

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
CENTRE UNIVERSITAIRE LARBI BEN M'HIDI – O.E. BOUAGHI
INSTITUT DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :

Série :

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en physique

Spécialité : physique

Option : Physique de la matière condensée

THEME

**Effet des éléments d'addition sur
la microstructure des alliages
AlMgSi**

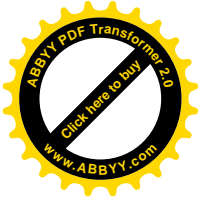
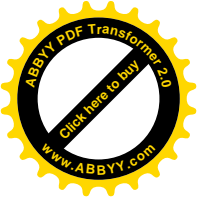
Par

FARH HICHEM

Soutenu le : 25 / 05 /2008

Devant le jury :

Président	C.AZIZI	Prof.	C.U.Larbi Ben M'hidi	O.E.Bouaghi
Rapporteur	R.GUEMINI	M.C.	C.U.Larbi Ben M'hidi	O.E.Bouaghi
Examineurs	L. HADJERIS	M.C.	C.U.Larbi Ben M'hidi	O.E.Bouaghi
	M.ZAABAT	M.C.	C.U.Larbi Ben M'hidi	O.E.Bouaghi
	H. DJBAILI	M.C.	C.U.Khenchla	Khenchla



REMERCIEMENTS

Ce travail doit beaucoup :

A son initiateur et propulseur Monsieur R.Guemini maître de conférences au Centre Universitaire Larbi Ben Mhidi d'Oum El Bouagui, à qui je rends un vibrant hommage pour ses conseils toujours sûrs et son soutien constant qui m'ont été bénéfiques à plus d'un titre. Comme je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour m'avoir fait profiter de son expérience et d'avoir accepté de participer au jury de ma thèse en tant que rapporteur.

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

Je tiens de remercier aussi Messieurs M.ZAABAT, Maître de Conférences au Centre Universitaire d'Oum El Bouaghi, L.HADJERIS, Maître de Conférences au Centre Universitaire d'Oum El Bouaghi et H.DJBAILI, Maître de conférence au Centre Universitaire de Khenchla, qui ont accepté pour participer à mon jury, malgré leurs nombreuses obligations.

Enfin, je tiens à exprimer ma gratitude à toute l'équipe du Laboratoire Propriétés Thermodynamiques et Traitement de surface des Matériaux(Université Mentouri de Constantine), dirigé par le professeur S.HAMAMDA, et plus particulièrement à monsieur F. SERRADJ, pour tout le soutien qu'ils m'ont apporté pour la réalisation de ce travail.

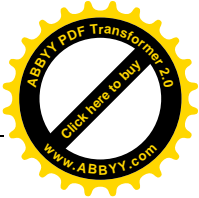
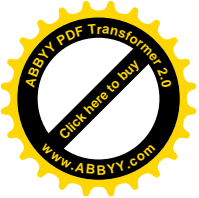


TABLE DES MATIERES

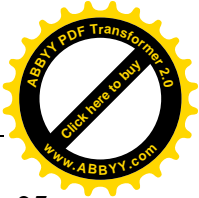
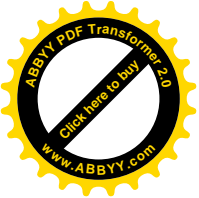
Liste des figures	06
Liste des tableaux	08
Introduction générale	09

Chapitre I : Généralités sur l'aluminium et ses alliages

I.1: Introduction	11
1.2: Propriétés de l'aluminium pur	11
I.3: Désignation des différents alliages d'aluminium	12
I.4: Classification des alliages d'aluminium	13
I.4.1: alliages sans durcissement structural	13
I.4.2: alliages à durcissement structural	14
I.5: Traitements thermiques	14
I.5.1: Principaux traitements thermiques	17
I.5.1.1: Traitement d'homogénéisation	17
I.5.1.2: Traitement d'adoucissement	17
I.5.1.3: Traitement de durcissement structural	17
I.5.1.4: Traitement de vieillissement	19
a) Vieillissement naturel	19
b) Vieillissement artificiel	19
c) Effet du vieillissement artificiel suivait d'un vieillissement naturel	19

Chapitre II: Précipitation dans les alliages AlMgSi

II.1: Généralités sur les processus de précipitation	20
II.1.2: Germination	20
II.1.3: Croissance des précipites	24
II.1.4: Coalescence des précipités	24
II.2: Précipitation dans les alliages AlMgSi	24
II.3: Précipitation dans les alliages AlMgSi(Cu)	25



II.3.1: Mécanismes de durcissement dans les alliages AlMgSi(Cu)	25
II.4: Structure cristallographique des principales phases	29
II.5: Effet des éléments d'addition sur la composition de l'alliage	30
II.5.1: Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium AlMgSi	31
II.5.2: Excès de magnésium	32
II.5.3: Excès de silicium	32
II.5.4: Les dispersoïdes	33

Chapitre III : Méthodes expérimentales

III.1: Traitements thermiques	34
III.2: Préparation des échantillons	34
III.3: Méthodes expérimentales utilisées	35
III.3.1: La microscopie optique	35
III.3.2: La microscopie électronique à balayage (MEB)	36
III.3.3: Diffraction des rayons X (DRX)	36
III.3.4: La dureté	38
III.3.4.1: La microdureté	38
III.3.4.1.a: Essai Vickers	38
III.3.5: La calorimétrie différentielle a balayage (DSC)	40

Chapitre V : Résultats et discussions

IV.1: Etude micrographique par microscope optique	42
IV.1.1: Etat brut	42
IV.1.2: Etat d'homogénéisation	42
IV.1.3: Etat de vieillissement	42
IV.2: Etude micrographique par microscope électronique à balayage (MEB)	47
IV.2.1: La microanalyse X des échantillons	47
IV.3: Etude par DSC	51
IV.3.1: Cas de l'alliage (a) à l'état brute	51
IV.3.2: Cas de l'alliage (a) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau	51
IV.3.3: Cas de l'alliage (b) à l'état brut	53

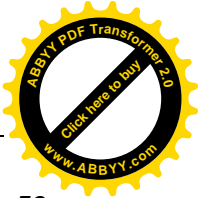
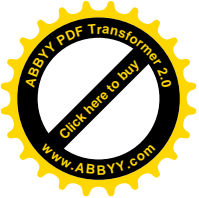
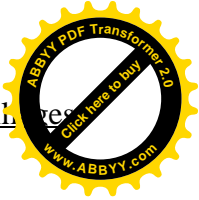
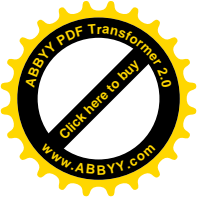


Table des matières

IV.3.4: Cas de l'alliage (b) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau	53
IV.3.5: Cas de l'alliage (c) à l'état brut	55
IV.3.6: Cas de l'alliage (c) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau	55
IV.4: La cinétique de transformation	58
IV.5: Mesure de la microdureté	64
IV.5.1: Effet des éléments d'addition sur la microdureté	64
IV.5.2: Effet des traitements thermiques sur la microdureté des alliages étudiés..	67
IV.6.5: Effet de l'excès de Si et l'addition de Cu sur la cinétique de vieillessement des alliages étudiés.....	67
IV.6: Diffraction des rayons X	70
Conclusion:	73
Références	74



I.1 Introduction

Les alliages métalliques sont essentiellement composés d'un métal de base auquel sont ajoutés d'autres éléments en faibles quantités dans le but de modifier les propriétés du matériau de base. La faible densité de l'aluminium pure ($\rho=2.8\text{g/cm}^3$) et sa faible résistance mécanique, comparativement aux aciers par exemple, limitent son utilisation dans les applications structurales. La bonne ductilité de l'aluminium et ses alliages, à l'état recuit, est liée à sa structure cristalline cubique à faces centrées. On peut aisément le mettre en forme par déformation plastique. Les alliages d'aluminium ont comme trait principal une excellente résistance à la corrosion

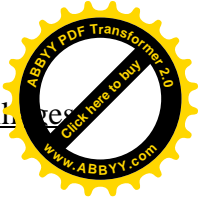
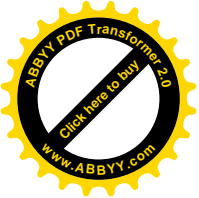
Une grande variété d'alliages d'aluminium a été ainsi développée afin d'améliorer davantage les propriétés de ce métal en ce qui a trait à ses propriétés physiques, mécaniques, électriques et autres. Les différentes nuances des alliages d'aluminium sont réparties en séries. Chacune de celles-ci est basée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

1.2: Propriétés physiques de l'aluminium pur

L'aluminium pur possède une structure cristalline cubique à face centrée C.F.C. Les principales valeurs des propriétés physiques de l'aluminium sont: [1, 2].

- Paramètre de maille: 0.405 nm à 25°C.
- Masse volumique à 25°C: 2.698 g/cm³
- Point de fusion: 660°C.
- Température d'ébullition: 2270°C.
- Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C: $2,55.10^{-5}/^{\circ}\text{C}$.
- Conductivité thermique à 20 °C: $\lambda = 217.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Résistivité électrique à 20°C: $\rho = 2.63 \mu\Omega\text{cm}$.
- Module d'élasticité: 68000 MPa
- Limite d'élasticité (0,2%): 30 à 40 MPa

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

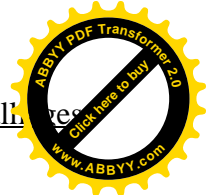
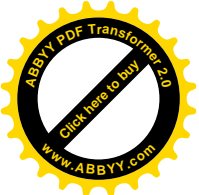


I.3: Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence et les chiffres subséquents indiquent la composition (Tableau 1.1).

Principal Élément d'alliage	Numéro de série
Aluminium pur à 99.xx%	1xxx
Cu	2xxx
Mn	3xxx
Si	4xxx
Mg	5xxx
Mg, Si	6xxx
Zn, Mg	7xxx
Autres	8xxx

Tableau I.1: Désignation des principales séries des alliages d'aluminium [3].



I.4: Classification des alliages d'aluminium

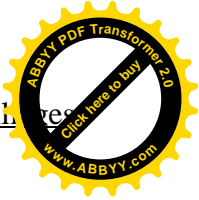
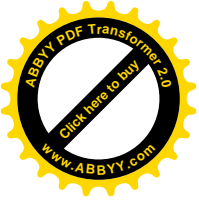
Les alliages d'aluminium les plus répandus sont Al-Cu, Al-Si, Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Si, Al-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu. Dans l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques tels que Al_2Cu (phase θ), Mg_2Si (phase β). Il existe deux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

I.4.1: alliages sans durcissement structural

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

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

Les alliages Al-Mn (série 3000) et Al-Mg (série 5000) sont les principales familles d'alliages d'aluminium sans durcissement structural. Le manganèse augmente les caractéristiques mécaniques par la précipitation de phases dispersées. En effet, le manganèse augmente la résistance et la température de recristallisation de l'aluminium grâce à la précipitation de Mn sous forme de fins précipités de type Al_6Mn



I.4.2: alliages à durcissement structural

Le durcissement structural obtenu par un processus comportant :

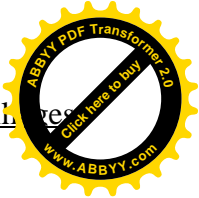
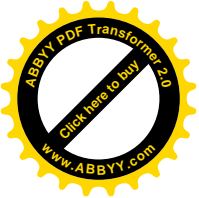
- La mise en solution des éléments durcissants
- La trempe, c'est à dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.
- Vieillessement à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le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

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

Dans le cas des alliages d'aluminium de la série 6000, les principaux éléments d'alliage sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour former le composé Mg_2Si . Le durcissement est assuré principalement par la précipitation de la phase métastable $\beta''(Mg_2Si)$. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Ces alliages ont une bonne aptitude aux transformation à chaud (laminage, filage) et au soudage. Leurs applications sont très variées: secteur automobile, naval et aéronautique [5].

I.5: Traitements thermiques

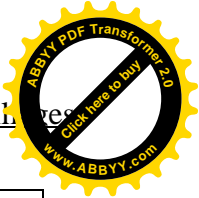
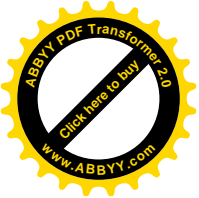
Les traitements thermiques ont pour but principal de changer la nature et la distribution des caractéristiques d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. Généralement les traitements thermiques en métallurgie sont : le recuit, la trempe, le revenu, et le vieillissement. Il existe une série des traitements thermiques standards développés par l'industrie dans le but de contrôler la microstructure et la méthode de fabrication et de fournir des alliages ayant des propriétés spécifiques. La désignation de ces traitements thermiques est présentée dans le Tableau I.2.



Désignation	Traitement ou état
F	Etat brut
O	Recuit
H	Ecroui
W	Traitement thermique de dissolution
T	Autres traitements thermiques

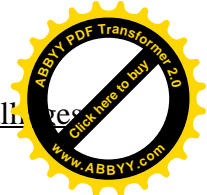
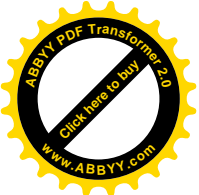
Tableau I.2: Séries de traitements thermiques standards [5]

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



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

Tableau I.3: Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium [5].



I.5.1: Principaux traitements thermiques

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

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

I.5.1.1: Traitement d'homogénéisation :

Le traitement d'homogénéisation consiste à chauffer le matériau à une température relativement élevée, généralement de 450°C à 500°C pour l'aluminium et 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium [6], et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures). Ce traitement a pour but de dissoudre les phases présentes au sein de l'alliage, de sorte à réaliser une homogénéisation de celui-ci sous une seule et même phase.

I.5.1.2: Traitement d'adoucissement

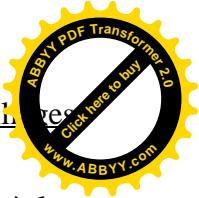
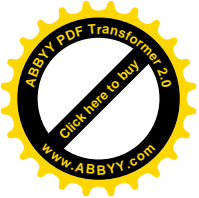
Les traitements d'adoucissement ont pour but d'adoucir un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. On note parmi ces traitements thermiques le traitement de restauration et le traitement de recristallisation utilisés dans le cas de matériaux écrouis, et le traitement de recuit de précipitation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

I.5.1.3: Traitement de durcissement structural

Ce type de traitement comprend généralement trois étapes distinctes:

- 1 : mise en solution solide.
- 2 : refroidissement rapide.
- 3 : traitement thermique de revenu.

Le traitement de mise en solution solide peut être considéré comme un traitement d'homogénéisation et d'adoucissement. Ce traitement est effectué à température assez élevée,



et permet de dissoudre les phases qui ont précipité dans l'alliage. Ceci contribue aussi à la diminution de la dureté du matériau.

Le refroidissement rapide, connu sous le nom de trempe a pour but de conserver la solution formée à haute température à la température ambiante. La vitesse de refroidissement varie d'un alliage à un autre. La vitesse critique de trempe dépend de la vitesse de diffusion des éléments constituant l'alliage.

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

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

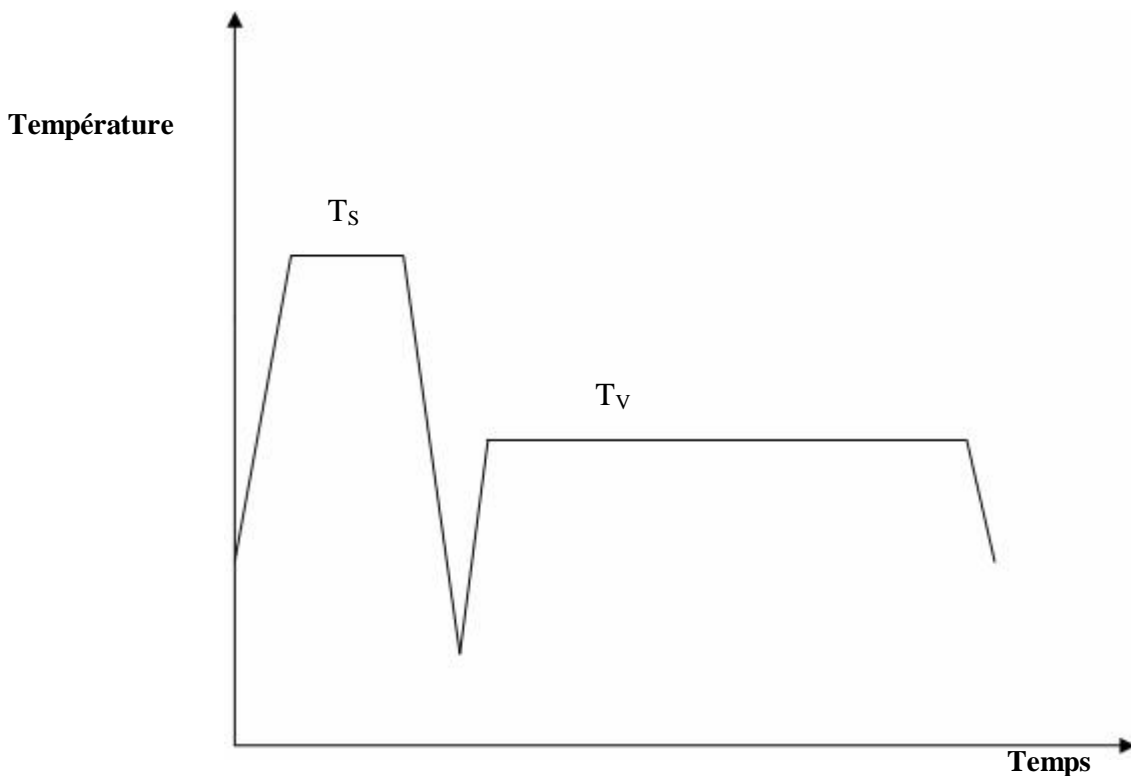
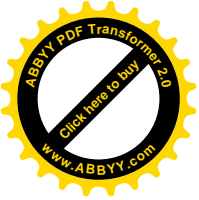


Figure I.1: Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structural

T_S: la température de mise en solution

T_V: la température de revenu



I.5.1.4: Traitement de vieillissement

a) Vieillissement naturel

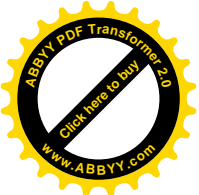
Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leurs traitements thermiques. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage. Le vieillissement naturel est stable peut durer de quelque jours jusqu'à plusieurs d'années. Certains alliages de la série 6000 peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante. Ainsi le vieillissement naturel a été vu pour augmenter la dureté [7].

b) Vieillissement artificiel

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

c) Effet du vieillissement artificiel suivant d'un vieillissement naturel

La maturation des alliages d'aluminium AlMgSi à la température ambiante peut diminuer les propriétés mécaniques obtenues après les traitements thermiques appropriés tel que le vieillissement artificiel [8]. Pashley et al ont obtenu une diminution des propriétés mécaniques pouvant dépasser les 10% dans le cas des alliages d'aluminium AlMgSi contenant plus de 1% Mg_2Si après une maturation de 24 heures. Cette réduction des propriétés mécaniques est liée au grossissement des particules dans le cas de l'alliage Al-1.2% Mg_2Si [9]. La microstructure formée durant la maturation est généralement dissoute après le vieillissement artificiel [10].



