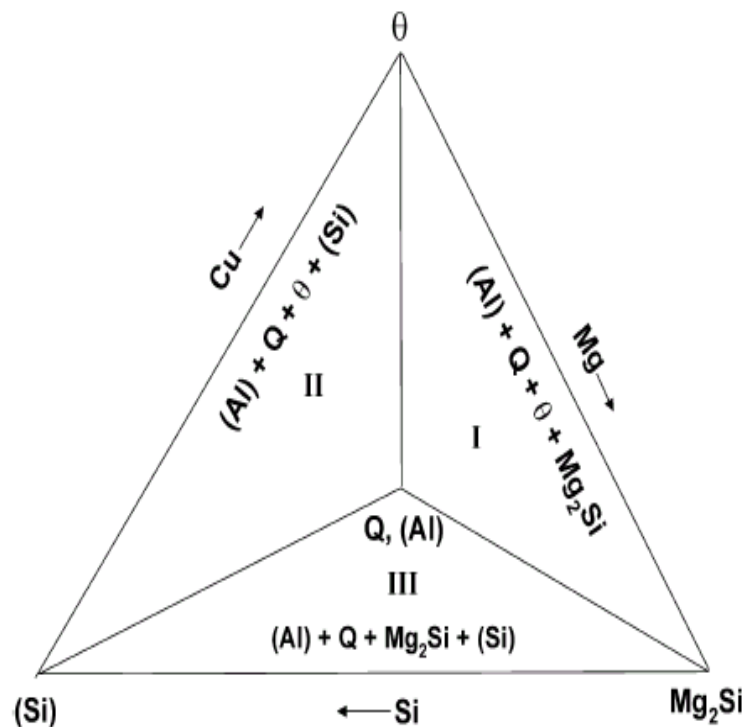


Figure I.B.11: Projection du diagramme de phase d'Al-Mg-Si-Cu à température ambiante. (La ligne verticale représente le cas de $\text{Mg}/\text{Si}=1$ (en poids)) [54].

Tableau I_{B.2}: Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages Al-Mg-Si(Cu) [31].

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

I_{B.4}. Effet des éléments d'addition sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

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. 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, la conductivité électrique et thermique, la résistance à la corrosion, l'aptitude au soudage, l'aptitude à la déformation, l'aptitude à l'anodisation. Les nouveaux alliages ainsi formés sont soit plus résistants, plus ductiles, plus durs, selon le choix. 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.

I_B.4.1. Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si

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 [54,56]. 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 [42].

S. Esmail et J. Lloyd montrent que le cuivre améliore la cinétique de vieillissement à température ambiante faisant suite à la trempe [57]. Epicier et al montrent que la phase β' disparaît au profit de la phase Q' dans un alliage 6061 riche en cuivre [58]. Le cuivre modifie également la composition chimique des précipités.

L'addition du Cu dans un alliage équilibré supprime la précipitation des précipités β'' et retarde les phases de précipités β' et β [59].

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 AlMgSi à la température ambiante entre l'extinction et le vieillissement artificiel pourrait être réduite par l'addition de 0.24% Cu [32]. La valeur de la dureté d'un alliage de la série 6000 avec 0.6% Cu est toujours distinctement plus haute que cela d'un alliage sans Cu pendant le traitement isotherme à 250°C [60].

I_B.4.2. Excès de magnésium

Dans le cas du rapport $\frac{Mg}{Si}$ supérieur à 2, les alliages Al-Mg-Si dits à excès de magnésium. 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 durcissant 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 [54].

I_B.4.3. Excès de silicium

Les alliages d'aluminium Al-Mg-Si dits à excès de silicium possèdent un rapport $\frac{Mg}{Si}$ 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 [61]. Comme dans le cas de la présence de cuivre, une quantité de Si en excès peut entraîner une modification dans la séquence de précipitation avec la formation de phases supplémentaires.

Chapitre II

Déformation et procédés de mise en forme

Partie A: Déformation plastique et recristallisation dans les alliages

Ce chapitre est constitué de deux parties A et B. La première partie a pour but de décrire l'état déformé ainsi que les processus de restauration et de recristallisation. Une attention particulière est donnée à l'influence des précipités de seconde phase et des atomes de soluté sur la cinétique de recristallisation. La partie B a pour présente les différents procédés de fabrication des pièces métalliques, puis décrit de manière détaillée les opérations de mise en forme par déformation plastique. Notre étude est basée sur la déformation plastique à froid par laminage.

II_A.1. Introduction

La plasticité des alliages métalliques joue un rôle important dans leurs applications. En effet, elle conditionne de nombreuses opérations de mise en forme des alliages à l'état solide. Dans cette contribution, on s'intéresse particulièrement aux procédés de mise en forme à froid par déformation plastique. La déformation plastique entraîne en plus des changements visibles de forme, des changements plus de microstructure, de propriétés physiques et mécaniques. Une des propriétés les plus importantes est la ductilité, nécessaire pour la mise en forme des matériaux. La déformation plastique des matériaux métalliques est essentiellement régie par le glissement des dislocations. L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de nombreux défauts cristallins. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation.

II_A.2. Déformation plastique

La connaissance et la maîtrise de la déformation plastique sont depuis longtemps reconnues comme des enjeux majeurs en science des matériaux et en mécanique. Cette connaissance et cette maîtrise sont notamment fondamentales afin de pouvoir décrire le comportement au cours des opérations de mise en forme par déformation plastique (laminage, emboutissage, forgeage, tréfilage...), ou pour comprendre comment des pièces sollicitées mécaniquement vont évoluer avec le temps, ou encore pour prévoir l'énergie absorbée au cours d'un choc (dans le cas d'une tôle de voiture par exemple).

Comprendre les mécanismes associés à la déformation plastique est ainsi de la première importance pour les secteurs industriels concernés par la fabrication et l'utilisation de produits à résistance mécanique élevée.

Les caractéristiques essentielles de la déformation plastique sont connues par des expériences, en général effectuées dans des conditions assez simples de sollicitations.

Pour un matériau cristallin massif, le stade plastique est généré principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins, des défauts singuliers très efficaces pour relaxer les contraintes subies.

II_A.2.1. L'état déformé

Lorsqu'un corps solide est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure suffisante, se déforme. Différents essais de laboratoire (traction, compression, torsion...) permettent d'étudier les modes de déformation des matériaux d'un point de vue macroscopique et phénoménologique, et de déterminer leurs lois de comportement. Lors de tels essais, tant que le solide est soumis à une contrainte inférieure à une valeur spécifique (appelée limite d'élasticité), il va se comporter de manière réversible, le solide reprend spontanément sa forme de départ lorsque les contraintes extérieures sont supprimées. C'est le domaine de déformation élastique. A l'inverse, si l'on contraint le matériau au-delà de sa limite d'élasticité, une déformation persiste après la décharge: c'est la déformation plastique. La déformation plastique est donc (essentiellement) irréversible.

Considérons deux points A et B voisins, d'un solide continu initialement non déformé, Après déformation, les nouvelles positions de ces points seront A' et B'. Ils se sont déplacé respectivement des vecteurs $u(x)$ et $u(x+dx)$. La déformation, est définit comme:

$$\varepsilon = \frac{A'B' - AB}{AB} = \frac{u(x+dx) - u(x)}{dx} \quad (\text{II.1})$$

La déformation, pour une traction simple, est définit comme le rapport de l'allongement ΔL à la longueur initiale L_0 [62]. L est la longueur finale après déformation

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{II.2})$$

II_A.2.2. Dislocations et mécanismes de déformation plastique

Les dislocations sont des défauts linéaires de la structure atomique des cristaux. Lorsqu'elles se déplacent, le cristal se déforme plastiquement. Dans ces cristaux, la déformation plastique se produit par un glissement le long de plans dans la maille cristalline, à la manière de cartes glissant les unes sur les autres. Si l'on poursuit la déformation, d'autres lignes se forment, ce qui traduit le déclenchement de glissements le long d'autres plans cristallographiques, et ce glissement de plans atomiques se fait grâce au déplacement de dislocation. À un stade avancé de la déformation, les dislocations permettant ces glissements se localisent dans certaines zones de la pièce déformée, préférentiellement les zones de concentration de contraintes.

Les dislocations constituent en quelque sorte des vecteurs de la déformation plastique: lorsqu'elles se déplacent, le cristal se déforme par cisaillement. La déformation élémentaire propagée lors du déplacement d'une dislocation peut être représentée par un vecteur b . Ce vecteur b est appelé vecteur de Burgers.

On dit que la dislocation est coin si le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation, qu'elle est vis s'il est parallèle et qu'elle est mixte dans les autres cas. La Figure II_A.1 montre de manière schématique comment la présence de dislocations facilite la déformation plastique. Lors du passage d'une dislocation-coin à travers un cristal, il y a peu d'atomes impliqués et peu de liaisons à rompre simultanément. Ceci explique pourquoi les dislocations se déplacent sans difficulté en entraînant la déformation plastique du cristal [63].

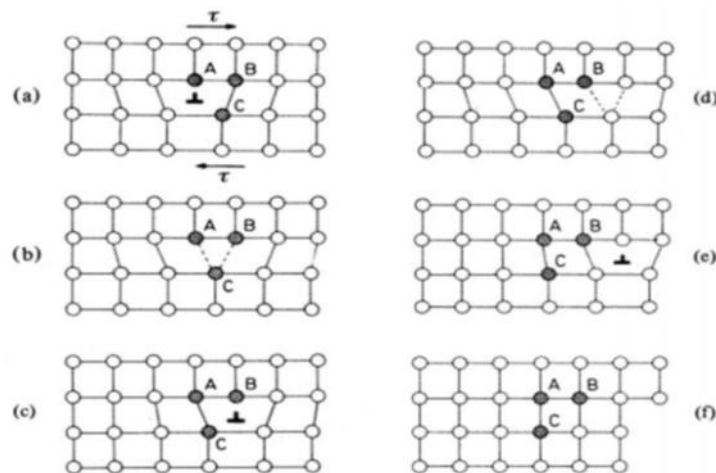


Figure.II_A.1 : Dislocations vis et coin (glissement et monté) [63].

La contrainte macroscopique nécessaire pour amorcer le mouvement général des dislocations est la limite d'élasticité. Cependant, le déplacement d'une dislocation dépend directement de la contrainte locale (résultat de la contrainte externe appliquée et des contraintes internes dues aux autres défauts du matériau) ainsi que de l'agitation thermique.

II_A.2.3. Types de déformation

Il existe deux types de déformation:

II_A.2.3.1. Déformation à froid

On appelle déformation à froid celle qui s'effectue aux températures inférieures à la température de recristallisation [64]. Cette déformation entraîne une importante augmentation de la densité des défauts cristallins (les dislocations et les lacunes). La déformation plastique à froid conduit à l'écrouissage du matériau, donc à son durcissement. Cet écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. Pour conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid [65].

II_A.2.3.2. Déformation à chaud

La déformation est dite à chaud si elle se fait à une température supérieure à celle de recristallisation, pour obtenir une structure complètement recristallisée. A ces températures, la déformation produit également un effet durcissant (écrouissage à chaud), éliminée partiellement ou complètement par polygonisation et recristallisation réalisées aux températures de traitement et suivies de refroidissement. A la différence d'une polygonisation et d'une recristallisation statique examinées dans ce qui précède,

les processus de polygonisation et recristallisation associées à la déformation sont dits dynamiques. Dans le traitement à chaud (laminage, formage, forgeage, estampage, etc.), le durcissement par écrouissage (augmentation de la densité de dislocation) directement au cours de la déformation alterne avec le processus d'adoucissement (diminution de la densité de dislocation) par polygonisation et recristallisation dynamiques pendant la déformation et le refroidissement.

II_A.3. Déformation plastique dans les alliages d'aluminium

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.

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 ". La déformation plastique des alliages métalliques augmente l'énergie interne par accroissement de la densité des défauts de structure. L'état écroui se caractérise par une densité de défauts supérieure à la densité d'équilibre.

En effet, l'état d'un métal écroui est thermodynamiquement instable. Mais pour restaurer les propriétés et la structure de ce métal avant sa déformation, une source 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.

Donc une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains, d'après la Figure II_A.2 les grains b ont un volume équivalant à celui des grains a. Les espaces clairs schématisent la fragmentation du réseau initial et les formes en trapèze symbolisent les déformations élastiques accompagnées de tensions.

Du point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal conduit à 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 [66].

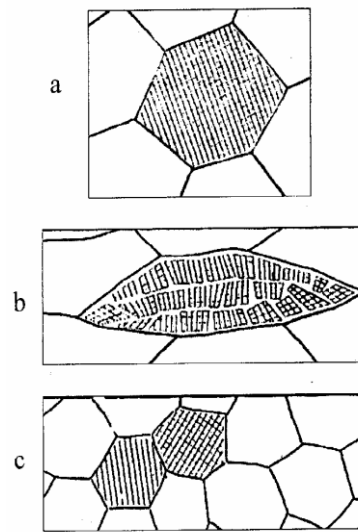


Figure.II.A.2 : Déformation orientée du grain (a) Grain avant écrouissage (b), Grain après écrouissage et (c) Grain recristallisé [67].

II.A.4. Recristallisation dans les alliages d'aluminium Al-Mg-Si

L'état d'un métal obtenu après la déformation plastique est thermodynamiquement instable par rapport à l'état non déformé. Pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, il faut le réchauffer (un traitement de recuit) pour provoquer différents processus tels que la restauration et, la recristallisation primaire et grossissement du grain (ou recristallisation secondaire), qui ont pour but de détruire totalement l'écrouissage et de recréer une structure adaptée à un usage industriel quelconque. 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.

Comme son nom l'indique la recristallisation se traduit par la formation de nouveaux grains aux dépens de la structure écroui (Figure II.A.4.c), alors la restauration permet un adoucissement du matériau par le réarrangement et l'annihilation, en général partielle, des défauts cristallins (Figure II.A.4.b).

II.A.4.1. Restauration

C'est un traitement qui est effectué à une température inférieure à celle de la recristallisation (inférieure à $0,2-0,3T_f$). La restauration est définie comme étant un

processus thermique, qui se produit dans le matériau déformé, sans migration des joints à grand angle. Au cours de cette étape, on n'a pas de création de nouveaux grains, mais seulement une réduction du nombre de défauts atomique, lacunes et dislocations et réarrangements de ceux-ci en nouvelles configurations plus stables. La restauration permet un rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques du matériau écroui.

Les grains initiaux demeurent la base de la microstructure, mais il se produit une diminution du nombre des défauts ponctuels ainsi qu'une diminution de la densité des dislocations, accompagnée de réarrangement de celle-ci en configuration de plus basse énergie, sans toutefois que leur densité diminue de façon notable. Après écrouissage, les enchevêtrements des dislocations forment des parois relativement planes. Dans un premier temps, les dislocations se regroupent et se condensent dans les parois, l'intérieur de la cellule se trouve ainsi libre de dislocations, les parois se précisent et s'affinent. Dans un second temps ou durant la deuxième étape de restauration, appelée aussi polygonisation, est une fragmentation des grains en blocs plus petits légèrement désorientés les uns par rapport aux autres c'est-à-dire les cellules constituent alors des cristallites faiblement désorientés entre eux, aux formes polygonales caractéristiques.

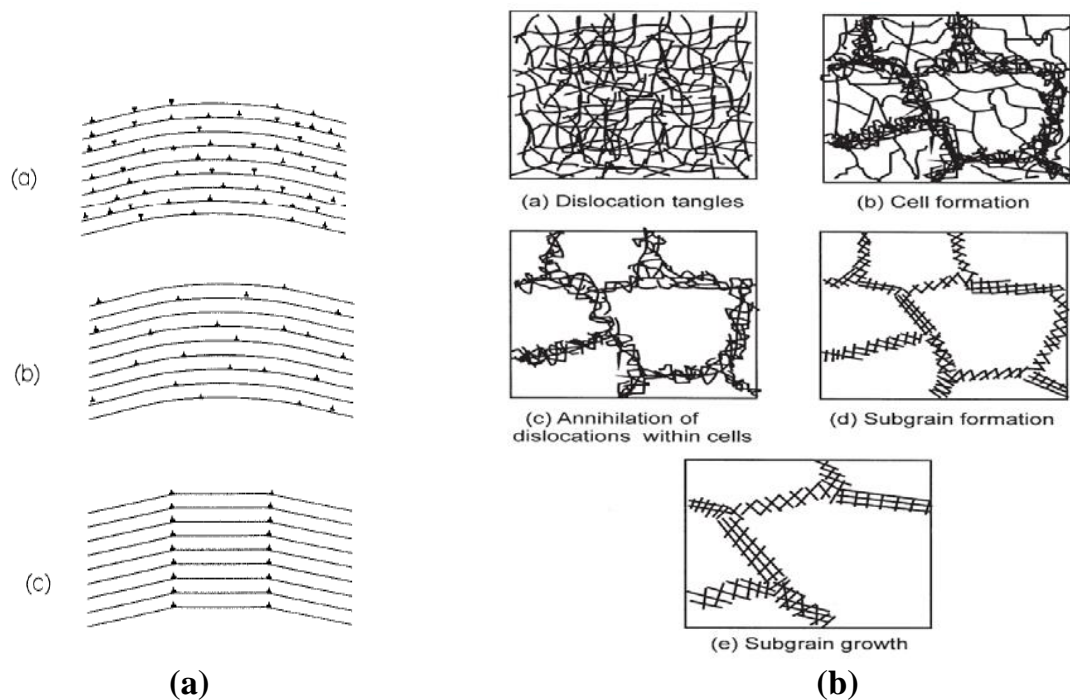


Figure II_A.3 : Polygonisation d'un cristal contenant des dislocations coins dans le cas de : a) faible déformation [44] et b) forte déformation [68].

La Figure II_A.3 résume les Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique:

- a) enchevêtrement de dislocations.
- b) formation de cellules.
- c) annihilation des dislocations dans les cellules.
- d) formation des sous-grains.
- e) croissance de sous-grain.

II_A.4.2. Recristallisation

Le processus de recristallisation des métaux et alliages déformés plastiquement permet de recouvrer la ductilité et de contrôler la structure granulaire des matériaux métalliques. La recristallisation est caractérisée par le développement de nouveaux grains au dépend d'une matrice se trouvant dans un état structural moins parfait. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'écroutissage. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des nouveaux joints de grains. Pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est long [69].

La recristallisation est habituellement divisée en deux stades : la formation de nouveaux grains par germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie. Ces germes sont d'autant plus nombreux que le taux d'écroutissage est plus élevé, et sont y fait des cristaux à l'état embryonnaire autour desquels les atomes viennent se rassembler. En conséquence, plus le taux d'écroutissage est important, plus la dimension des cristaux formés à la suite du recuit est faible. La recristallisation s'effectue en 3 étapes : germination, croissance et coalescence. On distingue :

- La croissance normale des grains, continuation du processus de recristallisation primaire lorsque tout le métal écroui a été consommé, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains (Figure II_A.4.e).
- La croissance anormale, ou recristallisation secondaire, au cours de laquelle un petit nombre de grains croissent aux dépend des autres (déjà recristallisés) (Figure II_A.4.f).

La figure II_A.4 résume les différents processus précédents.

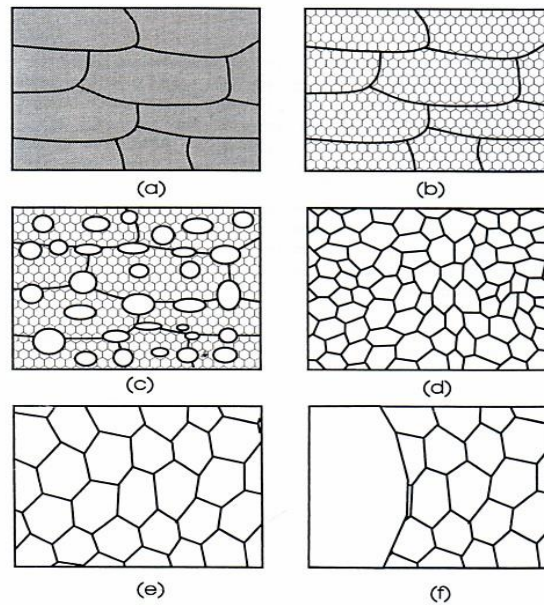
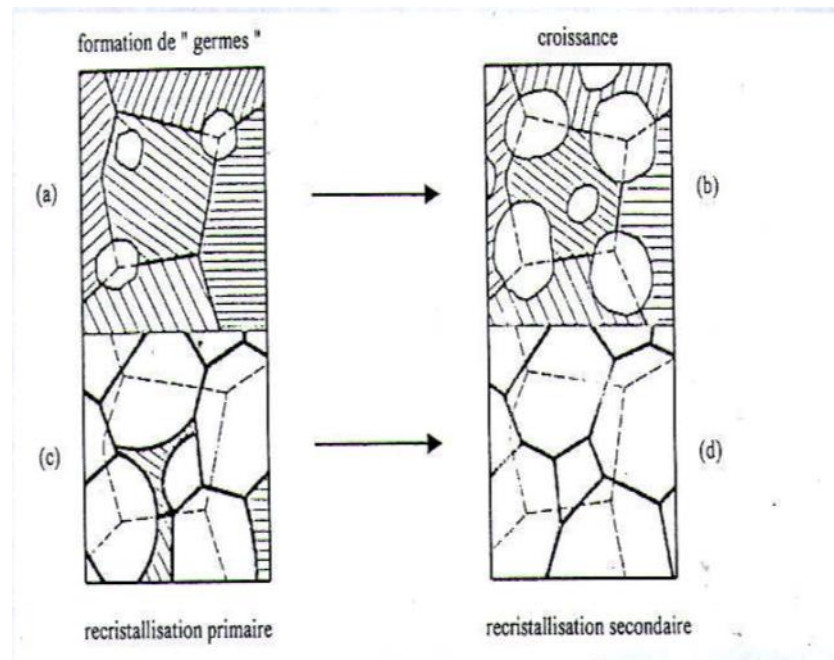


Figure II_A.4 : Représentation schématique de : a) état déformé, b) état restauré, c) état partiellement recristallisé, d) état complètement recristallisé, e) croissance normale des grains et f) croissance anormale des grains [69].

Dans des conditions de recuit isotherme, la recristallisation primaire (Figure II_A.5) 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'écrouissage [31].

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 [31].



FigureII.A.5 : Schéma de la recristallisation [69]

La restauration et la recristallisation sont affectées par les éléments d'addition en solution solide, même en petites quantités. D'une part, ils retardent la restauration lors du recuit par le ralentissement de l'annihilation et le réarrangement des dislocations retardant ainsi la formation et la croissance des sous-joints et d'autre part, ils réduisent la vitesse de recristallisation par la réduction de la vitesse de migration des joints des nouveaux grains. L'effet est d'autant plus prononcé que ces éléments tendent à séparer sur les dislocations et aux sous-joints.

La mobilité des joints diminue avec l'augmentation de la concentration en atomes de soluté [68]. Huang et al. [70] ont montré, dans un alliage Al-Mg, que la mobilité des joints diminuait lorsque la concentration de Mg augmente de 1 à 5 % massique. Cependant, l'effet est réduit lorsque la température augmente en raison de l'agitation thermique. Les mêmes effets ont été observés aussi pour des additions de cuivre dans l'aluminium [71]. L'effet de ralentissement peut être plus marqué dans le cas d'une co-ségrégation de deux types de solutés [72].

La présence, dans la matrice, d'une précipitation sous forme de particules a également un grand effet sur les processus de restauration et de recristallisation. L'origine de cet effet est là aussi l'interaction des précipités avec les dislocations et les sous-joints. Dans certains cas, il y a augmentation de la densité des dislocations autour

des précipités non déformables. L'effet de ces particules est complexe. On distingue deux cas :

- Une distribution homogène de particules stables et non déformables, présentes dans la matrice pendant la déformation et le recuit. Dans ce cas, l'effet dépend de la taille, de l'espacement entre particules et de leur fraction volumique [44].
- Les particules précipitent de manière hétérogène sur les dislocations et les sous-joints lors du traitement de recuit de recristallisation.

Les cas pratiques de l'utilisation de particules de seconde phase pour contrôler la recristallisation sont nombreux. Citons l'exemple des dispersoïdes dans les alliages d'aluminium. Ces particules stables sont obtenues par des additions d'éléments tels que Sc, Zr, Mn, Fe et Cr dans les alliages d'aluminium pour retarder la recristallisation lors du recuit de l'alliage déformé et affiner ainsi la microstructure. Des résultats ont été obtenus sur la série 6000 [73,74].

Partie B: Procédés de mise en forme

Cette partie présente les différentes techniques de procédés de mise en forme par déformation plastique les plus utilisés dans l'industrie.

II_B.1. Introduction

Le procédé de mise en forme d'un matériau afin de produire des pièces mécaniques ébauchées ou finies à haute caractéristiques. Cette mise en forme s'effectue à chaud ou à froid par déformation plastique. Il existe trois voies principales de fabrication de pièces métalliques selon l'état de départ du matériau métallique [75]:

- Le moulage à partir de l'état liquide.
- Le façonnage à partir d'une ou plusieurs pièces à l'état solide. Cette voie peut, elle-même, se scinder en formage, ou mise en forme sans enlèvement de matière par déformation plastique, usinage, ou mise en forme avec enlèvement de matière, et l'assemblage, où l'on solidarise deux ou plusieurs pièces selon les procédés.
- Le frittage à partir de poudres par disparition des vides intergranulaires à haute température et éventuellement sous pression hydrostatique (compaction isostatique) ou un état de contrainte plus général par forgeage, filage...

En raison, entre autres causes, de la classification socio-économique des secteurs industriels correspondants, on distingue dans le formage :

- Le travail des métaux à l'état massif, pratiqué essentiellement dans les industries métallurgiques : laminage, forgeage, filage, étirage, tréfilage.
- Le travail des métaux en feuilles, pratiqué comme l'usinage dans les industries mécaniques et dont le principal procédé est l'emboutissage des tôles.

II_B.2. Les Procédés de mise en forme des métaux

L'objectif premier de la mise en forme des métaux est de conférer à une pièce métallique des dimensions situées dans une fourchette de tolérance donnée. Les principaux procédés de mise en forme des métaux sont apparus progressivement, donnant naissance par la suite à diverses variantes, parfois très nombreuses. Les formes modernes des divers procédés sont le plus souvent apparues récemment pour assurer la production en grande série de pièces à faible coût.

II_B.2.1. Procédé de forgeage

Le forgeage permet d'élaborer des pièces brutes par déformation plastique du métal sous l'effet de choc ou de pression. Il est le plus souvent exécuté à chaud et conduit à l'obtention d'ébauche dont la forme est assez proche de la pièce finie. La matière d'œuvre est comprimée suivant une direction et se déplace librement suivant les deux autres. Le forgeage libre permet de réaliser toutes les formes possibles quel que soit le matériau de la pièce mais il est utilisé pour réaliser des pièces unitaires ou en petite série [76].

II_B.2.2. Procédé d'Emboutissage

L'emboutissage est un procédé de formage par déformation plastique d'une surface de métal qu'on appelle flan, entraînée par un poinçon dans une matrice. Un serre-flan est utilisé évitant la formation des plis dus au déplacement radial de la tôle [76]. Cette méthode est largement utilisée dans l'industrie automobile pour fabriquer les ouvrants des véhicules (portières, capot, coffre, toit ...) mais également dans les industries aéronautique, de l'électroménager, de l'emballage alimentaire. L'emboutissage se pratique à l'aide de presses à emboutir de forte puissance munies d'outillages spéciaux qui comportent, dans le principe, trois pièces :

- Une matrice, en creux, épouse la forme extérieure de la pièce.
- Un poinçon, en relief, épouse sa forme intérieure en réservant l'épaisseur de la tôle.
- Un serre-flan entoure le poinçon, s'applique contre le pourtour de la matrice et sert à coincer la tôle pendant l'application du poinçon.

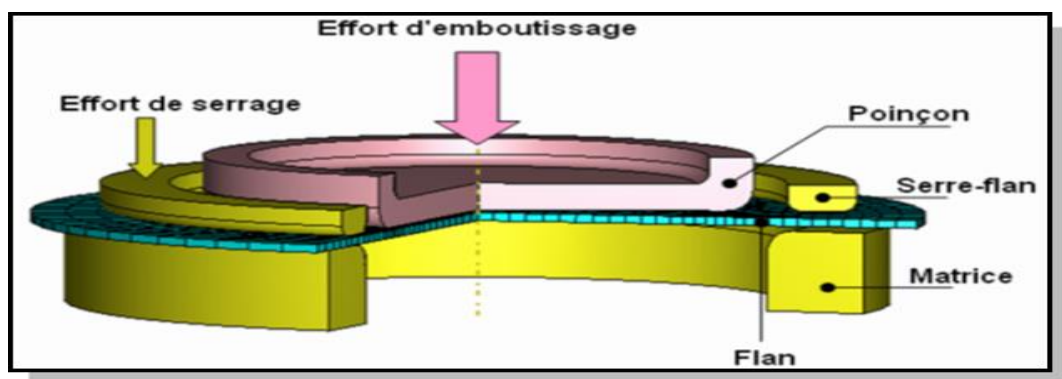


Figure II_B.1: Procédé d'emboutissage [77].