II.1: Généralité sur les processus de précipitation

Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir biphasé à des températures plus basses [12]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phase, est habituellement désigné par le terme de précipitation. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable car ils modifient profondément les propriétés de l'alliages. Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées : qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation continue et la précipitation discontinue.

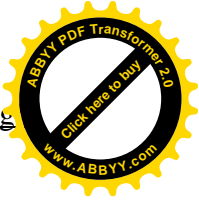
La précipitation continue nécessite la germination et la croissance des cellules constituées des produits biphasés comme le cas des lamelles de la seconde phase noyée dans la matrice. La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration du soluté de la phase mère diminue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

Dans le cas de la précipitation discontinue, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites [11].

Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possède au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente. Une phase a une structure proche de la phase initiale (la matrice ou phase mère) et l'autre est généralement composée de phases dispersées à l'intérieur de la matrice. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.

II.2: Germination

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



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

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

Avec :

ΔG_v Enthalpie libre volumique.

ΔG_s Enthalpie libre superficielle.

ΔG_d Enthalpie libre de déformation.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Si $r < r_c$ alors $\frac{d\Delta G}{dr} > 0$. La croissance des germes entraîne une augmentation de

l'énergie libre, et ces germes ont donc tendance à disparaître ; par contre les germes dans le cas de $r > r_c$ sont stables entraînant ainsi une diminution de l'énergie libre.

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

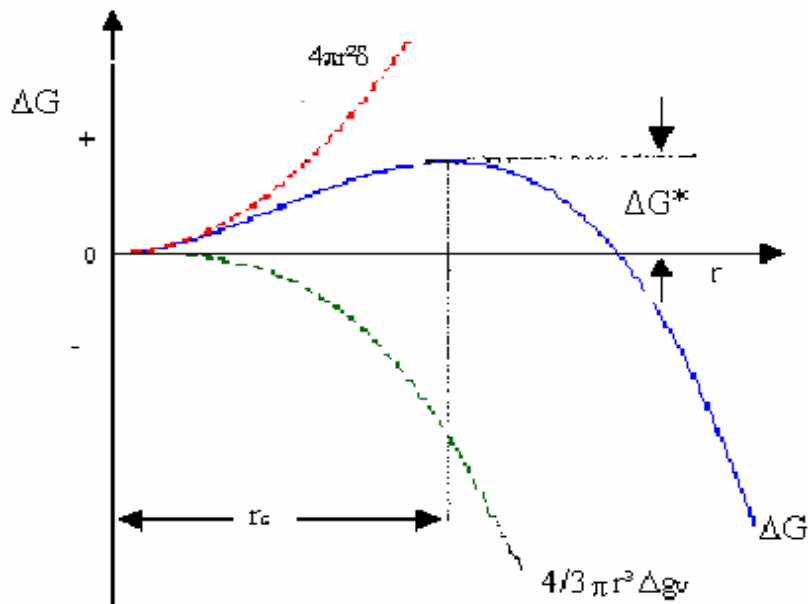


Figure II.1: Variation de l'enthalpie libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction de son rayon r

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

Les deux principales types de germination hétérogènes sont: la germination sur les joints de grains et la germination sur les dislocation. Dans le cas de la germination sur les joints de grains, une partie du joints 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 (Figure II.2)

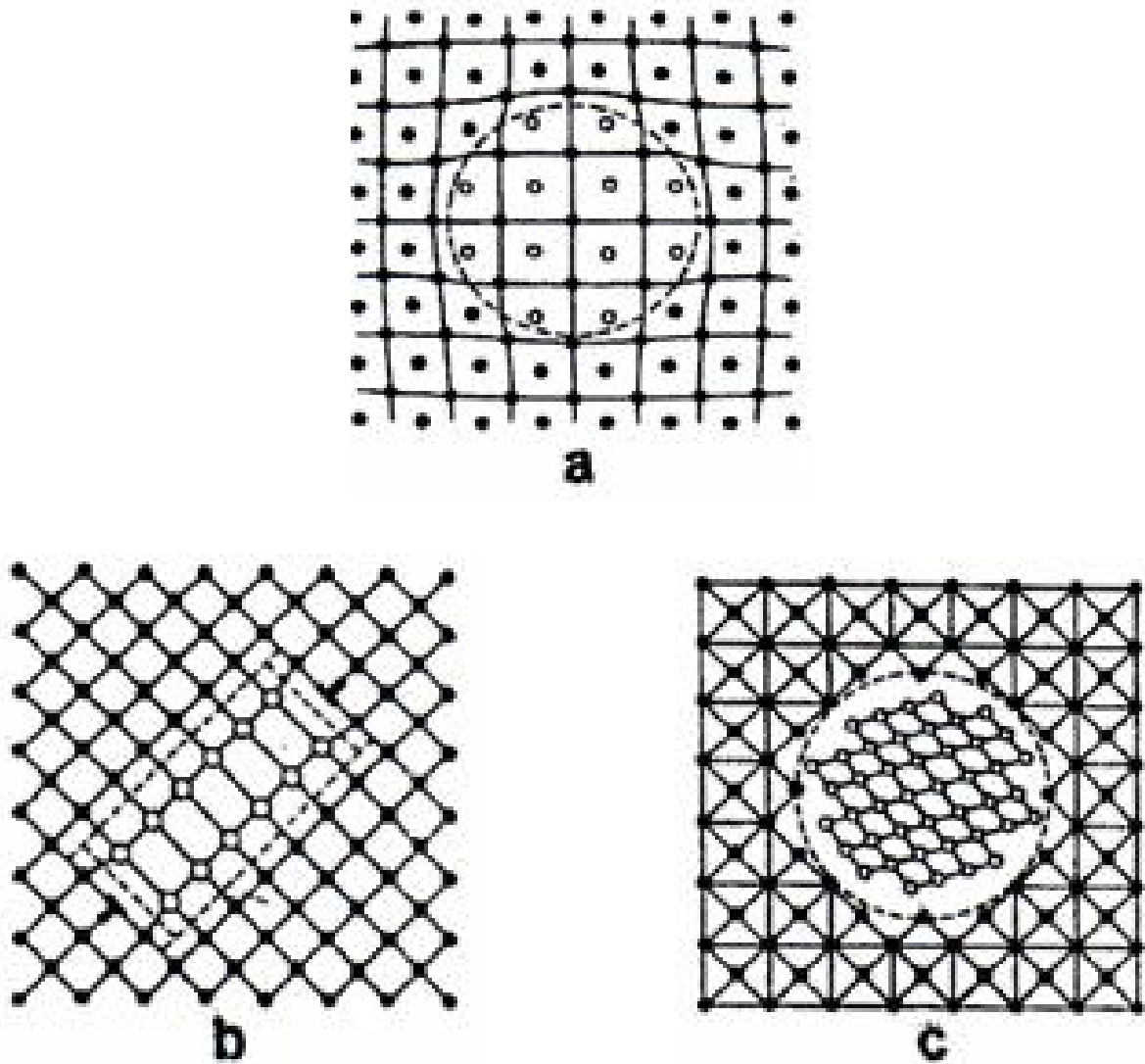
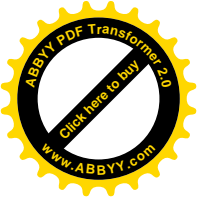


Figure II.2: Schématisation des trois types d'interface existantes entre un précipité et la matrice

- a- Interface cohérente
- b- Interface semi cohérente
- c- Interface incohérente.



II.3: Croissance des précipités

La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité, provoque d'un changement de volume qui a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases. L'apparition d'une surface entre le précipité et la matrice entraîne une différence entre les énergies de liaison atomique dans deux milieux en cet endroit qui donne l'énergie d'interface. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur le type d'interface séparant le germe de la phase mère, et sur la forme du précipité.

II.4: Coalescence des précipités

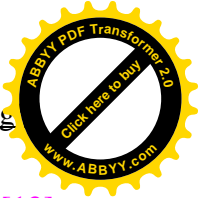
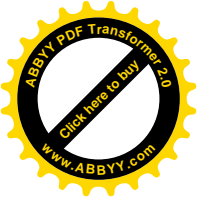
A la fin de la croissance, les proportions de phase dans un alliage polyphasé tendent vers les rapports prévus par le diagramme d'équilibre. La croissance des gros précipités se fait aux dépens des plus petits qui finissent par disparaître. Ce phénomène est expliqué comme suit: au voisinage des petits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

II.5: Précipitation dans les alliages AlMgSi

Quand le rapport atomique Mg/Si est égal à 2 (rapport massique 1.731), la séquence de précipitation est classiquement:

Amas d'atomes de S \longrightarrow zones GP \longrightarrow précipités β'' \longrightarrow précipités β' \longrightarrow $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ [21,22].

Les zones GP : ce sont des rassemblements des atomes de soluté qui conservent cependant leurs places aux nœuds du réseau de la matrice, connue sous le nom de zones de Guinier-Preston. Elle peuvent se présenter sous différentes formes suivant les différents types d'alliages (planes, sphériques ...) [15], les précipités β'' et β' sont des précipités de structures



métastables. Dans les alliages AlMgSi, la phase métastable β'' assure le durcissement [12]. Cette phase est présente pour le traitement thermique au pic de dureté [12,13]. Si l'alliage contient un excès de silicium on assiste à une précipitation plus fine de cette phase durcissante [14]. 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 avec $a = 0.636\text{nm}$ (le fluorure de calcium).

Cependant, des études récentes [16,17], notamment en utilisant des sondes atomiques, suggèrent que les premières étapes de la précipitation sont plus complexes. Le premier stade verrait la formation d'amas d'atomes de Si et d'amas d'atomes de Mg. Puis des co-amas de Mg et Si apparaîtraient avec la même composition chimique que les zones GP à qui ils donneraient naissance.

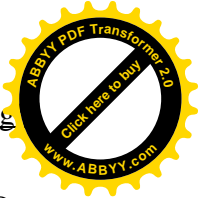
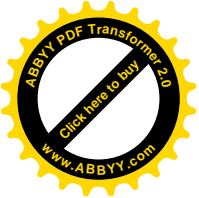
L'excès de silicium par rapport à la stœchiométrie de la phase Mg₂Si change considérablement les phases en présence dans les alliages Al-Mg Si [18], Matsuda a observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase β . Enfin les phases d'équilibre sont soit β si l'excès de silicium n'est pas trop important, soit du silicium le cas échéant.

II.3: Précipitation dans les alliages AlMgSi(Cu)

II.3.1: Mécanismes de durcissement dans les alliages AlMgSi(Cu)

De même que pour les alliages AlMgSi, le durcissement des alliages de la série 6000 au cuivre se fait grâce à la phase métastable β'' . Cependant l'addition de cuivre entraîne la formation de la phase Q qui possède plusieurs précurseurs successifs. L'un d'eux phase [19] se présentant sous forme de lattes semble participer lui aussi au durcissement structural des alliages AlMgSi(Cu) [20].

Dans les alliages AlMgSi(Cu), la séquence de précipitation dépend du rapport des concentrations en silicium et magnésium mais aussi du taux de cuivre. Les phases métastables qui suivent l'apparition de la phase β'' sont nombreuses et encore mal appréhendées [23]. Nous nous attacherons donc simplement à mieux comprendre les phases qui se forment à l'équilibre en fonction des concentrations en éléments d'alliages. Les phases à l'équilibre dans les alliages AlMgSi(Cu) peuvent être représentées grâce à trois tétraèdres de composition. Dans chacun d'entre eux, un équilibre à quatre phases peut être trouvé. A chaque fois, on retrouve la solution solide à base d'aluminium α et la phase quaternaire Q. La composition de Q n'est pas encore connue parfaitement, plusieurs



compositions sont proposées comme par exemple $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$ [24]. En plus de α et Q, deux autres phases sont présentes parmi θ (Al_2Cu), β et (Si). On peut représenter le diagramme de phase à la température ambiante par la figure.II.3 [20].

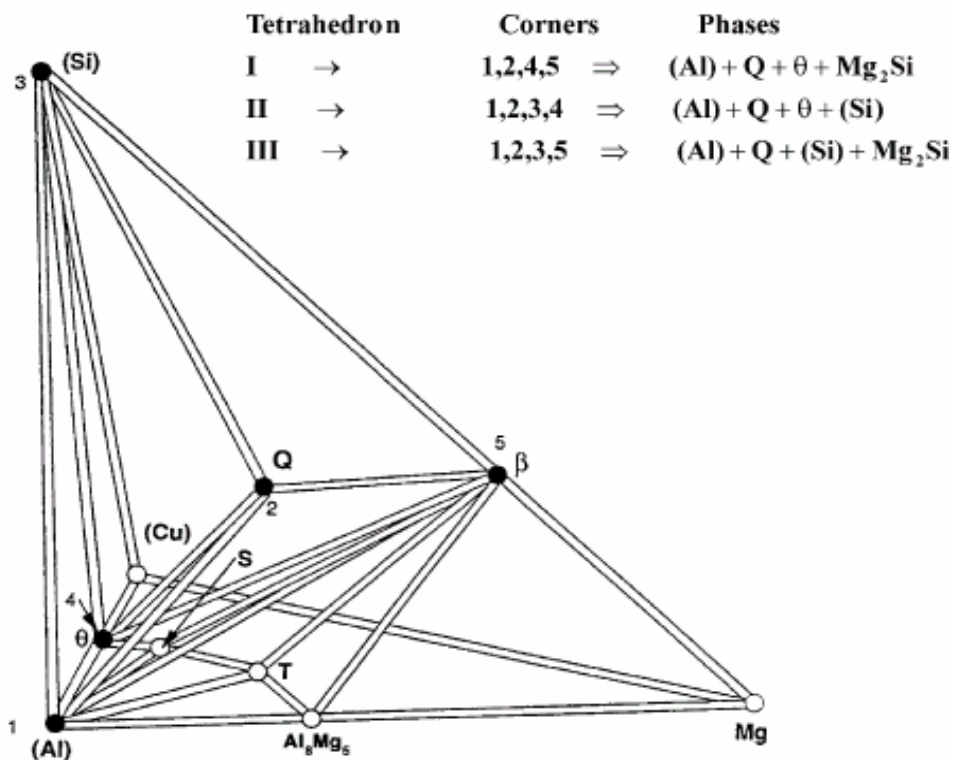


Figure II.3: Diagramme de phase de AlMgSi(Cu) à température ambiante [20].

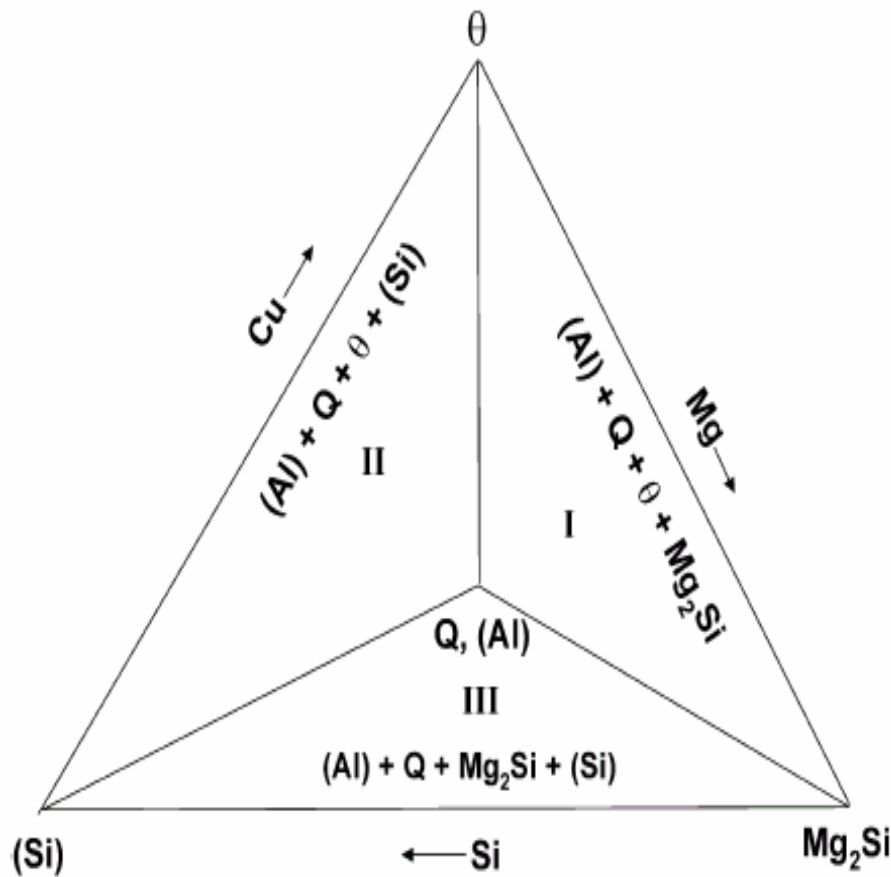
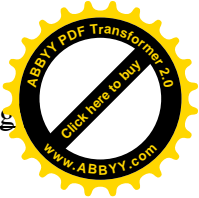
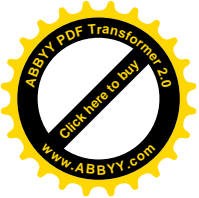
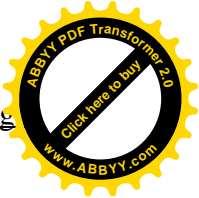
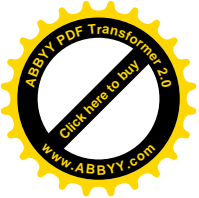


Figure II.4: Projection du diagramme de phase de AlMgSi(Cu) à température ambiante. La ligne verticale représente un ratio Mg/Si=1 (en poids) [20].

Selon la composition de l'alliage, on peut se trouver dans l'un ou l'autre des tétraèdres. Le tétraèdre I est défini par les phases d'équilibre α , Q, θ et β . Le deuxième est défini par α , Q, θ et Si. Enfin les sommets du tétraèdre III sont constitués par α , Q, Si et β . On peut représenter le diagramme de manière plus simple en considérant le ratio Mg/Si en poids. Si celui-ci est supérieur à 1, la composition de l'alliage se trouve dans le tétraèdre I. Si le rapport est inférieur à 1, on se déplace vers le tétraèdre II. Enfin si la concentration en Cu est faible (0.2-0.5%), on se trouve dans le tétraèdre III. On peut donc projeter les tétraèdres sur une surface perpendiculaire à la droite reliant α et Q (figure II.4).

Instantanément, les séquences proposées pour différentes compositions d'alliages après l'homogénéisation, trempe et vieillissement à des températures convenables. La séquence de



précipitation de l'alliage contenant 0.07 % Cu (% en masse) avec un excès de Si est

SSS → GP → aciculaire β'' → bâtonnets β' + lamellaire Q' → β+Si [21]

La séquence de précipitation de l'alliage contenant 0.91% Cu (% en masse) avec un excès de silicium est SSS → GP → aciculaire β'' + lamellaire Q' → lamellaire Q+Si [21,25]

Par l'analyse calorimétrique différentielle Laughlin et Miao [26] ont étudié les effets de la précipitation et la dissolution des alliages suivants:

a) Al 0.50% Mg Si 1.28% 0.07Cu (%masse)

b) Al 0.55% Mg Si 1.26% 0.9 Cu (%masse).

Immédiatement après l'homogénéisation, trempe et vieillissement à des températures convenables, les résultats obtenus sont représentés dans la figure ci-dessous, et le tableau ci-après récapitule les significations des pics apparent dans (figure II-5).

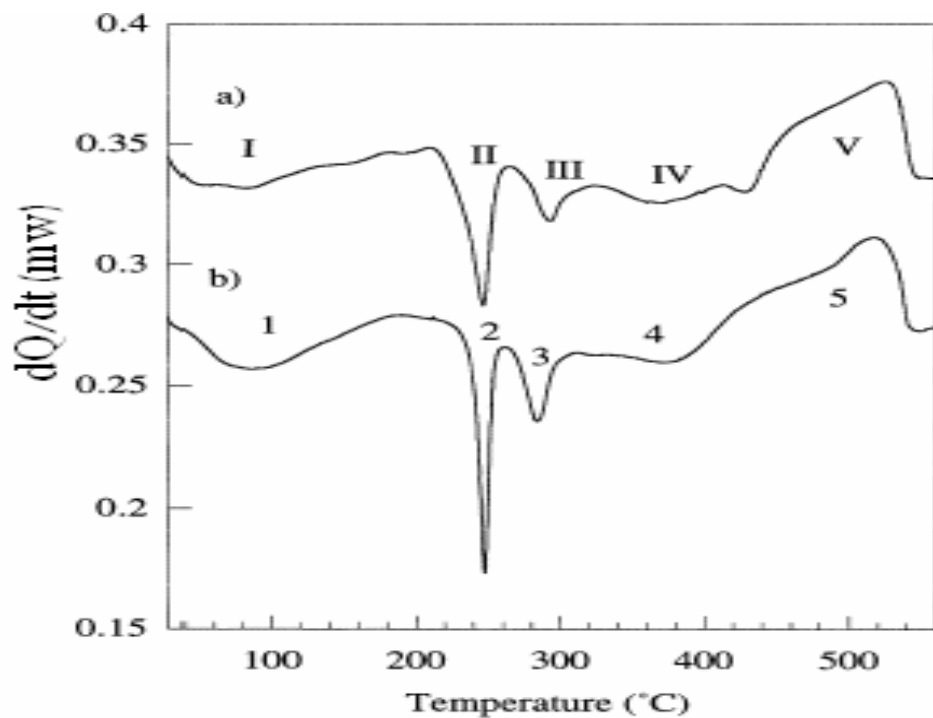
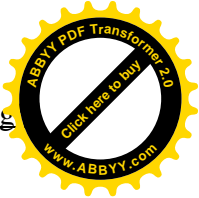
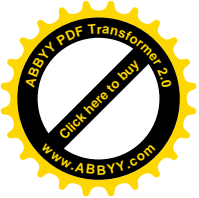


Figure II.5: Courbe DSC obtenue avec une vitesse de chauffage 100°C/min après trempe



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

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

II.5

Exo → Exothermique

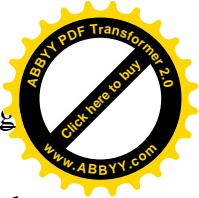
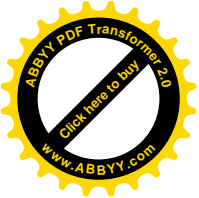
Endo → Endothermique

II.4: Structure cristallographique des principales phases

Les structures des principales phases stables et métastables rencontrées dans les alliages AlMgSi(Cu) sont regroupées Dans le tableau II.2 [23,27].

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

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



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

II.5: Effet des éléments d'addition sur la composition de l'alliage

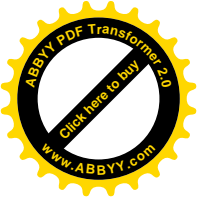
La résistance mécanique de l'aluminium pur est relativement faible et interdit son emploi pour certaines applications. Cette résistance mécanique peut être notablement augmentée par l'addition d'autres métaux, formant ainsi des alliages.

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

La nature et la teneur des éléments d'addition ont une influence sur plusieurs propriétés de l'alliage comme :

- * les caractéristiques mécaniques (charge de rupture R_m , limite élastique $R_{p0.2}$, l'allongement à la rupture $A\%$, la dureté).
- * la masse volumique.
- * les conductivités électrique et thermique.
- * la résistance à la corrosion.
- * l'aptitude au soudage.
- * l'usinabilité.
- * l'aptitude à la déformation.
- * l'aptitude à l'anodisation.

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

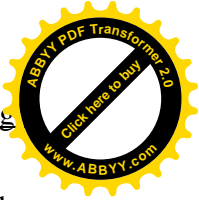
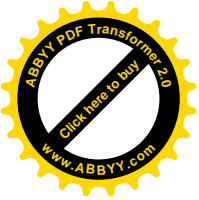


L'étude des alliages AlMgSi pendant un temps été considérée comme équivalente à l'étude de l'alliage binaire Al-(Mg₂Si), on sait à présent que la composition de l'alliage joue un rôle important, en particulier parce que la composition des phases métastables qui se forment n'est pas celle de la phase stable β (Mg₂Si). Les écarts à la stœchiométrie ainsi que la présence d'autres éléments d'addition vont favoriser l'apparition de certaines phases.

II.5.1: Effet du cuivre dans les alliages d'aluminium AlMgSi

Généralement le cuivre est toujours présent, dans les alliages d'aluminium industriels de la série 6xxx, au moins en tant qu'impureté. Les études de la précipitation dans le système AlMgSi(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 [20, 28]. En générale l'addition du cuivre s'avère pour augmenter la cinétique du précipitation durcissant et amélioré la microstructure. Le Cu change la morphologie des précipités en lattes plus fines [21].

S. Esmail et J. Lloyd montrent que le cuivre améliore la cinétique de vieillissement à température ambiante faisant suite à la trempe [29]. Ceci aurait résulté d'une forte interaction avec les lacunes [30]. On sait à présent que les phases apparaissant dans le système quaternaire AlMgSi(Cu) comme la phase Q et son précurseur métastable Q' apparaissent également dans les alliages peu chargés en cuivre [29-31]. L'augmentation de la teneur en cuivre de l'alliage conduit à des modifications importantes de la séquence. Epicier *et al* montrent que la disparition de la phase β' au profit de la phase Q' dans un alliage 6061 chargé en cuivre [32]. Outre les modifications sur la séquence de précipitation, le cuivre modifie également la composition chimique des précipités. En effet, on a pu mesurer un rapport Cu/Mg de 0,25 dans les précipités durcissants d'un alliage 6056 [31]. De même, les précipités β' ou Q' ont été mesurés comme s'enrichissant en cuivre en cours de revenu à 300°C dans différents variants d'alliages de la série 6xxx [33]. La présence de cuivre dans les précipités et son influence sur la finesse de la précipitation ont conduit à une interrogation sur la position du cuivre dans les précipités. Des études en MET filtrée en énergie (EFTEM) ont montré une ségrégation de cuivre à l'interface entre la phase Q' et la matrice [34,35]. L'addition du Cu dans un alliage équilibré supprime la précipitation des précipités β'' et retarde les phases de précipités β' et β [36].



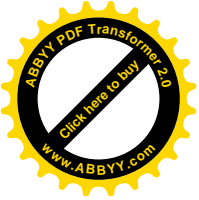
Des additions du Cu sont censées pour réduire le taux de vieillissement naturel pendant le stockage et ceci mène à une précipitation plus fine pendant le vieillissement artificiel. Joka buha rapporté que la détérioration des propriétés mécaniques dues au stockage des alliages AlMgSi pourrait être réduite par l'addition de 0.24% Cu [37]. La valeur de la dureté d'un alliage de la série 6xxx avec 0.6% Cu est toujours distinctement plus haute que cela d'un alliage sans Cu pendant le traitement isotherme à 250°C [38].

II.5.2: Excès de magnésium

Les alliages d'aluminium AlMgSi dits "à excès de magnésium" ont un rapport Mg/Si supérieur à 2. Ces alliages sont peu étudiés. En effet, les études concernant le durcissement structural cherchent en général à obtenir au pic de dureté une microstructure correspondant à une dispersion fine de précipités durcissants β ". Il semble qu'un excès de Mg ait tendance à favoriser l'apparition de la phase stable au dépend des phases métastables plus intéressantes du point de vue des propriétés mécaniques [20]. En effet, les phases métastables durcissantes ont un rapport Mg/Si inférieur à 2. La présence de magnésium en excès aurait tendance à favoriser la phase stable Mg_2Si au dépend des phases de rapport Mg/Si inférieur [39].

II.5.3: Excès de silicium

Les alliages d'aluminium AlMgSi dits "à excès de silicium" ont un rapport Mg/Si inférieur à 2. Ils ont un pic de dureté supérieur aux alliages dits stœchiométriques [40]. Un excès de silicium augmente également le durcissement par maturation à l'ambiante. Il semble cependant que, dans ce cas, le silicium n'influe pas sur la cinétique, mais uniquement sur la dureté de départ [41]. Comme dans le cas de la présence de cuivre, la composition des précipités durcissants est également affectée par un excès de silicium. D'une manière générale, on peut dire qu'un excès de silicium favorise les phases à rapport Mg/Si inférieur à 2 (les phases métastables, au dépend de la phase stable). On montre que le pic de dureté est moins stable et qu'un adoucissement apparaît plus rapidement. Ceci est dû à une déstabilisation plus rapide de la phase β " et à l'apparition de précipités de silicium [41]. La séquence de précipitation est également modifiée par un excès de silicium. La phase quaternaire Q et son précurseur Q' sont présents [42] dans les alliages à excès de Si contenant également du cuivre. Une phase de structure identique à Q' est également observé dans les alliages sans cuivre [43]. Plusieurs compositions chimiques des précipités dans les



alliages de la série 6xxx dépendant de la composition chimique de l'alliage ont été déterminées par différents auteurs [17, 41, 43, 44].

II.5.4: Les dispersoïdes

L'addition des petites quantités des éléments de transition tels que Mn, Cr, Zr et Ti modifie la microstructure, les propriétés mécaniques ainsi que les propriétés thermodynamiques des alliages d'aluminium. La solubilité dans l'aluminium des ces éléments d'addition est faible [45]. L'énergie d'activation de diffusion du Mn est égale à 50.5 Kcal /mol, ce qui est assez supérieur par rapport au coefficient de diffusion de l'aluminium dont la valeur est égale à 34 Kcal /mol [46,47].

Généralement l'addition des éléments de transition modifie de façon générale la forme et éventuellement la taille des grains et évite ainsi la recristallisation ou cours de la mise en solution [48,49].

III.3: Méthodes expérimentales utilisées

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

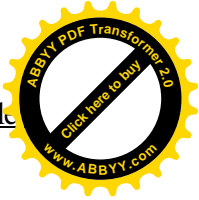
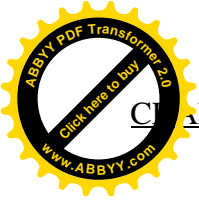
- > La microscopie optique.
- > La microscopie électronique à balayage (MEB)
- > La diffraction des rayons X.
- > La microdureté Vickers (HV).
- > L'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

III.3.1: Microscopie optique

Pour une compréhension des effets des différents traitements thermiques subis par l'alliage, est donnée par les observations de sa microstructure. En effet on peut voir pour une matrice déterminée la taille de grains et la répartition des précipités. Pour suivre l'évolution microstructurale des alliages étudiés en fonction des traitements thermiques nous avons utilisé un microscope optique ***OLYMPUS BX51M***



Figure III.1: Microscope optique OLYMPUS BX51M (LPTTSM Université de Constantine)



III.3.2: Microscopie électronique à balayage(MEB)

La fonction principale de cet appareil (le MEB) est de fournir une image en relief d'un objet balayé par un faisceau électronique. Elle doit permettre un examen des propriétés structurales des matériaux étudiés. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon.

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

Le microscope électronique à balayage (MEB) est équipé du system EDAX qui a permis de faire une étude qualitative des différentes phases intermétalliques observées suite aux différents traitements thermiques qu'ont subi les alliages d'aluminium étudiés.

III.3.3: Diffraction des rayons X (DRX) :

L'utilisation des méthodes de rayons X est un outil très performant et universel pour déterminer la structure des cristaux. L'arrangement des atomes dans un réseau cristallin est périodique. Lorsqu'une espèce cristalline est irradiée par un rayonnement X de longueur d'onde λ incliné d'un angle θ . Le rayonnement diffracté doit vérifier la relation de Bragg :

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

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

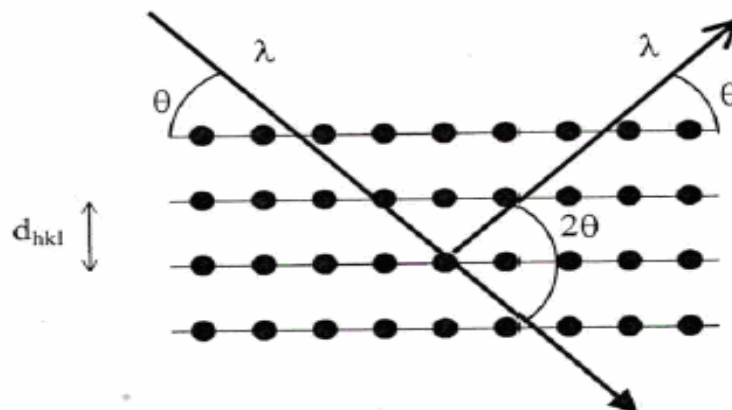
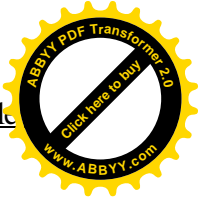
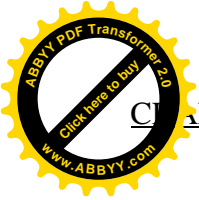


Figure III.2 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg

Dans notre cas nous avons utilisé un diffractomètre * **BRUKER - AXS type D8***. Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre. Le balayage a été fait entre 10° et 120° en 2θ



Figure III.3: Diffractomètre de type (BRUKER - AXS type D8 (LPTTSM Université de Constantine))



III.3.4: La dureté

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

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

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

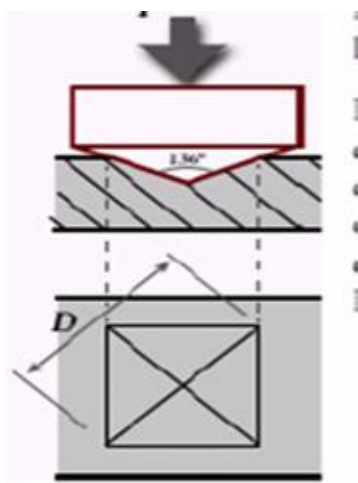
- 1- Essai Brinell : L'essai Brinell utilise comme poinçon une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre. Pour mesurer la dureté, on mesure la surface de l'empreinte.
- 2- Essai Vickers : Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base quadratique avec angle d'ouverture de 136°.
- 3- Essai Rockwell : Dans cette méthode le pénétrateur est soit un cône en diamant d'angle au sommet 120° et ayant une extrémité sphérique de 0.2 mm en diamètre.

III.3.4.1: La microdureté

III.3.4.1.a: Essai Vickers

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

$$H_V = \frac{1.854F}{D^2}$$



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

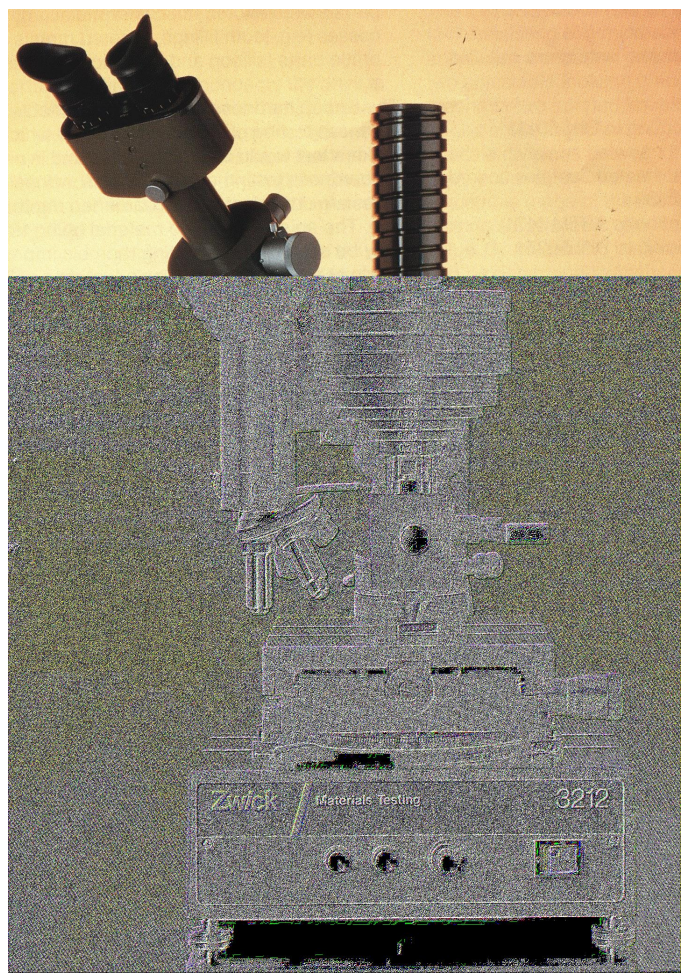
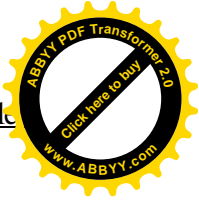
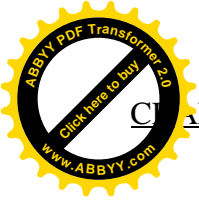


Figure III.4: Microdurometre ZWICK



III.3.5: La calorimétrie différentielle a balayage (DSC)

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

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

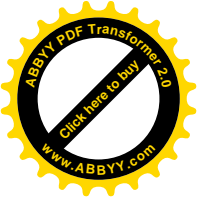
La DSC est une méthode d'analyse en balayage de température, à la chauffe comme au refroidissement. Elle peut être utilisée pour effectuer des mesures d'isothermes

pour étudier la cinétique des transitions. La mesure de $\frac{dQ}{dT}$ en fonction du temps nous permet d'étudier l'énergie d'activation des transitions.

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



**Figure III.5: DSC SETARAM 92 (LPTTSM
Université de Constantine)**



IV.1: Etude micrographique par microscope optique

IV.1.1: Etat brut

La figure IV.1 représente la microstructure des alliages étudiés à l'état brut. On observe des particules, de taille hétérogène. Elles sont plus particulièrement réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. Les grandes particules intermétalliques ont une taille moyenne d'environ 5 μm .

IV.1.2: Etat d'homogénéisation

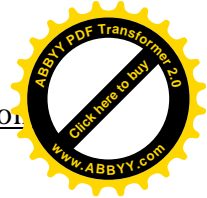
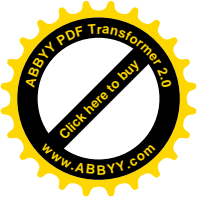
La figure IV.2 représente la microstructure des alliages étudiés après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 530°C. On observe des particules fines, réparties d'une façon homogène à l'intérieur des grains des trois alliages étudiés. Même après le traitement d'homogénéisation, quelques grandes particules qui ont été observées déjà à l'état brut restent insolubles. Cependant on remarque une diminution de leur taille. En effet le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition.

IV.1.3: Etat de vieillissement

Après le traitement d'homogénéisation suivis d'une trempe à l'eau, les alliages étudiés ont subi un vieillissement pendant 1 heure à différentes températures (Tableau IV.1).