II_B.2.3. Procédé de Filage

Il consiste à presser une billette au travers d'une filière le métal est façonné sur toute sa longueur selon la forme de la filière. Dans le cas du filage direct le métal s'écoule dans le sens de déplacement du poinçon. Lorsque le métal s'écoule autour ou le long du poinçon ou à l'intérieure, le filage est dit inverse dans ce cas le métal se déplace à contre sens du poinçon [76]. Il existe deux types de filage : le filage direct et le filage inverse.

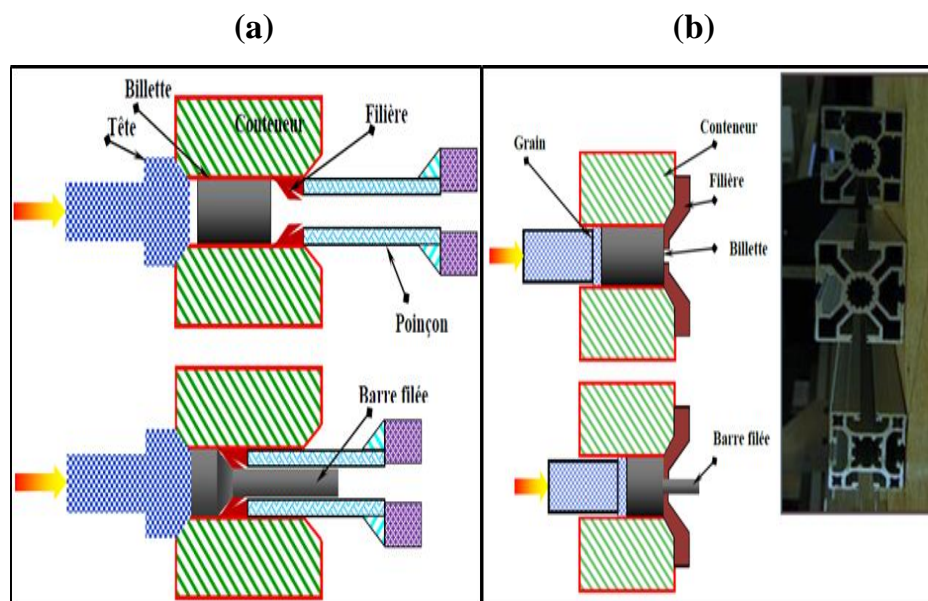


Figure II_B.2: Schéma du filage : a) filage inverse, b) filage direct [77].

II_B.2.4. Procédé de tréfilage

Le tréfilage permet d'obtenir une pièce cylindrique en forçant son passage dans une filière, le métal s'allonge et sa section se réduit : on dit qu'il file. La filière forme un cône de demi-angle au sommet appelé angle de filière. Du fait de la symétrie axiale du procédé, la déformation est dite axisymétrique. Le taux de déformation par tréfilage est défini par la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{S_0 - S}{S_0} \quad (\text{II.3})$$

ε : Taux de réduction en %.

S_0 : Section initial du fil machine en mm².

S : Section final du fil tréfile en mm².

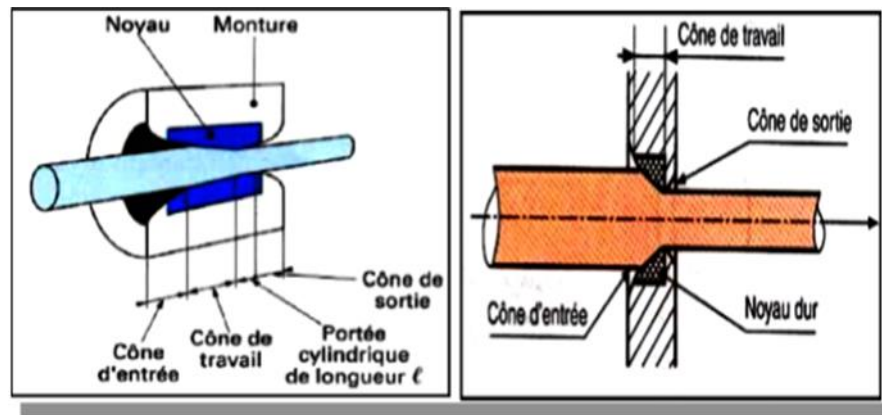


Figure II_{B.3}: Schéma de principe de tréfilage et fil dans la filière [77].

II_{B.3}. Traitements mécaniques des alliages d'aluminium

II_{B.3.1}. Procédé de Laminage

Cette opération consiste à déformer plastiquement l'aluminium à l'aide de deux cylindres pour obtenir des tôles plates (Figure II_{B.5}). Les deux cylindres tournant en sens inverse qui lui font subir une réduction d'épaisseur au profit de la longueur. Par laminage, on obtient différentes formes des produits (Figure II_{B.4}), finis ou semi-finis on cite : les plaques, les tôles et les feuilles. La différence entre ces produits est l'épaisseur, les plaques ou tôle forte sont des produits d'épaisseur supérieure à 6.3 mm. Elles sont normalement fournies en forme plane dont la largeur est imposée par celle des plaques de départ qui sont coulées, la longueur étant elle-même limitée par les contraintes de transport.

Les tôles sont définies comme un produit d'épaisseur supérieure à 0.20 mm et jusqu'à 6.3 mm. Les feuilles sont définies comme un produit d'épaisseur inférieure ou égale à 0.20 mm.

La réduction d'épaisseur varie de 20 à 90 % suivant la température, le type de laminoirs et le nombre de passe. On distingue le laminage à chaud et le laminage à froid. Le laminage à froid est généralement utilisé pour obtenir des épaisseurs faibles.

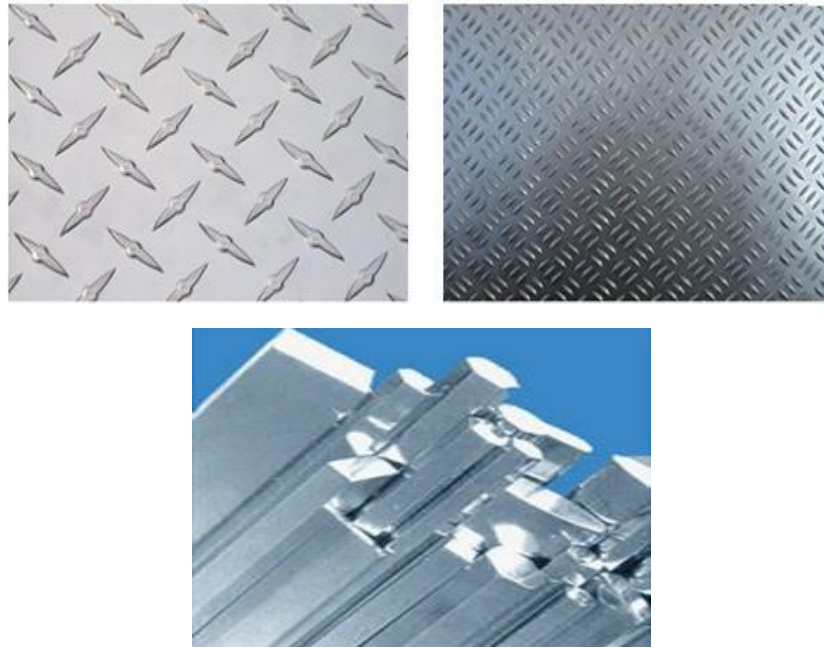


Figure II_B.4: Les différentes formes des produits du laminage de l'aluminium.

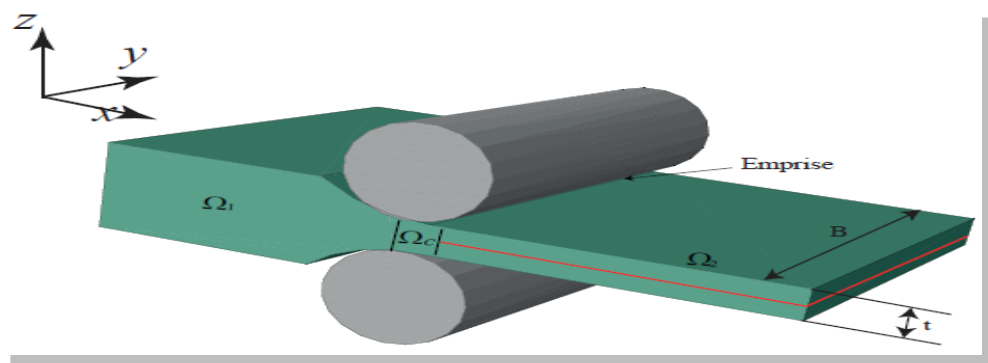


Figure II_B.5: le laminage des tôles métalliques [77].

II_B.3.2. Principe de laminage

Le procédé de laminage consiste à déformer plastiquement l'aluminium (tôle) à l'aide de deux cylindres tournent dans des sens opposés (Figure II_B.6). Il se crée donc des forces de frottement qui entraînent l'aluminium par ses deux faces et le forcent à passer entre les cylindres. L'effort appliqué est supérieur à la résistance à la déformation du métal. Ses grains s'allongent. Son épaisseur diminue et il s'écroute, la tôle d'épaisseur h_0 (e_1) doit pouvoir s'engager entre les cylindres où elle sera déformée en compression pour ressortir à une épaisseur h (e_2) correspondant à l'ajustement du jeu entre les cylindres. Sa résistance à la déformation et sa limite

d'élasticité augmentent. Les forces de frottement au contact des cylindres s'opposent à l'écoulement du métal vers l'extérieur de la zone en déformation par compression (Figure II_B.6.1b). Lorsque la longueur de contact devient grande devant l'épaisseur comprimée, l'écoulement va être bloqué par le frottement (état de contrainte comparable à celle d'un métal sous contrainte hydrostatique). Le frottement favorise l'allongement dans la direction où la longueur de contact est faible (longueur de contact d faible par rapport à la longueur L où l'écoulement est bloqué). Ainsi, la tôle s'allonge avec très peu d'élargissement. Par ailleurs, le frottement entraîne une augmentation de la force de compression pour produire la déformation et limite l'épaisseur que l'on peut réduire avec des cylindres d'un diamètre donné. Pour pallier à l'effet du frottement sur l'écoulement du métal et pour protéger les cylindres contre l'usure, on utilise des lubrifiants (émulsions 1 à 10% d'huile dans l'eau), quitte à réduire quelque peu la capacité de réduction par passe (conditions d'engagement de la tôle).

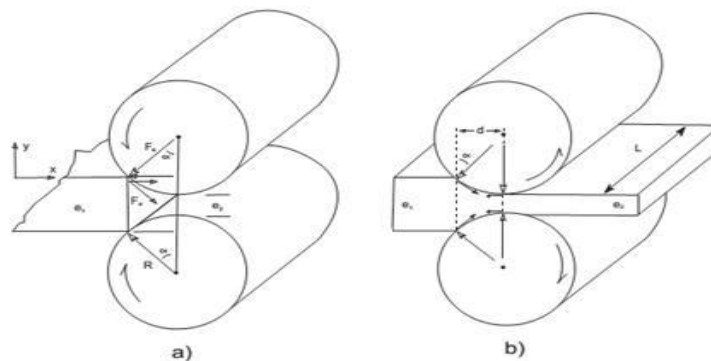


Figure II_B.6: Principe de laminage d'une tôle entre deux cylindres d'un laminoir duo.

II_B.3.3. Types de laminage

La résistance de l'aluminium et de ses alliages peut être améliorée par le travail à froid ou à chaud. Il s'agit d'un durcissement par déformation, le matériau ductile initialement devient plus dur quand il est déformé plastiquement.

Le laminage à chaud s'impose pour deux raisons capitales: la première est que la résistance à chaud du métal décroît très rapidement avec la température. La seconde est d'ordre métallurgique. Les cages des laminoirs sont généralement « quarto », composées de deux cylindres de travail de faible diamètre (de l'ordre de 10 cm), assurant le laminage, et de deux cylindres d'appui de diamètre plus grand. Différents

actionneurs de la cage (vis de serrage, vérins, etc.) permettent de régler l'épaisseur correcte en sortie d'emprise.

Le laminage à froid est réalisé à température ambiante et permet à partir d'une tôle précédemment laminée à chaud de réduire l'épaisseur et de réaliser des tôles d'aluminium ou des feuilles d'aluminium minces. Le laminage provoque un écrouissage (allongement du grain) qui introduit dans le métal de nombreux défauts et en particulier une forte densité de dislocation. L'énergie interne du métal écroui est alors supérieure à l'énergie du cristal parfait. Dans certains cas, entre les passes de laminage, on pratique un traitement thermique d'adoucissement (recuit entre 300°C et 600°C) et d'homogénéisation. Les feuilles, une fois amenées à la bonne épaisseur, sont ensuite recuites et dégraissées pour leur donner leurs caractéristiques mécaniques.

Le taux de déformation par laminage est défini par la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{h_0 - h}{h_0} \cdot 100\% \quad (\text{II.4})$$

ε : taux de réduction.

h_0 est l'épaisseur initiale de la tôle et h est l'épaisseur final de la tôle.

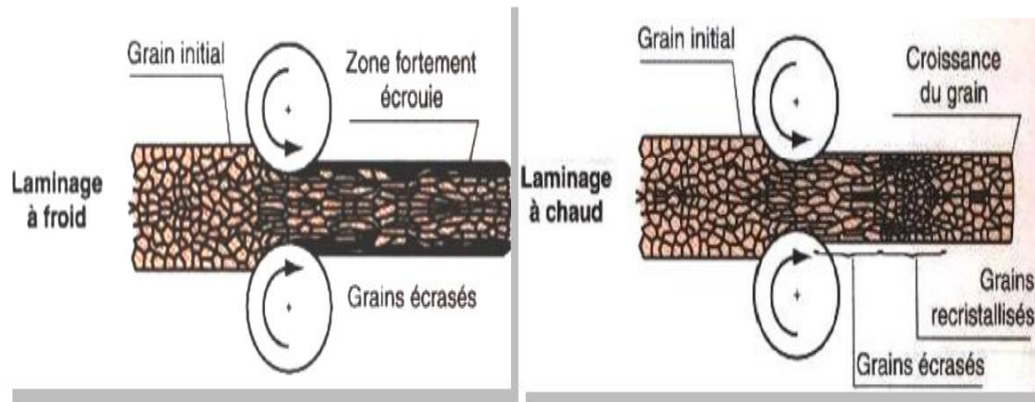


Figure II_B.7: Schéma de principe de laminage à froid et laminage à chaud [78].

Les alliages d'aluminium laminé sont utilisés dans plusieurs secteurs on cite: les transports (tôle d'aluminium), l'emballage (papier aluminium), le bâtiment, les équipements domestiques ainsi que la construction mécanique et électrique.

Chapitre III

Matériaux étudiés et techniques de caractérisations

III.1. Introduction

Au cours de ce travail, des techniques expérimentales nombreuses et variées ont été utilisées.

Dans ce chapitre nous présentons les différents alliages utilisés dans le cadre de notre étude et leurs compositions chimiques, puis les techniques de préparation des échantillons pour les différents essais, ainsi que les traitements thermiques et thermomécaniques appliqués à ces derniers. Les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons sont: la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (MET), la microdureté Vickers Hv, la diffraction des rayons X (DRX) et l'analyse thermique différentielle (DSC). Les principaux résultats concernant l'application de cette étude à nos alliages seront présentés au chapitre suivant.

III.2. Présentation des alliages étudiés

Dans ce travail notre choix s'est porté sur trois alliages d'aluminium Al-Mg-Si choisis de sorte que l'alliage 02 contenant le cuivre et l'excès de silicium et l'alliage 03 contenant le cuivre, afin de comparer les résultats obtenus avec l'alliage 01, pris comme alliage de référence.

Les trois alliages ont été fournis par le département de métallurgie (Université de Manchester) sous forme de tôles d'épaisseur de 3mm. Leurs compositions chimiques sont données par le (Tableau III.1).

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

Alliage	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	B
01	0.20	0.20	0.001	0.17	0.030	0.001	0.003	0.011	0.0013
02	0.21	0.62	0.10	0.17	0.030	0.001	0.003	0.010	0.0014
03	0.49	0.37	0.10	0.17	0.030	0.001	0.003	0.010	0.0012

III.3. Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués

Les échantillons des trois alliages ont été étudiés dans différents états suite à l'application de différents traitements thermiques et thermomécaniques.

III.3.1. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été effectués dans un four du type NABERTHERM. Les échantillons ont subi les traitements thermiques avec une vitesse de chauffage de 5°C/min comportant les étapes suivantes :

- Mise en solution (homogénéisation), à une température élevée (550 °C) pendant une heure.
- Trempe à l'eau froide (refroidissement rapide) afin d'obtenir à la température ambiante, une solution solide sursaturée.
- Vieilli artificiellement pendant une heure à différentes températures.

Les traitements thermiques ont été appliqués aux échantillons non déformés et déformé.



Figure III.1:Four de traitement thermique NABERTHERM.

III.3.2. Traitements thermomécaniques

Le traitement thermomécanique appliqué dans ce travail est le procédé de laminage à froid. Ce dernier très courant a pour but de diminuer l'épaisseur d'une tôle. Néanmoins, il semble probable que cette technique influe sur les propriétés du matériau.

Le procédé de laminage consiste à déformer plastiquement les tôles à l'aide de deux cylindres tournent dans des sens opposés et dont l'écartement peut être réglé afin d'obtenir l'épaisseur h d'échantillon souhaitée.

Dans cette étude, la déformation du matériau a été effectuée en utilisant un laminoir électrique 160 mm plaque + fil triphasé, équipé de deux cylindres de 90 mm de diamètre, la réduction d'épaisseur s'obtient de façon discontinue par des passes successives dans le laminoir dont l'écartement entre les cylindres diminue progressivement. L'épaisseur finale de l'alliage est de 0,15 mm.

Plusieurs taux de déformation par laminage sont mesurés (Tableau III.2). Les différents taux de réduction de l'épaisseur (ε) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{h_0 - h}{h_0} \cdot 100\% \quad (\text{III.1})$$

Où h_0 est l'épaisseur initiale de la tôle et h est l'épaisseur final de la tôle.

Tableau III.2 : Les différents taux de réduction.

Echantillons	Epaisseur (mm) Avant laminage	Epaisseur (mm) Après laminage	aux de réduction $\varepsilon\%$
1	3	2.76	8
2	2.76	2.54	15.25
3	2.54	1.93	35.48
4	1.93	1.50	50
5	1.50	1.08	64
6	1.08	0.74	75.33



Figure III.2 : Laminoir de type électrique 160 mm plaque + fil triphasé

III.4. Préparation micrographique des échantillons

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

III.4.1. Polissage des échantillons

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



Figure III.3: Polisseuse mécanique (FORCIPOL 2).

III.4.2. Attaque chimique

La microstructure de l'échantillon est mise en évidence par attaque chimique, pour nos alliages (01), (02) et (03) nous avons utilisé un réactif d'attaque approprié, dit Killer dont la composition est de:

- Acide fluorhydrique HF: 5 ml.
- Acide Chlorhydrique HCl: 9 ml.
- Acide nitrique (HNO_3): 17 ml.
- Eau distillée H_2O : 78 ml.

La durée d'attaque dans le bain marie de 10 à 30 secondes puis rincés et séchés.

III.5. Techniques expérimentales utilisées

III.5.1. La microscopie optique

Le microscope optiques permet l'observation par réflexion d'une surface parfaitement plane, obtenue par polissage mécanique et ayant subie des traitements thermiques voulus.

Nous avons utilisé le microscope optique pour suivre l'évolution microstructurale (évolution des grains) durant les traitements thermiques et thermomécaniques et la répartition des précipites des échantillons étudiées. Le microscope optique utilisé est de type EUROMEX équipé d'une caméra photographique qui permet la production

d'un grand nombre de différentes images microscopiques avec des grossissements différents (500-1000....) comme on peut l'observer par ordinateur (Figure III.4).

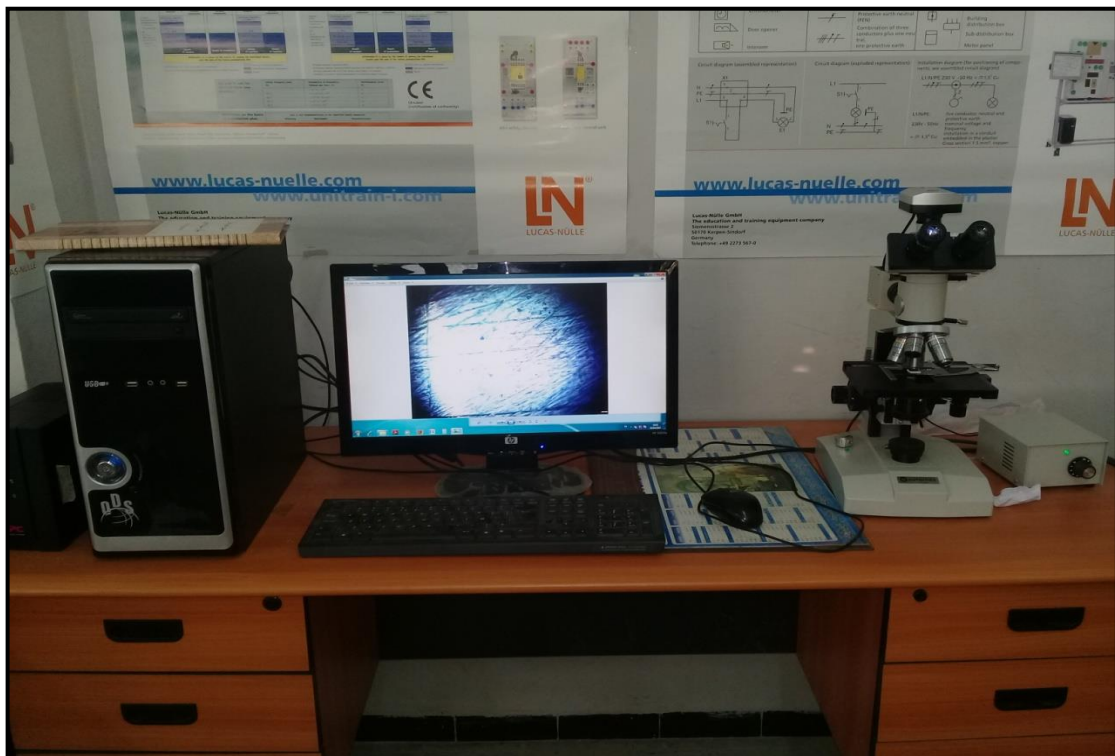


Figure III.4 : Le microscope optique de type EUROMEX.

III.5.2. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière (Figure III.5). La fonction principale de cette technique est de fournir une image en relief d'un objet balayé par un faisceau électronique. Elle est utilisée principalement pour analyser la topographie de la surface des matériaux étudiés par rapport à la microscopie optique. La MEB est caractérisé par sa résolution élevée.

Le microscope électronique à balayage employé pour ce travail est de type JEOL-JSM-6390 LV équipé d'un système d'analyse EDAX (Analysis. Energy dispersive X-ray spectroscopy) qui a permis de faire une étude qualitative et quantitative des différentes phases intermétalliques durant différents traitements thermiques qu'ont subi les alliages d'aluminium.

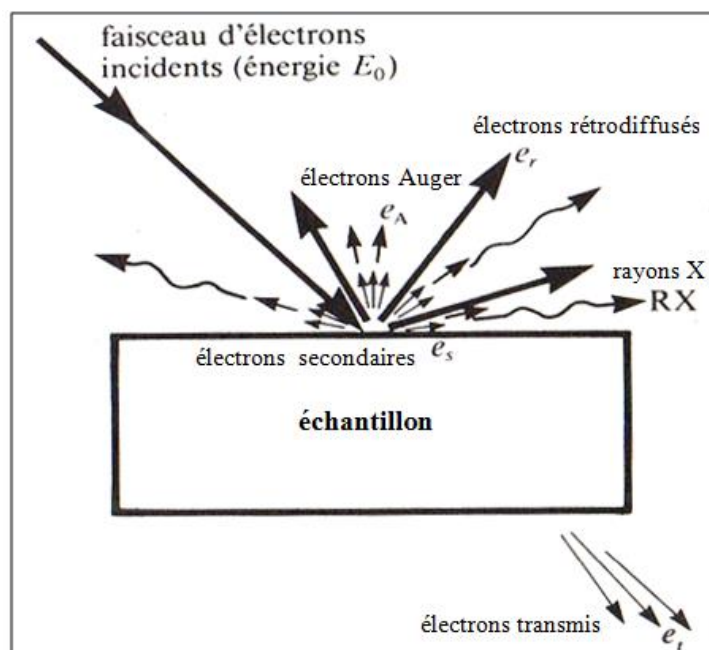


Figure III.5: Schéma d'interaction faisceau d'électrons-surface d'un échantillon.



Figure III.6: Microscope Electronique à Balayage Jeol-JSM-6360 LV.

III.5.3. La microscopie électronique à transmission (MET)

Cette technique a été utilisée pour étudier les phases précipitées en diffraction électronique et microanalyse X. 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% HNO_3 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.5.4. La calorimétrie différentielle (DSC)

La DSC est une méthode d'analyse thermique qui a pour but de mettre en évidence les transformations de phase qui affectent la microstructure des alliages, lorsque l'on fait varier leur température. Cette méthode permet de mesurer les libérations et les absorptions de flux d'énergie qui ont lieu dans un échantillon durant un cycle thermique. Ces variations de flux sont représentatives des modifications microstructurales. 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.

$$\frac{dQ}{dT} = f(T) \quad (\text{III.2})$$

La courbe DSC, est constituée par des pics exothermiques et des pics endothermiques par rapport à une ligne de base. Le pic exothermique correspondant à la formation d'une phase, précipitation ou restauration et recristallisation qui dégage de la chaleur, et le pic endothermique correspondant à la dissolution d'une phase qui absorbe de la chaleur.

Dans notre cas, nous avons utilisé un analyseur DSC SETARAM 131 (Figure III.7) 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 $5^{\circ}/\text{min}$ à un maximum de $60^{\circ}/\text{min}$. sur une gamme de température allant de 15°C à 550°C .



Figure III.7: (DSC) SETARAM 131.

III.5.5. La microdureté Vickers (Hv)

La dureté est définie comme étant la résistance qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Il existe différents essais selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur). L'essai de dureté de Vickers, qui est couramment utilisé, s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° , sous une charge F présélectionnée et une durée d'action déterminée (Figure III.9).

La dureté Vickers (HV) est alors définie par la formule suivante :

$$H_V = \frac{1,854 \cdot F}{d^2} \quad (\text{III.3})$$

Où F est la charge appliquée en (Kg) et d est la longueur de la diagonale de l'empreinte en (mm).

Dans notre étude, les mesures de la microdureté de Vickers sont réalisées sous une charge de 300 g appliquée pendant 15 secondes, à l'aide d'un microduromètre Vickers de marque "AFFRI" (Figure III.8). Pour chaque échantillon, la valeur de la microdureté correspondant représente la moyenne de cinq mesures prises sur différents grains. Il suffit de mesurer la longueur de la diagonale de la base carrée de l'empreinte pour accéder à la valeur de la dureté Vickers; on tire les valeurs de la dureté à partir de

deux longueurs d_1 et d_2 des deux diagonales et on fait la moyenne et ceci est répété pour cinq empreintes; on prend la valeur moyenne de ces mesures, laquelle sera prise comme la valeur de Hv pour le matériau étudié.



Figure III.8 : Microdureté AFFRI

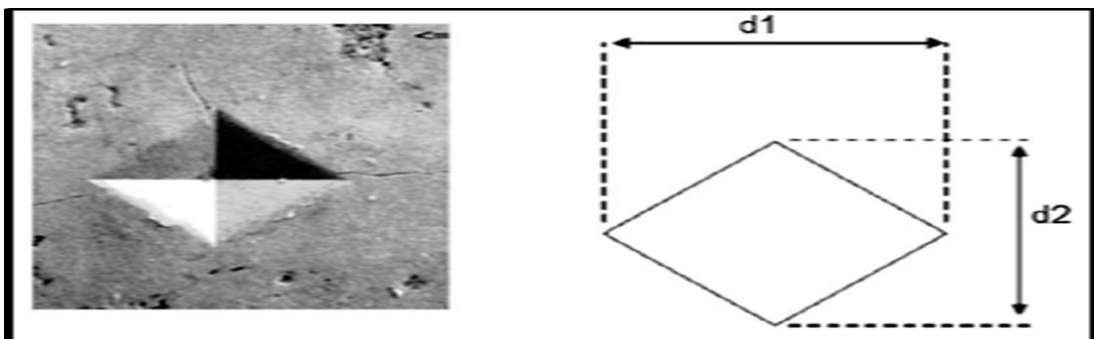
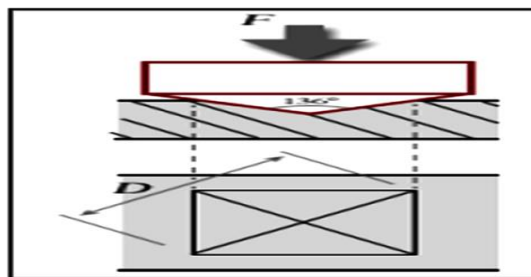


Figure (III.9) : principe de mesure de la microdureté Vickers

III.5.6. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la formation des phases cristallines et de leur évolution lors d'un tel traitement thermique ou thermomécanique. L'analyse par cette technique permet de déterminer: les distances interatomiques et l'arrangement des atomes dans les réseaux cristallins, les contraintes internes et les textures, ou encore de caractériser la surface d'un matériau. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg, la diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plans $\{hkl\}$.

La diffraction des rayons X par les cristaux doit être vérifiée la loi de Bragg:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (\text{III.4})$$

- 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.
- n est l'ordre de la diffraction.

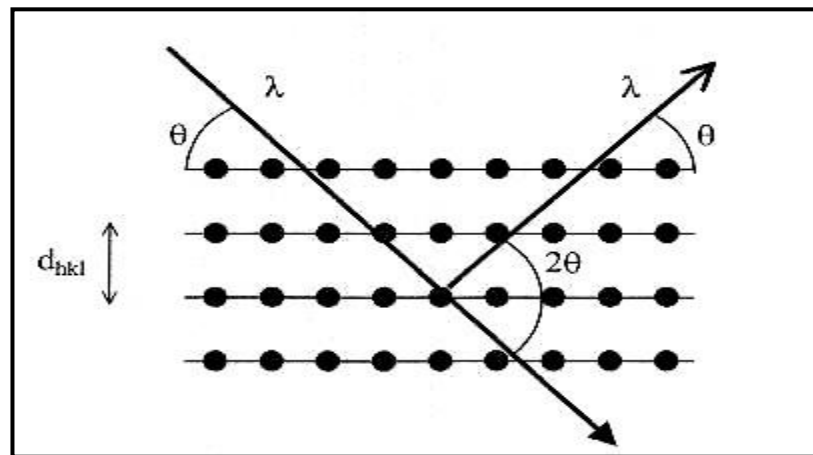


Figure III.10: Famille de plans cristallins en condition de Bragg.

Dans notre travail, l'enregistrement de nos spectres a été effectué par un diffractomètre automatisé Siemens de type ARL EQUINOX opérant en géométrie Bragg-Brentano. (Figure III.11). Les spectres de diffraction RX ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre. Le balayage a été fait entre 10° et 120° en 2θ

L'identification des phases présentes dans les spectres de DRX a été faite par l'utilisation des fiches ASTM. (Annexe 1)



Figure III.11: Diffractomètre ARL EQUINOX.

Chapitre IV

Résultats expérimentaux et interprétations

Partie A : Etude et Caractérisation des alliages sans déformation

Cette partie représentée les résultats obtenus à partir de différentes techniques expérimentales des trois alliages d'aluminium Al-Mg-Si étudiés sans déformation. Commenant par les résultats de l'analyse microstructurale obtenue par la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage, ensuite les résultats obtenus par d'autres techniques expérimentaux telles que la microscopie électronique à transmission, la micro dureté Vickers (Hv), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la diffraction des rayons.

IV_A.1. Etude micrographique par microscope optique

Les échantillons sont observés dans un premier temps, par le microscope optique. Ce dernier nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure (évolution des grains) et la répartition des précipités des échantillons étudiés durant différents traitements thermiques.

IV_A.1.1. Etat brut

Avant d'entamer l'étude de la micrographique des alliages 01, 02 et 03, il est important de caractériser l'état de réception (état brut) de nos alliages. Les microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages Al-Mg-Si étudiés à l'état de réception (état brut) sont représentées dans la figure IV_A.1. Des précipités, de taille hétérogène, répartis aléatoirement à l'intérieur des grains sont observés dans les trois alliages. La taille des grains dans les trois alliages étudiés est hétérogène et de quelques dizaines de microns. On observe aussi la présence de quelques particules qui ont une taille pouvant excéder quelque μm . Ces particules peuvent être formées durant le procédé de l'élaboration de ces alliages.

IV_A.1.2. Etat d'homogénéisation

La figure IV_A.2 présente les microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages étudiés homogénéisés pendant une heure à 550°C, La vitesse de montée de la température est de 10°C/min. Ce traitement thermique d'homogénéisation conduit à l'obtention d'une microstructure caractérisée par une

distribution des particules fines à l'intérieur des grains, de façon plus au moins homogène. Ces particules pouvant être attribuées à la formation des précipités stables à haute température tel que α -AlFeSi. Quelques grandes particules (peuvent être du type AlSiCuMgFe) qui ont été déjà observées à l'état brut restent insolubles même après ce traitement d'homogénéisation, mais avec une légère diminution de leur taille. En effet le traitement thermique à haute température entraîne la diffusion des impuretés et la migration des joints des grains, ce qui conduit à la croissance des grains, la formation et le grossissement des précipités à l'intérieur des grains. Ceci est en bon accord avec les résultats obtenus par d'autres auteurs. [30, 31, 79].

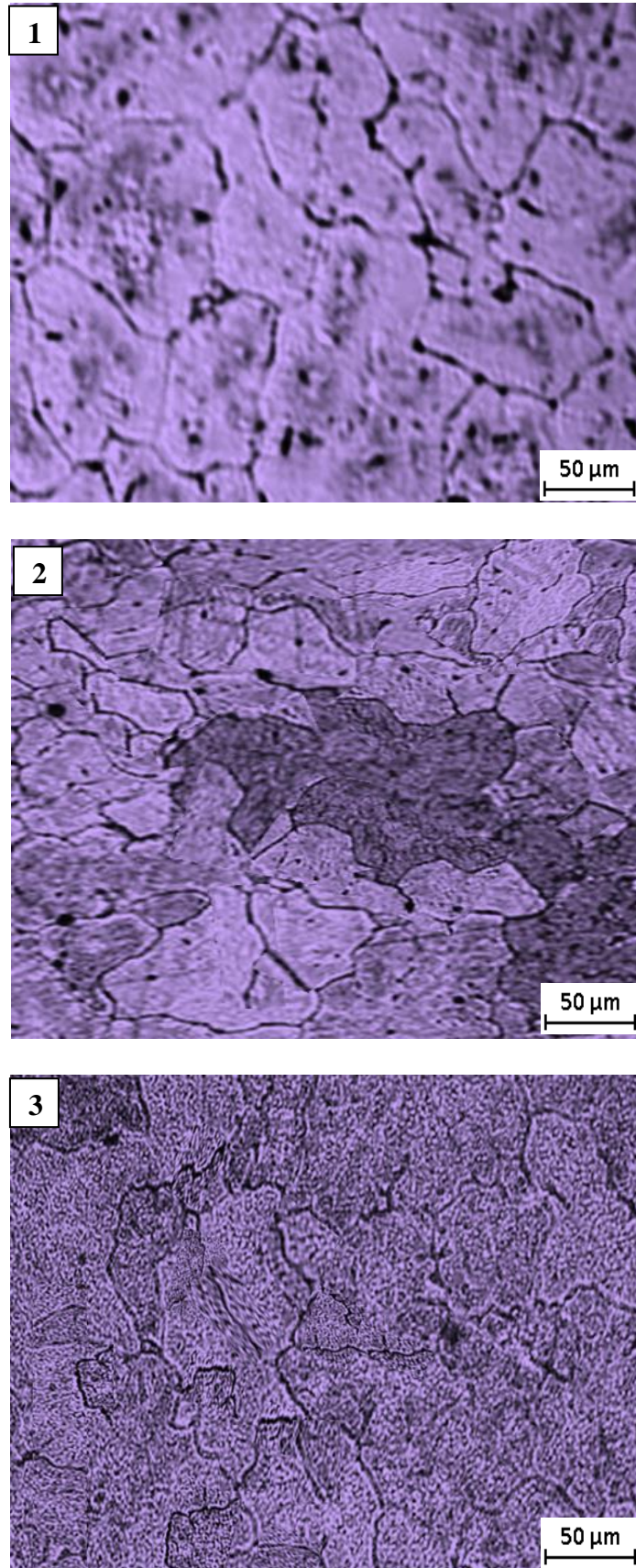


Figure IV_A.1: Microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages étudiés à l'état de réception (état brut).

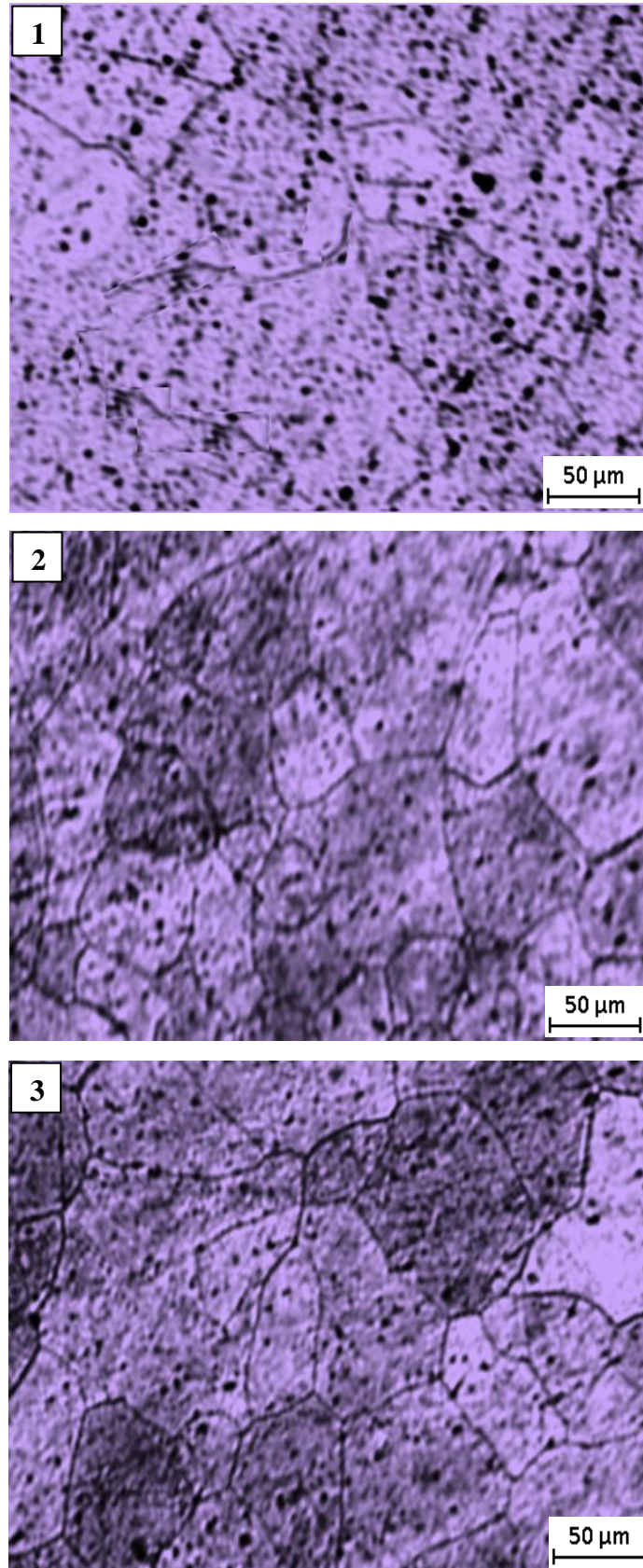


Figure IV_A.2: Microstructures obtenues par le microscope optique des trois alliages étudiés homogénéisés pendant une heure à 550°C.

IV_A.2. Etude micrographique par microscopie électronique à balayage (MEB)

Pour une étude microstructurale approfondie des échantillons des trois alliages Al-Mg-Si étudiés nécessite l'utilisation de la microscopie électronique à balayage et microscopie électronique à transmission.

Les micrographies obtenues par le microscope électronique à balayage des trois alliages Al-Mg-Si étudiés homogénéisés à 550°C pendant une heure sont représenté dans la figure IV_A.3. Il est claire d'observé la coexistence des précipités et des grandes particules de différentes tailles dispersés aléatoirement à l'intérieur des grains. On observe aussi la forme texturée dans la microstructure des trois alliages Al-Mg-Si étudiés [80], ce qui prouve que les alliages étudiés ont été déjà laminés durant le procédé de fabrication.

Les compositions chimiques des particules observés par MEB dans les trois alliages Al-Mg-Si étudiés sont obtenu par l'analyse EDX (Energy Dispersive X-ray analysis) (analyse quantitative), Figure IV_A.4- IV_A.6. On observe la différence dans les quantités des éléments d'addition come le Silicium et le Magnésium dans les trois alliages. On observe aussi que l'analyse EDX a montré l'existence d'autre élément chimique dans le cas des deux alliages (02) et (03) tel que Fe et Cu, qui sont de : dans l'alliage 2 : Fe (00,46Wt.%, 00,22At.%), Cu(00,49Wt.%, 00,20At.%) et dans l'alliage 3 : Cu(00,42Wt.%, 00,18At.%). la composition chimique du particule observée dans l' alliage 3 est du type (AlCuMgSi), connue sous le nom de la phase Q. Les différentes compositions chimiques déterminées de cette phase Q sont: (Al₅Cu₂Mg₈Si₆) [28], (Al₄CuMg₅Si₄) [81], (Al₄Cu₂Mg₈Si₇) [82], (Al₁₃Cu₂Mg₉Si₇) [55].

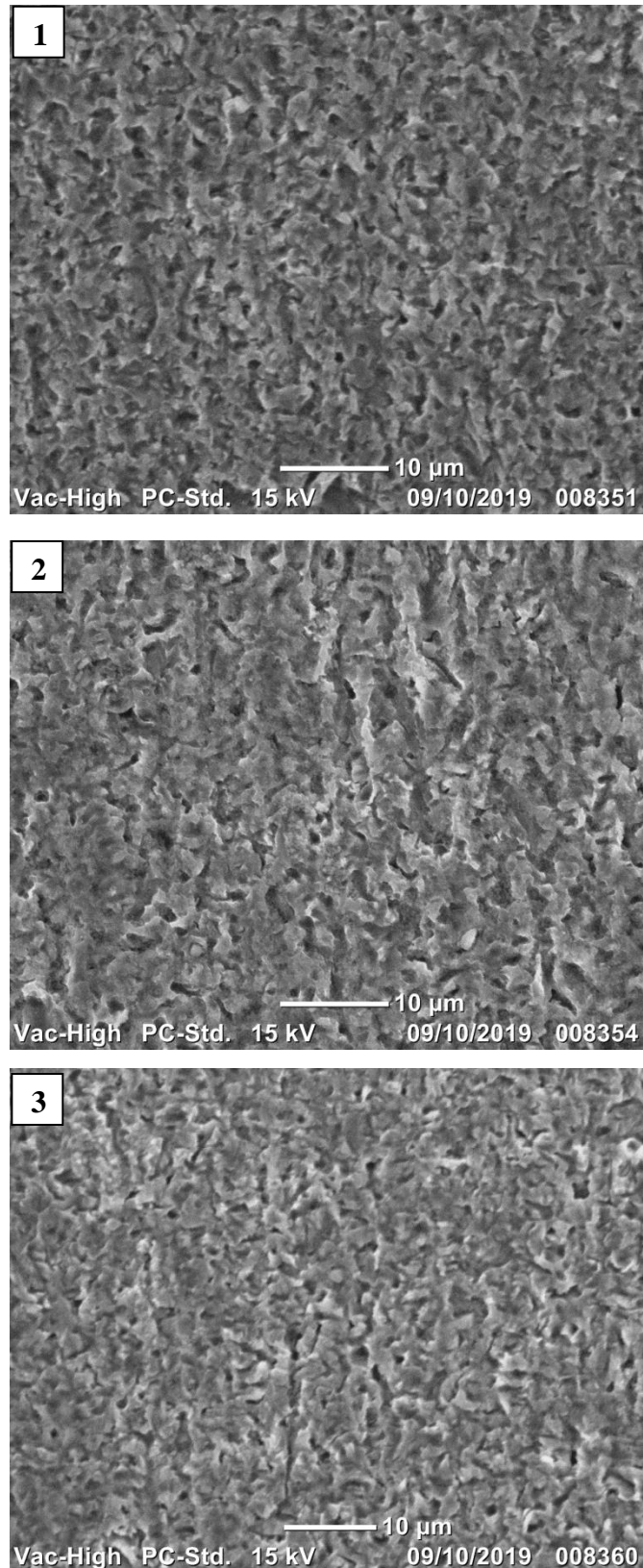
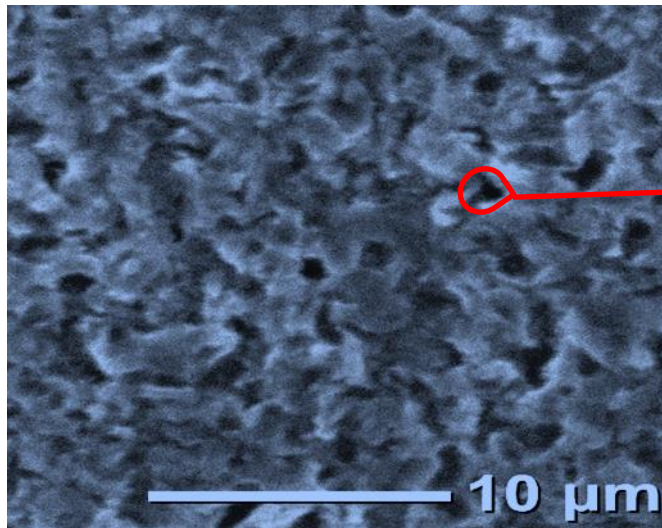
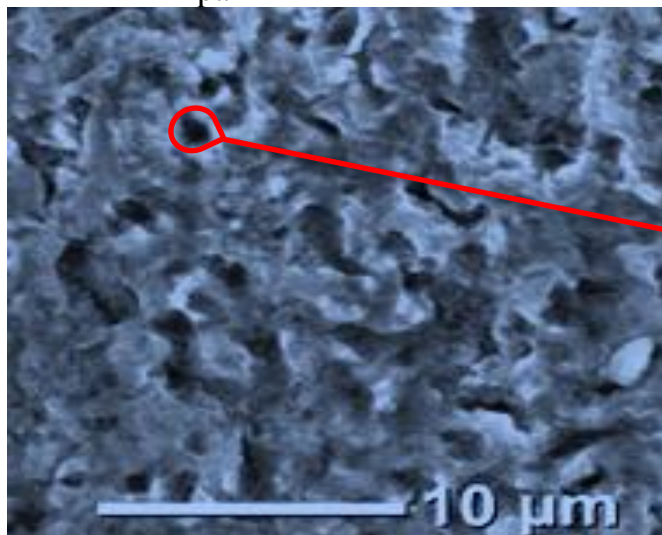


Figure IV_A.3: Micrographies obtenues par MEB des trois alliages étudiés homogénéisés pendant une heure à 550°C



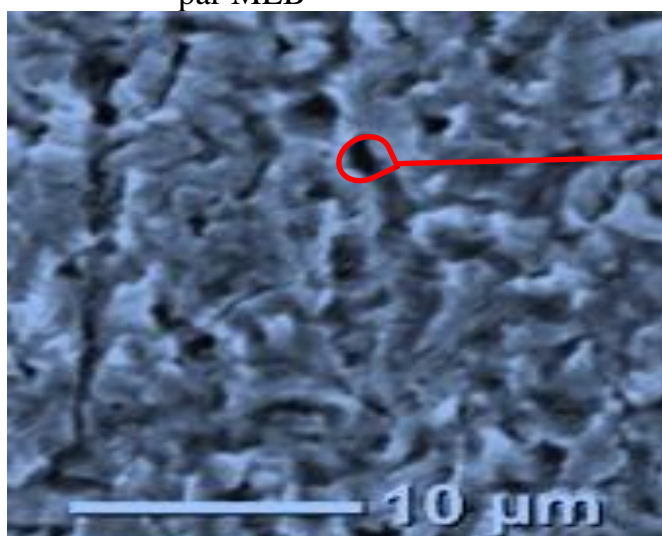
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>Mg</i>	00.68	00.75
<i>Al</i>	98.58	98.53
<i>Si</i>	00.74	00.71

Figure IV_{A.4}: Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (1) observée par MEB



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>Mg</i>	00. 58	00.64
<i>Al</i>	97.72	98.19
<i>Si</i>	00.75	00.72
<i>Fe</i>	00.46	00.22
<i>Cu</i>	00.49	00.20

Figure IV_{A.5}: Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (2) observée par MEB



<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>Mg</i>	00.64	00.71
<i>Al</i>	98.38	98.57
<i>Si</i>	00. 56	00.53
<i>Cu</i>	00.42	00.18

Figure IV_{A.6}: Analyse chimique par EDX d'une particule dans l'alliage (3) observée par MEB

IV_A.3. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La figure IV_A.7 présente la courbe de DSC de l'alliage 01 après mise en solution pendant une heure suivi d'une trempe à la température ambiante. La vitesse de chauffage est de 5°C/min. On observe six pics, trois pics exothermiques marqués (I), (III) et (V), et trois pics endothermiques marqués (II), (IV) et (VI). Les trois pics exothermiques sont situés environ aux températures 106°C (pic I), 270°C (pic III) et 430° C (pic V) et les pics endothermiques (II), (IV) et (VI) sont apparus environ aux températures 224°C, 343°C et 485°C respectivement.

Le pic exothermique (I) correspondant à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Cela confirme le résultat obtenu par Djemmal et al [83] qui ont révélé l'existence des zones G.P à 100°C. Le pic exothermique (III) est attribué à la formation des deux précipités β'' et β' . Le résultat obtenu est en bon accord avec celui obtenu par Gaber et al [84] qui confirme l'existence de la phase β'' à 285°C dans l'alliage Al – 1,12% wt.Mg₂Si – 0,35% wt.Si. Le dernier pic exothermique V correspond à la formation de la phase stable β (Mg₂Si) [84-86].

Enfin, les pics endothermiques (II), (IV) et (VI) apparaissent aux températures de 224°C, 343°C et 485°C respectivement, correspondant à la dissolution des zones GP et à la dissolution des deux phases β' et β .

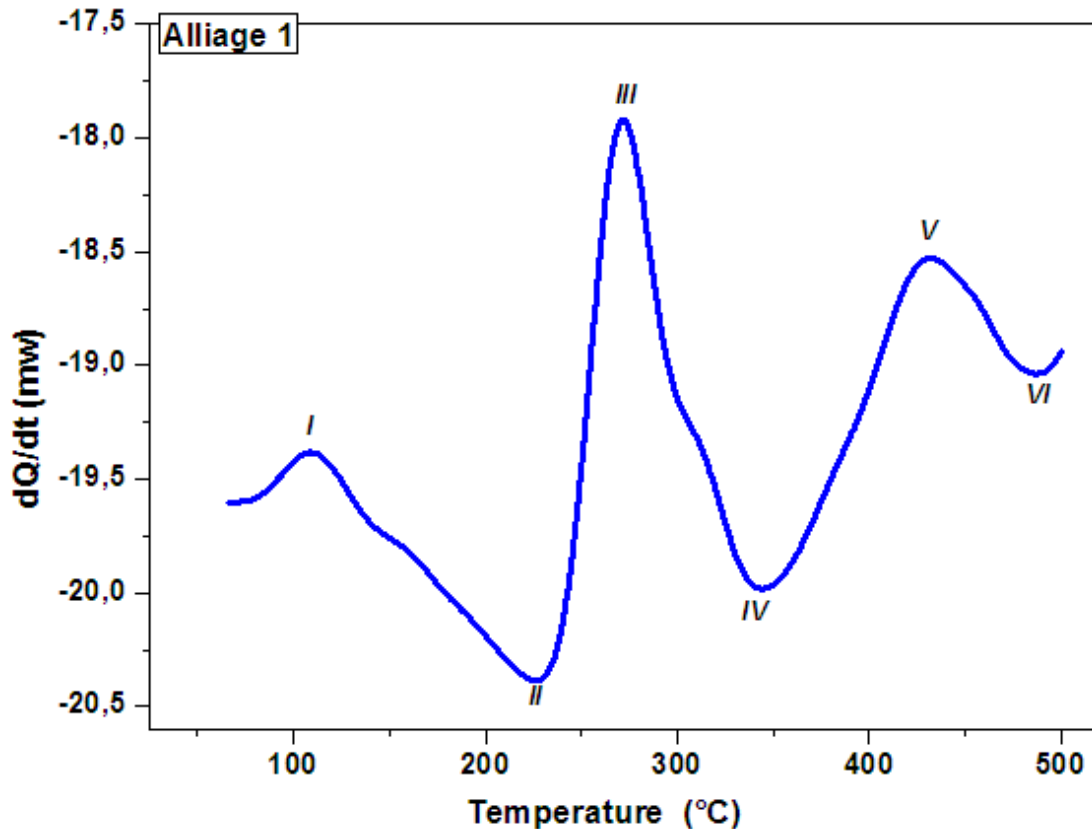


Figure IV_A.7: Courbe DSC de l'alliage 01 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min.

La figure IV_A.8 montre le thermogramme de DSC de l'alliage 02 après la mise en solution pendant une heure suivi d'une trempe à la température ambiante. Quatre pics exothermiques marqués I, III, V et VII et quatre pics endothermiques marqués II, IV, VI et VIII ont été observées.

- ✓ Le pic exothermique (I), apparue à 100°C correspond à la formation des zones GP
- ✓ Le pic exothermique (III), situé environ 260°C, est attribué à la formation de la phase durcissant β'' .
- ✓ Le pic exothermique (V), centrée à 294°C est associée à la précipitation de la phase (β') et/ ou de la phase Q'.
- ✓ Le dernier pic exothermique (VII) situé à la température 414°C est attribué à la formation de la phase stable β .

Les pics endothermiques II, IV, VI et VIII apparaissent aux températures de 212°C, 288°C, 336°C et 477°C respectivement, représentant la dissolution des zones GP et la dissolution des phases β , (β' et Q") et β respectivement.

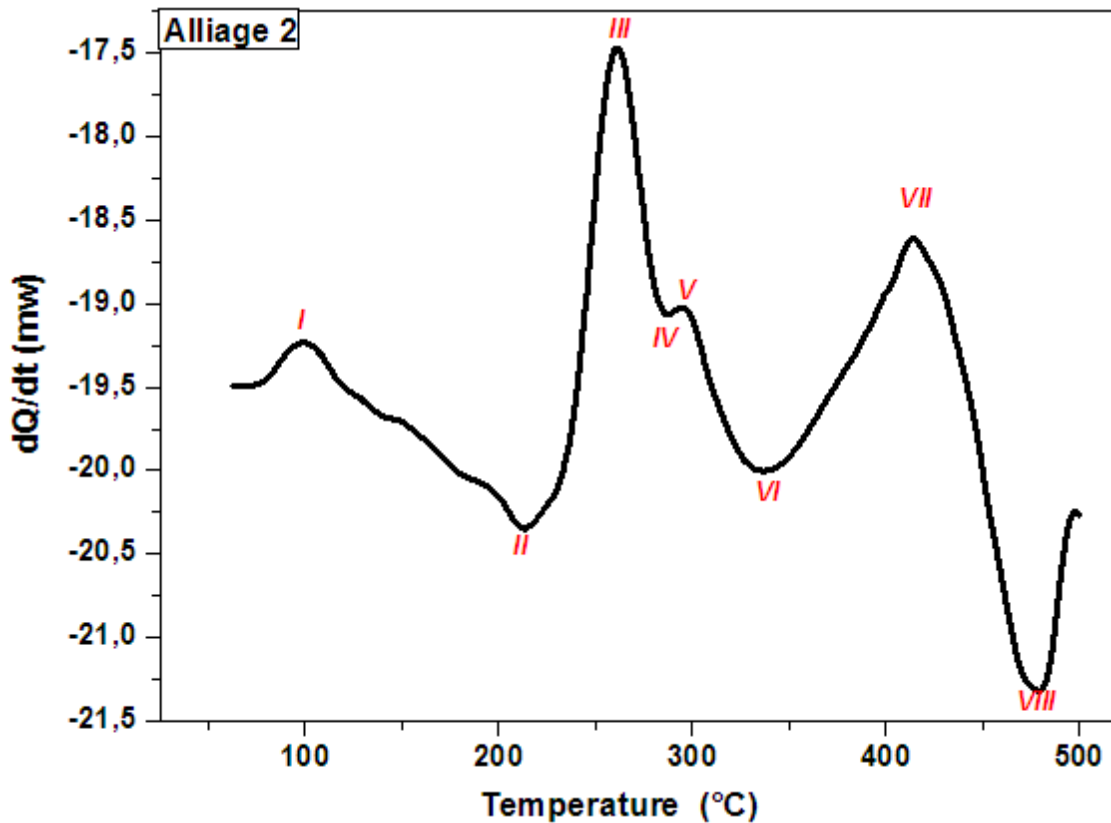


Figure IV_A.8: Courbe DSC de l'alliage 02 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min.

La courbe de DSC de l'alliage 03 après la mise en solution pendant une heure suivi d'une trempe à la température ambiante est représentée dans la figure IV_A.9. Six pics peuvent être identifiés à partir de cette courbe, trois pics (I, III et V) exothermiques et trois pics (II, IV et VI) endothermique. Les pics exothermiques sont situés aux environ 119°C (pic I), 279°C (pic III) et 459°C (pic V) et les pics endothermiques sont apparues aux environ de 172 °C (pic II), 370°C (pic IV) et 492 °C (pic VI).