Le vieillissement aux températures inférieures à 200°C n'a révélé aucun changement de la microstructure. Ce dernier n'est apparu qu'à partir la température de vieillissement de 250°C. La figure IV.3 représente la microstructure type des trois alliages homogénéisés à 530°C pendant 15 minutes et vieilli à 250°C pendant 1 heure. On remarque un changement de la taille des grains.

Tableau IV.1 représente la taille moyenne des grains des différents alliages étudiés, déterminé par la méthode quantitative (méthode par comptage). La taille moyenne des grains dans le cas de l'alliage (b) est plus petite comparée à celle des deux autres alliages. Ceci est dû à l'affinement de la taille des grains par le cuivre. Ce résultat est en bon accord avec [21, 46, 50,51].



Alliage Etat	La taille moyenne des grains de l'alliage (a)	La taille moyenne des grains de l'alliage (b)	La taille moyenne des grains de l'alliage (c)
brut	50 μm	42 μm	45 μm
Vieillis à			
- 75°C	47 μm	39 μm	42 μm
- 100°C	47 μm	39 μm	42 μm
- 200°C	47 μm	39 μm	42 μm
- 250°C	40 μm	30 μm	35 μm

Tableau IV.1: Variation de la taille moyenne des grains en fonction des températures de vieillissement

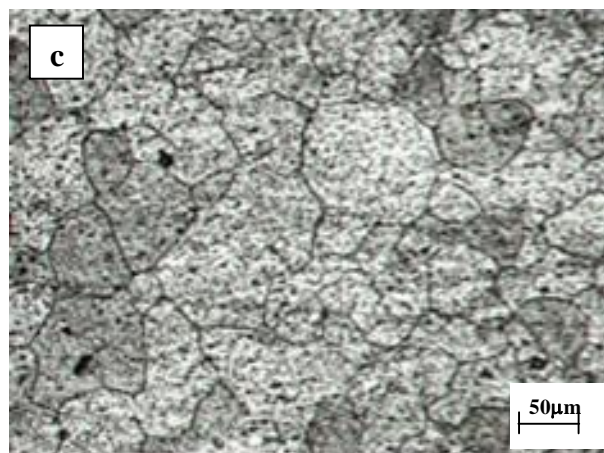
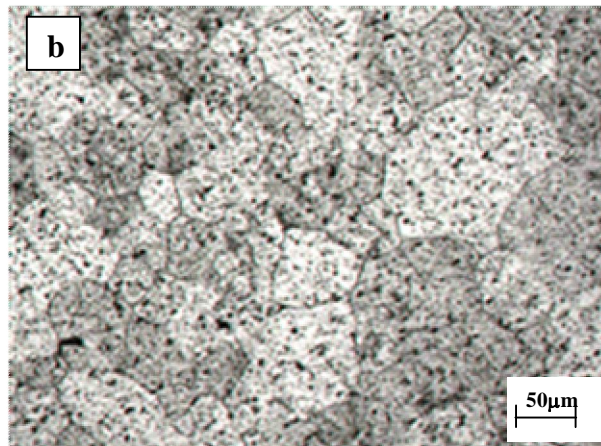
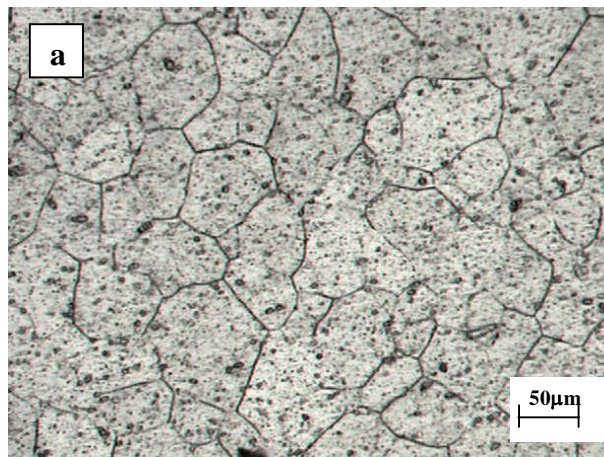


Figure IV.1 Microstructure des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut

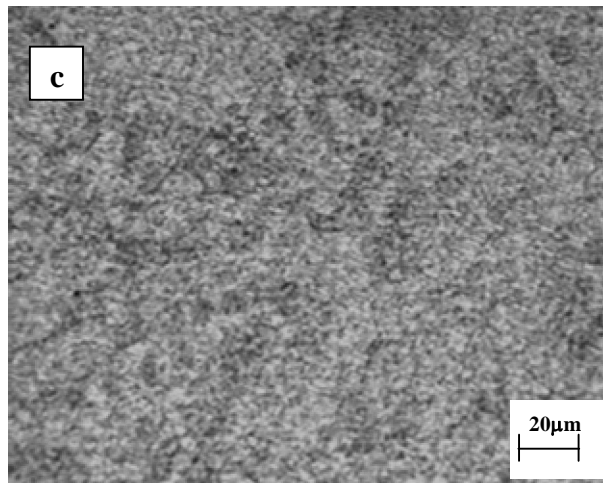
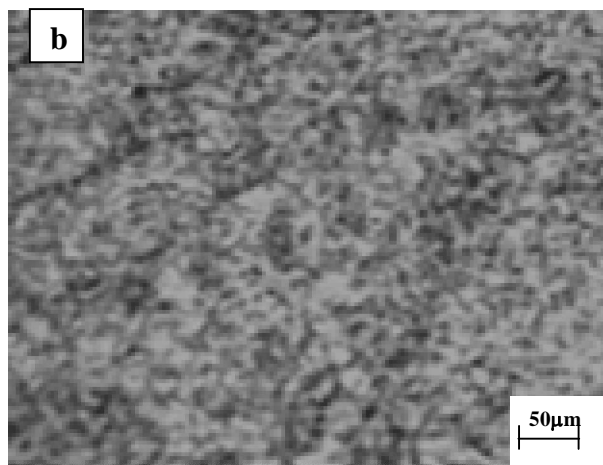
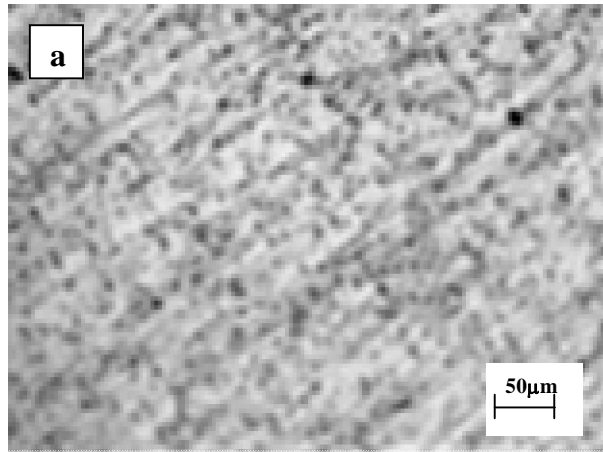


Figure IV.2 Microstructure des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés pendant 15 min à 530°C

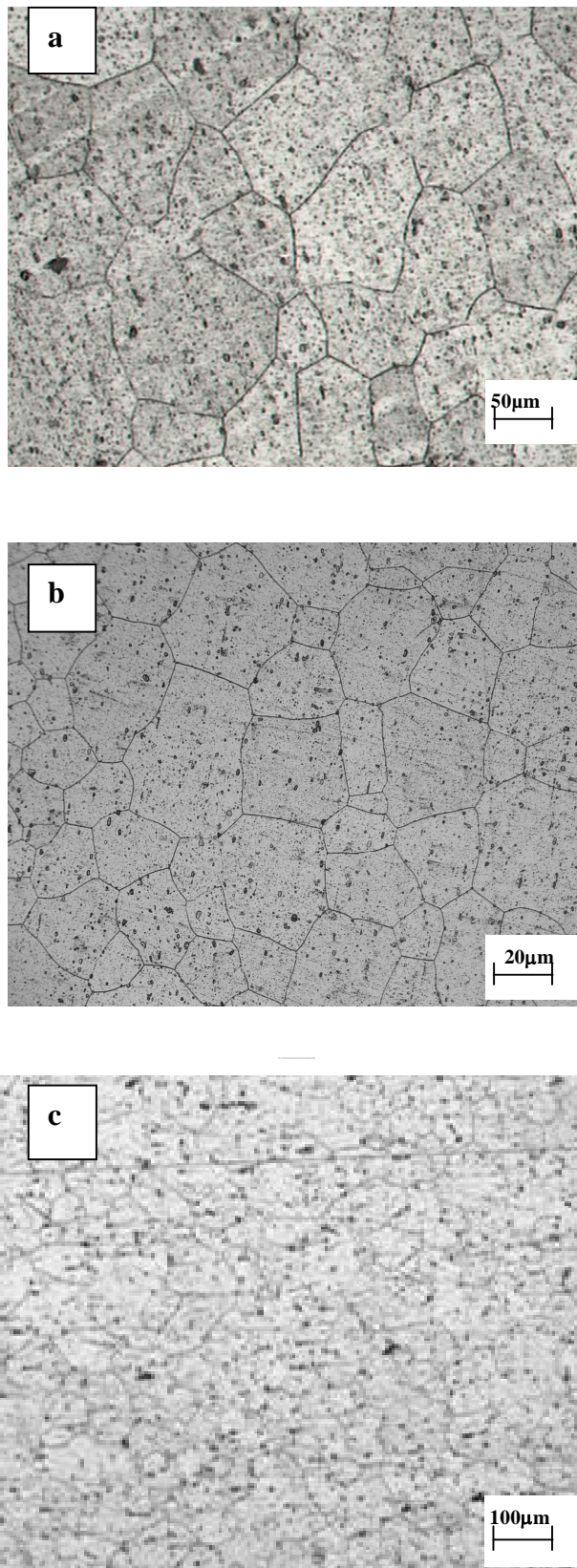


Figure IV.3 Microstructure des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés à 530°C pendant 15 minutes et vieilli à 250°C pendant 1 heure

IV.2: Etude micrographique par microscope électronique à balayage (MEB)

La figure IV.4 présente la microstructure des trois alliages étudiés à l'état brut obtenue par le microscope électronique à balayage. Une coexistence des grosses et fines particules est observée dans les trois alliages. La taille moyenne des grandes particules est d'environ 3 μm . Après le traitement d'homogénéisation pendant 15 minutes à 530°C, une distribution des grosses et fines particules est aussi observée, figure IV.5. Quelques particules observées à l'état brut restent insolubles même après le traitement d'homogénéisation.

IV.2.1: La microanalyse X des alliages

La composition chimique des particules observées dans les trois alliages étudiés a été déterminée à l'aide du microscope électronique à balayage (M.E.B) équipé du système EDAX. Ce dernier montre que la plupart des particules observées dans les échantillons à l'état brut sont principalement riches en (Al, Fe et Si). D'autres particules riches en (Al, Si, Cu, Mg et Fe), (Al, Fe, Si et Mn), et (Al, Cu, Mg et Si) sont aussi observées.

La figure IV.6 (1) représente le spectre de la composition chimique de la particule A observée dans la figure IV.5 de l'alliage (a) après le traitement d'homogénéisation. Les principaux éléments présents dans cette particule sont Al, Mn, Fe, et Si. Le traitement d'homogénéisation facilite l'incorporation d'une petite quantité de manganèse dans les particules initialement riche en Al, Cu, Fe et Si dans l'état brut.

La figure IV.6 (2) montre le spectre de la composition chimique de la grande particule B observée dans la figure IV.5 de l'alliage (b) après le traitement d'homogénéisation, Cette particule riche en (Al, Cu, Mg et Si). La composition exacte de ce type de la particule connue sous le nom de la phase Q reste inconnue. Cependant différent auteurs ont estimé sa composition comme suit $(\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6)$ [52], $(\text{Al}_4\text{CuMg}_5\text{Si}_4)$ [53], $(\text{Al}_4\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_7)$ [54], $(\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7)$ [55].

La figure IV.6 (3) montre le spectre de la composition chimique de la particule C observée dans la figure IV.5 de l'alliage (c) après le traitement d'homogénéisation. La majorité des particules observées riches en (Al, Fe, Si et Mn).

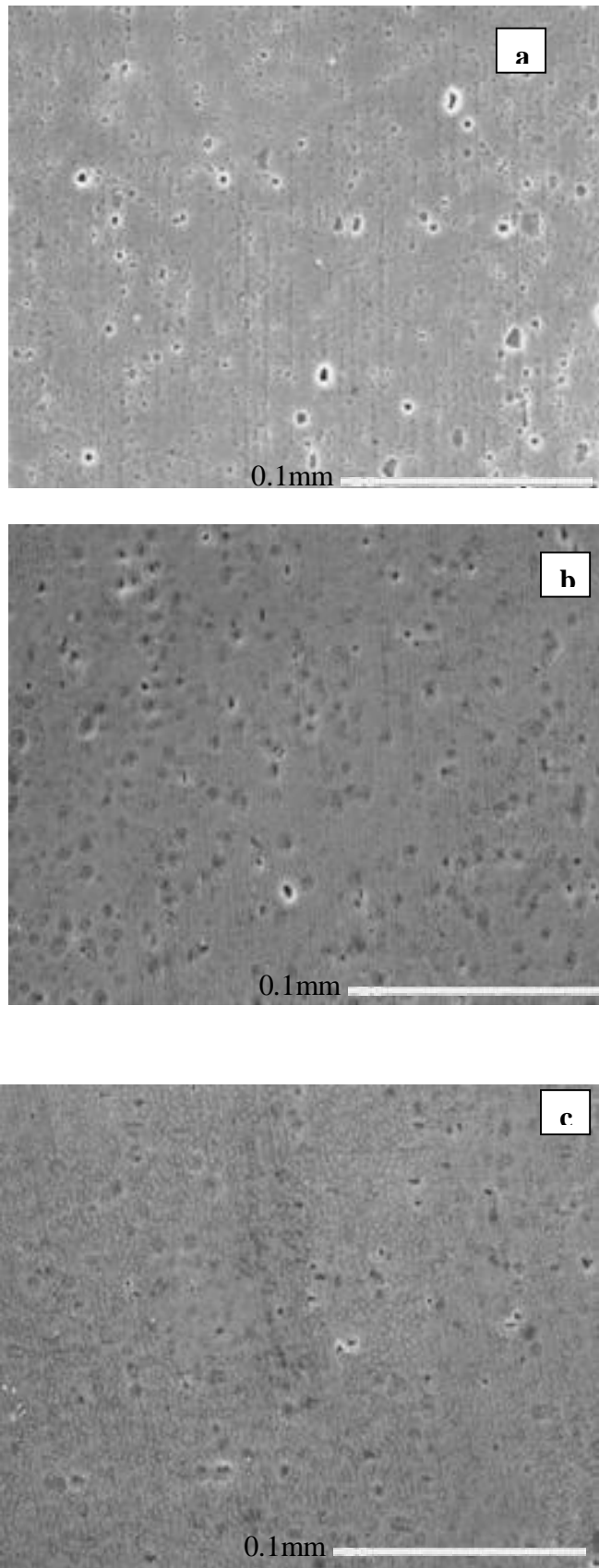


Figure IV.4: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut obtenue par MEB

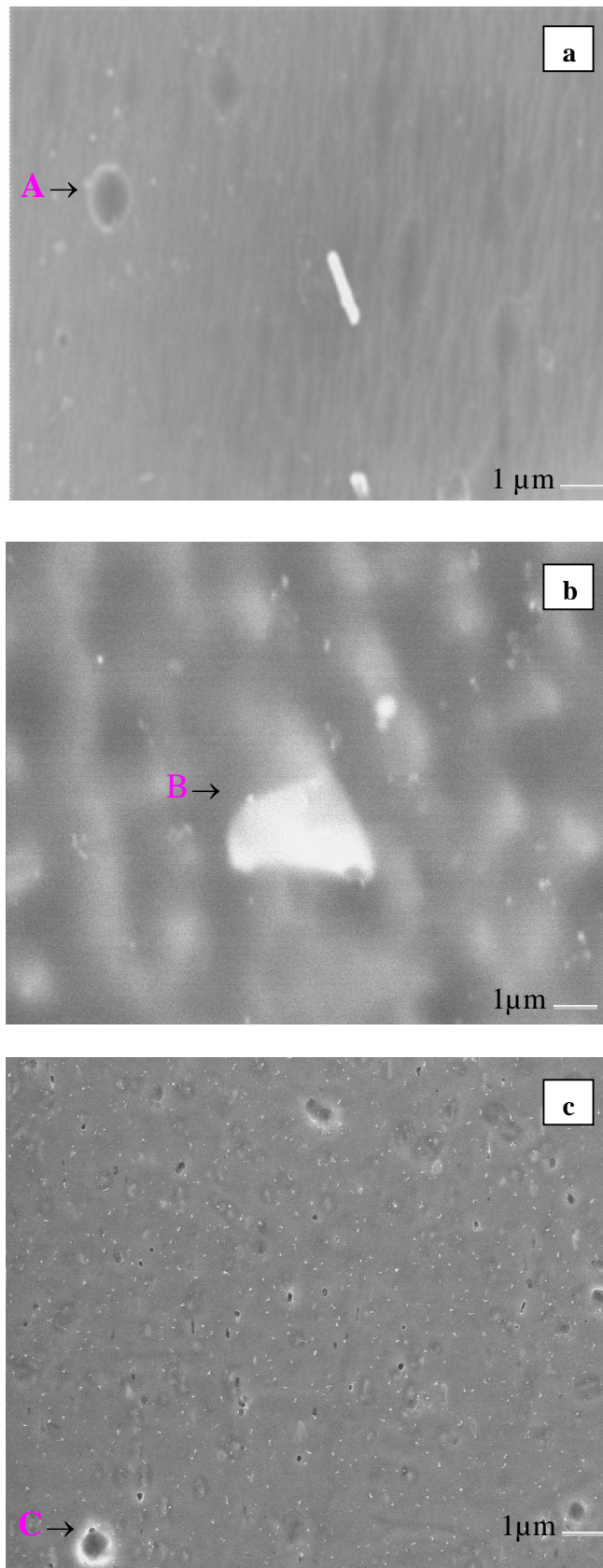


Figure IV.5: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés à 530°C pendant 15 min obtenue par MEB