Le pic exothermique I, est dû à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Le pic exothermique III est attribué à la formation de précipités β'' et β' . Ce résultat est en bon accord avec cela obtenu par Hayoune [87]. Le dernier pic exothermique V correspond à la formation de la précipité d'équilibre β (Mg_2Si) [85, 88, 41].

Les pics endothermiques (II), (IV) et (VI) peuvent être attribués à la dissolution des zones GP et à la dissolution des deux phases β' et β respectivement.

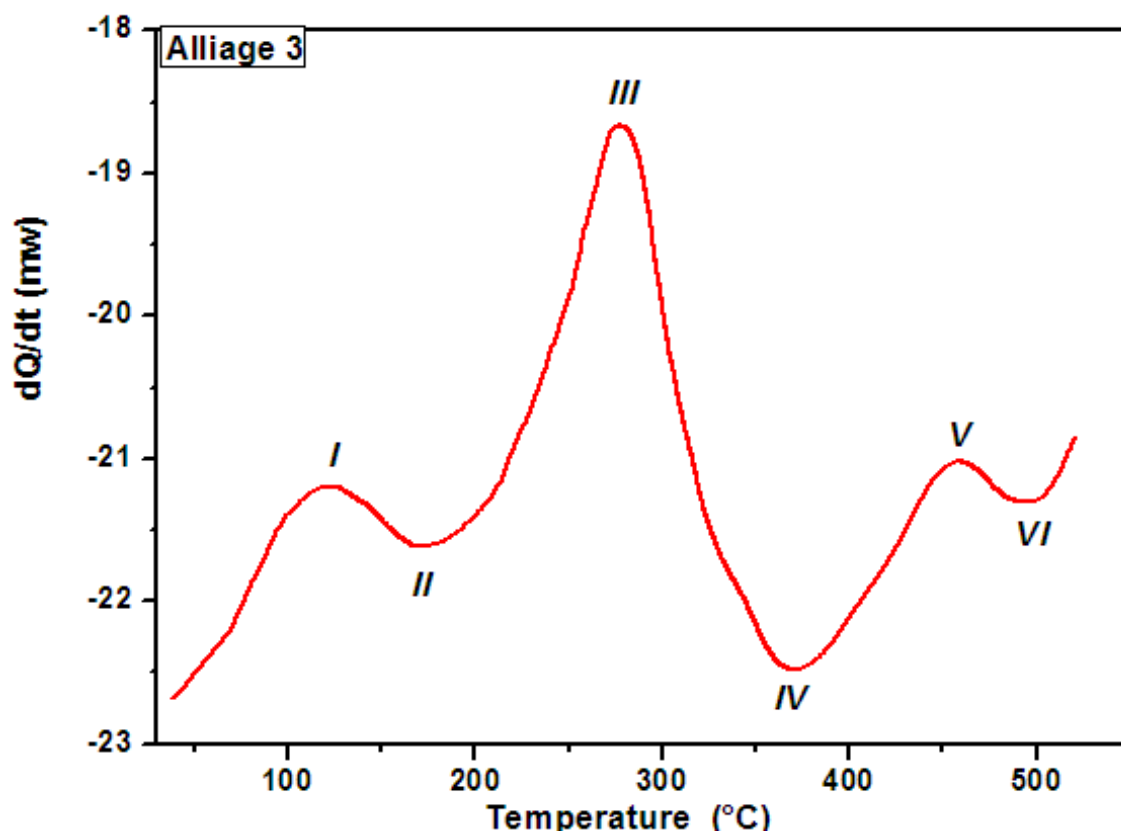


Figure IV_A.9: Courbe DSC de l'alliage 03 enregistrée avec une vitesse de 5°C/min.

La comparaison des pics de l'alliage 2 contenant l'excès de Si et une petite addition de cuivre par rapport aux pics observés dans le cas des deux alliages 1 et 3 montre qu'ils sont décalés vers les basses températures. On peut également noter que le pic correspond à la formation des deux phases β'' et β' dans le cas des deux alliages 1 et 3 est devenu deux pics dont chacun correspond à la formation de chaque phase dans le cas de l'alliage 2, Figure IV_A.10. Ces observations peuvent être liées à l'excès de silicium contenu dans l'alliage 2. En fait le silicium accélère la précipitation.

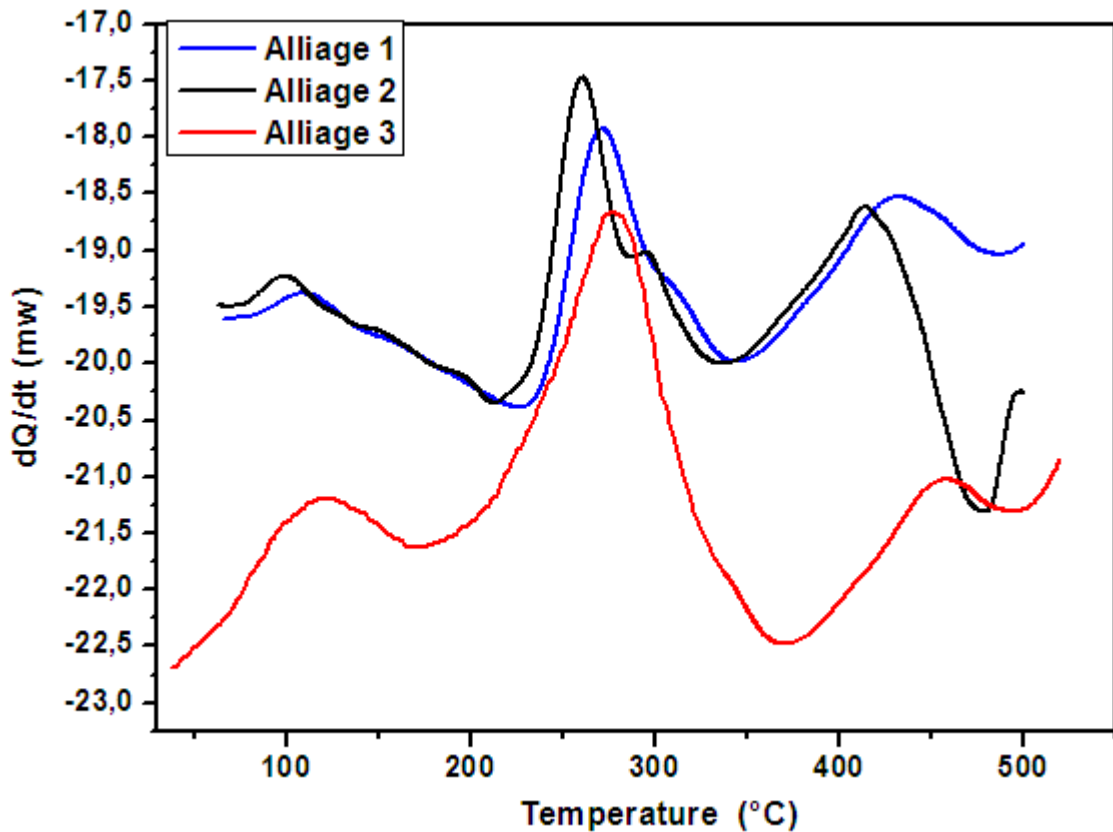


Figure IV_A.10: Courbe DSC de trois alliages enregistrée avec une vitesse de 5°C/min.

IV_A.4. Caractérisation par microscopie électronique à transmission

Pour savoir plus sur les réactions de précipitation, concernant les pics observés dans la courbe de DSC de l'alliage 02 (Figure IV_A.8), des caractérisations par le microscope électronique à transmission ont été effectuées sur des échantillons de l'alliage 02 vieillies artificiellement pendant une heure aux températures 250°C, 290°C et 400°C, juste au-dessus des pics correspondants aux trois phases β'' , β' et β respectivement. Les images du MET sont obtenues avec un faisceau d'électrons suivant la direction de la matrice $\langle 100 \rangle$.

Pour l'échantillon vieilli artificiellement pendant une heure à 250°C (juste au-dessus du pic de DSC III) Figure IV_A.11. A première vue, des précipités sous forme d'aiguille se développant dans la direction $[100]$ de la matrice aluminium ont été observés, ce résultat confirme que le pic III de DSC correspond au précipité durcissant β'' .

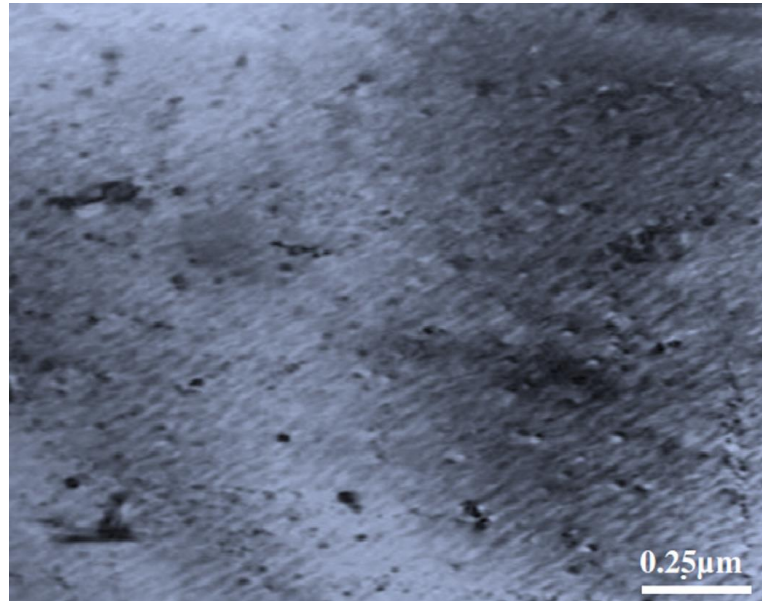


Figure IV_A.11: Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β'' .

La figure IV_A.12 montre la microstructure d'un échantillon vieilli artificiellement pendant une heure à 290°C (juste au-dessus du pic de DSC V). Certains précipités sous forme de bâtonnets de différents diamètres ont été observés le long d'une direction [100] de la matrice d'aluminium. La forme de bâtonnets était due à la précipitation de la phase β'

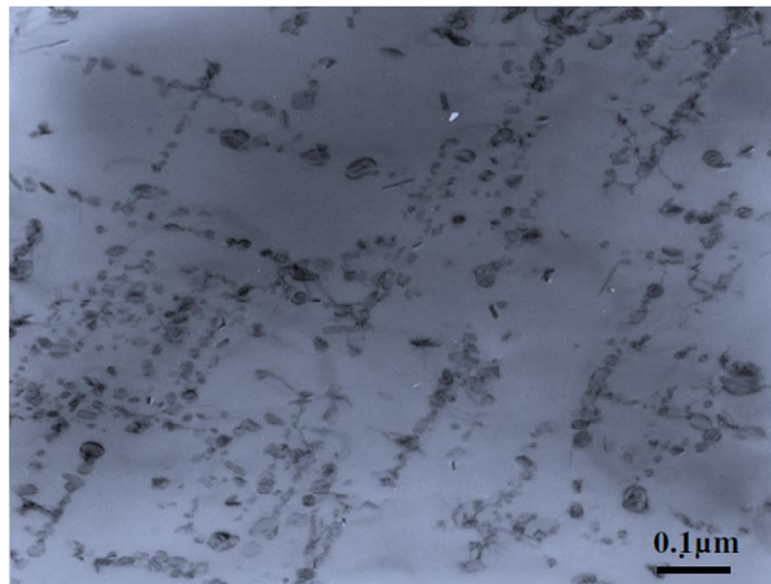


Figure IV_A.12: Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β' .

La microstructure d'un échantillon vieilli artificiellement pendant une heure à 400°C (pic VII) a également été examinée. Des grosses particules de différentes morphologies et quelques gros bâtonnets ont été observés, Figure IV IV_A.13. Ces observations suggèrent que le pic de DSC IV correspond à la précipitation de la phase d'équilibre β (Mg_2Si).

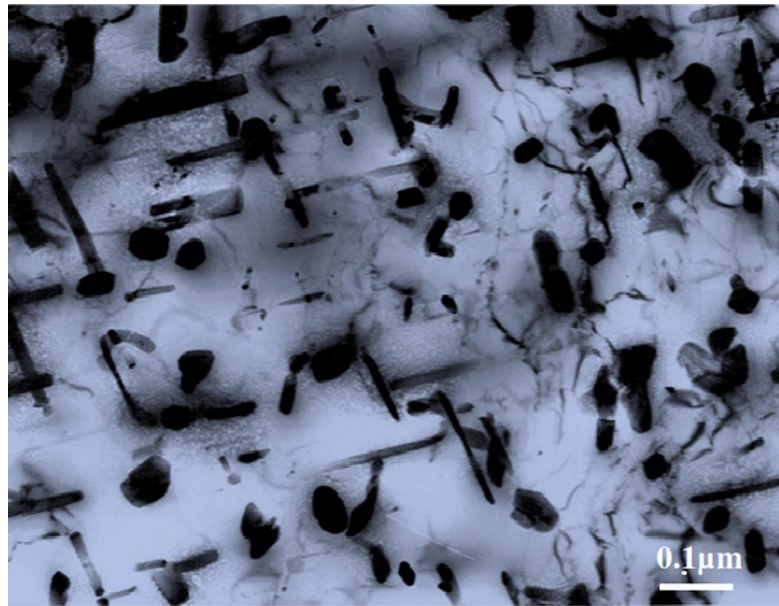


Figure IV_A.13: Micrographie obtenue par MET de l'alliage 02 montrant la présence de la phase β .

IV_A.5. Microdureté

La Figure IV_A.14 présente la variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement artificiel des trois alliages Al-Mg-Si étudiés. Cette dernière montre clairement l'effet des éléments d'addition tels que Cu et Si sur la microdureté. L'addition du cuivre dans l'alliage 3 et l'addition du cuivre et de l'excès de silicium dans l'alliage 2 s'accompagne d'une augmentation importante de la microdureté. Cette augmentation peut être attribuée à l'effet d'affinement des grains provoqué par Cu. [84, 89]. La valeur maximale de la microdureté est obtenue à la température de 275°C dans le cas des deux alliages (1 et 3), mais dans le cas de l'alliage 2 contenant le cuivre et l'excès de silicium est obtenu à 250°C, et par le fait le silicium accélère la précipitation [84, 89].

Si l'on compare les résultats de la microdureté avec les résultats de DSC on peut en déduire que :

- ✓ le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' (les températures correspond à la formation de la phase β'' dans les alliages 1, 2 et 3 sont 270°C, 260°C et 279°C respectivement).
- ✓ Les pics correspondent à la formation : des zones GP, la phase durcissant β'' , la phase β' et la phase stable β observé dans les courbes de DSC sont aussi observé par l'analyse de la microdureté.

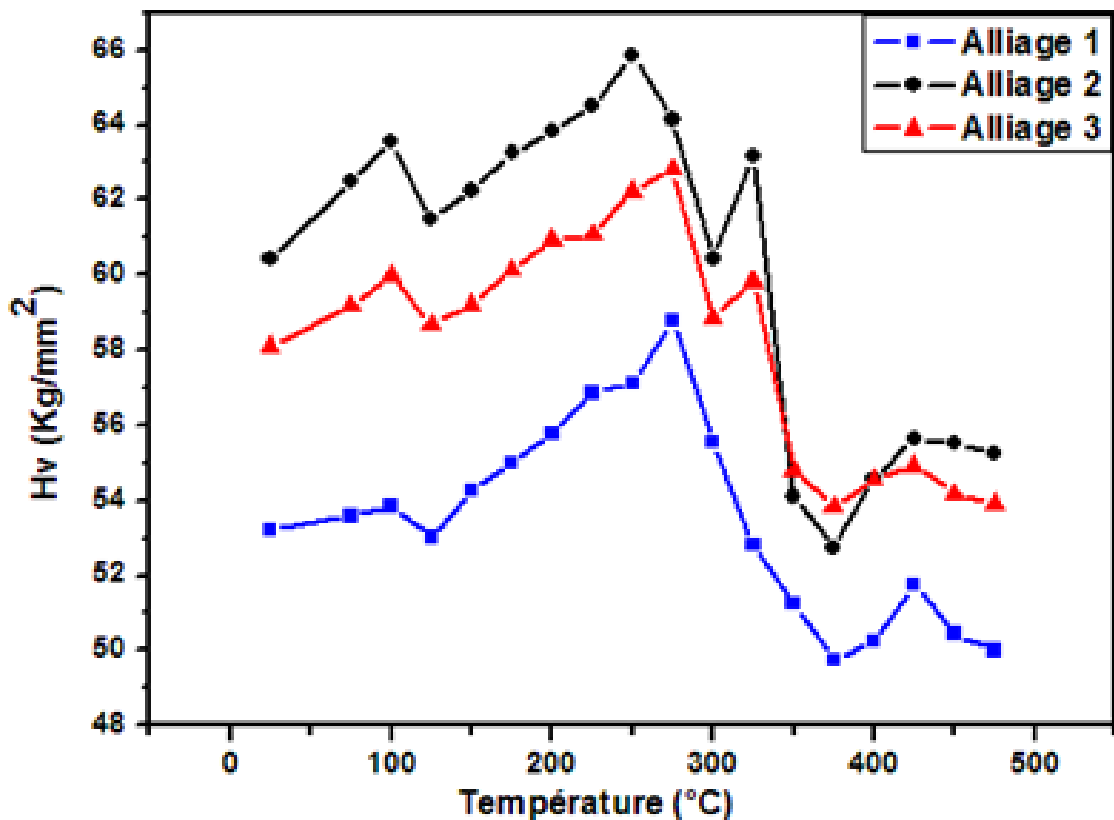


Figure IV_A.14: Variation de la microdureté en fonction de la température.

IV_A.6. Diffraction des rayons X

L'une des méthodes les plus importantes et efficaces utilisées pour la détermination de la structure cristalline consiste à utiliser la technique de diffraction des rayons X (DRX). Presque tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autres des méthodes de caractérisation par rayons X.

La figure IV_A.15 présente les spectres de diffraction des rayons X des trois alliages étudiés à l'état de réception. Selon les fiches ASTM, les pics de diffraction enregistrés correspondent à la structure C.F.C de la matrice α -aluminium. Le pic le plus intense est le pic (111) de l'aluminium pur.

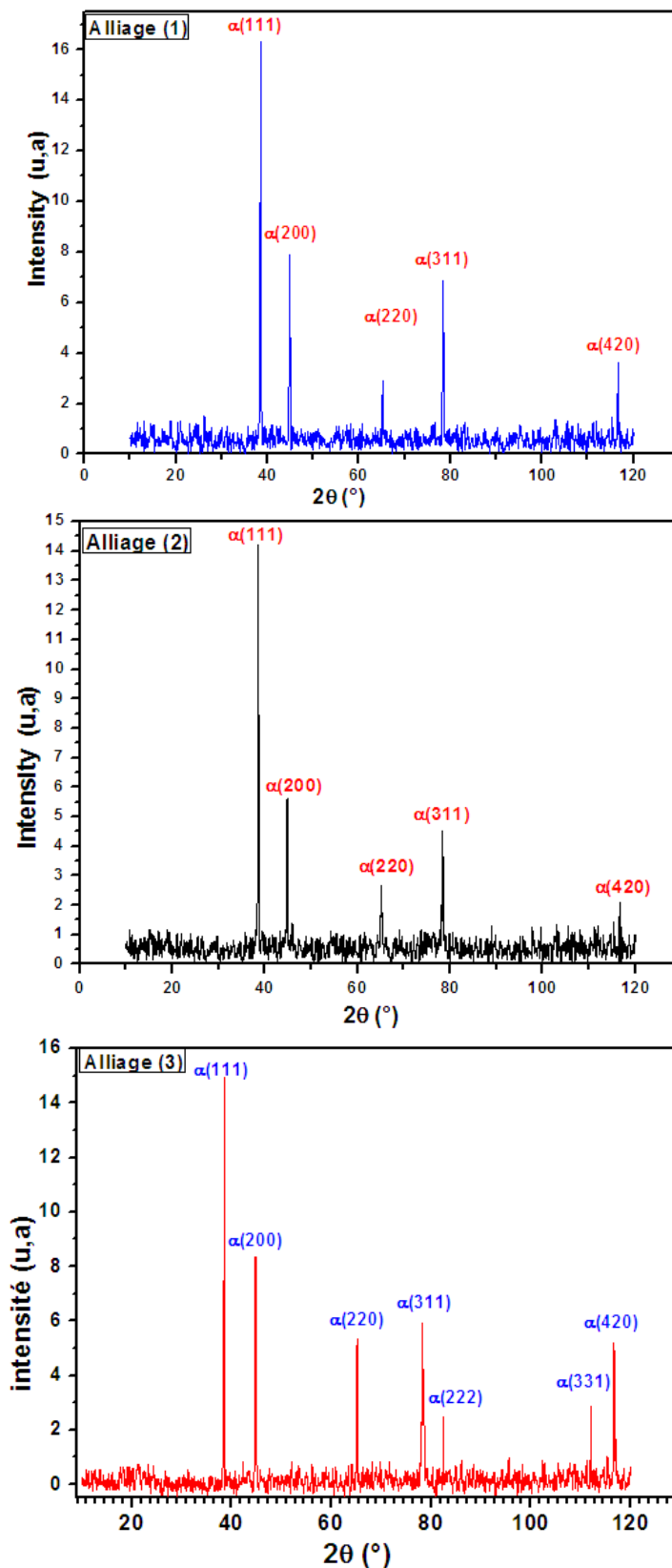


Figure IV_A.15: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01, 02 et 03 à l'état de réception

Les mêmes pics sont également observés dans le cas des trois alliages étudiés homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, figure IV_A.16. Cependant en remarque, l'apparition de certaines raies de faibles intensités, cela veut dire qu'il y a une variation du paramètre de réseau de la maille de la matrice α -aluminium dû à la présence des éléments d'additions. La présence de ces raies montre la précipitation des phases dans les alliages étudiés. Le tableau IV.1 indique les pics résultant des éléments d'addition.

Tableau IV_A.1 : illustration des pics résultant des éléments d'addition.

2θ	Phases	Références
17.20	α -AlFeSi	[52]
27.76	β' (Al ₃ Mg ₂)	[90, 91]
47.16	β'' (Mg ₅ Si ₆)	[90, 91]
112.06	α - AlFeMnSi	[52, 91]

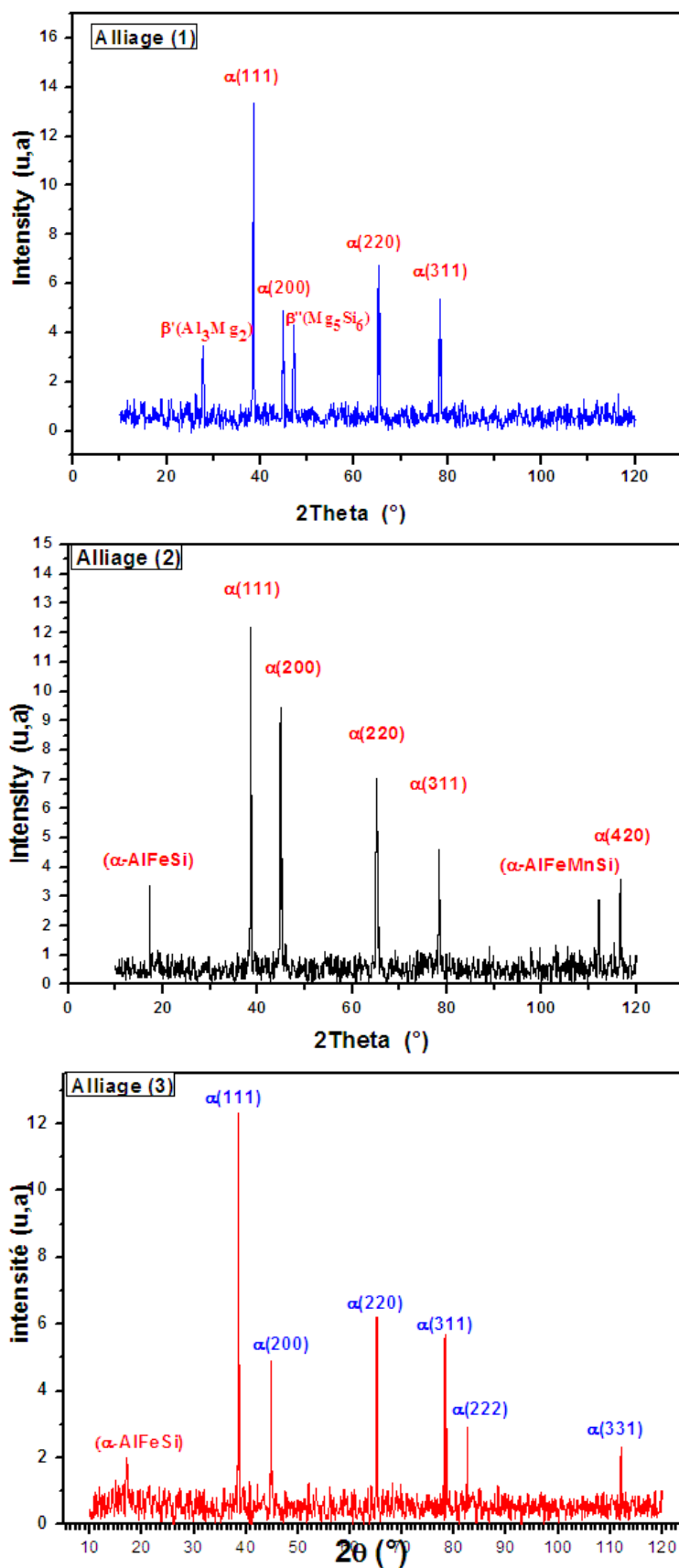


Figure IV_A.15 Spectre de diffraction des rayons X des alliages 01,02 et 03 homogénéisés à 550°C pendant une heure

Partie B : Etude et Caractérisation de l'alliage 3 laminé à froid

Cette partie représentée les résultats obtenus à partir de différentes techniques expérimentales de l'alliage 3 qui a été laminés à froid jusqu'à une réduction d'épaisseur de 75,33 % après cinq passes de réduction successives. Commenant par les résultats de l'analyse microstructurale obtenue par la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage, ensuite les résultats obtenus par d'autres techniques expérimentaux telles que la micro dureté Vickers (Hv), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la diffraction des rayons.

IV_B.1. Etude micrographique par microscope optique et par microscopie (MEB)

La figure IV_B. 1 montre les microstructures obtenues par le microscope optique de l'alliage 3 laminé à froid avec différentes taux de réductions d'épaisseur (8%, 15, 25%, 35, 48%, 64% et 75, 33%). Les grains sont allongés dans le sens du laminage pour toutes les réductions d'épaisseur de l'alliage, résultant de la pression des cylindres sur les échantillons d'alliages laminés. Dans quelques zones, les microstructures ont également montré quelques grande et insolubles particules qui sont formées durant l'élaboration de l'alliage étudié, devenant progressivement visibles, c'est-à-dire graduellement des taux de déformation mineurs aux taux de déformation majeurs le long de la direction de laminage. On note aussi que quelque grandes particules observées le long de la direction de laminage semblent être cassés pendant la déformation à froid. Ce résultat est en bon accord avec les résultats obtenus par Wang et al. [92].

Les micrographies obtenues par le microscope électronique à balayage des échantillons de l'alliage 3 laminés à froid avec différentes taux de réductions d'épaisseur (8%, 15, 25%, 35, 48%, 64% et 75, 33%) sont présentées dans la figure IV_B. 1. On observe la présence des précipités et des grandes particules dispersés à l'intérieur des grains, ces dernières s'agrandissant peu à peu avec l'augmentation du taux de déformation, cesi est dû à la forte difusion des impuretés dans les dislocations engendrées par les déformations, responsables de la croissance et la coalescence des précipités . On observe aussi une microstructure texturé, ce qui explique que les échantillons ont déjà subi un laminage.