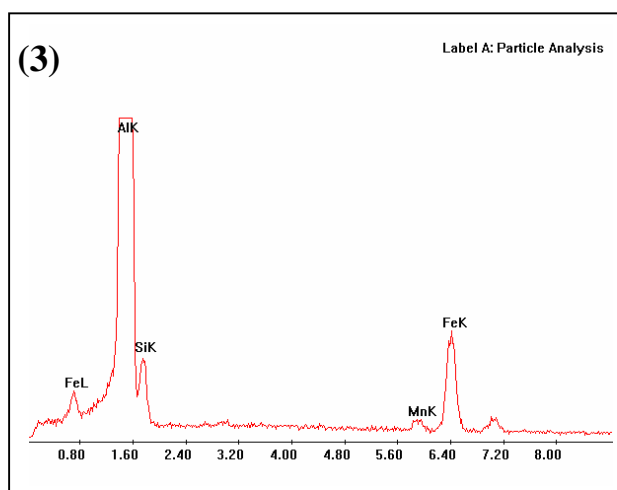
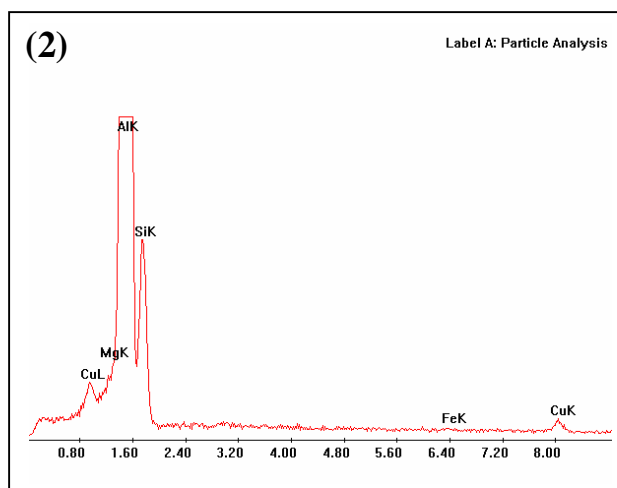
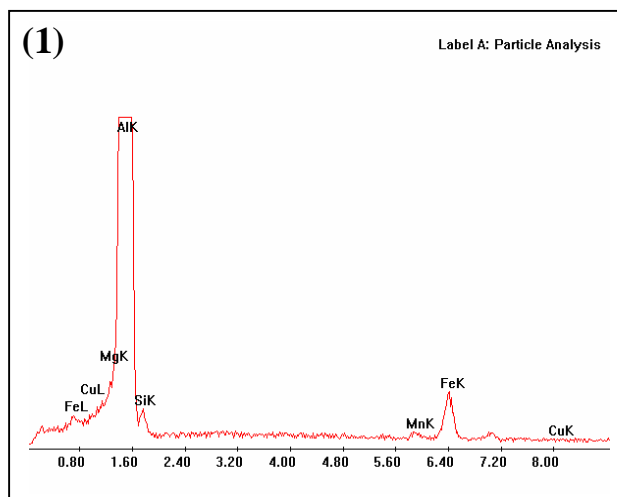
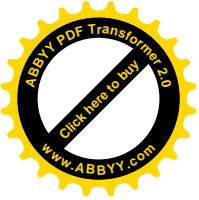


Figure IV.6 Composition chimique des particules dans les trois alliages après le traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 15 minutes



IV.3: Etude par DSC

IV.3.1: Cas de l'alliage (a) à l'état brut:

Le thermogramme de DSC de l'alliage (a) à l'état brut (figure IV.07), a été exécuté aux taux de chauffage de 5°C/min. Les balayages de DSC ont été effectués de la température ambiante jusqu'à 500°C. Six pics peuvent être identifiés du thermogramme de DSC. Trois pics exothermiques marqués (I), (III) et (V), et trois endothermiques marqués (II), (IV) et (VI). Le pic (I) situé à la température 98°C, ce pic peut être attribué à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si, le résultat obtenu est en bon accord avec cela obtenu par [56]. Le pic (III) situé à la température 277°C correspond à la formation des deux phases β'' et β' , ce qui confirme les résultats trouvés par S. Esmaili [57]. Concernant le pic (V) situé à la température 398°C, il est dû à la formation de la phase stable β . Les pics endothermiques (II), (IV) et (VI) apparaissent aux températures : 191°C, 360 et 410°C respectivement, sont attribuées à la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases β' et β . La séquence de dissolution est en bon accord avec les travaux de [50,58].

IV.3.2: Cas de l'alliage (a) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau

La figure IV.08 représente le thermogramme de DSC de l'alliage (a) homogénéisé à 530°C pendant 15 min. Ce thermogramme est obtenu avec une vitesse de chauffage de 5°C/min de l'ambiante jusqu'à 500°C. Les réactions observées sont identiques à celles observées dans la figure IV.07. Les pics sont situés aux mêmes températures comme dans la courbe précédente, mais ces pics sont plus clairs et plus intenses. Ceci est dû à la mise en solution des éléments d'addition lors du traitement d'homogénéisation.

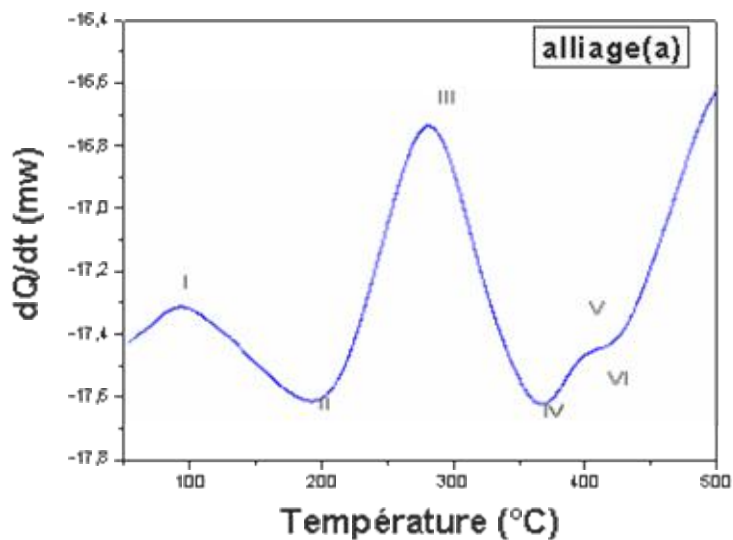


Figure IV.07: Le thermogramme de DSC de l'alliage (a) à l'état brut

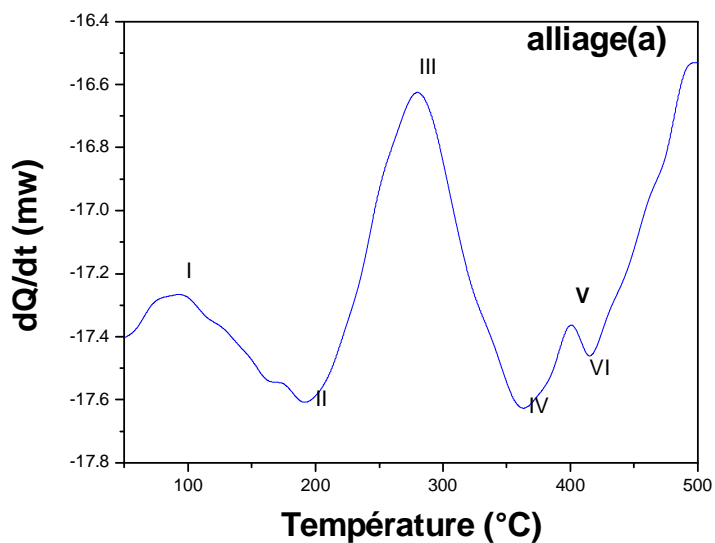
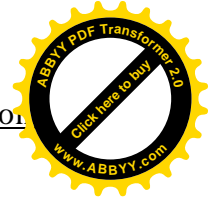
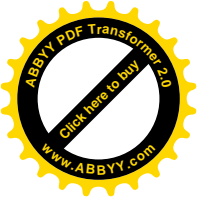


Figure IV.08: Le thermogramme de DSC de l'alliage (a) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau



IV.3.3: Cas de l'alliage (b) à l'état brut

La figure IV.09 présente le thermogramme de DSC de l'alliage (b) à l'état brut. On observe six pics, trois pics endothermiques marqués (II), (IV) et (VI), et trois exothermiques marqués en (I), (III) et (V). Le pic (I) situé à la température 110°C est dû à la formation des zones G.P et le pic (III) situé à la température 274°C est dû à la précipitation des phases (β' et β''). Le pic (V) situé à la température 364°C est dû à la précipitation de la phase β . Enfin, Les pics endothermiques (II), (IV) et (VI) apparaissent aux températures : 164°C, 342°C et 405°C respectivement, représentent la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases β , β' et β'' [50,58].

IV.3.4: Cas de l'alliage (b) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau

Le thermogramme de DSC de l'alliage (b) homogénéisé pendant 15 min à 530°C puis trempé à l'eau (IV.10). Les pics observés (I), (II), (III), (IV), (V) et (VI) situés aux températures 104°C, 159°C, 268°C, 337°C, 360°C, 405°C respectivement, sont les même pics obtenus dans le cas de l'alliage (b) à l'état brut. L'intensité des pics est plus forte et plus claire. Les pics sont décalés vers les basses températures.

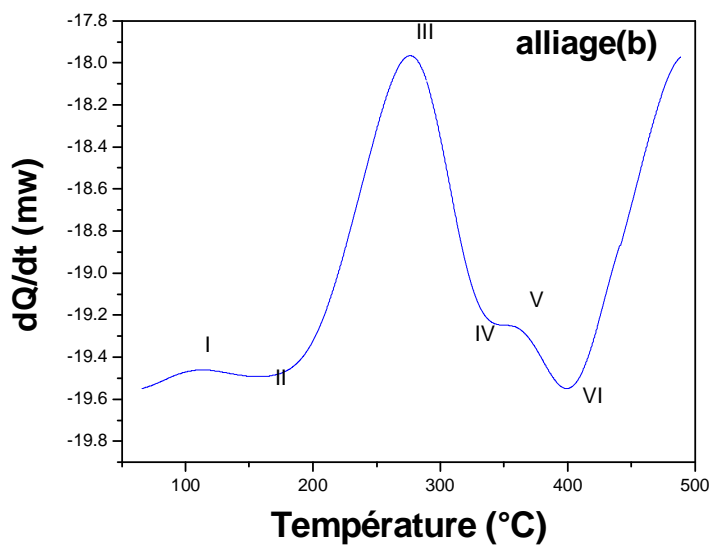
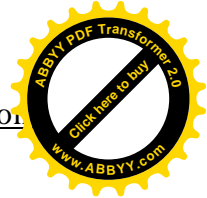
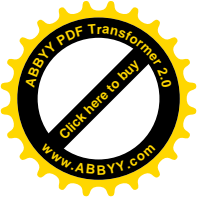


Figure IV.09 : Le thermogramme de DSC de l'alliage (b) à l'état brut

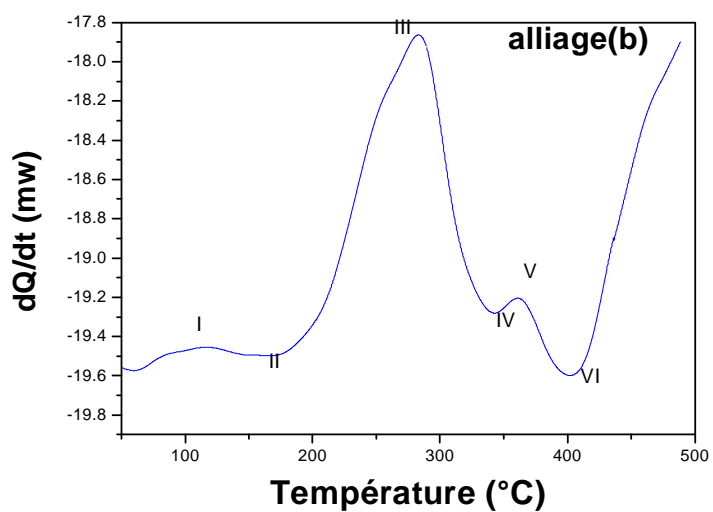
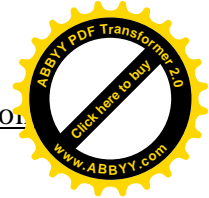
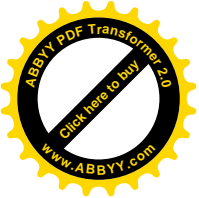


Figure IV.10 Le thermogramme de DSC de l'alliage (b) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau

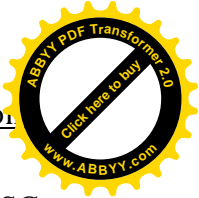
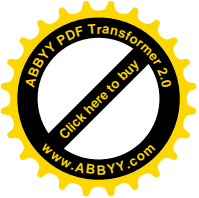


IV.3.5 Cas de l'alliage (c) à l'état brut

La figure IV.11 représente le thermogramme de DSC de l'alliage (c) à l'état brut. On observe sept pics, trois pics endothermiques (II),(V) et (VII), situés aux températures 213°C, 339°C et 453°C respectivement et quatre sont exothermiques (I), (III), (IV) et (VI) situés aux températures 99°C, 261°C, 299°C et 420°C respectivement. Le pic exothermique (I) est probablement dû à la formation des zones G.P. Les pics (III) et (IV) sont dus à la précipitation des phases β'' et β' , et le quatrième pic exothermique (VI) est dû à la précipitation de la phase β et/ ou du silicium. Les pics endothermiques représentent la dissolution des phases formées précédemment. Ces résultats sont en bon accord avec les travaux de Miao et al [58].

IV.3.6 Cas de l'alliage (c) homogénéisé 15 min à 530°C et trempé à l'eau

La figure IV.12 représente le thermogramme de DSC de l'alliage (c) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau. Sept pics peuvent être identifiés du thermogramme de DSC. Trois réactions endothermiques et quatre exothermiques plus discrets. Le pic exothermique (I) situé à la température 98°C, est probablement dû à la précipitation des zones G.P. Ceci confirme les travaux de Miao et al [58] qui ont révélé l'existence de ces zones G.P vers 95°C dans l'alliage Al-0.58% Mg-1.28%Si. D'autres auteurs [15, 50] ont reporté aussi l'existence de ces zones vers 100°C dans les alliages AlMgSi, avec des compositions différentes de Mg et de Si. Le deuxième pic exothermique (III) observé sur le thermogramme et situé à la température 260°C, est probablement lié à l'apparition de la phase β'' . Les travaux de Pashley et al [10], Laughlin et al [26] et Miao et al [58] confirment l'existence de cette phase à 250°C, 245°C et 240°C, respectivement. Le troisième pic exothermique (IV) situé à la température 296°C, ne doit être que celui dû à la précipitation de la phase β' . L'existence de ce pic exothermique, présent à la température d'environ 300°C, a été aussi rapportée dans différents travaux [15, 58, 59]. Matsuda et al [59] ont confirmé l'existence de cette phase à 250°C par le MET tandis que Miao et al [58] ont, par la calorimétrie, révélé la présence de cette phase à 280°C dans un alliages AlMgSiCu. Laughlin et al [26] ont observé cette phase à la température 300°C. Le quatrième et dernier pic exothermique (VI), situé à la température 417°C, est plus accentué sur le thermogramme est dû certainement à la présence de la phase d'équilibre β (Mg_2Si) et/ ou du Si. Enfin, les pics endothermiques (II) à 210°C, (V) à 340°C et (VII) à 450°C représentent la dissolution des zones G.P, β' et β respectivement.



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



L'examen du résultat de DSC de l'alliage (c), après l'homogénéisation, montre le même résultat avec un décalage des pics vers les basses températures comparé à celle obtenue à l'état brut.

La comparaison des deux pics exothermiques de l'alliage (c) correspondants à la précipitation des phases β'' et β' par rapport aux pics observés dans le cas des alliages (a) et (b), montre qu'ils sont décalés vers les basses températures. Ces observations peuvent être liées à l'excès de silicium contenu dans l'alliage (c), et par le fait que le silicium accélère la précipitation.

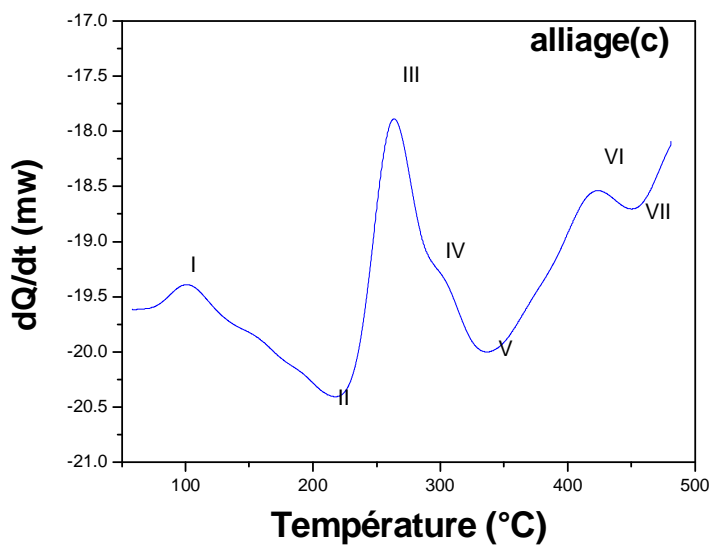
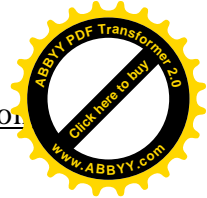
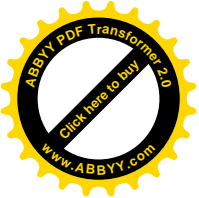


Figure IV.11: Le thermogramme de DSC de l'alliage (c) à l'état brut

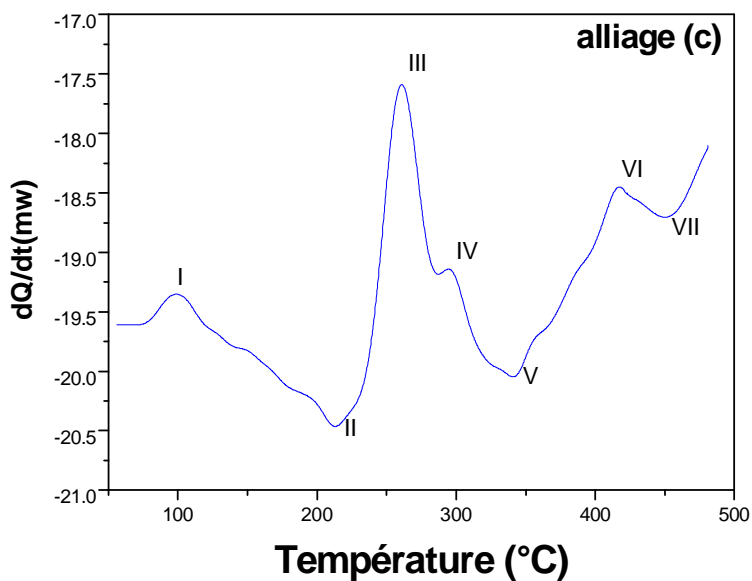
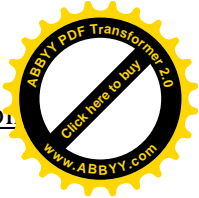
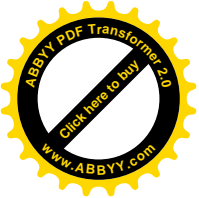


Figure IV.12 Le thermogramme de DSC de l'alliage (c) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau



IV.4: La cinétique de transformation

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

Différents méthodes sont appliquées pour évaluer les énergies d'activation efficaces pour la précipitation et la dissolution. La procédure de calcul est proposée premièrement par Ozawa en 1971 [61], et en suite par plusieurs chercheurs [60, 62,63].

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

Pour les trois alliages (a), (b) et (c) nous avons procédé à une série de quatre mesures faites à des vitesses de chauffage: 5, 10, 15 et 20°C/min.

Les thermogrammes des courbes de DSC des alliages (a), (b) et (c) montrent des pics exothermiques (précipitation) et endothermiques (dissolution). Nous avons analysé le pic le plus intense et plus clair situé aux environs de 260°C.

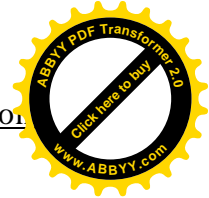
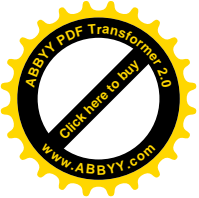
Les figures (IV.13, IV.14 et IV.15) illustrent les résultats de cette analyse. Elle représente la variation de la fraction transformée en fonction du temps. La présentation a été faite aussi sur une échelle semi-logarithmique afin de vérifier à l'avance la validité de l'analyse. Nous avons remarqué que les courbes sont parallèles et ordonnées, à partir de l'essai obtenu avec une vitesse de chauffage de 20°C/min jusqu'à la vitesse de chauffage de 5°C/min.

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

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

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

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



La figure IV.16 représente les courbes de $\ln\left(\frac{T^2}{\phi}\right)$ en fonction de $1/T$ des trois alliages étudiés qui sont des droites dont la pente donne directement l'énergie d'activation de la réaction.

Les calculs ont été faits sur le pic de précipitation situé environ de la température 260°C. Les énergies d'activation obtenues sont rapportées dans le tableau IV.2. On remarque, que les valeurs des énergies d'activation déterminées dans le cas des deux alliages (a) et (b) sont supérieures à celle de l'alliage (c). On peut déduire que la cinétique de transformation dans l'alliage (c) est plus facile que celles des deux autres alliages. En effet, l'excès de Si facilite la précipitation.

Alliage	Energie d'activation (KJ / mol)
(a)	160.7
(b)	184.4
(c)	124.6

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

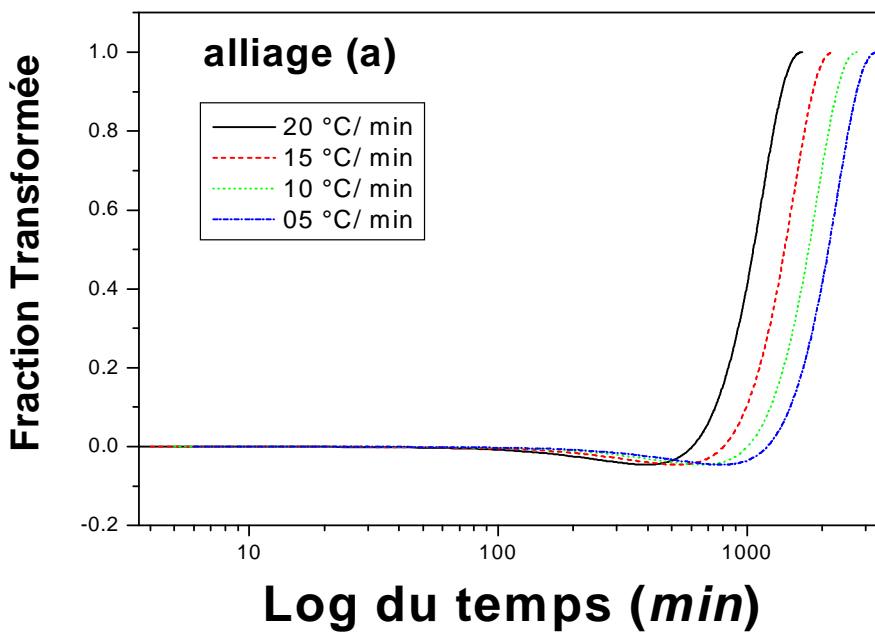
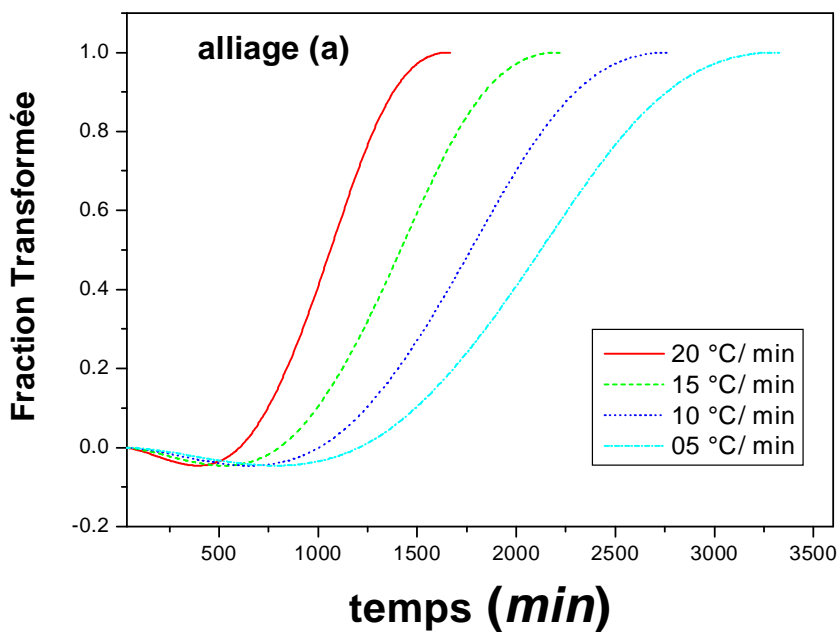
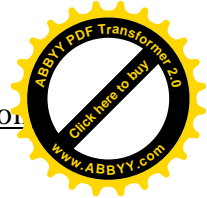
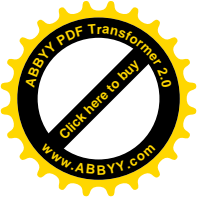


Figure IV.13 La variation de la fraction transformée en fonction du temps et Log du temps de l'alliage (a)

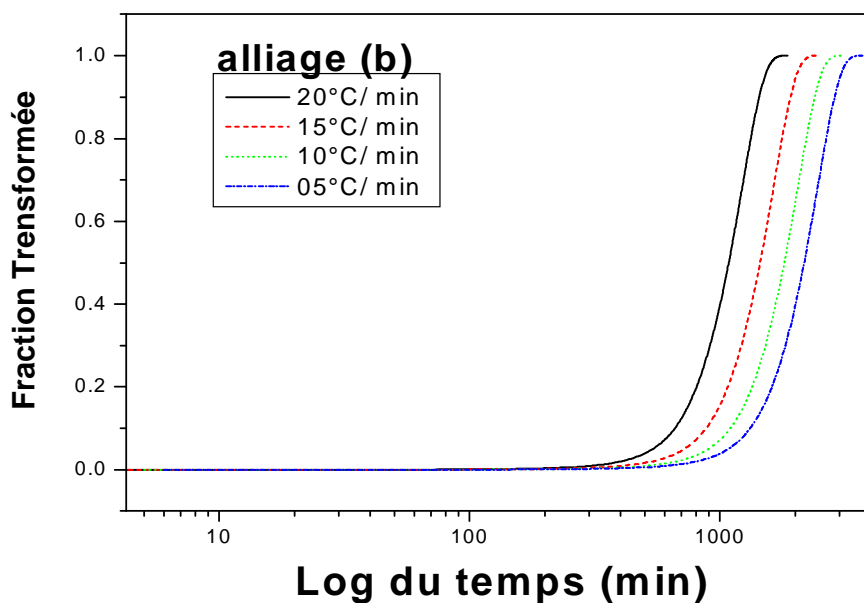
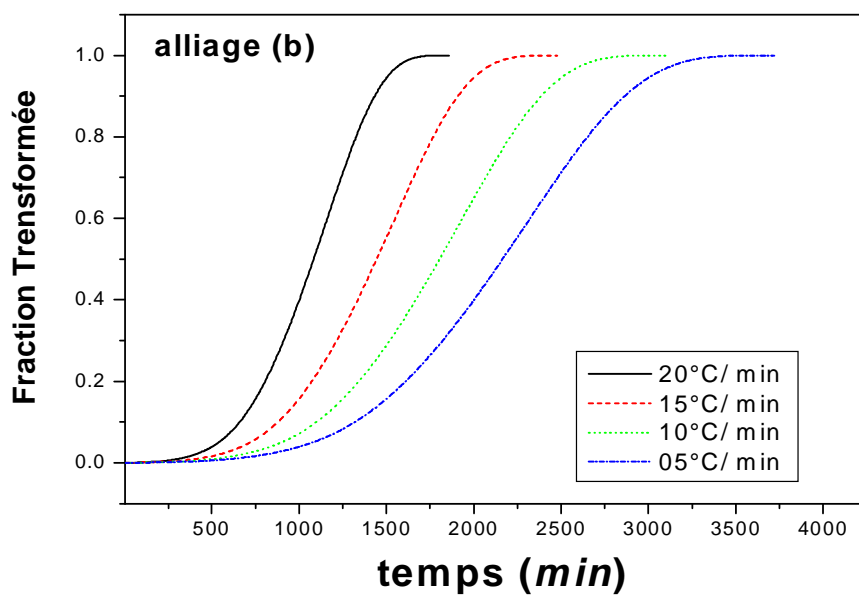
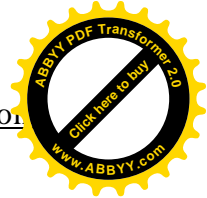
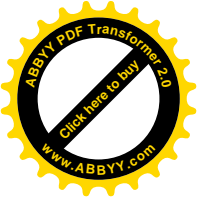


Figure IV.14 La variation de la fraction transformée en fonction du temps et Log du temps de l'alliage (b)

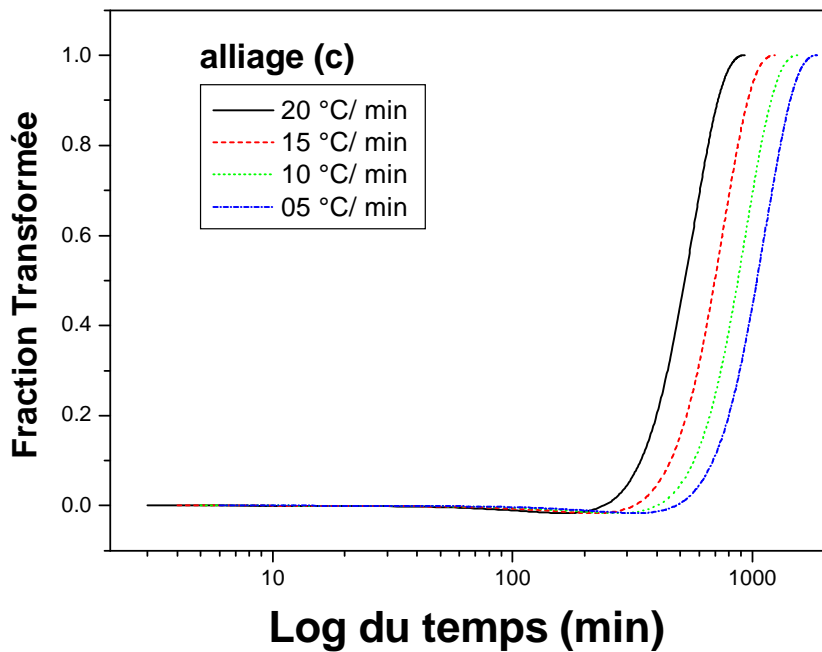
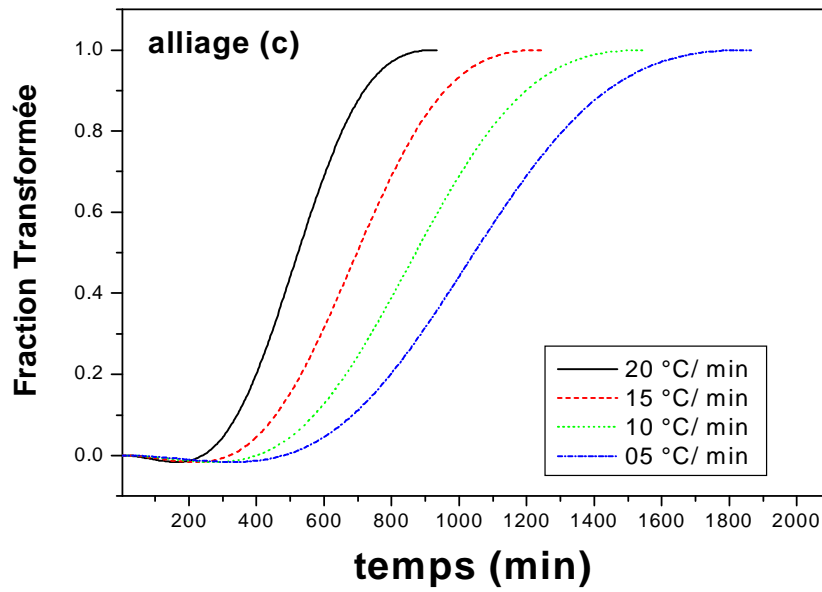
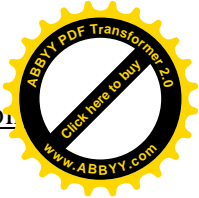
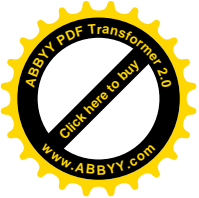


Figure IV.15 La variation de la fraction transformée en fonction du temps et Log du temps de l'alliage (c)

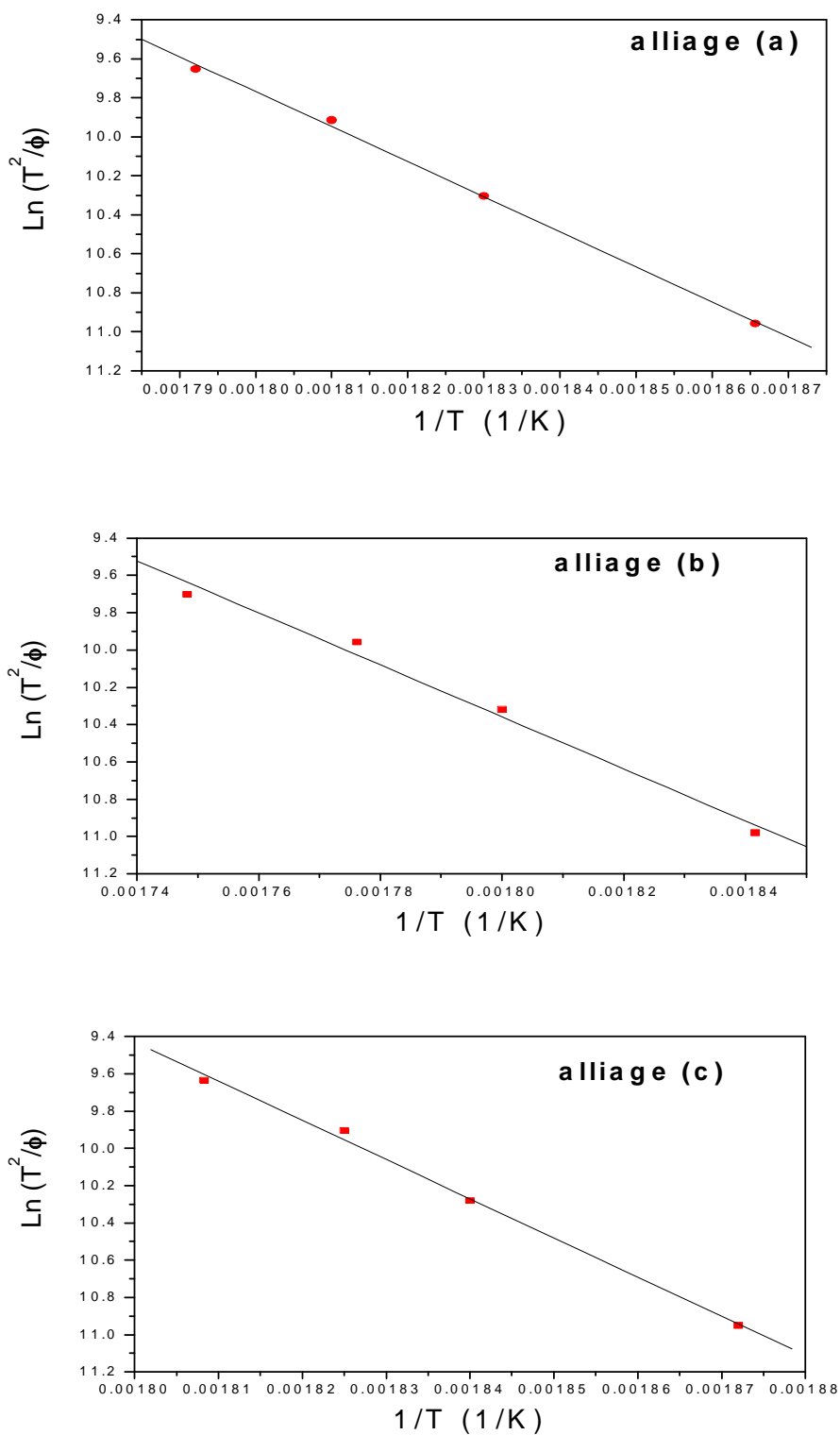
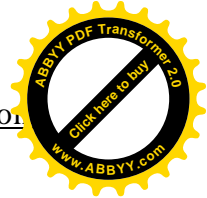
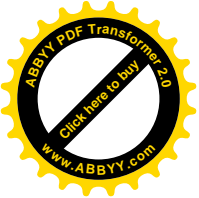
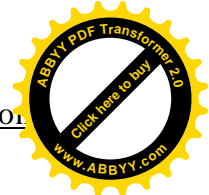
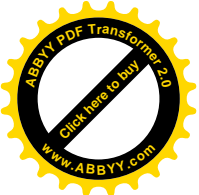


Figure IV.16 Courbes $\text{Ln} (T^2/\Phi)$ en fonction de $1/T$ des alliages (a), (b) et (c)
(Calcul de l'énergie d'activation par la méthode d'Ozawa)



IV.5: Mesures de la microdureté

IV.5.1: Effet des éléments d'addition sur la microdureté

Le traitement d'homogénéisation des trois alliages étudiés à 530°C pendant 15 minutes a été suivi par le vieillissement artificiel à différentes températures allant de 25°C à 475°C.

la figure IV.17 représente la variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement (le temps de vieillissement est de 1 min) pour les trois alliages étudiés. Cette dernière montre que l'addition des éléments tels que Cu et Si, s'accompagne d'une augmentation importante de la microdureté .Cette augmentation est probablement due, à l'effet d'affinement des grains provoqué surtout par l'addition de Cu. Dans le cas de l'alliage (b) contenant du Cu. La dureté devient plus importante que les autres alliages [19, 45, 58, 64, 65,66].

La valeur maximale de la microdureté est obtenue pour les trois alliages aux environs de la température de 250°C. les températures représentant les pics minimaux de la microdureté, sont obtenues dans l'intervalle de température 350°C – 400°C. Si l'on compare ces résultats avec les résultats de DSC (domaines de la précipitation des différents phases) on peut en déduire que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' qui intervient au même intervalle de température pour les trois alliages.