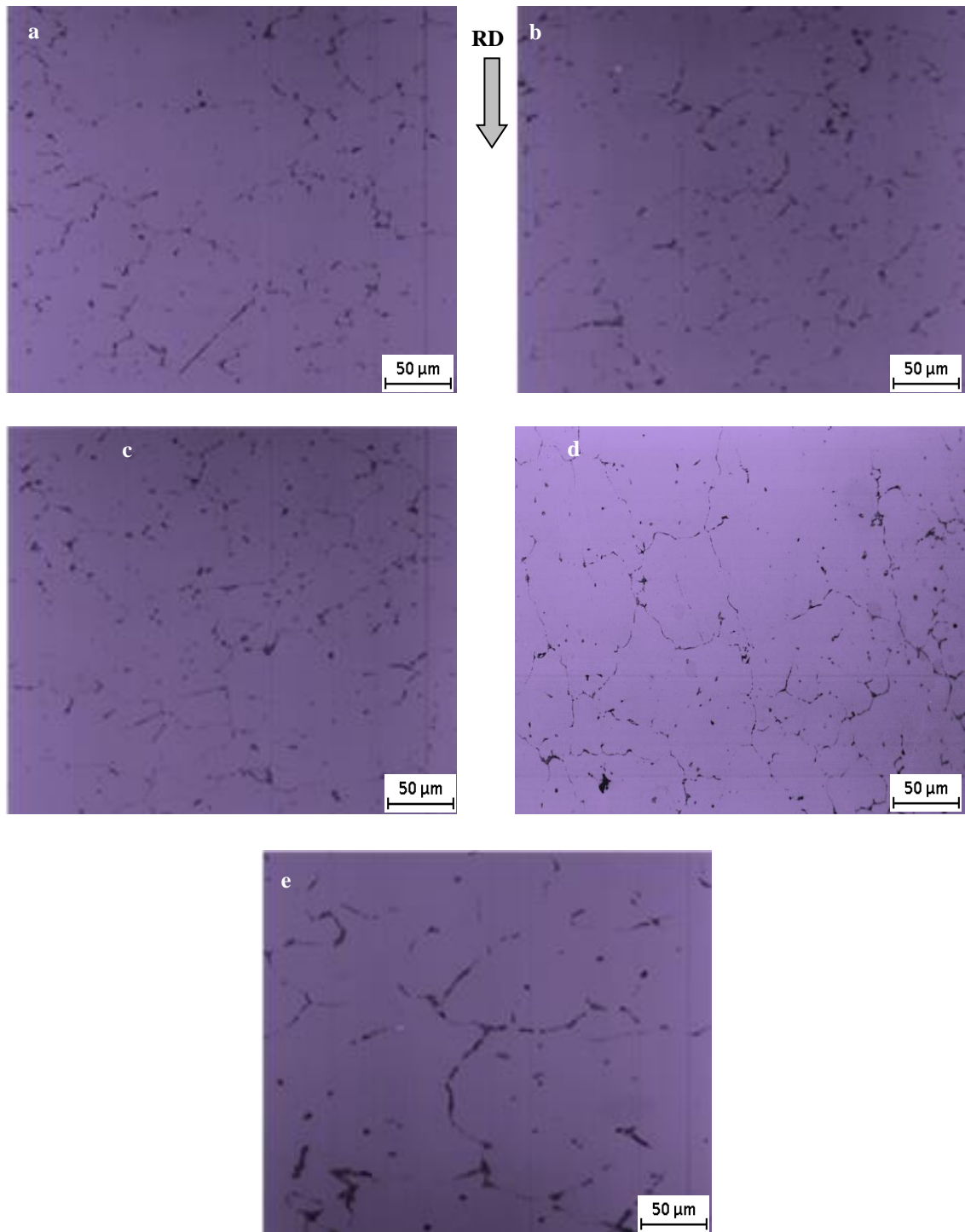


Figure IV_B.1: Microstructures obtenues par le microscope optique de l'alliage 3 laminés à froid avec différents taux déformation : (a) 8%; (b) 15, 25 %; (c) 35, 48%; (d) 64%; (e) 75, 33%;

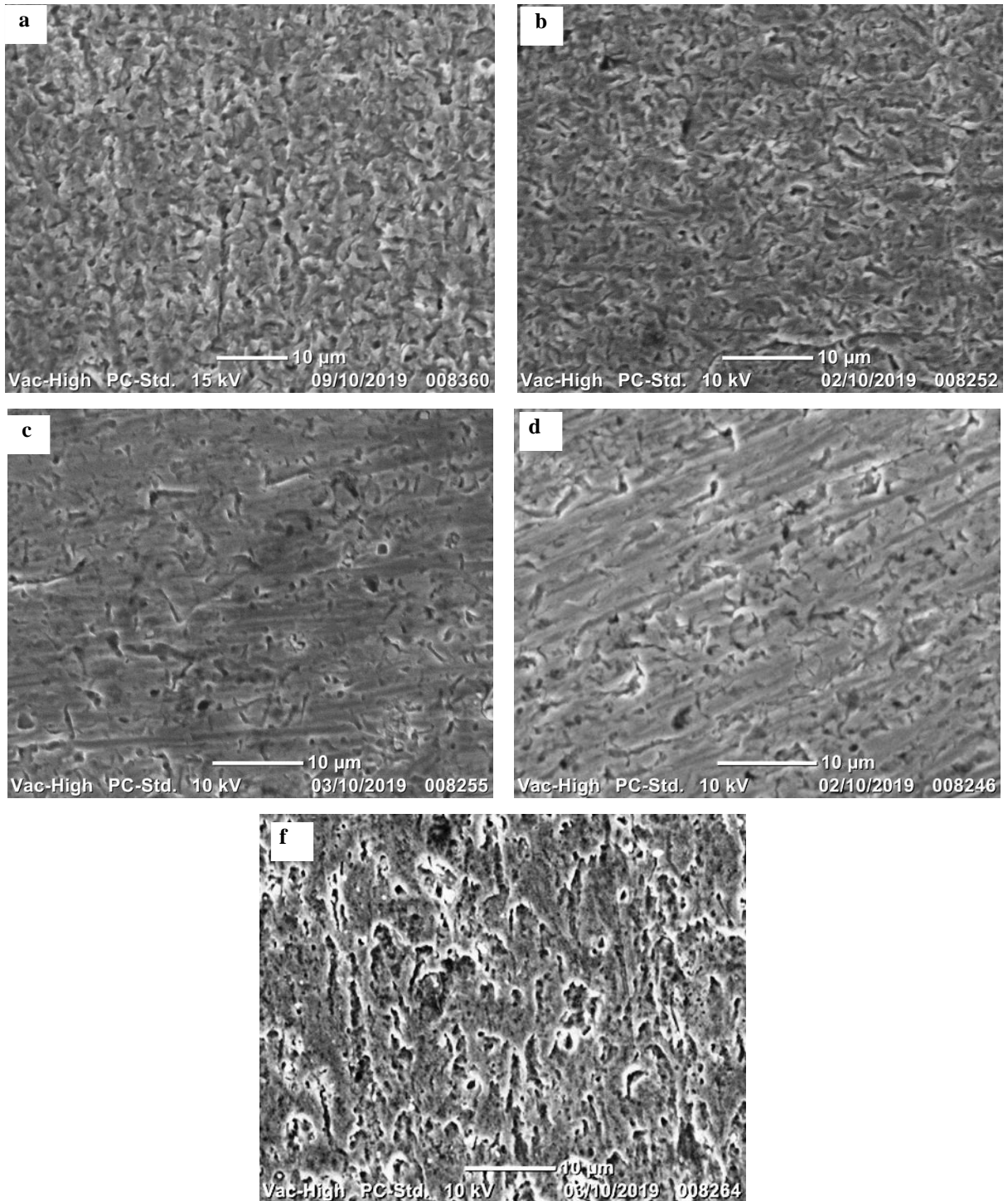


Figure IV_{B.2}: Microstructures obtenues par MEB de l'alliage 3 laminés à froid avec différents taux de déformation : (a) 8%; (b) 15, 25 %; (c) 35, 48%; (d) 64%; (e) 75, 33%;

IV_{B.2}. Microdureté

La figure IV_{B.3} présente la variation de la microdureté en fonction de taux de déformation par laminage à froid de l'alliage 3. On observe une augmentation de la microdureté avec l'augmentation du taux de déformation. Une augmentation de la dureté des valeurs initiales de 52 HV à la dureté maximale de 80, 05 HV a été observée, la dureté maximale a été obtenue à 75, 33% de déformation.

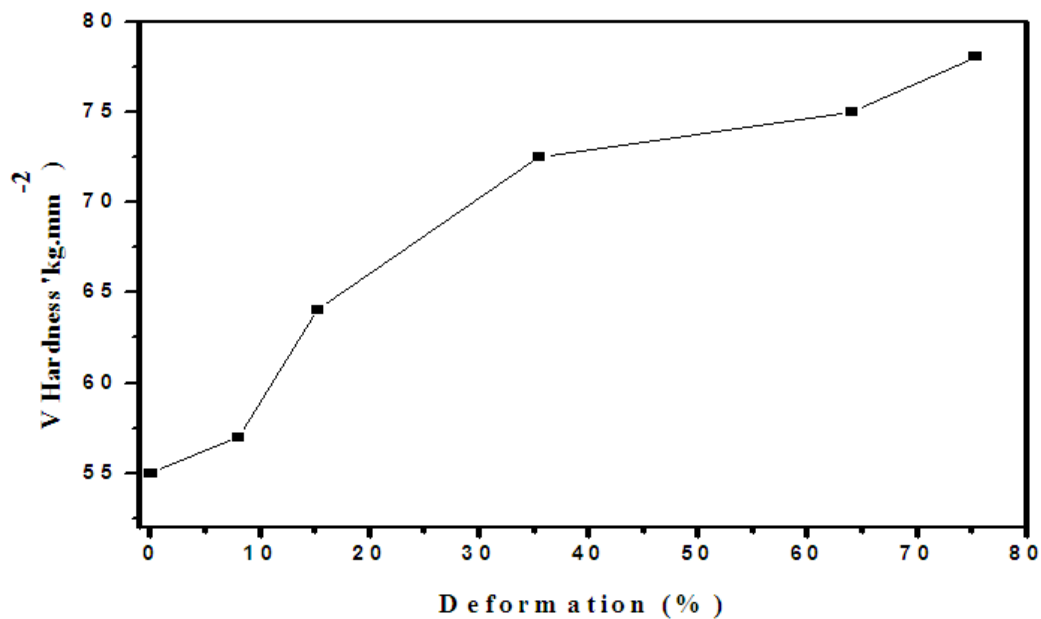


Figure IV_{B.3}: Variation de la microdureté en fonction de taux de déformation.

La figure IV_{B.4} montre les résultats obtenus de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C de l'alliage 3 laminé à froid avec différentes réductions d'épaisseur (8%, 35,48% et 75,33%). Les courbes montrent que la microdureté augmente avec l'augmentation du taux de déformation. La microdureté augmente progressivement et atteint une valeur maximale (Hvmax) puis diminue progressivement. On voit également que le maximum de microdureté est décalé vers le temps de vieillissement faible dans le cas où l'alliage est plus déformé (75,33%). En effet, les déformations accélèrent la formation de précipités.

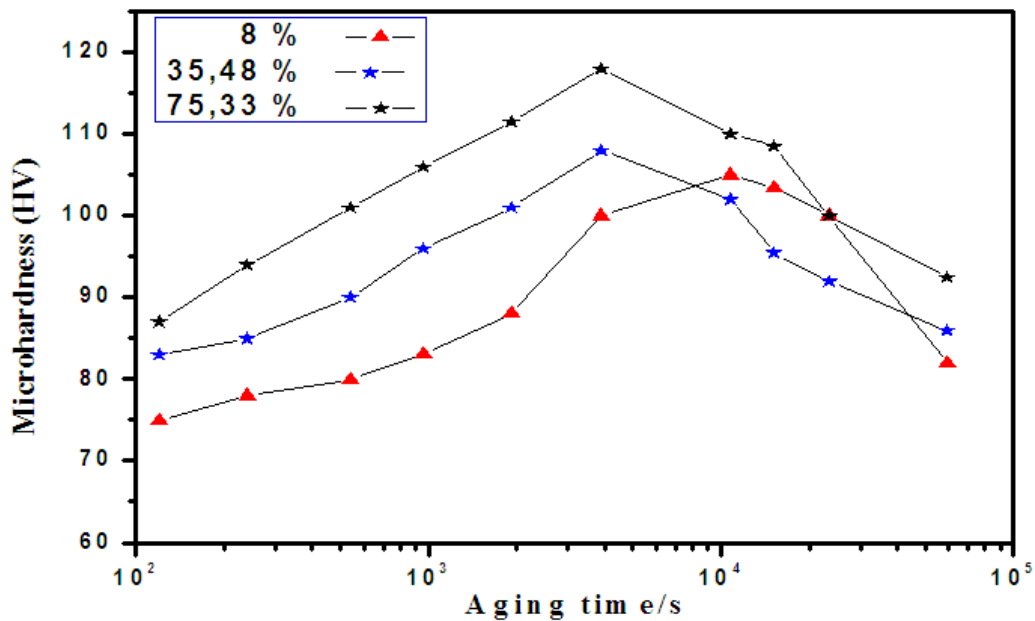


Figure IV_B.4: Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C

IV_B.3. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La figure IV_B.5 montre la courbe DSC de l'alliage laminé à froid par une réduction de 50% de l'épaisseur obtenue avec une vitesse de chauffe 5°C / min. Quatre réactions exothermiques marquées I, II, III et IV et quatre endothermiques marquées (a), (b), (c) et (d) ont été observées.

- ✓ Le pic exothermique I, centré à 81°C correspond à la formation des zones GP.
- ✓ Le pic exothermique II, centré vers 240°C, est attribué à la formation du précipité renforçant β".
- ✓ La réaction exothermique (pic III), centrée près de 339°C est attribuée à la formation de la phase β'.
- ✓ Le pic exothermique IV, centré près de 447°C est dû à la formation de la phase d'équilibre β.

Les pics endothermiques (a), (b), (c) et (d) apparaissent respectivement à 180°C, 304°C, 382°C et 483°C, représentant la dissolution des zones GP, β", β' et β respectivement.

Ainsi, la décomposition de la solution solide sursaturée de l'alliage étudié laminé à froid par une réduction de 50% de l'épaisseur peut s'écrire selon la séquence de précipitation suivante:

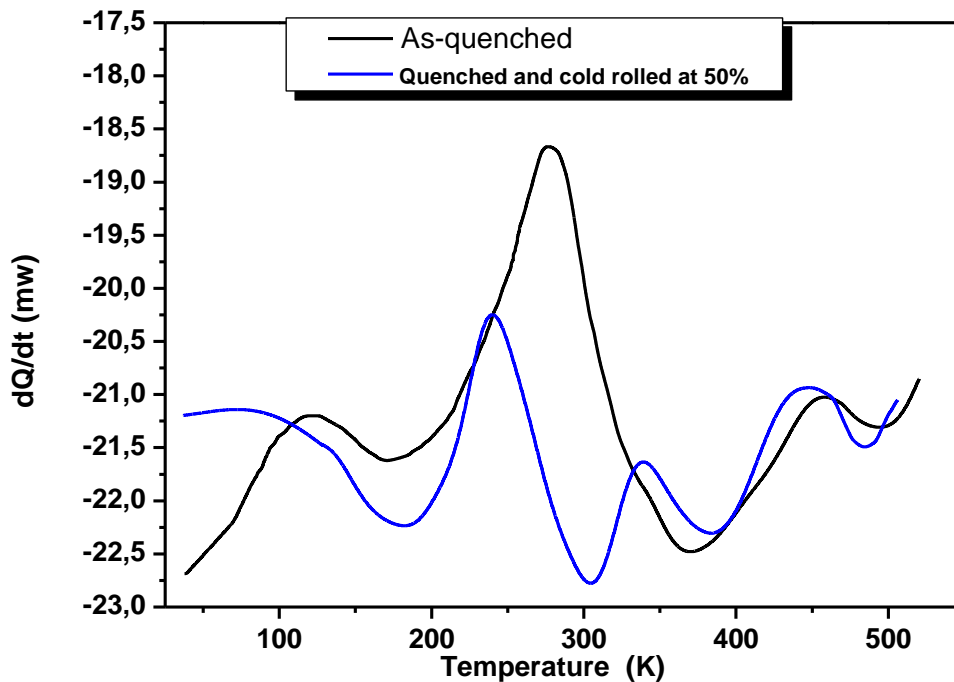


Figure IV_{B.5} Courbe DSC enregistrée avec une vitesse de 5°C/min pour l'alliage laminés à froid jusqu'à une réduction d'épaisseur de 50 %.

La comparaison des pics de réaction de l'alliage 03 à l'état initial (non déformé) avec les pics de réaction observés dans l'alliage laminé à froid de 50% montre qu'ils sont déplacés vers les basses températures. On peut également noter que le pic correspond à la formation des deux phases β'' et β' dans le cas de l'alliage à l'état initial (non déformé) devenu deux pics, le premier pic dû à la formation de β' et le deuxième pic correspondent à la formation de la phase β' , Figure IV_{B.5}. Ces observations peuvent être liées à la présence de dislocations générées par la déformation plastique lors du laminage à froid. Ces dislocations, présentes en grand nombre, constituent des sites privilégiés la germination et la croissance des phases, ce qui accélère la cinétique de leur précipitation [93, 94].

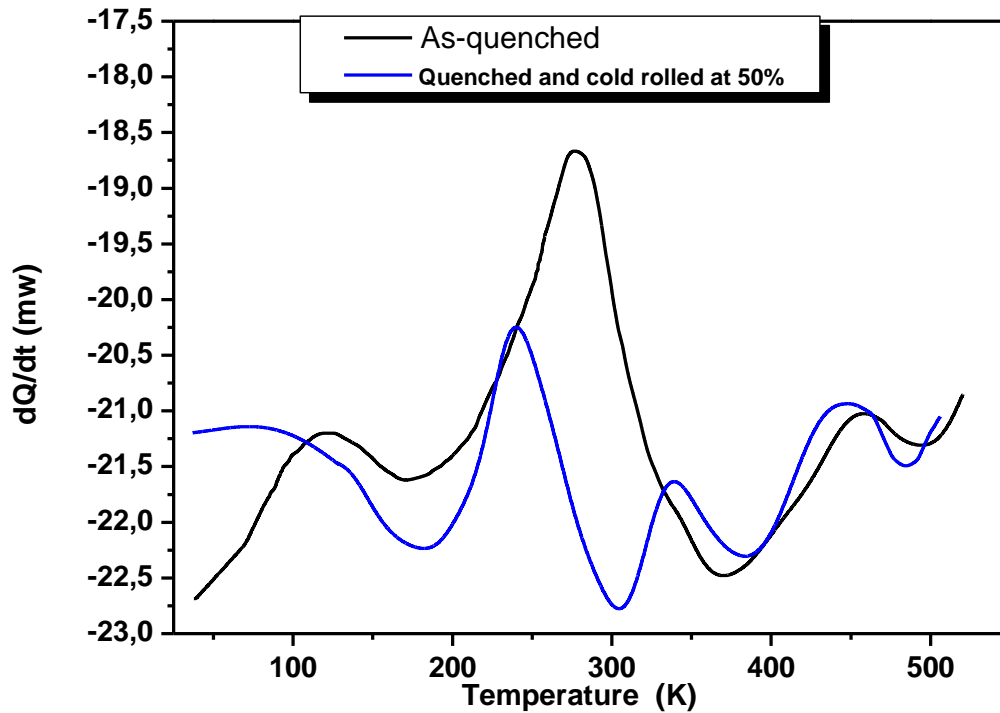


Figure IV_{B.5} DSC scan at a heating rate of 05°C/min for alloy cold-rolled by 50% reduction in thickness

IV_{B.4}. Diffraction des rayons X

Le Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de l'alliage laminé à froid avec un taux de déformation de 50% est représenté dans la figure IV_{B.7}. On Note également que les cas de diffraction n'ont pas changé après le processus de laminage de l'alliage. Ce résultat a été obtenu par Wang et al [92] qui ont étudié un alliage d'aluminium laminé 5052 AA, et par Menasria et Chaabani qui ont étudié un alliage d'aluminium de la série 6000, laminé à froid [95].

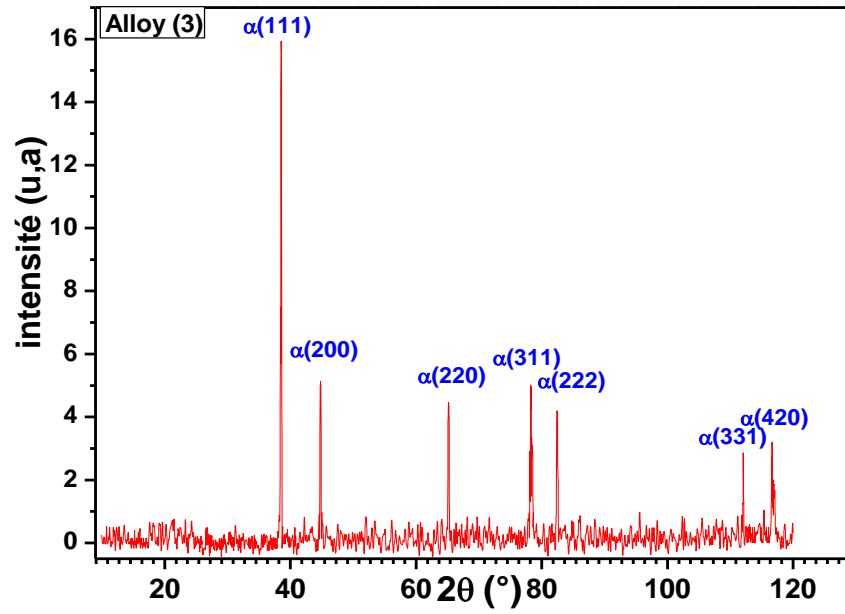


Figure IV_B.6: Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage 03 laminé à froid avec un taux de déformation de 50%.

Conclusion général

Conclusion générale

Conclusion générale

Le travail réalisé dans le cadre de la préparation de cette thèse porte sur l'étude de l'influence des traitements thermiques et thermomécaniques sur les propriétés des alliages de la série 6000 contenant différents teneurs des éléments d'additions. Cette étude se décompose en deux parties

La première partie du projet consistait à étudier la précipitation dans trois alliages Al-Mg-Si avec et sans Cu et excès de Si en utilisant la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), la microscopie électronique à transmission (MET), la mesure de dureté Vickers et la diffraction des rayons X. Les principaux résultats issus de cette étude comparative sont les suivantes :

➤ L'analyse des courbes DSC a révélé que l'excès de Si accélère la précipitation et que l'alliage contenant un excès de Si et une petite addition de cuivre a une dureté supérieure à celle de l'alliage libre (sans excès de Si et Cu) dans les mêmes conditions de traitement thermique.

➤ Le temps de maintien suffisant pour la formation de la phase β'' a été estimé à 6 heures pour l'alliage vieilli à 100°C et 10 heures pour l'alliage vieilli à 180°C.

➤ L'alliage Al-Mg-Si à faible teneur en cuivre donne lieu à la formation d'une distribution plus fine des précipités β (Mg_2Si) ce qui augmente la dureté de l'alliage.

➤ Afin d'en savoir plus sur les réactions de précipitation concernant les pics sur la courbe DSC, des observations ont été faites en microscopie électronique à transmission sur des échantillons recuits à des températures (250°C, 290°C et 400°C) juste au-dessus des pics correspondants des trois phases β'' , β' et β respectivement.

Dans la deuxième partie de notre travail, nous avons étudié l'effet du laminage à froid sur l'évolution microstructurale et la séquence de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si qui a été laminé à froid jusqu'à une réduction d'épaisseur de 75,33 % après cinq passes de réduction successives et cela en utilisant la microscopie optique et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Les résultats ont révélé les conclusions suivantes :

➤ Les distributions de grains sont allongées le long de la direction de laminage.

Conclusion générale

➤ Nous avons également remarqué que les grandes insolubles particules provenant durant l'élaboration de l'alliage sont devenues plus visibles après les processus de laminage.

➤ Les dislocations générées par la déformation plastique lors du laminage à froid constituent des sites préférentiels pour la germination et la croissance des phases, ce qui accélère la cinétique de précipitation.

Références

Références

- [1] N.N. Greenwood, A. Earnshaw, Chemistry of the Elements, 2ème édition Elsevier, 2012
- [2] L.F. Mondolfo; Aluminium Alloys: Structures and Properties, Butterworth; 1st edition, London, (1976).
- [3] M. Colombié, Matériaux métalliques - 2ème édition, Dunod, 2008.
- [4] M.Colombié, Coll, Matériaux industriels, Matériaux Métallique, DUNOD, Paris 2000.
- [5] <https://ft.univ.tlemcen.dz/assets/uploads/pdf/departement/gc/partie2/aluminium.pdf>
- [6] D. Albert, M. Bonin, G. Gardès, D. Robert, C. Vargel; Matériaux Métalliques; Michel Colombié et coll. 2eme edition Dunod, Paris(2008).
- [7] H. Belghi, H. Farh, T. Ziar, M. Zdani, M. Guemini, Arch. Metall. Mater. 63 (2018), 1643-1648
- [8] H. Farh, T. Ziar, H. Belghit, M. Khechba, A. Noua, F. Serradj, Defect and Diffusion Forum, 397 (2019), pp 51-58 20-28.
- [9] H. Farh, R. Guemini, F. Serradj, K. Djemmal, Turk.J.of Phy(35), (2010), p116-122.
- [10] I. Grinberg, L'aluminium. Un Si léger métal, Découvertes Gallimard, 2003.
- [11] S. Yamina, Thèse doctorat, Université d'Annaba, Algérie, (2017).
- [12] A. Debih, Thèse doctorat, Université de Setif1, Algérie, (2018).
- [13] R. Develay, Données numériques sur l'aluminium non allié. Les Techniques de l'ingénieur. M443.
- [14] D. Maisonnette, Thèse doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2010).
- [15] R.Develay., Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés M 440. Vol2, 1992, Techniques de l'ingénieur.
- [16] Myriam Nicolas, Thèse doctorat, GRENOBLE, (2002).
- [17] V. Castelhana. Etude des différentes techniques induisant le durcissement des alliages d'aluminium les plus courants, en particulier évolution des microstructures et des propriétés mécaniques. Conservatoire National Des Arts et Métiers. Centre Régional de Champagne-Ardenne. (2001).
- [18] R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Techniques de l'ingénieur M 1290 (1986).
- [19] P. Dubost and B.Sainfort, Techniques de l'Ingénieur, M240 (1991).
- [20] I. Lakhtine. Métallographie et traitements thermiques des métaux, 2^{eme} édition revue. Edition Mir. Moscou,(1986), p 367 - 386.
- [21] N. Radutoiu, Thèse doctorat, Institut National polytechnique de Toulouse, (2013).
- [22] A.I.Morley, M.W.Zandbergen, A.Cerezo, G.D.W.Smith, Materials Science Forum., 519-521, (2006), p 543.
- [23] <https://ceal-aluquebec.com/alliage-et-application/Aluminum Design Manual 2015 par The Aluminum Association p.IV-17 à IV19>
- [24] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II,Masson et c^{ie} éditeurs. (1971), p 71.
- [25] G.B. Burger, A.K. Gupta, P.W. JeIrey, D.J. Lloyd, Materials Characterization, 35(1995)23-39.

Références

- [26] O. Engler, J.Hirsch, *Materials science and engineering*, A336 (2002)249-262.
- [27] C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen, H.W. Zandbergen, *Acta Mater.*49 (2001) 321-328.
- [28] D. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin, *Prog. in Mater. Sci.*, Vol. 49(2004) 389– 410.
- [29] G. Kow Quainoo, PhD Thesis, the University of Saskatchewan Saskatoon (2004).
- [30] W.F.Miao, D.E.Laughlin, *Journal of Materials Science Letters.*, vol.19, (2000), p 201.
- [31] H. Farh, Thèse doctorat, Université d'Oum el bouaghi, Algérie, (2012).
- [32] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambili, 2ème édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne ,(1995).
- [33] M. Murayama, K. Hono, D.E. Laughin,*Met. Mater Trans*, (2001) 32 (A), 239-246.
- [34] D.J. Chakrabarti, Y. Peng, D.E. Laughlin, *Mater. Sci. Forum*, (2002) 396-402, 857-862.
- [35] P.M. Derlet, S.J. Andersen, C.D. Marioara, A. Froseth, *J. Phys. Condensed Matter*, (2002) 14, 4011-4024.
- [36] V. Laaksonen, D. W.talanquer; *Ann. Rev. Phys. Chim* 46, (1995), p 489.
- [37] E. Hornbgen, *Rev. Phys. New-york*, (1969), p 309.
- [38] Y. Ohmori, L.C. Doan, Y. Matsuda, S. Kobayashi, K. Naki, *Mater. Trans*, (2001) 42(12), 2476-2583.
- [39] A. Azizi, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie, (2012).
- [40] F. Serradj, H. Farh, B. Belfarhi, *Defect and Diffusion Forum*, 397(2019) 51-58
- [41] Y.Aouabdia, A.Boubertakh, and S.Hamamda, *Mater Lett* .64(3) (2010)., 353–356,
- [42] W. F. Miao et D. E. Laughlin, *Met. Mater. Trans.*, Vol., 31(A), (2000), p 361.
- [43] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop et M. J. Couper, *Acta Mater.*,Vol. 46, (1998), p 3893.
- [44] H. Nemour, Thèse doctorat, Université d'Annaba, Algérie, (2017).
- [45] B. Dubost, P. Sainfort. Durcissement par précipitation des alliages d'Aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M240-M242, 1991, Techniques de l'ingénieur.
- [46] S. Esmaili, X. Wang, D. J. Lloyd et W. J. Poole, *Métal. Mater. Trans.*, 34A, (2003), p 751.
- [47] J.P. Lynch, L.M. Brown, M.H. Jacobs, *Acta Metall.* **39**, (1982), p 1389.
- [48] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, *Matre. Sci. Engi. A*, 390, (2005), p 127.
- [49] A. F. Gaber, N. Afify, A. Gadalla and A. Mossad; *High temperatures high pressures*; 31 (1999), p 613.
- [50] C. Cayron, P. A. Buffat, *Acta. Mate*, (2000) 48, 2639-2653.
- [51] C. Ravic, C. Wolverton, *Acta Materialia*, 52(14) (2004) p. 4213 - 4227.
- [52] T. Abid, Thèse Doctorat, Université Constantine 1, Algérie, (2014).
- [53] A. K. Gupta, A. K. Jean, M. C. Chaturvedi, *Scripta Metall.*, 221, 369-371, (1988).
- [54] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh, K. Djemmal, *Ann. Chim.Sci. Mat.*, Volume 35, N° 1, (2010), p 59.
- [55] C.Wolverton, *Acta Materialia*, vol.49, (2001), p 3129.
- [56] S. Esmaili, J. Lloyd, *Materials Science Forum*, 519-521, (2006), p 169.
- [57] S. Esmaili et J. Lloyd, *Scripta Mater*, 50, (2004), p 155.

Références

- [58] T. Epicier, V. Massardier, P. Merle, *Inst. Phys. Conf. Ser.*, 6, (1999), p 161.
- [59] A. Gaber, A. Mossad Ali, K. Matsuda, T. Kawabata, T. Yamazaki, S. Ikeno, *Journal of Alloys and Compounds.*, 432, (2007), p 149.
- [60] J. Man, L. Jing, S.G. Jie. *Journal of alloys and compounds*, 437, (2007), p 146.
- [61] S.M. Hirth, G.J. Marshall, S.A. Court et D.J. Lloyd, *Mater. Sci. Eng., A*, 319-321, (2001), p 452.
- [62] B. Jaoul, *Etude de la plasticité et application aux métaux*, ParisTech, (2008).
- [63] P.G. Schewmon, *Transformations in metals*, McGraw-Hill, New York, p.118, (1969).
- [64] I. Lakhtine, *Métallographie et Traitements thermiques des métaux*, 3^{ème} édition Mir, Moscou (1982).
- [65] A. Diha, Thèse doctorat, Université de Biskra, Algérie, (2014).
- [66] R. Jonck, *Stuttgart*, 39, (1988), p 47.
- [67] V. Novikov, CRC press, Boca Raton, FL.USA, p.24-29, (1977).
- [68] F.J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallisation and related annealing phenomena*, second edition, Elsevier, 2004.
- [69] F. Abdellioua, *Influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des alliages à base de cuivre*, mémoire de magistère, p.53-59, (2002).
- [70] Y. Huang, F.J. Humphreys. *The effect of solutes on grain boundary mobility during recrystallization and grain growth in some single-phase aluminium alloys*, *Materials Chemistry and Physics* 132 (2012) 166–174.
- [71] P. Gordon, R.A. Vandermeer, *Trans. AIME* 224(1962)917–928.
- [72] Y.J.M. Bréchet, G.R. Purdy. *Solute drag in ternary solid solutions*, *Acta Materialia* 51(2003) 5587-5592.
- [73] H. Farh, R. Guemini. *Study of dispersoid particles in two Al–Mg–Si aluminium alloys and their effects on the recrystallization*, *Appl. Phys.*, A 119 (2015) 285–289.
- [74] R. Hu, T. Ogura, H. Tezuka, T. Sato, Q. Liu. *dispersoid formation and recrystallization behavior in an Al-Mg-Si-Mn alloy*, *J. Mater. Sci. Technol.*, 26(3) (2010) 237-243.
- [75] E. Felder, *Procédés d'usinage – Présentation*, *Techniques de l'ingénieur*, BM7000 v 2 (2008).
- [76] M. JERBI, *Procédés de mise en forme Support de cours*, Génie Mécanique Niveau 1, Institut supérieure des études technologiques de Nabeul.
- [77] W. Touaitia, *Mémoire de master*, Université Larbi Tébessi, Tébessa (2016).
- [78] J. Kesler, R. Bourgeois, H. Chauvel, *Memothech*, Génie des matériaux, Edition Casteila, Paris (2001).
- [79] Fares Serradj, *Thèse doctorat*, Université de Constantine, (2014)
- [80] Lakhdar BESSAIS, *Thèse doctorat*, Université Mohamed Khider – Biskra (2017)
- [81] A. Chennakesava Reddy and Essa Ztioun, *International Journal of Materials Science*, 6,(2), (2011), p 147
- [82] L. Arnberg, B. Aurivillius, *Acta Chem Scand Series A*:1, 34A, (1980).
- [83] K. DJEMMAL, H. FARH Hichem, R. GUEMINI, M. ZIDANI and F. SERRADJ, *International Journal of Engineering Research in Africa*, Vol. 28, 2017, pp 1-7.

Références

- [84] A. Gaber, M.A. Gaffar , M.S. Mostafa, E.F. Abo Zeid, *Journal of Alloys and Compounds* 429 (2007) 167–175
- [85] K. Fukui, M. Takeda and T. Endo, *Mater Lett.*, 59 (2005) 1444-1448
- [86] Marioara. C, Andersen. S, Jansen. J, Zandbergen. H; *Acta Mater.* 51 (2003) 789-796
- [87] A. Hayoune, A Dilatometric Study of the Non Isothermal Aging of a Cold Rolled Al-Mg-Si Alloy Defect and Diffusion Forum, 367 (2016)103-109.
- [88] H. Farh, F. Serradj, R. Guemini, K. Djemmal, *Fundamental Journal of Thermal Science and Engineering*, Volume 1/1 (2011), p 15
- [89] T. Saito, C. D. Marioara, J. Røyset, K. Marthinsen, and R. Holmestad, *Mat Sci Eng A-Struct.* 609 (2014)72–79,
- [90] K. Djabri , Mémoire de master, Université de Tebessa, Algeria. (2016).
- [91] T. Minoda, M. Asano, and H. Yoshida, *Mate. Sci. Forum.* Vol 519–521, pp 859–864, (2006).
- [92] B. WANG, X. H CHEN, F.S. PAN, j.J. MAO,Y. FANG, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 25 (2015), p. 2481.
- [93] A. Hayoune, A Dilatometric Study of the Non Isothermal Aging of a Cold Rolled Al-Mg-Si Alloy Defect and Diffusion Forum, 367 (2016)103-109.
- [94] N.Afify, A. Gaber, M.S. Mostafa, Gh. Abbady, *Journal of alloys and Compounds*, 462 (2008) 80-87.
- [95] L. Menasria et A. Chaabani, Mémoire de master, Université de Tebessa (2018).

Annexe1

Fiche A.S.T.M de l'aluminium

Name and formula

Reference code: 00-004-0787
Mineral name: Aluminum, syn
PDF index name: Aluminum
Empirical formula: Al
Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m
Space group number: 225

a (Å): 4,0494
b (Å): 4,0494
c (Å): 4,0494
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,70
Volume of cell (10⁶ pm³): 66,40
Z: 4,00
RIR: 3,62

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Educational pattern
Explosive
Forensic
NBS pattern
Pigment/Dye
Quality: Star (S)

Comments

Color: Light gray metallic
General comments: Mineral species of doubtful validity, *Am. Mineral.*, **65** 205 (1980).
Sample preparation: The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA.
Analysis: The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference).
Additional pattern: See ICSD 64700 (PDF 01-085-1327).
Temperature: Pattern taken at 25 C.

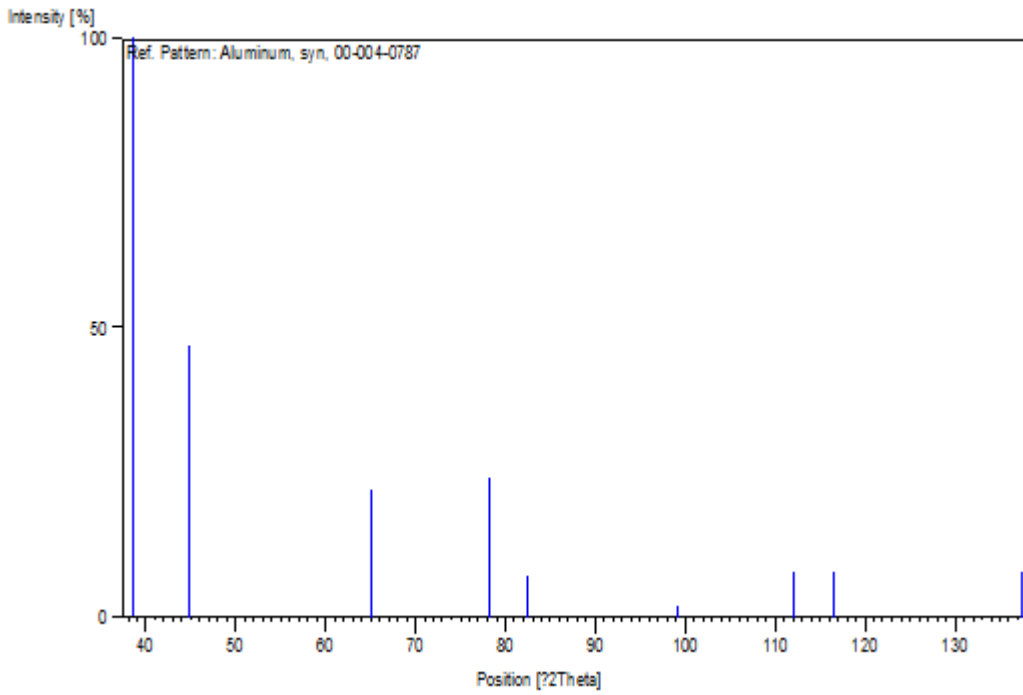
Primary reference:

Swanson, Tatge., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11, (1953)*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2,33800	38,473	100,0
2	2	0	0	2,02400	44,740	47,0
3	2	2	0	1,43100	65,135	22,0
4	3	1	1	1,22100	78,230	24,0
5	2	2	2	1,16900	82,438	7,0
6	4	0	0	1,01240	99,081	2,0
7	3	3	1	0,92890	112,046	8,0
8	4	2	0	0,90550	116,574	8,0
9	4	2	2	0,82660	137,463	8,0

Stick Pattern



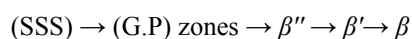
STUDY OF MECHANICAL PROPERTIES AND PRECIPITATION REACTIONS IN LOW COPPER CONTAINING Al-Mg-Si ALLOY

The scope of this work is to investigate the precipitation of two Al-Mg-Si alloys with and without Cu and excess Si by using the differential scanning calorimetry (DSC), transmission electron microscopic (TEM), Vickers hardness measurement and X-ray diffraction. The analysis of the DSC curves found that the excess Si accelerate the precipitation and the alloy contain the excess Si and small addition of copper has higher aging-hardness than that of free alloy (without excess Si and Cu) at the same heat treatment condition. The sufficient holding time for the precipitation of the β'' phase was estimated to be 6 hours for the alloy aged at 100°C and 10 hours for the alloy aged at 180°C. The low Copper containing Al-Mg-Si alloy gives rise to the forming a finer distribution of β (Mg_2Si) precipitates which increases the hardness of the alloy. In order to know more about the precipitation reactions, concern the peaks on the DSC curve transmission electron microscopy observation were made on samples annealed at temperatures (250°C, 290°C and 400°C) just above the corresponding peaks of the three phases β'' , β' and β respectively.

Keywords: Al-Mg-Si alloys, precipitation, DSC, TEM, excess Si, Copper

1. Introduction

Al-Mg-Si aluminum alloys have been the topic of several scientific research works. The excellent mechanical and electrical properties of these alloys allowed their use in many sectors such as aerospace, automotive and transport of electricity [1-5]. The heat treatable Al-Mg-Si alloys are often selected for this application, because they show up a well combination of weldability, formability and corrosion [6]. The strengthening of the above alloys is based on a precipitation hardening process. The precipitation sequence in these alloys is generally accepted [7-13] to be:



where:

- SSS is the supersaturated solid solution.
- G.P is Guinier and Preston zones
- β'' is the coherent strengthening phase, which is in the form of needles coherent precipitate growing along a $\langle 100 \rangle$ direction of the Al matrix [14]. The structure of β'' phase was identified as monoclinic with lattice constants of $a = 0.77$ nm, $b = 0.67$ nm and $c = 0.405$ nm [15,16].
- β' is the semi-coherent phase, which is in the form of rods growing along a $\langle 100 \rangle$ directions of the Al matrix. This phase has hexagonal structure with $a = 0.705$ nm and $c = 0.405$ nm [17,18]

- β is the equilibrium phase, which is in the form of small plates with thicknesses of about ten nm and a few hundred nm of size. This phase has a face-centered cubic (FCC) CaF_2 structure with $a = 0.639$ nm [19]

The 6xxx series aluminum alloys have low addition elements and are easy to form into extrusions such as: forgings and other shaped products and then to obtain their highest mechanical properties during heat treatment and ageing [20-22].

In the Al-Mg-Si aluminum alloys with Cu and excess Si, the initial heat treatment (T6) condition consists of the usual needle-shaped ternary metastable precipitates in high number density and volume fraction, together with a smaller number and volume fraction of L-phase. L-phase is a coherent precipitates growing along $\langle 100 \rangle$ of aluminum matrix, which has a disordered rod or lath morphology. This phase is different from Q' and occurs as a precursor to Q' . The majority needles have Cu-free bulks and Cu-enriched interfaces [23]. The Addition of Cu to Al-Mg-Si alloys slows down the formation of solute clusters in an early stage and promotes their subsequent growth in a later stage [24]. The highest Cu addition increases hardness of alloys with higher number densities of shorter precipitates, and reduces the width of precipitate free zones (PFZ's) [25].

The purpose of this research is to investigate the effect of small addition of copper (Cu) on the kinetics transformation and the precipitation in two Al-Mg-Si base and Al-Mg-Excess-Si-Cu alloys.

* UNIVERSITY OF TEBESSA, FACULTY OF EXACT SCIENCES, DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCES, 12002, ALGERIA

** UNIVERSITÉ DE BISKRA, LABORATOIRE DE GÉNIE ÉNERGÉTIQUE ET MATÉRIAUX (LGEM), B.P: 145 BISKRA, 07000 ALGÉRIE

*** UNIVERSITY OF OUM EL BOUAGHI, FACULTY OF EXACT SCIENCES, DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCES, BOUAGHI 04000, ALGERIA

corresponding author: toufik1_ziar@yahoo.fr

2. Materials and methods

The composition of the studied alloys is given in Table 1. The alloys were cast, homogenized, hot and cold rolled to 1.9 mm sheets. The sheet samples were solution treated for 15 min at 530°C and then water quenched to room temperature.

The DSC analysis were carried in a SETARAM DSC92 at a heating rate of 5°C/min and the evolution of the microstructure as a function of heat treatments was performed in EM400T analytical electron microscope.

Thin foils for TEM were prepared by spark machining to form discs 3 mm in diameter. The discs were subsequently grounded with fine silicon-carbide emery paper to about 200 mm thick. Final thinning was by jet polishing using a Struers Tenupol Unit with a solution of 33% HNO₃ in Analar grade methanol at -10 to -15 volts and a temperature of -20 to -30°C. When the electropolishing was completed the specimens were removed from the solution as quickly as possible and washed with Analar methanol. The specimens were dried between filter papers and then stored in a specimen grid box under vacuum.

Hardness measurements were performed using Vickers hardness tester. The test samples used for hardness measurements were 1×1 cm in size. Hardness data were determined using 10 Kg load. Each measure of Vicker's hardness represents the mean value of at least 10 indentations

TABLE 1

Chemical compositions of the alloys

Alloys	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Excess Si
Alloys 01	0,20	0,20	0,001	0,18	0,032	0,08
Alloys 02	0,21	0,62	0,10	0,17	0,030	0,50

3. Results and discussion

Fig. 1 shows typical DSC curve obtained at a heating rate of 5°C/min for the alloy 1 immediately after solutionizing and quenching to room temperature. The DSC curves show six main processes marked by (I) to (VI). Out of these processes, three are exothermic reactions tagged as I, III and V and the others processes are endothermic tagged as II, IV and VI. The three exothermic peaks were centered around 106°C (peak I), 270°C (peak III) and 430°C (peak V), respectively. The endothermic peaks (II), (IV) and (VI) appeared at about 224°C, 343°C and 485°C respectively.

The exothermic reaction I corresponding to the early stage clustering of Si-Mg atoms clusters and the formation of G.P zones. This confirms the result that obtained by [26] which revealed the existence of these G.P zones Around 100°C. The exothermic peak III corresponds to the strengthening precipitates β'' and β' .

The obtained result is in good agreement with that obtained by [19] which confirms the existence of the β'' phase at 285°C in the Al-1.12 wt.% Mg₂Si-0.35 wt.% Si alloy. The last exothermic peak V corresponds to the β (Mg₂Si) and Si atoms [19,27,28].

Finally, the endothermic peaks (II), (IV) and (VI) appear at temperatures of 224°C, 343°C and 485°C respectively, corresponding to the dissolution of the GP zones and dissolution of the two phases β' and (β and / or Si atoms)

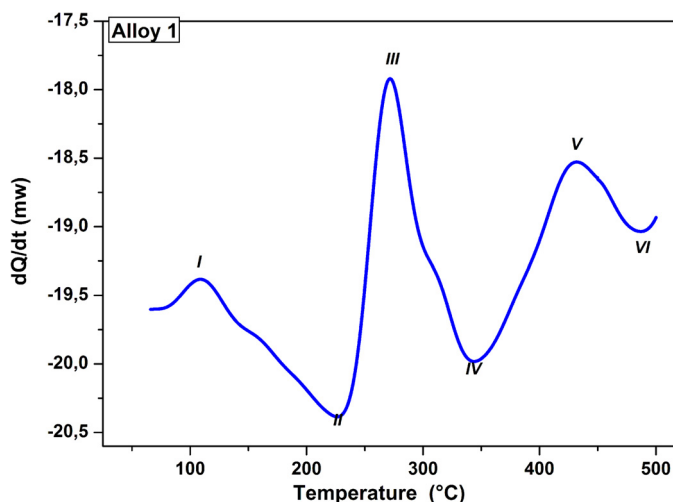


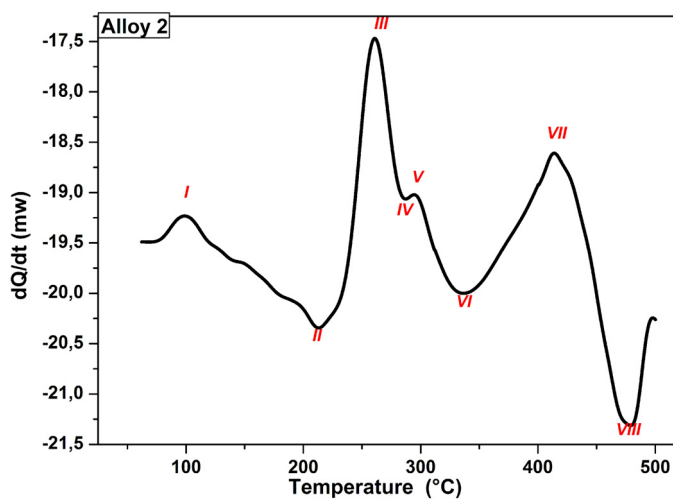
Fig. 1. DSC scan at a heating rate of 05°C/min for alloy 1

Fig. 2 shows the DSC curve of the alloy 2 immediately after solutionizing and quenching to room temperature. Four exothermic reactions tagged as I, III, V and VII and four endothermic labeled as II, IV, VI and VIII were observed.

The exothermic reaction (peak I), appeared at 100°C corresponds to the formation of the GP zones.

The exothermic reaction (peak III), centered near 260°C correspond to the strengthening precipitate β'' which is formed before the peak-aged condition.

The exothermic reaction (peak V), centered near 294°C is associated with the precipitation of the phase (β') and / or phase Q' .

Fig. 2. DSC scan at a heating rate of 05°C/min for alloy 2The last exothermic (peak VII), centered near 414°C is attributed to the formation of the equilibrium phase β .

The endothermic peaks II, IV, VI and VIII appear at temperatures of 212°C, 288°C, 336°C and 477°C respectively,

representing the dissolution of the GP zones and the dissolution of the phases β'' , (β' and / or Q') and β respectively.

The comparison of the exothermic peaks of the alloy 2 containing the excess Si and a small addition of copper with respect to the exothermic peaks observed in the case of the alloys 1 without excess Si and Cu shows that they are shifted to the low temperatures. It can also be noted that the peak corresponds to the formation of the two phases β'' and β' in the case of the alloy 1 has become two peaks each of which corresponds to the formation of each phase in the case of the alloy 2, Fig. 3. These observations can be related to the excess of silicon contained in the alloy 2. In fact the silicon accelerates the precipitation.

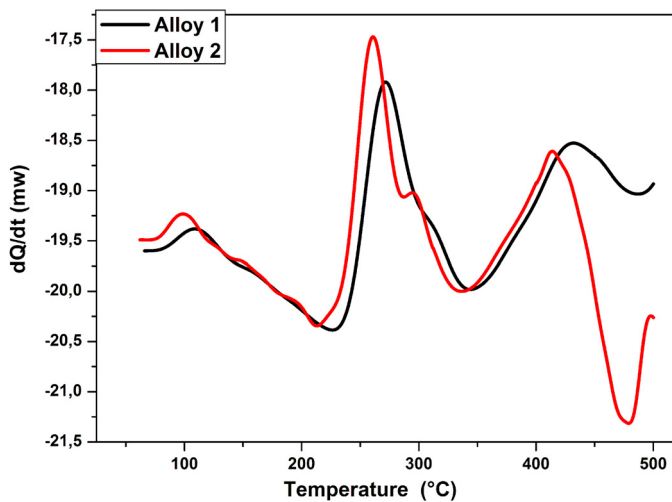


Fig. 3. Superposition of the DSC curves of the two alloys

In order to know more about the precipitation reactions, concern the peaks on the DSC curve of Fig. 2, transmission electron microscopy observation were made on samples annealed at temperatures (250°C, 290°C and 400°C) just above the corresponding peaks of the three phases β'' , β' and β respectively. The TEM images are obtained with the incident electron beam in the $\langle 100 \rangle$ matrix direction.

For the sample heated just above the DSC peak III, Fig. 4. A first sight, some needle-shaped precipitate growing along a $[100]$ direction of the aluminum matrix were observed, this results confirm that the DSC peak III correspond to the strengthening precipitate β'' .

Fig. 5 shows the microstructure of a sample heated just above the DSC peak V. A certain rod-shaped precipitates with different diameters were observed along a $[100]$ direction of the aluminum matrix. The rod-shaped was due to the precipitation of β' phase

The microstructure of a sample treated to 400°C (peak VII) was also examined. Large particles with different morphologies and a few large rods were observed, Fig. 6. This observation suggests that the DSC peak IV corresponds to the precipitation of the equilibrium β phase.

Fig. 7 shows the variation of microhardness as a function of the aging temperature for the two alloys. It is clear that the alloy 2 containing the excess Si and a small addition of copper

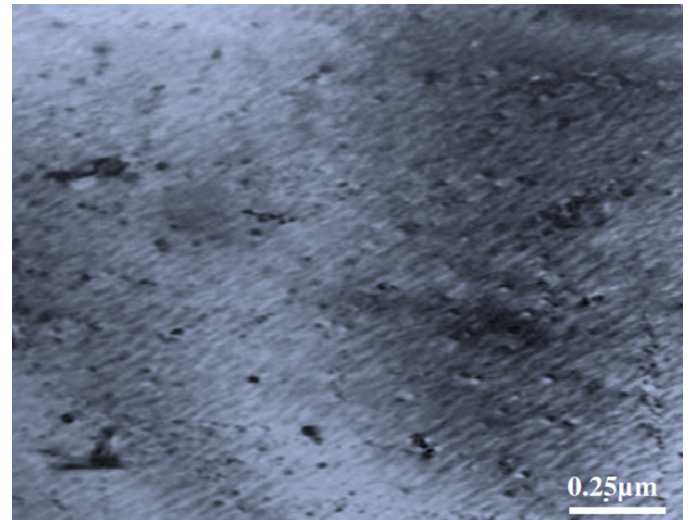


Fig. 4. TEM micrograph of the alloy 02 showing the presence of the β'' phase

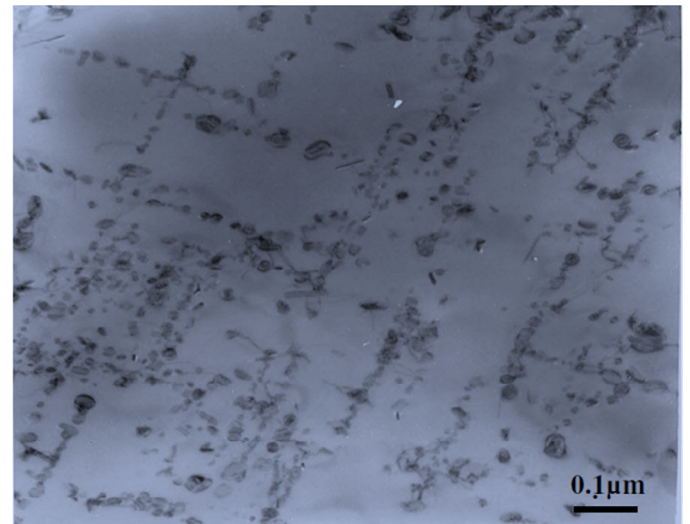


Fig. 5. TEM micrograph of the alloy 02 showing the presence of the β' phase

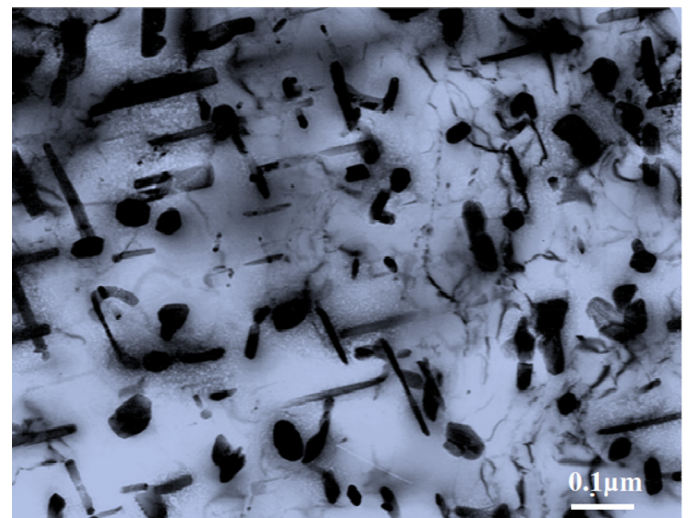


Fig. 6. TEM micrograph of the alloy 02 showing the presence of the β phase

has hardness higher than that of the alloy 1. This increase in hardness is ascribed to the effect of grain refinement caused by the copper as a result of forming a finer and smaller distribution of Mg_2Si precipitates in higher number but their volume fraction is decreased. This result is in good agreement with the results obtained by Gaber et al. [19]. A shift to a low temperature of the peak corresponds to the strengthening precipitate β'' in the case of the alloy 02, with respect to that obtained in the alloy 01, is also observed. This observation may be related to the excess silicon contained in the alloy 02, and in that the silicon accelerates the precipitation.

Four peaks were centered at about (75°C, 100°C) for peak I, (250°C, 275°C) for peak II, (325°) for peak III and (425°C) for peak IV are also observed. The first peak is due to the formation of the GP zones, the second peak is associated with the formation of the hardening phase β'' , the third peak is associated with the precipitation of the phase β' and the last peak corresponds to the equilibrium phase β .

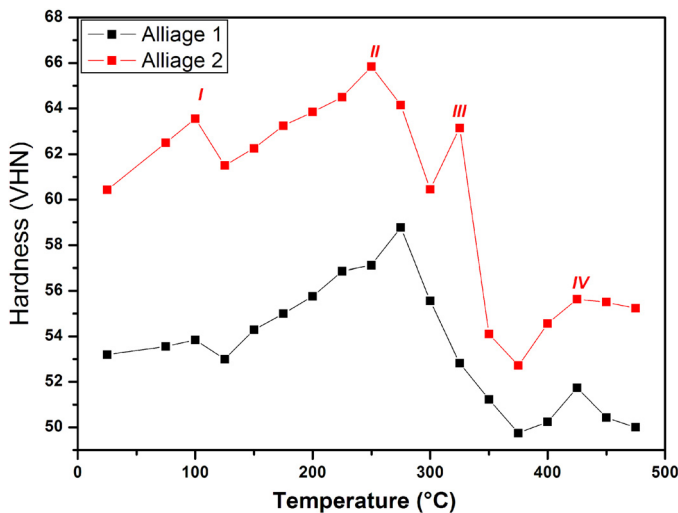


Fig. 7. Variation of microhardness as a function of aging temperature

Fig. 8 shows the variation of microhardness as a function of the artificial aging time at 100°C for the two alloys. We observe that the microhardness of the two alloys increases with increasing of aging time to a maximum value obtained after 6 hours of holding time.

This is probably due to the formation of clusters of Si and / or Mg. We also note that the increase in hardness in the case of the alloy 2 (contain the excess Si and small addition of copper) is relatively rapid compared to that of the alloy 1 (without excess Si and Cu). This is due to the effect of copper on the precipitation kinetics. The addition of Cu to the alloy increases the number of precipitates and refines the average grain size.