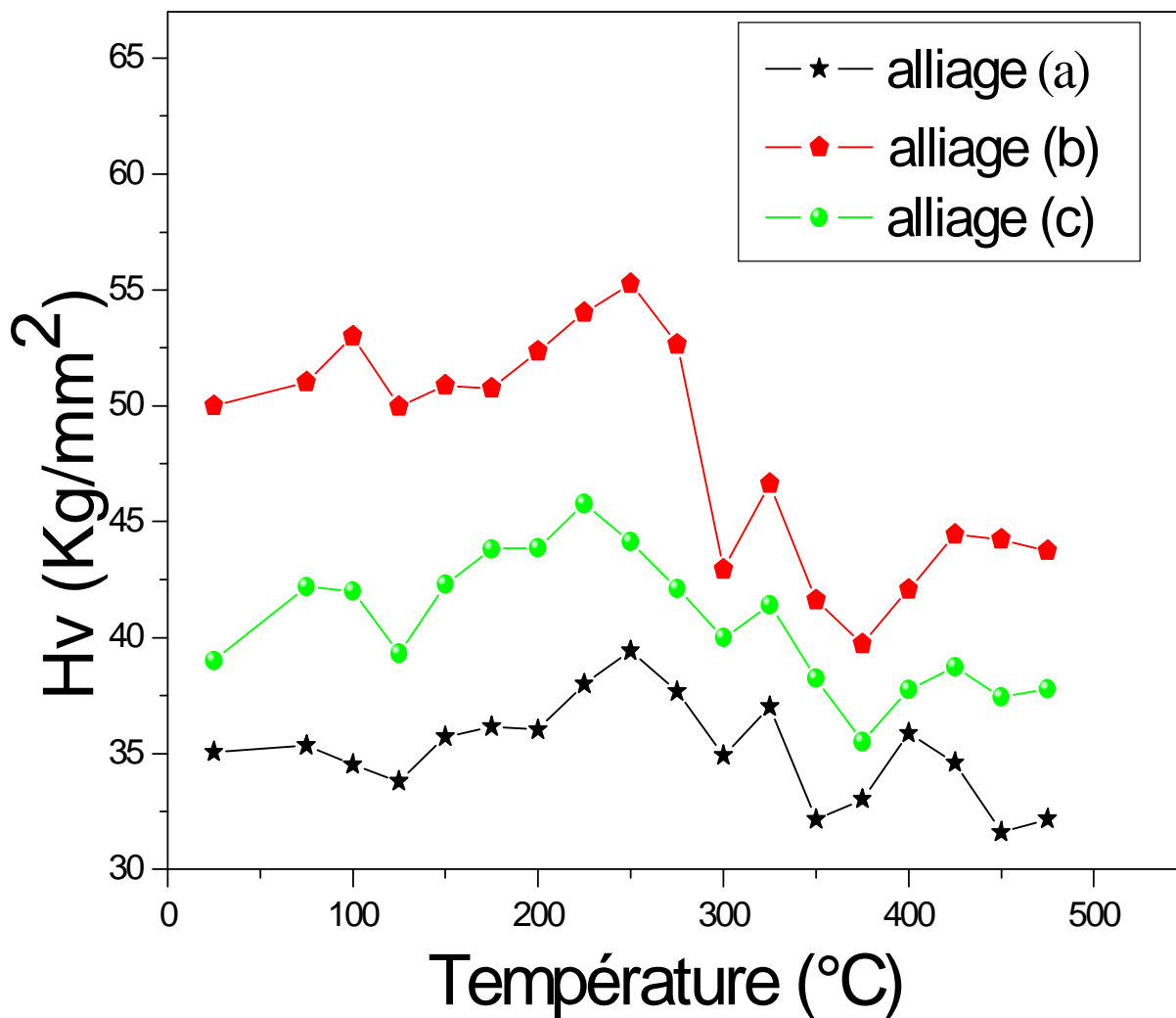
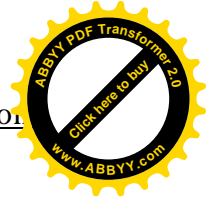
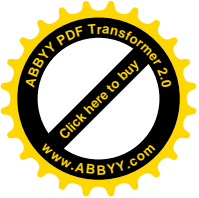
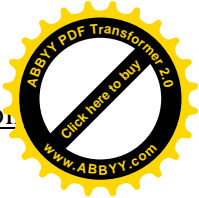
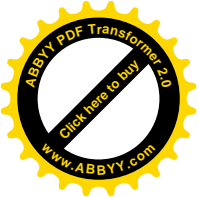


Figure IV.17 : La variation de la microdureté en fonction de la température pour les trois alliages (a), (b) et (c)



IV.5.2: Effet des traitements thermiques sur la microdureté des alliages

Dans le cas de vieillissement à la température 100°C figure IV.18 la dureté de l'alliage (a) augmente avec le temps de vieillissement jusqu'à atteindre une valeur maximale après 8 heures de maintien, ce qui est possiblement dû à la formation de la phase β'' . Dans le cas des deux autres alliages, on remarque que la microdureté de l'alliage (b) est importante par comparaison à celle de l'alliage (c).

Dans le cas de vieillissement à la température 150°C figure IV.19 les courbes de la dureté présentées ont la même allure. La dureté atteint une valeur maximale après de 6 heures de maintien. Au-delà de ce temps, elle se stabilise autour de cette valeur. Cette stabilité est probablement liée à la formation de la phase β'' durcissante.

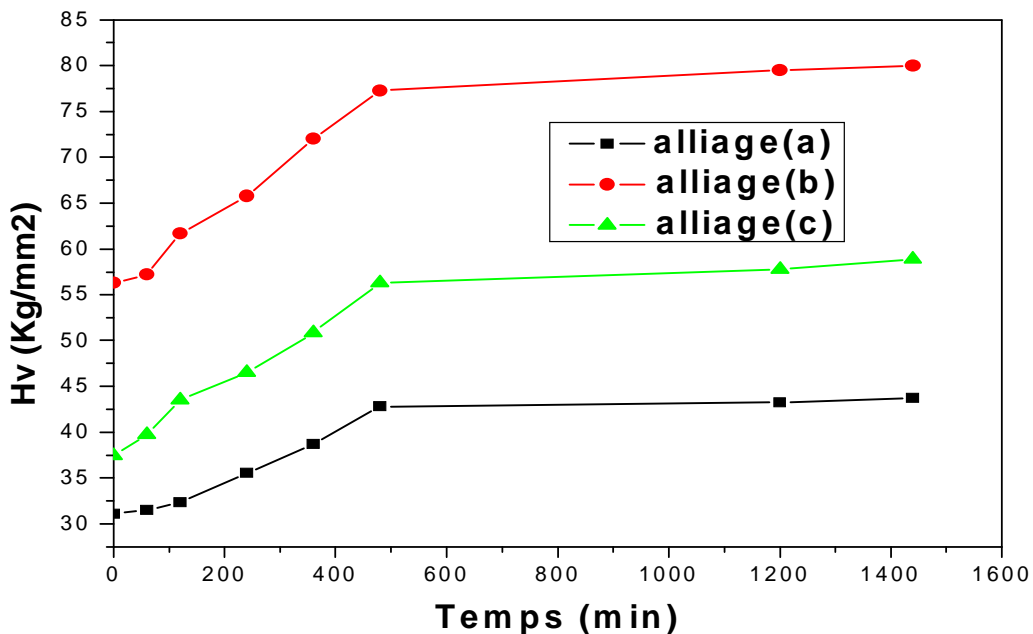


Figure IV.18 Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C

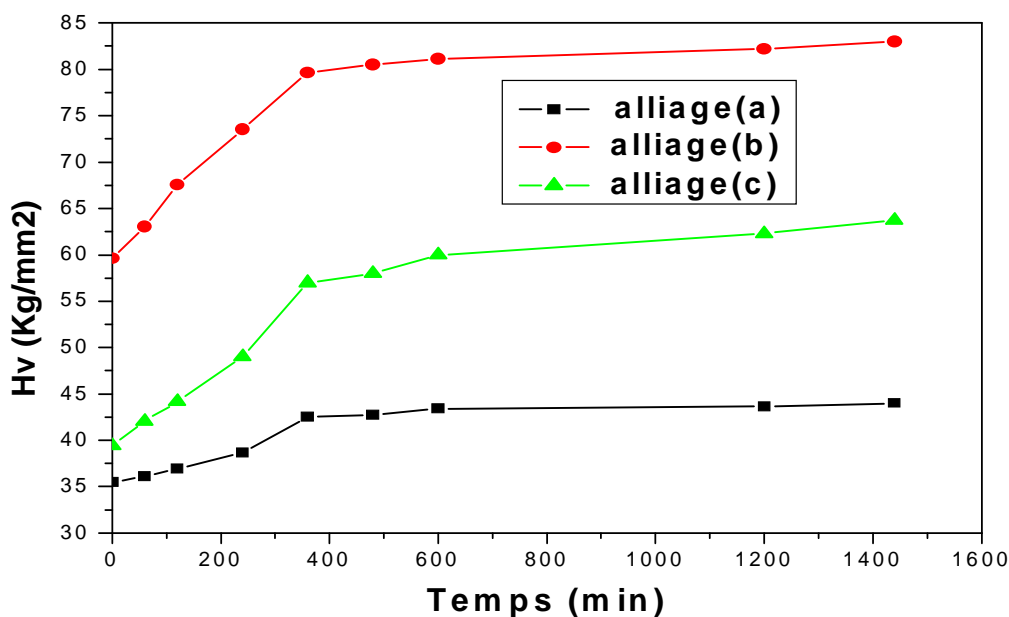
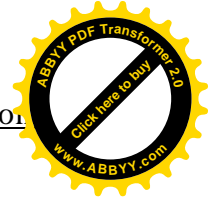
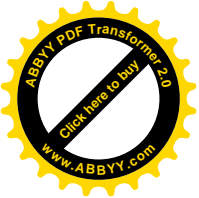


Figure IV.19 Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 150°C

IV.5.3: Effet de l'excès de silicium et l'addition de cuivre sur la cinétique de vieillissement des alliages étudiés

La figure IV.20 représente les courbes de la dureté des alliages étudiés en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C, après une maturation d'un mois. On remarque une diminution initiale de la microdureté lié à la dissolution des zones GP, formés lors du traitement de la maturation. Chaque courbe représente un maximum de dureté, lié à la précipitation de la phase durcissante β'' (Mg_2Si). Le maximum de dureté est obtenu dans le cas de l'alliage (b). Ceci est dû à la présence du cuivre dans cet alliage. En effet, le cuivre affine la taille de grain et contribue ainsi à l'augmentation de la dureté. On remarque aussi que le maximum de la courbe de l'alliage (c) apparaît avant ceux des deux autres alliages. Ceci confirme l'accélération des réactions de la précipitation par le Si. Ce résultat a été aussi déterminé par l'analyse calorimétrique différentielle.

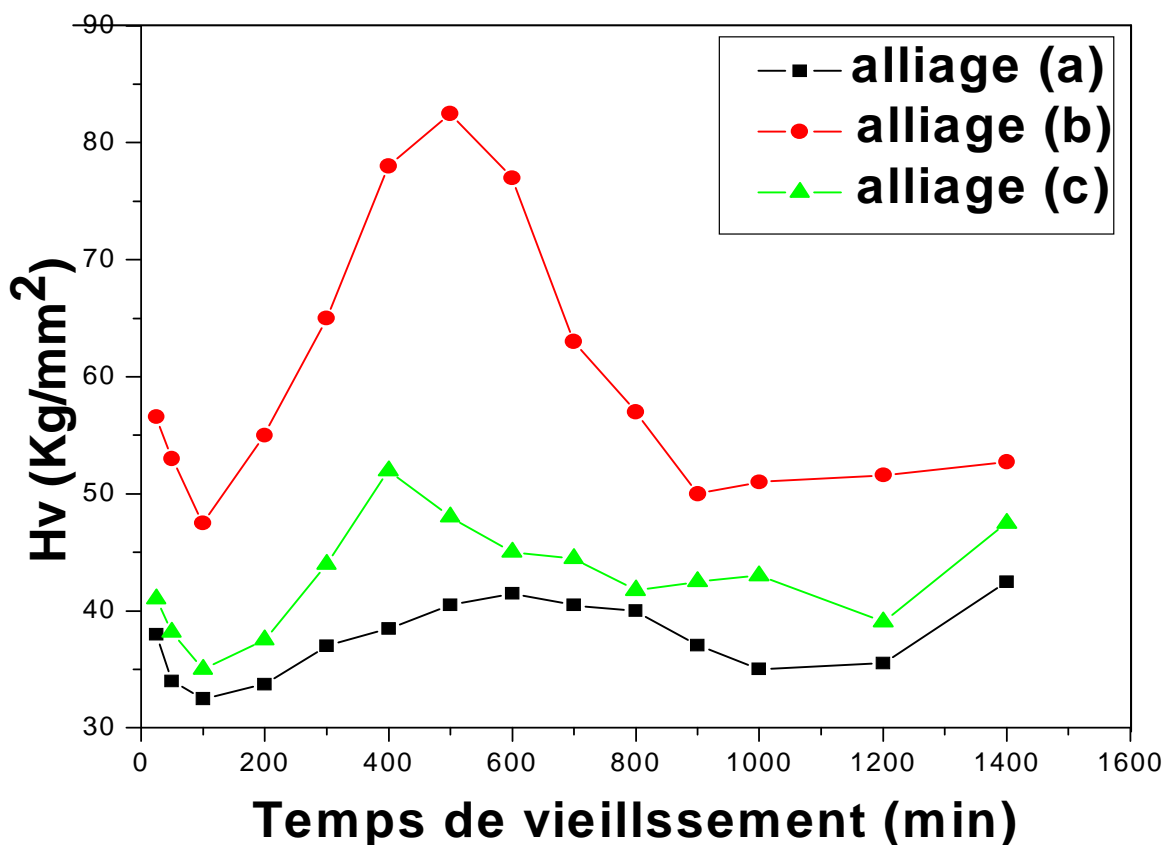
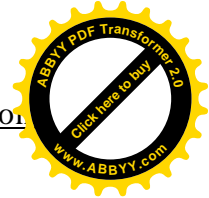
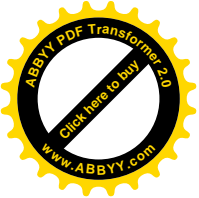
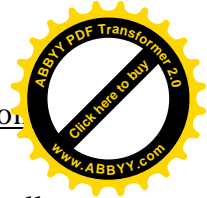
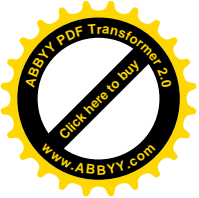


Figure IV.20 variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 100°C après une maturation d'un mois

La figure IV.21 représente les courbes de la dureté des alliages (a) et (b) en fonction du temps de vieillissement artificiel à 175°C. On observe que la dureté augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement artificiel jusqu'à atteindre une valeur élevée après 6 heures de maintien. Ce temps est nécessaire pour amorcer la précipitation de la phase β'' à cette température. Ceci est bon accord avec les résultats de Murayama et al. [45] (cette augmentation est due à l'effet du cuivre sur la cinétique de précipitation). L'addition de Cu à l'alliage augmente le nombre de précipite et affine la taille moyennes des grains. Les valeurs



de dureté de l'alliage (b) contenant un teneur de Cu élevé sont un peu plus grandes que celles de l'alliage (a). Ceci est bon accord avec d'autres travaux de recherche [20,67]

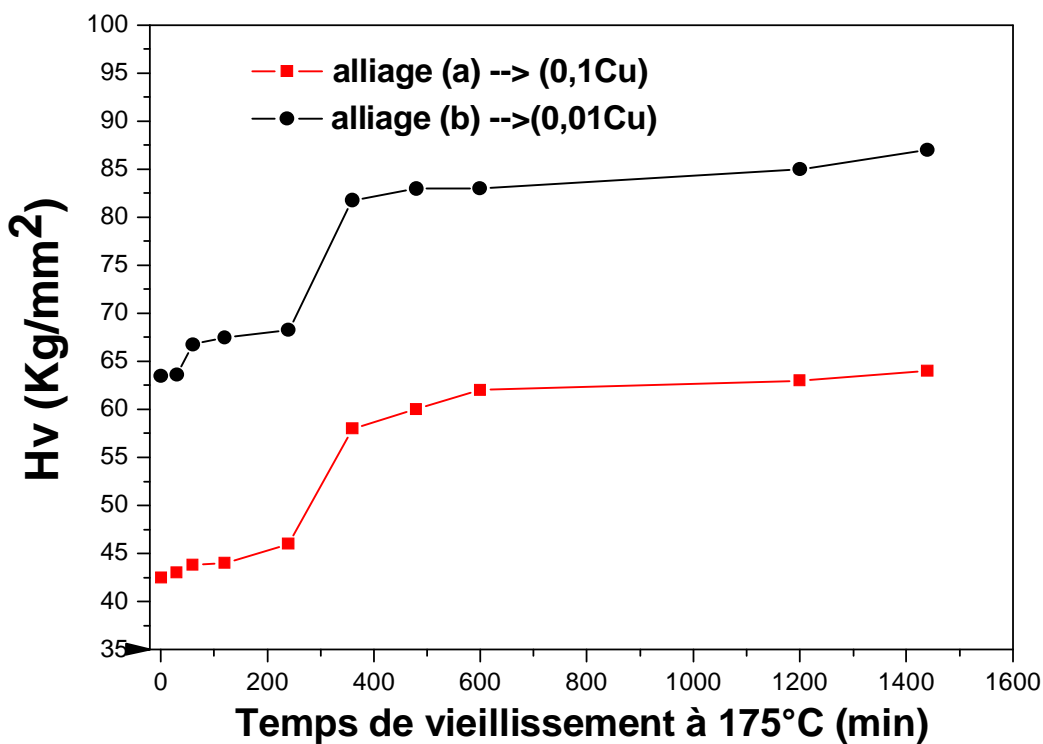
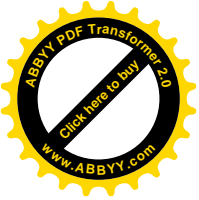


Figure IV.21 variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°C



IV.6: Diffraction des rayons X

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

Les figures IV.22 et IV.23 représentent les spectres de diffraction des rayons X des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut et après le traitement d'homogénéisation suivi d'un vieillissement à 300°C pendant 1 heure, respectivement. Les résultats obtenus par DRX montrent que le pic le plus intense n'est pas le pic (111) de l'aluminium pur. Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages étudiés sont des tôles qui ont été laminées durant le procédé de fabrication.

Il est très intéressant de comparer le spectre de diffraction de la figure IV.23 à ceux publiés par Donnadiou et al [68]. Les principaux pics observés, à part ceux de la matrice correspondent à la phase β .