Fig. 9 shows the microhardness curves of the two alloys as a function of the artificial aging time at 180°C. We observe that the microhardness increases with the increasing of the artificial aging time until reaching a high value after 10 hours of holding

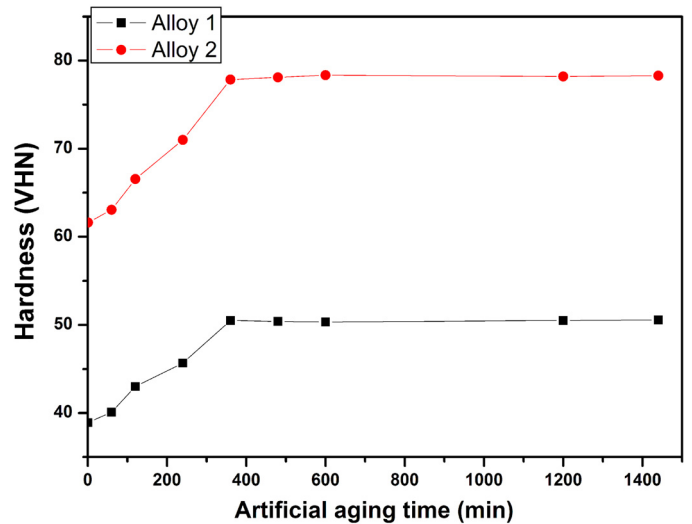


Fig. 8. Variation of microhardness as a function of artificial aging time at 100°C

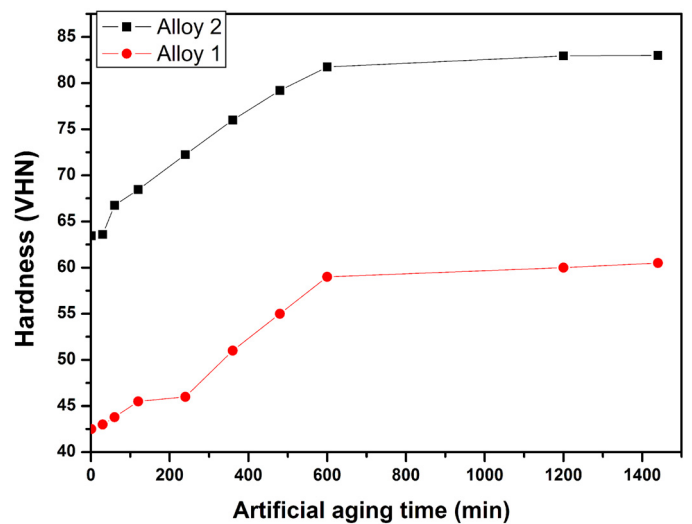


Fig. 9. Variation of microhardness as a function of artificial aging time at 180°C

time. This time is necessary to initiate the precipitation of the β'' phase at this temperature. This is in good agreement with the results of [11].

XRD patterns of the two alloys in the initial state (as received) are shown in Fig. 10. The peaks correspond to the C.F.C structure of the α -aluminum matrix. The most intense peak is the peak (111) of pure aluminum from the ASTM files.

The same peaks are also observed in the case of the tow alloys homogenized at 550°C for 1 hour, Fig. 11. However, the appearance of certain rays of low intensities means that there is a variation of the lattice parameter of the mesh of the α -aluminum matrix due to the presence of the additions elements. The presence of these rays shows the precipitation of the phases in the studied alloys. Table 2 shows the peaks resulting from the addition elements.

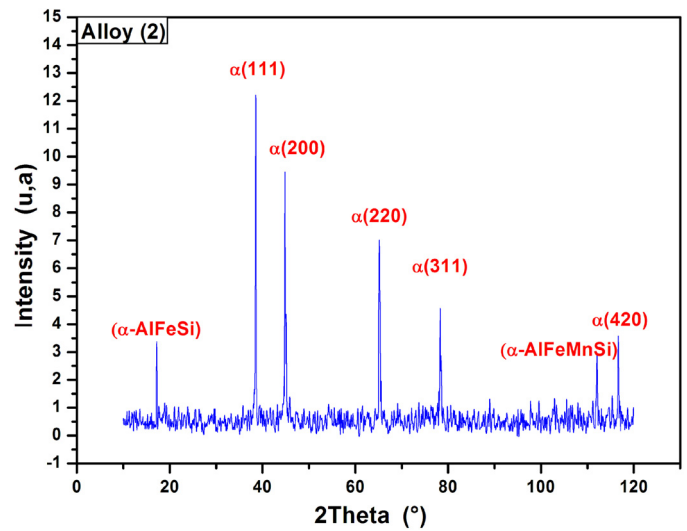
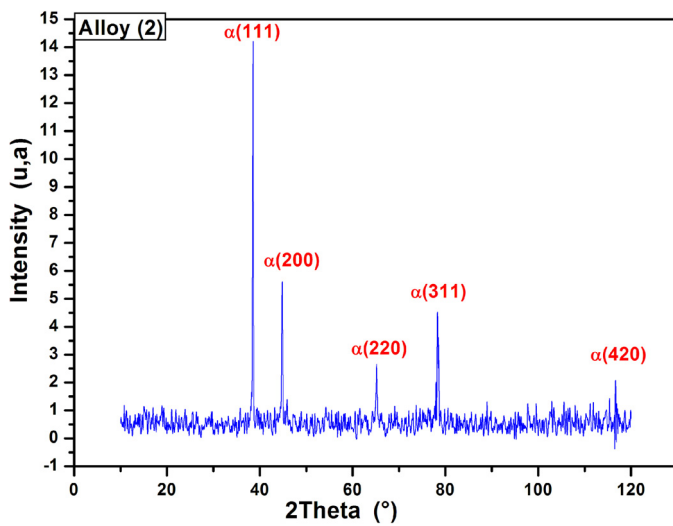
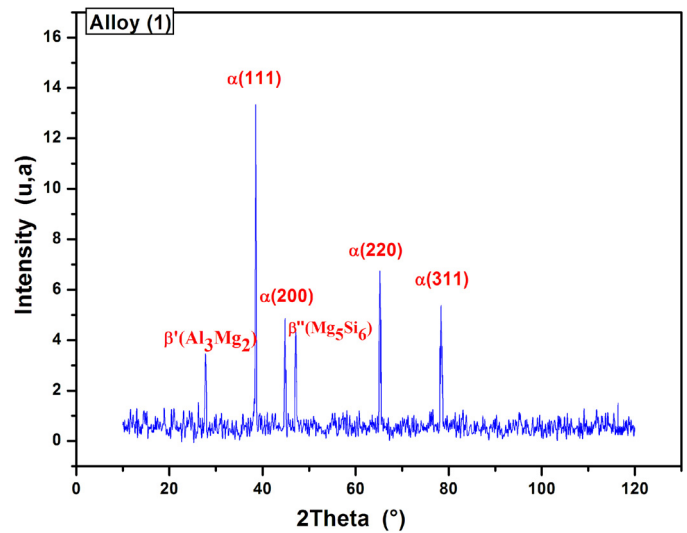
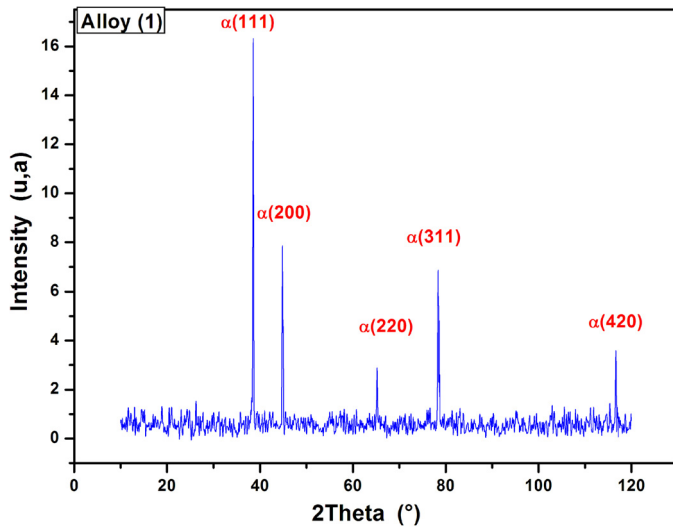


Fig. 10. X-ray diffraction patterns of two alloys in the initial state (as received)

Fig. 11. X-ray diffraction spectrums of two alloys homogenized at 550°C during 1 hour and quenched in ice water

TABLE 2

Illustration of the peaks resulting from the additional elements

2 θ	Phases	References
17.20	α -AlFeSi	[29]
27.76	β' (Al ₃ Mg ₂)	[30,31]
47.16	β'' (Mg ₅ Si ₆)	[30,31]
112.06	α -AlFeMnSi	[29,31]

4. Conclusions

The precipitation behavior of Al-Mg-Si alloys with and without Cu and excess Si has been investigated. The use of the differential scanning calorimetry (DSC), transmission electronic microscopy (TEM), X-ray diffraction and Hardness Vickers (Hv) allowed us to define the influence of the addition elements on the precipitation kinetics, and to characterize age-hardening behavior of the Al-Mg-Si alloys.

The precipitation sequence of the two Al-Mg-Si alloys depends on the concentration of the addition elements silicon and low copper. It is obtained that:

- The formation of Guinier and Preston (G.P) zones \rightarrow the precipitation of the β'' phase \rightarrow the precipitation of the β' phase \rightarrow the precipitation of the β phase and/or the Si particles.

The low Copper containing Al-Mg-Si alloy gives rise to the forming a finer distribution of Mg₂Si precipitates which increases the hardness of the alloy.

The excess of silicon accelerate the precipitation.

- The sufficient holding time for the precipitation of the β'' phase was estimated to be 6 hours for the alloy aged at 100°C and 10 hours for the alloy aged at 180°C.
- The homogenization treatment releases a portion of the addition elements responsible for the formation of the precipitates.

REFERENCES

- [1] K. Li, M. Song, Y. Du, X. Fang, *Arch. Metal. Mater.* **57** (2) (2012).
- [2] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh, K. Djemmal, *Ann. Chim.-Sci. Mat.* **35** (1), 59-69 (2010).
- [3] M. Zidani, L. Bessais, H. Farh, M. D. Hadid, S. Messaoudi, D. Miroud, M.K. Loudjani, A.L. Helbert, T. Baudin, *Steel Compos. Struct.* **22** (4), 745-752 (2016).
- [4] B. Smyrak, M. Gnielczyk, B. Jurkiewicz, T. Knych, K. Korzeń, M. Jabłoński, A. Mamala, A. Nowak, *Key Eng. Mater.* **682**, 138-142 (2016).
- [5] L. Kuchariková, E. Tillová, M. Matvija, J. Belan, M. Chalupová, *Arch. Metal. Mater.* **62** (1), 407-415 (2017).
- [6] W. Miao, D. Laughlin, *Scripta Mater.* **40** (7), 873-878 (1999).
- [7] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, *Acta Mater.* **46** (11), 3893-3904 (1998).
- [8] Y. Aouabdia, A. Boubertakh, S. Hamamda, *Mater. Lett.* **64** (3), 353-356 (2010).
- [9] Y. Birol, *Therm Anal Calorim.* **83** (1), 219-222 (2006).
- [10] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Metall. Mater. Trans. A.* **31** (2), 361-371 (2000).
- [11] M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Metall. Mater. Trans. A.* **32** (2), 239-246 (2001).
- [12] H. Hatta, S. Matsuda, H. Tanaka, H. Yoshida, *Inst. Mater. Engi. Australasia, Materials Forum* **28**, 564-569 (2004).
- [13] T. Ziar, H. Farh, R. Guemini, *Acta Metall. Slovaca* **22** (3), 138 (2016).
- [14] S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, J. Jansen, C. Taeholt, U. Tundal, O. Reiso, *Acta Mater.* **46** (9), 3283-3298 (1998).
- [15] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno, *Mat. Sci. Eng. A-Struct.* **262** (1-2), 232-237 (1999).
- [16] S.J. Andersen, C.D. Marioara, M. Torseater, R. Bjorge, F.J.H. Ehlers, R. Holmestad, J. Royset, In Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys, Yokohama, Japan (p. 413-419), (2010).
- [17] M.H. Jacobs, *Philos. Mag.* **26** (1), 1-13 (1972).
- [18] J.P. Lynch, L.M. Brown, M.H. Jacobs, *Acta Metall.* **30** (7), 1389-1395 (1982).
- [19] A. Gaber, M.A. Gaffar, M.S. Mostafa, E.F.A. Zeid, *J. of Alloy Compd.* **429** (1-2), 167-175 (2007).
- [20] R. Guemini, A. Boubertakh, G.-W. Lorimer, *J. Alloy Compd.* **486** (1-2), 451-457 (2009).
- [21] M. Glogovský, M. Fujda, M. Vojtko, P. Zubko, M. Škrobán, *Acta Metall. Slovaca* **21** (1), (2015).
- [22] Y.X. Lai, B.C. Jiang, C.H. Liu, Z.K. Chen, C.L. Wu, J.H. Chen, *J. Alloy Compd.* **701**, 94-98 (2017).
- [23] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, O. Reiso, S. Gulbrandesen-Dahl, T.-E. Nicolaisen, I.-E. Opheim, J.F. Helgaker, R. Holmestad, *Metall. Mater. Trans. A* **45** (7), 2938-2949 (2014).
- [24] M. Liu, J. Banhart, *Mat. Sci. Eng. A-Struct.* **658**, 238-245 (2016).
- [25] T. Saito, C.D. Marioara, J. Røyset, K. Marthinsen, R. Holmestad, *Mat. Sci. Eng. A-Struct.* **609**, 72-79 (2014).
- [26] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, *Int. J. Eng. RS. Africa.* **28**, 1-7 (2017).
- [27] K. Fukui, M. Takeda, T. Endo, *Mater. Lett.* **59** (11), 1444-1448 (2005).
- [28] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen, H. Zandbergen, *Acta Mater.* **51** (3), 789-796 (2003).
- [29] T. Abid, Etude et Caractérisation des Tôles en Alliages Al-Mg-Si. Doctoral thesis, Constantine University 1, Algeria. (2014).
- [30] K. Djabri, Etude de l'influence des traitement thermique sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenant différents teneurs des éléments d'additions. Master thesis, Tébessa University, Algeria. (2016).
- [31] T. Minoda, M. Asano, H. Yoshida, *Mater. Sci. Forum.* **519-521**, 859-864 (2006).

The Cold Rolling Effects on the Microstructure and Micro-Hardness of Al-Mg-Si Alloy

Hichem FARH^{1,2*}, Hanna BELGHIT¹, Toufik ZIAR^{1,2}, Abdelouahab NOUA² and Fares Serradj³

¹Department of Material Sciences, Faculty of Exact Sciences, University of Tebessa 12002, Algeria

²Laboratoire des Composants actif et Matériaux, Oum el Bouaghi, Algeria

³Department of Material Sciences, Faculty of Exact Sciences, University of Guelma, Algeria

Keywords: Al-Mg-Si alloys, deformation ratio, artificial ageing, precipitation

Abstract. Rolling is a very common technique for shaping sheet metal. It aims to reduce the thickness of a metal sample to adapt it to the usual conditions of use in the industry. On the other hand, this technique is not without modifying the mechanical and microstructural properties of the materials that can influence the mechanical strength of shaped parts.

The purpose of the present investigation is to study the changes in microstructures and micro-hardness of Al-Mg-Si alloy with different rolling reduction in thickness and following artificial aging treatments at 175°C. We notice that the micro-hardness increases with the increasing of the deformation level. Reduction in thickness shows a change in microstructure and texture. Characterization methods used in this work is: Optical Microscopy (OM) and, Vickers microhardness.

1. Introduction

The Al-Mg-Si alloys of 6000 series have been extensively researched in the recent past because they have been showing a notable increase in the applications in aerospace and automotive industry [1–4].

The mechanical properties of the Al-Mg-Si alloys are mostly contributed to the metastable precipitate phases formed during artificial aging. These alloys have been the focus of many studies [5 – 13]. The precipitation sequence in quenched Al-Mg-Si alloys is in the main given as follows: Supersaturated solid solution → atomic clusters → GP zones (spherical clusters / unknown structure) → β'' (needle/ monoclinic structure) → β' (rod / hexagonal crystal structure) → β (Mg_2Si platelets / FCC CaF_2). This study was performed to understand the effects of deformation level on the microstructure and mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy.

During rolling process, the reshaping of the material is performed by a plastic deformation mechanism. After the deformation, displacements along the sliding plane extend the grains in the direction of the applied forces [14]. The larger grains have a preferred orientation (texture) when the alloy is more deformed [14, 15]. A study by Zhang [16] showed the effect of deformation and annealing on electrical conductivity, mechanical properties and texture of Al-Mg-Si alloy cables.

2. Experimental Procedure

The Al-Mg-Si alloy (as-cast alloy) was provided by Alcan International Limited of Canada as extruded sections 40 mm wide 3 mm thick. The chemical compositions of the alloys are given in table 1

Table 1 Chemical composition of Al-Mg-Si aluminum alloy (mass fraction, %)

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	B
0.49	0.37	0.10	0.17	0.03	0.001	0.003	0.010	0.001

The as-cast Al-Mg-Si alloy was heat treated for 5 hours at 530°C and water quenched. They was then given an 8%, 15, 25 %, 35, 48%, 64% and 75, 33% reduction in thickness by cold rolling in the air. The as-rolled alloy with the reduction in thickness of 64% was chosen to study the effect of ageing temperature on mechanical properties of as-rolled alloy

The reduction levels are calculated by the expression (1) from an alloy sheet of 3 mm diameter (Table 2)

$$\varepsilon(\%) = \frac{h_0 - h}{h_0} \cdot 100 \quad (1)$$

Where h_0 and h are the initial and the final thick of the Al-Mg-Si sheet, respectively

Table 2 Discount level values

Sample	Thickness Before rolling (mm)	Thickness After rolling (mm)	$\varepsilon\%$
1	3	2.76	8
2	2.76	2.54	15.25
3	2.54	1.93	35.48
4	1.93	1.08	64
5	1.08	0.74	75.33

3. Results and Discussion

Figure 1 shows the optical micrographs of the cold-rolled alloy when subjected to different reductions in thickness (8%, 15, 25 %, 35, 48%, 64% and 75, 33%). The grains are elongated along the rolling direction for all reductions in thickness of the alloy. In a few areas insoluble coarse particles originating from the cast structure become visible to align themselves along the rolling direction. Coarse particles were also observed elongated along the rolling direction. Some of them appear to be broken during the rolling. This result is in good agreement with the results obtained by Wang et al. [17].

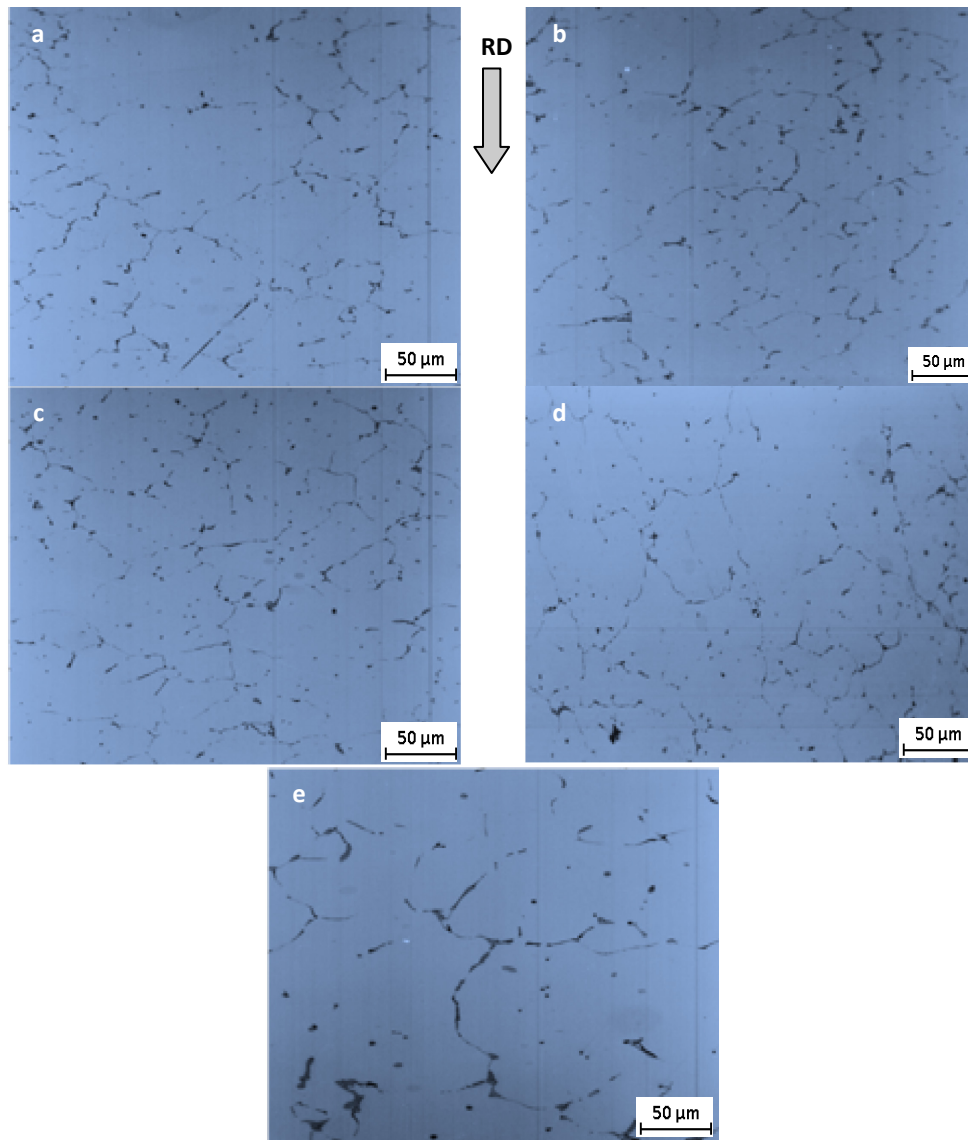


Fig.1 Optical micrographs of cold-rolled alloys with different reductions: (a) 8%; (b) 15, 25 %; (c) 35, 48%; (d) 64%; (e) 75, 33%

Figure 2 shows the variation in microhardness as a function of percentage deformation by cold rolling for the alloy. An increase in hardness was observed associated with the amount of deformation. An increase of hardness from the initial values of 52 HV to the maximum hardness of 80, 05 HV was observed. These maximum of hardness was obtained at 75, 33% deformation.

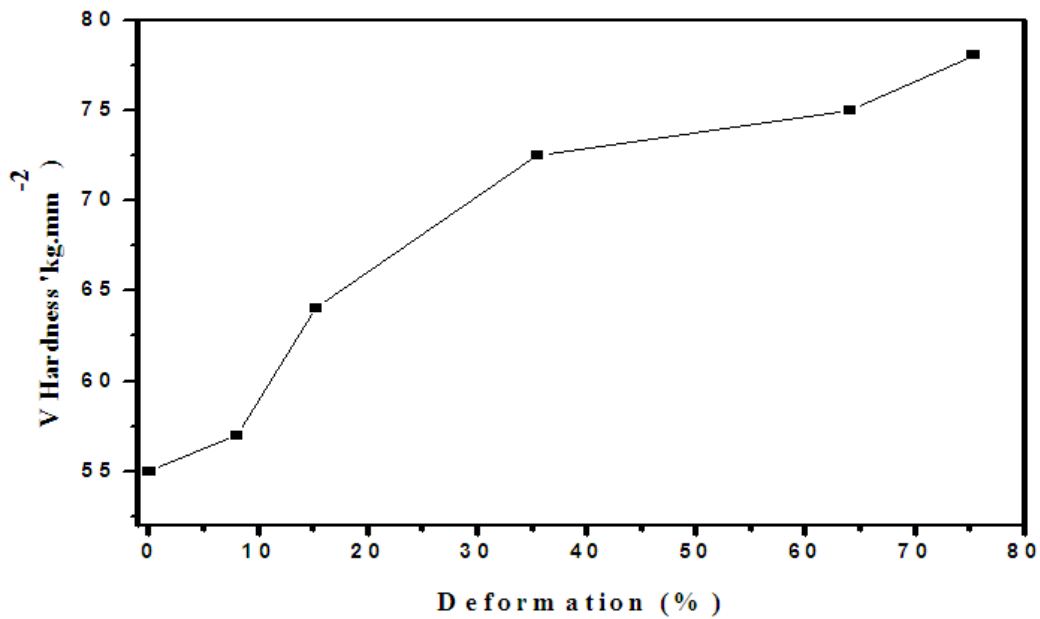


Fig.2 Variation of microhardness as a function of deformation level

Figure 3 shows the obtained results of hardness as a function of aging time at 175°C of alloys sheet with different reductions in thickness (8%, 35.48%, and 75.33%). The curves show that the microhardness increases with the increasing of the deformation level. The microhardness increases progressively and achieved a maximum value (HVmax) and then decreases gradually. We can also see that the maximum of microhardness is shifted to the low aging time in the case when the alloy is more deformed (75.33%). In fact, the deformations accelerate the formation of precipitates.

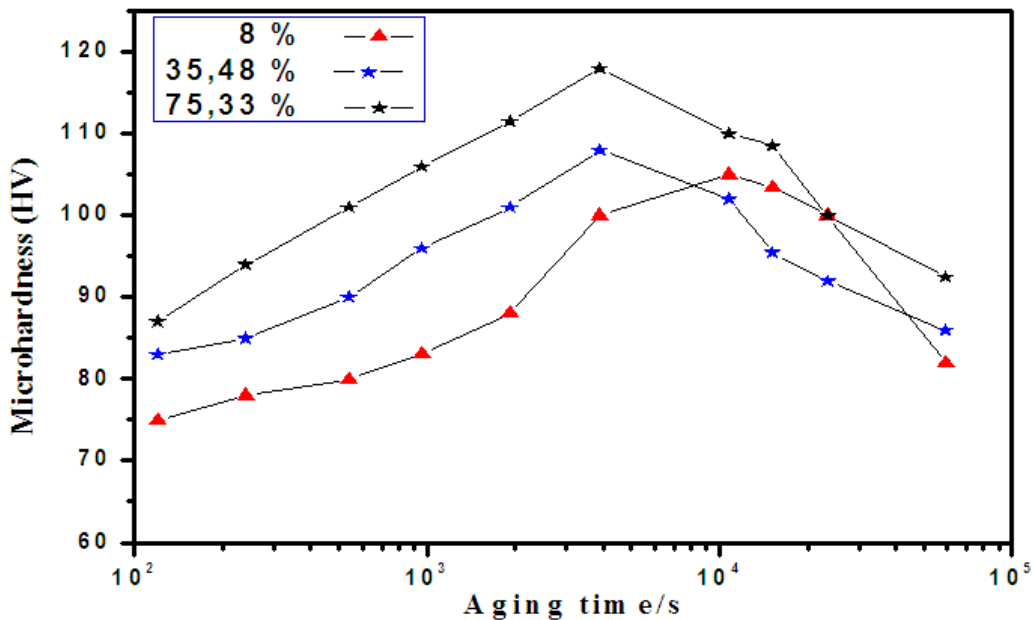


Fig.3 Variation of the microhardness as a function of aging time at 175°C

4. Conclusion

The effects of the deformation level on the microstructure and the mechanical properties of Al-Mg-Si alloy sheet have been studied by optical microscopy and hardness measurements. Based on the analysis of experimental results presented in this paper, it can be that:

The deformation of the Al-Mg-Si alloy causes an increase in the microhardness due to the acceleration of the precipitation of the hardening phases.

The cold rolling of the Al-Mg-Si alloy sheet causes a development of texture accompanied by the increase in hardness with the increasing of deformation level.

References

- [1] O. Myhr, Ø. Grong, and K. O. Pedersen: *Metall. Mater. Trans. A*, 41 (2010), p. 2276.
- [2] Y. Birol: *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 23, No 7, (2013), p 1875.
- [3]. D. Matoria, S. J. Andersen, H. W. Zandbergen and R. Holmestad: *Metall. Mater. Trans. A*, 36 (2005), p. 691
- [4] N. CH, Y. SNM, M. AAA: *Acad. J. Sci. Res*, 12 No 5 (2017), p. 708.
- [5] D. Odoh, Y. Mahmoodkhani, M. Wells: *Vacuum*, 149 (2018), p.248.
- [6] C. S. T. Chang and J. Banhart, *Metall. Mater. Trans. A*, 42 No. 7 (2011), p. 1960.
- [7] S. Liu, K. Li, J. Lu, G. Sha, J. Wang, M. Yang, G. Ji, M. Song, J. Wang, Y. Du: *Journal of Alloys and Compounds*, 745 (2018), p. 644.
- [8] Z. Zhu, M.J. Starink: *Mater. Sci. Eng. A*, 489 (2008), p. 138
- [9] L. Ding, Z. Jia, J. F. Nie, Y. Weng, L. Cao, H. Chen, Xi. Wu, Q. Liu: *Acta Materialia* , 145 (2018), p. 437.
- [10] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen and H. Zandbergen, *Acta Mater.* 51 (2003). P. 789.
- [11] T. Honma, K. Matsumoto, Y. Nagai, M. Hasegawa, and K. Hono, *Inst. Mater. Engi. Australasia, Materials Forum*, 28 (2004), p. 494.
- [12] V. Slavicazec, V. Radmilovi and M. Jovanovi, *J. Serb. Chem. Soc*, 68(11) (2003), p. 893.
- [13] S. Taniguchi, K. Matsuda, T. Sato, S. Ikeno, *Inst. Mater. Engi. Australasia, Materials Forum*, 28 (2004). P. 742.
- [14] M. Zidani , L. Bessais , H. Farh, M.D. Hadid, S. Messaoudi, D. Miroud, M.K. Loudjani, A.L. Helbert and T. Baudin , *Steel and Composite Structures*. 22, No. 4 (2016) p. 745.
- [15] H. Farh, R. Guemini, F. Serradj, K. Djemmal, *Turkish Journal of Physics*, 34 (2010), p. 117.
- [16] J. Zhang, M. Ma, F. Shen, D. Yi, B. Wang, *Materials Science and Engineering: A*, 710 (2018), p. 27.
- [17] B. WANG, X. H CHEN, F.S. PAN, j.J. MAO,Y. FANG, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 25 (2015), p. 2481.

The Cold Rolling Effect on the Precipitation Sequence and Microstructural Changes of an Al-Mg-Si Alloy

Hichem FARH^{1,2,a,*}, Toufik ZIAR^{1,2,b}, Hanna BELGHIT^{1,2,c},
Mourad KHECHBA^{1,d}, Abdelouahab NOUA^{2,e}, Fares SERRADJ^{3,f}

¹Department of Material Sciences, Faculty of Exact Sciences, University of Tebessa 12002, Algeria

²Laboratoire des Composants actif et Matériaux, Oum el Bouaghi, Algeria.

³Department of Material Sciences, Faculty of Exact Sciences, University of Guelma.

^afarhichem@gmail.com, ^btoufik1_ziar@yahoo.fr, ^chana.belghit@gmail.com,

^dmourad.khechba@gmail.com, ^eno.samad@gmail.com, ^fasfares@yahoo.fr

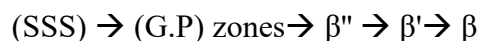
Keywords: Al-Mg-Si alloys, Cold deformation, DSC, Precipitation.

Abstract. The effect of cold rolled on microstructural evolution and precipitation sequence in Al-Mg-Si alloy has been investigated by using optical microscopy and Differential Scanning Calorimetry (DSC) in this study. The results revealed that the distributions of grains are elongated along the rolling direction. We also noted that insoluble coarse particles that originated during the manufacturing process of the alloy have become visible after the rolling processes. The dislocations generated by the plastic deformation during cooled rolling constitute preferential sites for the germination and the growth of the phases, which accelerates the kinetics of the precipitation.

1. Introduction

The rolling operation consists of deforming the material by passing it between two rolls whose spacing is smaller than the initial thickness of the sample, the reduction in thickness is obtained discontinuously by successive passes in the rolling mill whose spacing between the cylinders gradually decreases. This operation can influence on the mechanical and microstructural properties of the deformed materials

The Al-Mg-Si aluminum alloys are largely used in automotive industry and in the applications in aerospace due to excellent corrosion resistance, high strength and good formability, [1-3]. They have remarkable general properties with a good aptitude to hot deformation by rolling and cold drawing [4]. The excellent mechanical and electrical properties of the Al-Mg-Si aluminum alloys allowed their use in the transport of electricity [5-7]. The strengthening of the above alloys is based on a precipitation hardening process. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys is reported [8-14] to be the:



where:

- ✓ SSS is the supersaturated solid solution.
- ✓ G.P is Guinier and Preston zones
- ✓ β'' is the coherent strengthening phase, which is in the form of needles coherent precipitate growing along a $\langle 100 \rangle$ direction of the Al matrix [15]. The structure of β'' phase was identified as monoclinic [16, 17] with lattice constants of $a=0.77$ nm, $b=0.67$ nm and $c=0.405$ nm.
- ✓ β' is the semi-coherent phase, which is in the form of rods growing along a $\langle 100 \rangle$ directions of the Al matrix. This phase has hexagonal structure with $a=0.705$ nm and $c=0.405$ nm [18, 19].
- ✓ β is the equilibrium phase, which is in the form of small plates with thicknesses of about ten nm and a few hundred nm of size. This phase has FCC CaF₂ structure with $a = 0.639$ nm [20].

The rolling of aluminum is a process of transformation by passing the metal between two smooth or fluted rolls, turning in the opposite direction. Due to this rotational movement and of the compression generated by the cylinders, there is a continuous reduction in the initial thickness by plastic deformation of the metal. The sheets are products with a thickness greater than 6.3 mm [21]. They are normally provided in planar shape whose width is dictated by that of the starting plate which they are cast, the length itself being limited by the constraints of transport.

In recent years, the influence of cold rolling on the precipitation processes in Al–Mg–Si alloys is extensively studied [22–27]. It shows that the precipitation and growth of the second phase are accelerated significantly by cold rolling.

Mirzakhani and Payandeh [27] have determined the effect of plastic deformation and age hardening on mechanical properties of Al–Mg–Si aluminum alloy. They are found the increases of yield strength values by two to three times.

The purpose of this research is to investigate the effect of cold rolling on the precipitation sequence and microstructural changes in Al–Mg–Si alloy.

2. Experimental Procedure

The material studied in the present investigation was the Al–Mg–Si alloy sheet. The chemical composition of the alloy is given in table 1. The alloy was deformation to 50% reduction in thickness by cold rolling.

Specimens for metallographic examination of each heat treatment were mounted, ground on successive papers 180, 250, 350, 450, 600 and 800 and polished with 1 micron diameter diamond paste. They were finally polished on cloth with an alumina oxide particles suspension (OPS). The polished specimens were etched in Kellar's reagent (1.5% HF - 2.5% HNO₃ - 95% water) for about 15 s.

Optical examination was carried out with an Olympus BH-2 microscope which contained a differential interference contrast (DIC) facility and polarized light.

Calorimetric analysis were carried in a SETARAM DSC92 at a heating rate of 10 K/min from room temperature to 795 K.

Table 1 Chemical composition of Al–Mg–Si aluminum alloy (mass fraction, %)

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	B	Al
0.49	0.37	0.10	0.17	0.03	0.001	0.003	0.010	0.001	Bal

3. Results and Discussion

Optical micrographs of the alloy in the initial state (as-received) and cold-rolled by 50% reduction in thickness are shown in Fig. 1. These micrographs show the typical distribution of the grains, which are elongated mainly along the rolling direction. In some parts a few insoluble coarse particles that originated during the manufacturing process of the alloy have become visible after the rolling processes were observed. We also noted that some of these coarse particles appear to be broken during the cold rolling process. This result is in good agreement with the results obtained by [28-30].

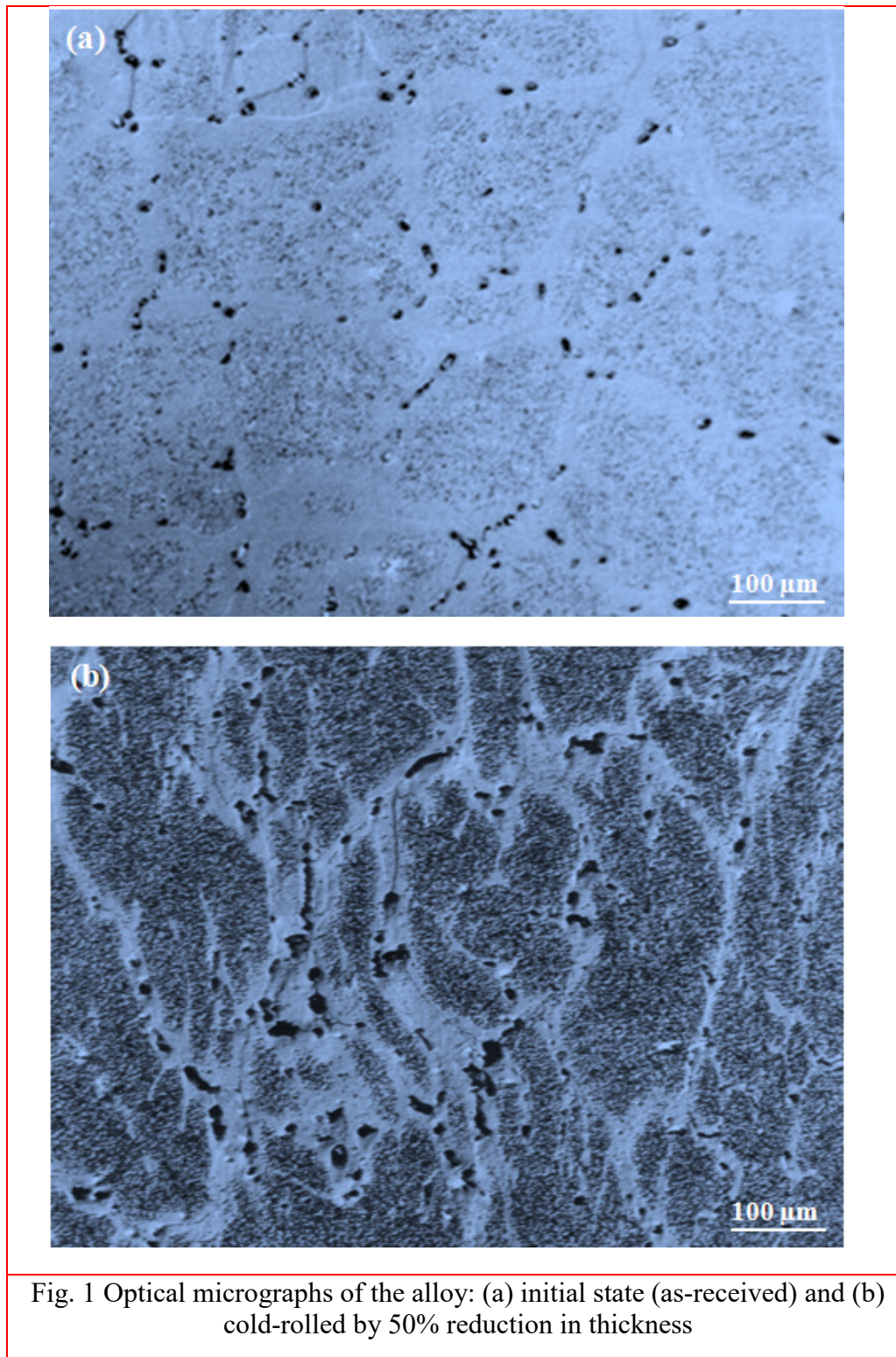


Fig. 1 Optical micrographs of the alloy: (a) initial state (as-received) and (b) cold-rolled by 50% reduction in thickness

DSC curve obtained at a heating rate of 10 K/min for the alloy in the initial state (as-received) is shown in Fig. 2. Six main processes can be identified from this DSC curve, three are exothermic reactions marked as I, II and III and the others three processes are endothermic tagged as a, b and c. The three exothermic peaks were centered at about 392K (peak I), 552 K (peak II) and 732 K (peak III), respectively. The endothermic were appeared at about 445 K (peak a), 643 K (peak b) and 765 K (peak c).

The exothermic peak I may be corresponded to the formation of clustering of Si–Mg atoms clusters and the formation of G.P zones. This result confirms that obtained by [8] which confirmed the existence of these G.P zones at 373 K by using the TEM analysis.

The exothermic peak II may be corresponded to the formation of coherent and semi coherent precipitate β'' and β' respectively. This result is in good agreement with that of Hayoune [31].

The exothermic peak III corresponds to the equilibrium precipitates β (Mg_2Si) [8, 20, 32].

The endothermic peaks (a), (b) and (c) centered near 445 K, 643 K and 765 K respectively. These process may be attributed to the dissolution of the GP zones and dissolution of the two phases β' and β .

Thus the decomposition of the supersaturated solid solution of the studied alloy in the initial state (as-received) can be written according to the following precipitation sequence:

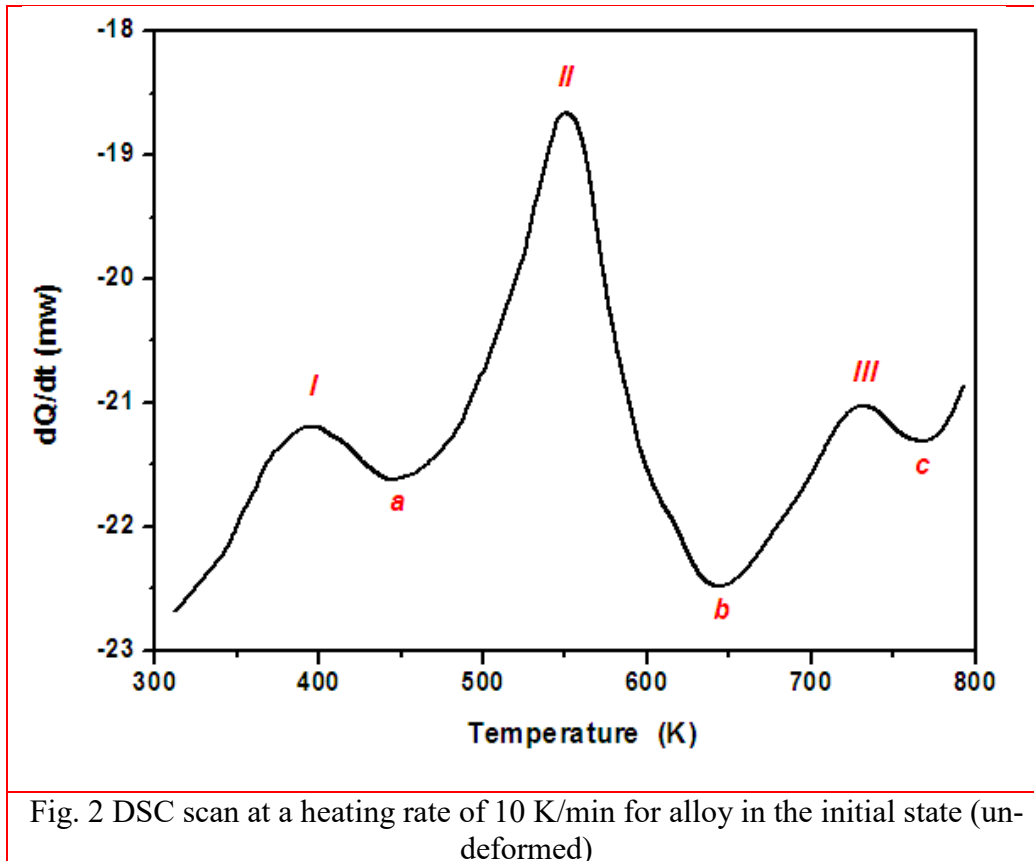
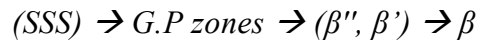


Figure 3 shows the DSC curve of the alloy cold-rolled by 50% reduction in thickness obtained with the same heating rate 10 K/min. Four exothermic reactions labeled as I, II, III and IV and four endothermic labeled as (a), (b), (c) and (d) were observed.

The exothermic peak I, centered at 354 K corresponds to the formation of the GP zones.

The exothermic peak II, centered near 513 is attributed to the formation of the strengthening precipitate β'' .

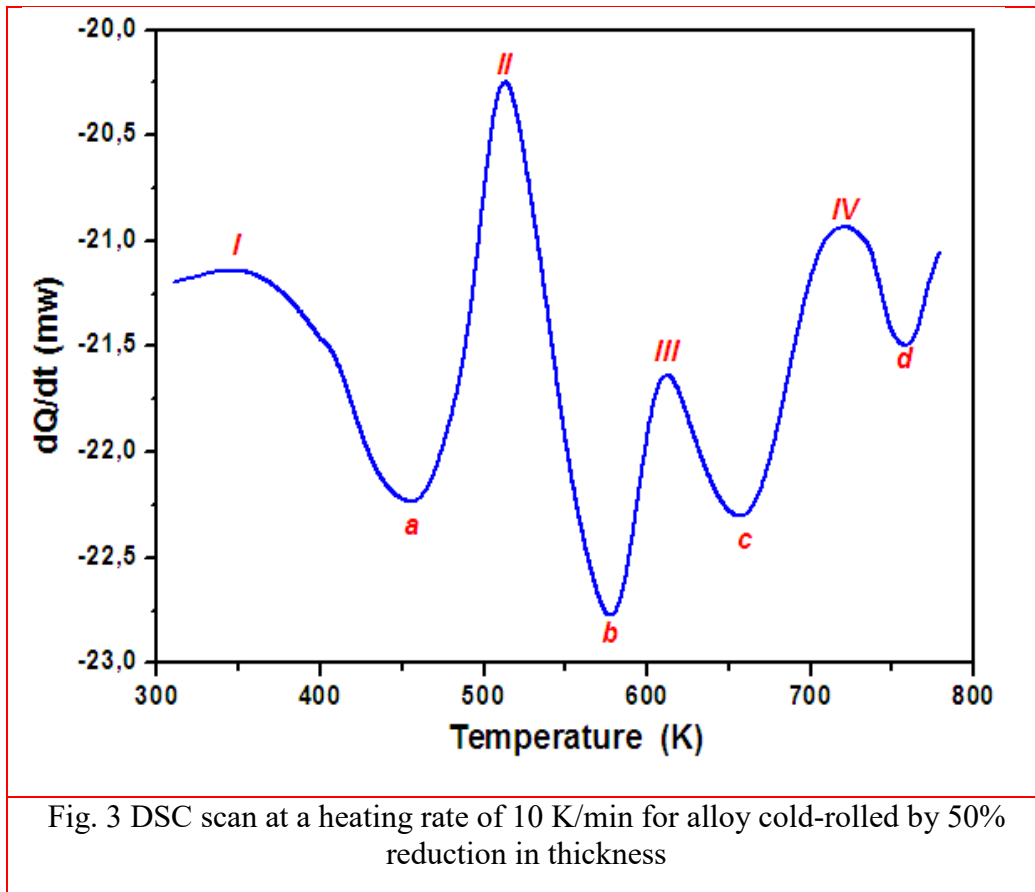
The exothermic reaction (peak III), centered near 612 K is attributed to the formation of the β' phase.

The exothermic peak IV, centered near 720 K is due to the formation of the equilibrium phase β .

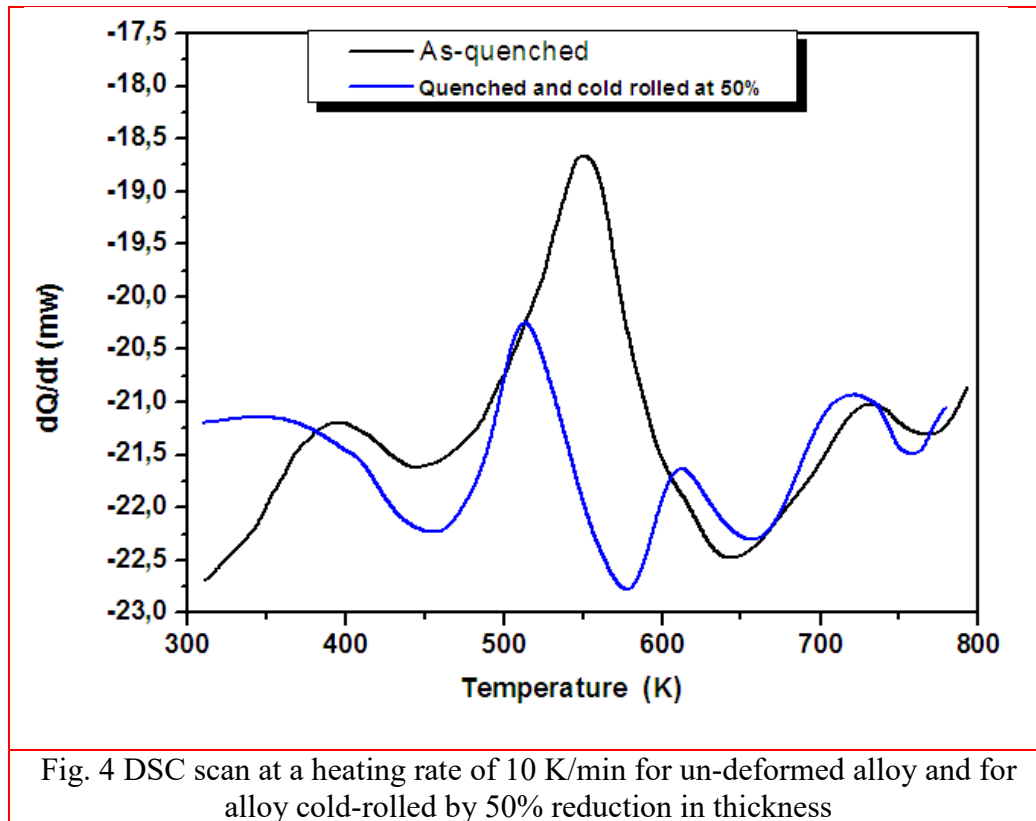
The endothermic peaks (a), (b), (c) and (d) appear at of 453 K, 577 K, 655 K and 756 K respectively, representing the dissolution of the GP zones, β'' , β' and β respectively.

Thus the decomposition of the supersaturated solid solution of the studied alloy cold-rolled by 50% reduction in thickness can be written according to the following precipitation sequence:





The comparison of the reaction peaks of the alloy in the initial state (un-deformed) with respect reaction peaks observed in the alloy cold-rolled by 50% shows that are displaced towards low temperatures. One can also note that the peak corresponds to the formation of the two phases β'' and β' in the case of the alloy in the initial state (un-deformed) has become two peaks, the first peak due to the formation of β'' phase and the second peak correspond to the formation of β' phase, Fig. 4. These observations can be related to the presence of dislocations generated by the plastic deformation during cooled rolling. These dislocations, present in large numbers, constitute preferential sites for the germination and the growth of the phases, which accelerates the kinetics of their precipitation [31, 33].



4. Conclusion

The influence of the cold rolling by 50% reduction in thickness on the microstructural changes and precipitation sequence of an Al-Mg-Si alloy sheet have been studied by optical microscopy and differential scanning calorimetry.

The evaluation of the results obtained on un-deformed and deformed alloy by cold rolling allowed us to make the following conclusions:

- ✓ The distributions of the grains are elongated along the rolling direction.
- ✓ The insoluble coarse particles that created during the manufacturing process of the alloy have become more noticeable after the rolling processes.
- ✓ The cold rolling process accelerates the kinetics of the precipitation of an Al-Mg-Si, because of the presence of a high density of dislocations generated by the plastic deformation during cooled rolling, which constitute favorable sites for the precipitation.

Hichem FARH and Toufik ZIAR have the equal contribution for this work, they are the first author together.

References

- [1] J. Hirsch, Recent development in aluminium for automotive applications, Transaction of Nonferrous Metals Society of China, 24(7) (2014) 1995-2002.
- [2] J. Hirsch and T. Al-Samman, Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications, Acta Materialia, 61 (2013) 818-843.
- [3] C-H. Ng, S. N. M. Yahaya and A. A. A. Majid, Reviews on aluminum alloy series and its applications, Academia Journal of Scientific Research, 5 (12) (2017) 708-716.
- [4] Y. Totik, R. Sadeler, I. Kaymaz, M. Gavgali, The effect of homogenisation treatment on cold deformations of AA 2024 and AA 6063 alloys, Journal of Materials Processing Technology, 147(1) (2004) 60-64.

-
- [5] M. Zidani, M. D. Hadid, T. Djimaoui, S. Messaoudi, L. Bessais, D. Miroud, H. Farh, M. H. Mathon, T. Baudin, The Influence of Aging on Industrially Cold Drawn Aluminum Alloy (6101) Used in the Electric Transmission Lines, *International Journal of Engineering Research in Africa*, 24 (2016) 9-16.
- [6] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh, and K. Djemmal, Study of mechanical and electrical properties of AlMgSi alloys, *Ann Chim-Sci Mat*, 35 (1) (2010) 59-69.
- [7] M. Zidani, L. Bessais, H. Farh, M. D. Hadid, S. Messaoudi, D. Miroud, M. K. Loudjani, A. L. Helbert, and T. Baudin, Study of texture, mechanical and électrique properties of cold drawn AGS alloy wire, *Steel Compos Struct*, 22 (4) (2016) 745-752.
- [8] H. Belghit, H. Farh, T. Ziar, M. Zidani, M. Guemini, study of mechanical properties and precipitation reactions in low copper containing Al-Mg-Si alloy *Arch. Metall. Mater*, 63 (4) (2018) 1643-1648.
- [9] Y. Aouabdia, A. Boubertakh, and S. Hamamda, Precipitation kinetics of the hardening phase in two 6061 aluminium alloys, *Mater Lett*, 64 (3) (2010) 353-356.
- [10] Y. Birol, DSC Analysis of the precipitation reactions in the alloy AA6082, *Therm Anal Calorim*, 83(1) (2006) 219-222.
- [11] W. F. Miao and D. E. Laughlin, Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminum alloy 6022, *Metall Mater Trans A*. 31(2) (2000) 361-371.
- [12] M. Murayama, K. Hono, W. F. Miao, and D. E. Laughlin, The effect of Cu additions on the precipitation kinetics in an Al-Mg-Si alloy with excess Si, *Metall Mater Trans A*. 32(2) (2001) 239-246.
- [13] H. Hatta, S. Matsuda, H. Tanaka, H. Yoshida, Effects of natural aging conditions on the bake hardenability of Al-Mg-Si alloys, In *Proceedings of the 9th International Conference on Al Alloys*, Brisbane, Australia, (2004) 564-569.
- [14] T. Ziar, H. Farh, and R. Guemini, The microstructure development during isothermal heat treatment study of an Al-Mg-Si aluminium alloy, *Acta Metall Slovaca*, 22 (3) (2016) 138-144.
- [15] S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, J. Jansen, C. Træholt, U. Tundal, and O. Reiso, The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater*, 46 (9) (1998) 3283-3298.
- [16] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, and S. Ikeno, Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass%Mg₂Si-0.4mass%Si alloy, *Mat Sci Eng A-Struct*. 262 (1-2) (1999) 232-237.
- [17] S. J. Andersen, C. D. Marioara, M. Torseater, R. Bjorge, F. J. H. Ehlers, R. Holmestad, and J. Royset: In *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*, Yokohama, Japan (2010), p. 413.
- [18] M. H. Jacobs, The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy, *Philos Mag*, 26 (1) (1972) 1-13.
- [19] J. P. Lynch, L. M. Brown, M. H. Jacobs, Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys, *Acta Metall*, 30(7) (1982) 1389-1395.
- [20] A. Gaber, M. A. Gaffar, M. S. Mostafa, and E. F. A. Zeid, Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg₂Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg₂Si-0.33 Cu alloys, *J. of Alloy Compd*, 429 (1-2) (2007) 167-175.
- [21] *Rolling Aluminium from the Mine Throuhg the Mill*. The Aluminum Association (2007). www.aluminum.org.
- [22] S. K. Panigrahi, R. Jayaganthan, Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy, *J Alloy Compd*, 509(40) (2011) 9609-9616.
- [23] V. Kumar, I.V. Singh, B. K Mishra, Improved Fracture Toughness of Cryorolled and Room Temperature Rolled 6082 Al Alloys, *Acta Metall Sin*, 27 (2014) (2) 359-367.
- [24] E. Cerri, P. Leo, Influence of severe plastic deformation on aging of Al-Mg-Si alloys, *Materials Science and Engineering A*, 410-411 (2005) 226-229

- [25] H. L. Yu, A. K. Tieu, C. Lu, X.H. Liu, , C. Kongd Mechanical properties of Al–Mg–Si alloy sheets produced using asymmetric cryorolling and ageing treatment, *Mater Sci Eng A*, 568 (2013) 212-218.
- [26] S. K. Panigrahi, R. Jayaganthan, V. Chawla, Effect of cryorolling on microstructure of Al–Mg–Si alloy, *Mater Lett*, 62 (2008) 2626-2629.
- [27] B. Mirzakhani, Y. Payandeh, Combination of sever plastic deformation and precipitation hardening processes affecting the mechanical properties in Al–Mg–Si alloy, *Mater Des*, 68 (2015) 127-133.
- [28] B. WANG, X. H CHEN, F.S. PAN, j.J. MAO,Y. FANG, Effects of cold rolling and heat treatment on microstructure and mechanical properties of AA 5052 aluminum alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 25 (2015) 2481-2489.
- [29] H. Farh, H. Belghit, T. Ziar, A. Noua, F.Serradj, The Cold Rolling Effects on the Microstructure and Micro-Hardness of Al-Mg-Si Alloy, *Diffusion Foundations*, 18 (2018)14-18.
- [30] K. Ikeda, T. Takashita, R. Akiyoshi, S. Hata, H. Nakashima., K. Yamada, K. Kaneko, Effects of scandium and zirconium addition on recrystallization behavior of AlMgSi alloy, *Materials Transactions*, 59 (4) (2018) 590-597.
- [31] A. Hayoune, A Dilatometric Study of the Non Isothermal Aging of a Cold Rolled Al-Mg-Si Alloy *Defect and Diffusion Forum*, 367 (2016)103-109.
- [32] K. Fukui, M. Takeda, and T. Endo, Morphology and thermal stability of metastable precipitates formed in an Al–Mg–Si ternary alloy aged at 403 K to 483 K, *Matter Lett*, 59 (11) (2005)1444-1448.
- [33] NEMOUR Hanène, doctorat thesis, Badji Mokhtar- annaba University, Algeria. (2016)