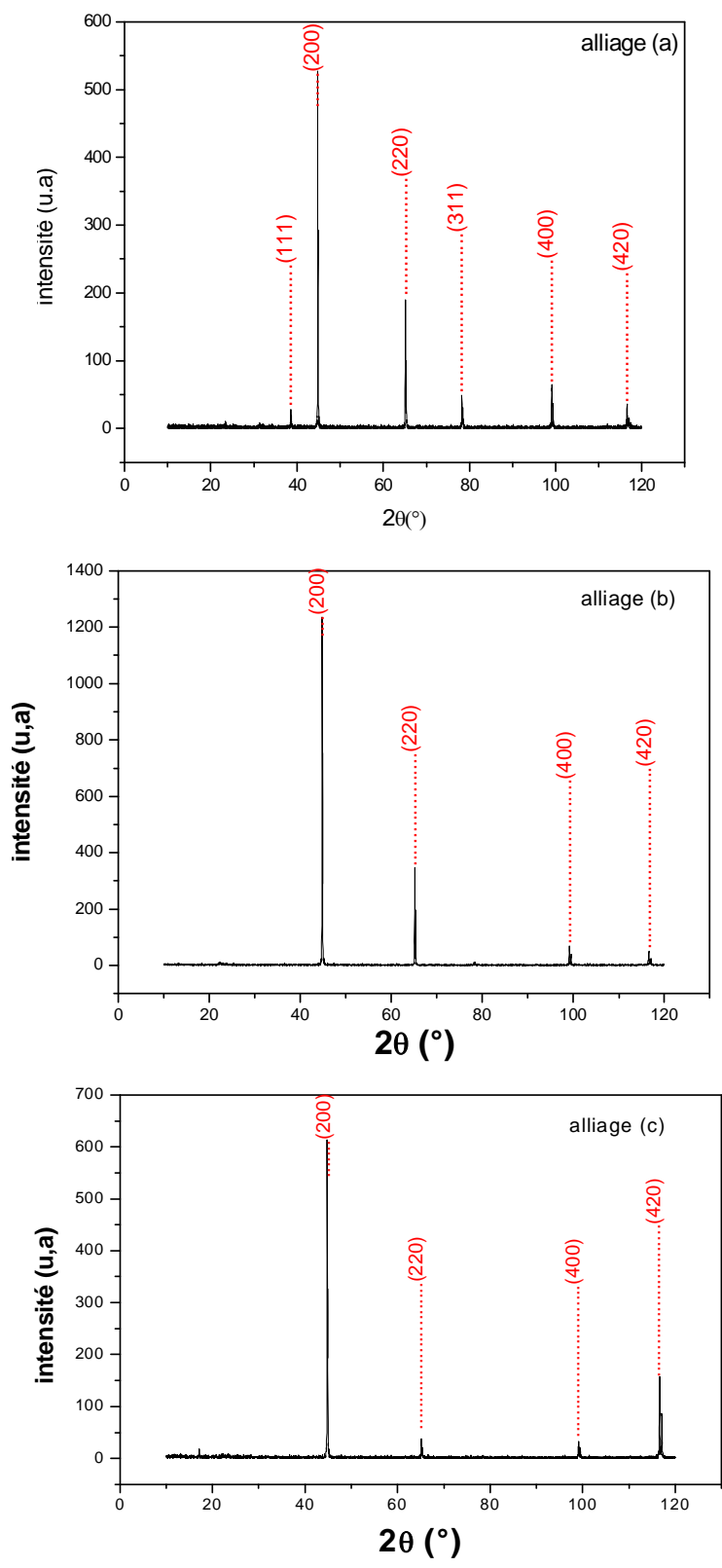


Figure IV.22: Spectre de diffraction des rayons X des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut

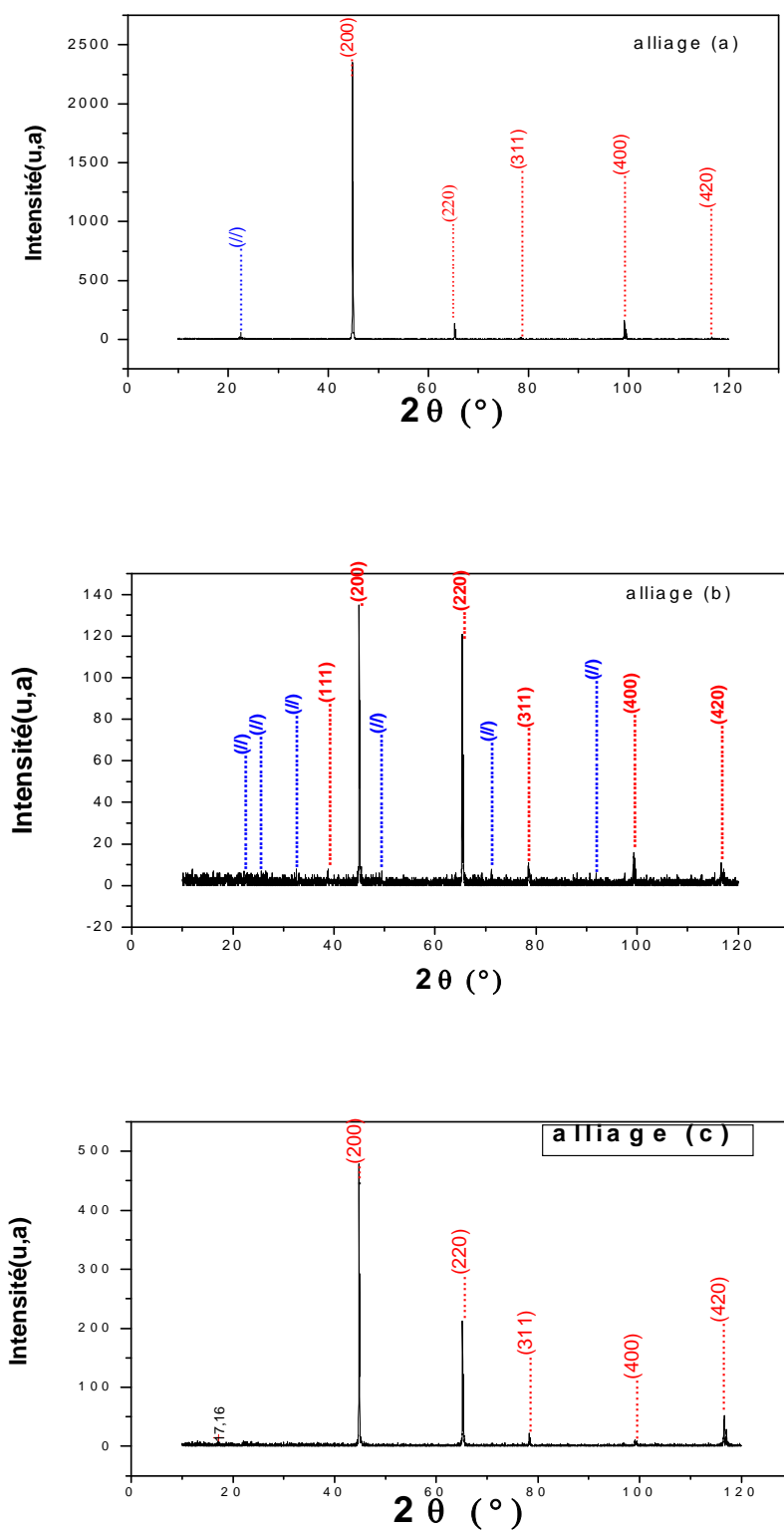
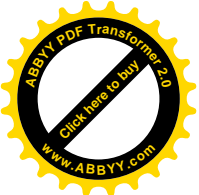
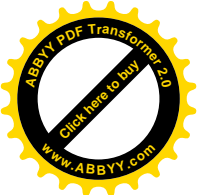


Figure IV.23: Spectre de diffraction des rayons X des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés à 530°C pendant 15min et vieillie à 300°C pendant 1 heure

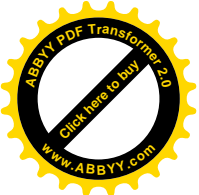


Les références

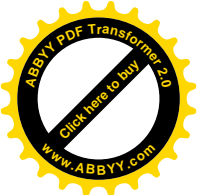
- [1] B.Barlas Thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines deParis (2004)
- [2] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys, Structures and Properties, Butterworth, 1st edition, London. (1976).
- [3] Myriam Nicolas, Thèse doctorat, Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques, GRENOBLE, (2002)
- [4] G.W. Lorimer., fizika 2 suppl. 2 (1970) 01-16.
- [5] A.Asserin-lebert, Thèse doctorat, Ecole national supérieur des mines de paris.(2005).
- [6] I. Lakhtine. Métallographie et traitements thermiques des métaux, 2^{ème} édition revue. Edition Mir. Moscou., 1986, pp. 367 - 386.
- [7] A.I.Morley, M.W.Zandbergen, A.Cerezo, G.D.W.Smith, Materials Science Forum., 519-521, 2006, pp. 543-548.
- [8] I.J.Polmear, Light Alloys; Metallurgy of the light metal, 3rd edition, Amold,London, (1995).
- [9] D.W. Pashley, J.W.Rhodes, A.Sendorek, J.Inst.Metals., 41, 1966. pp. 94-103.
- [10] D.W.Pashley, M.H.Jacobs, J.T.Viertz, Phil. Mag., 16, 1967, pp.51-59.
- [11] S.Bensaada, Thèse d'état, université El-Hadj Lakhdar, Batna, (2005).
- [12] W.F.Miao, D.E.Laughlin, Journal of Materials Science Letters., vol.19,2000, pp. 201-203.
- [13] A.I.Morley, M.W.Zandbergen, A.Cerezo, G.D.W.Smith, Materials Science Forum., 519-521, 2006, pp. 543-548.
- [14] K.Matsuda, Y.Sakaguchi, Y.Miyata, Y.Uetani, T.Sato, A.Kamio, S.Ikeno, Journal of Materials Science., vol.35, 2000, pp.179-189.
- [15] A. Guinier, Nature, 142 (1938)570 ,G. D .Preston, Nature, 142 (1938) 570.
- [16] G.A.Edwards, K.Stiller, G.L.Dunlop, M.J.Couper, Acta Materialia., vol.46, 1998, pp. 3893-3904.
- [17] M.Murayama, K.Hono,Acta Materialia., vol.47, 1999, pp.1537-1548.
- [18] K.Matsuda, Y.Uetani, T.Sato, S.Ikeno, Metallurgical and Materials Transactions., vol.32, 2001, pp.1293-1299.
- [19] L.Sagalowicz, G.Hug, D.Bechet, P.Sainfort, G.Lapasset, Materials Science Forum., ICAA 4, 1994, pp. 636-649.



- [20] D.J.Chakrabarti, D.E.Laughlin, Progress in Materials Science., vol.49, 2004, pp. 389-410.
- [21] W.F.Miao, D.E.Laughlin, Met.Mater.Trans.,31(A), 2000,pp. 361-371.
- [22] G.A.Edwards,K.Stillep, G.L.Dunlop, M.J.Couper, Acta mater.,46(11),1998, pp 769-797.
- [23] S.Esmaeili, Thèse PhD.UBC, (2002).
- [24] C.Wolverton, Acta Materialia, vol.49, 2001, pp. 3129-3142.
- [25] X. Wang, W.J. Poole, S. Esmaeili, D.J.Lloyd, J.D. Embury, Met. Mater .Trans., 34(A), 2003, pp. 2913.
- [26] D.E.Laughlin, W.F.Miao, L.M. Karabin, D.J. Chakrabarti, Automotive Alloys II, proc. TMS Annual Meeting in San Antonio., 1998, pp. 63-80.
- [27] D. Fabregue, Thèse d'état, Institut National Polytechnique de GRENOBLE, (2004).
- [28] S.Esmaeili, J. Lloyd, Materials Science Forum ., 519-521, 2006, pp. 169-176.
- [29] S. Esmaeili et J. Lloyd, Scripta Mater., 50.2004, pp. 155-158.
- [30] A.Somoza, M.P. Petkov, K.G. Lynn et A. Dupasquier.Phys. Rev. B, 65(094107),2002.
- [31] A. Perovic, D.D. Perovic, G.C. Weatherly, D.J. Lloyd, Scripta Mater., 41(7), 1999., pp. 703-708.
- [32] T. Epicier, V. Massardier, P. MERLE.Inst. Phys. Conf. Ser., 161:6,1999.
- [33] M. Tanaka et T. Warner, Mater. Sci. Forum., 331-337, 2000, pp. 983-988.
- [34] K. Matsuda, D. Teguri, T. Sato et S. Ikeno, Mater. Sci. Forum., 396-402, 2002, pp. 947-952.
- [35] K. Matsuda, D. Teguri, Y. Uetani, T. Sato et S. IKENO. Scripta Mater., 47, 2002, pp. 833-837.
- [36] A.Gaber, A.Mossad Ali, K.Matsuda, T.Kawabata, T.Yamazaki, S.Ikeno, Journal of Alloys and Compounds., 432,2007, pp.149-155.
- [37] J. Buha, these PHD, University of New South Wales (2005).
- [38] J.Man ,Li Jing, Shao Guang Jie. journal of alloys and compounds ; 437, 2007, pp. 146-150.
- [39] F.De Geuzer, Thèse doctorat de l'université de roun.(2005).
- [40] A.K. Gupta, D.J. Lloyd et S.A. Court, ater. Sci. Eng., A, 316, 2001, pp.11-17.
- [41] S.M. Hirth, G.J. Marshall, S.A. Court et D.J. Lloyd, Mater. Sci. Eng., A, 319-321, 2001, pp. 452-456.
- [42] V. Massardier, T.Epicier, Mater. Sci. Forum., 396-402, 2002, pp. 851-856.



- [43] K.Matsuda, S.Ikeno, T.Sato, A.Kamio, Mater. Sci. Forum., (11),707,1996, pp. 217-222.
- [44] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L.Dunlop,M. J. Couper, Mater. Sci. Forum., 713, 1996, pp. 217-222.
- [45] M.Murayama, K.Hono, W.F.Miao, D.E.LaughlinVolum 32(A), 2001, pp. 239-246.
- [46] H.Jones, R.E.Smallman, J.E.Harris* Vacancies*, eds., the Metals Society, London, 175.(1977).
- [47] G.M.Hood, R.J.Schultz, Phil. Mag., 33, 1971, pp.1479-1482.
- [48] T.S.Lundy, J.F.Murdock, J.Appl, Phys.,33, 1962, pp.1671-1675.
- [49] L.Lodgaard, N.Ryum, MaterialsScience and Engineering, 283(A), 2000, pp. 144-153.
- [50] S.Esmaeili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, Metallurgical and Materials Transactions., 34(A), 2003, pp.751-763
- [51] K.Matsuda, S.Taniguchi, K.Kiod, Y.Uetani, S. Ikeno, Mater. Trans .,43(11), 2002, pp. 2789-2795.
- [52] G.Phragmenm, Inst Metals., 489, 1950, pp. 77-81
- [53] MondolfoLF.Aluminumalloys:structureandproperties.Boston: Butterworths;1979, pp. 644-51.
- [54] L.Arnberg, B.Aurivillius, Acta Chem Scand Series A:1, 34A 1980.
- [55] C.Wolverton., Acta Mat ., 49, 2001, pp. 3129-3137.
- [56] M.A.Gaffar, A.Gaber, M.S.Mostafa, E.F.Abo Zeid, S.Ikenob, Mater.Sci.Eng., 45(A), 2007, pp. 249-256.
- [57] S. Esmaeili, Davide J Lloyd, Materials Characterization 55, 2005, pp. 307-319.
- [58] W.F.Miao, D.E Laughlin. J.Mater, 40, 1999, pp.873-878.
- [59] K.Matsuda, S.Tada, Ikino, A.Kamio, Scripta Metall. Mater., 32, 1995, pp.1175-1184.
- [60] A.Fattah, N.Afifiy, A. Gadalla, A. Mossad, High temp .High Press., 31, 1999, pp. 613-625.
- [61] T. Ozawa, polymer. 12, 1971, pp.150-158.
- [62] W. A. Johnson, R. F. Mehle., Trans AIME. 135, 1939, pp. 416-422.
- [63] H. Yinnon, D. R. Uhlmann, J. Non , Cryst, Solids., 54, 1983, pp. 253 -273.
- [64] J. Buha, R.N.Lumley, P.R.Munroe, A.G.Crosky, Materials Forum., 28, 2004, pp.1167-1172.
- [65] K.Matsuda, S.Taniguchi, K.Kiod, Y.Uetani, S. Ikeno, Mater. Trans .,43(11), 2002, pp. 2789-2795.



- [66] N.Maruyama, R.Uemori, N.Hashimoto, M.Saga, M. Kikuchi, Scripta Mater.,36, 1997, pp. 78-89.
- [67] A.Gaber, M.A.Gaffar, M.S.Mostafa. E.F.Abo Zeid, Journal of Alloys and Compounds., 429, 2007, pp.167-175.
- [68] P.Donnadieu, M.Harmelin, H.Seifert, G.Effenberg, F.Aldinger, Metallkd., 1997, pp. 88-33.

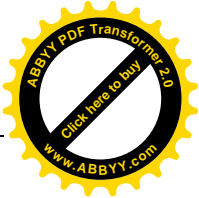
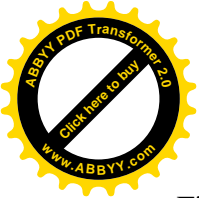


Figure I.1: Diagramme typique de température de traitement en fonction du temps pour un traitement de durcissement structural.....	18
Figure II.1: Variation de l'enthalpies libre ΔG de formation d'un germe de forme sphérique en fonction du son rayon r	22
Figure II.2: Schématisation des trois types d'interface existantes entre un précipité et la matrice.....	23
Figure II.3: Diagramme de phase de AlMgSi(Cu) à température ambiante	26
Figure II.4: Projection du diagramme de phase de AlMgSi(Cu) à température ambiante	27
Figure II.5: Courbe DSC obtenue avec une vitesse de chauffage 100°C/min après trempe ...	28
Figure III.1: Microscope optique OLYMPUS BX51M	35
Figure III.2 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg	37
Figure III.3: Diffractomètre de type (BRUKER - AXS type D8)	37
Figure III.4: Microdurometre ZWICK	39
Figure III.5: DSC SETARAM 92	41
Figure IV.1: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut.....	44
Figure IV.2: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés pendant 15 min à 530°C	45
Figure IV.3: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) Vieillis 1h à 250°C	46
Figure IV.4: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut obtenue par MEB	48
Figure IV.5: Microstructure des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés à 530°C pendant 15 min obtenue par MEB	49
Figure IV.6: Composition chimique des particules dans les trois alliages après le traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 15 minutes	50
Figure IV.7: Le thermogramme de DSC de l'alliage (a) à l'état brut	52
Figure IV.8: Le thermogramme de DSC de l'alliage (a) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau	52
Figure IV.9: Le thermogramme de DSC de l'échantillon (b) à l'état brut	54
Figure IV.10: Le thermogramme de DSC de l'alliage (b) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau	54
Figure IV.11: Le thermogramme de DSC de l'alliage (c) à l'état brut	57
Figure IV.12: Le thermogramme de DSC de l'alliage (c) homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau	57

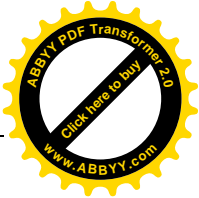
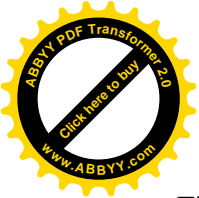
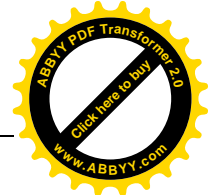
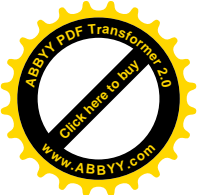
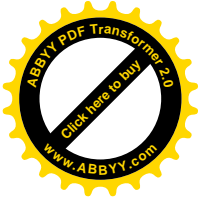
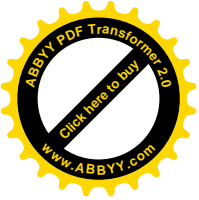


Figure IV.13: La variation de la fraction transformée en fonction du temps et log du temps de l'alliage (a)	60
Figure IV.14: La variation de la fraction transformée en fonction du temps et log du temps de l'alliage (b)	61
Figure IV.15: La variation de la fraction transformée en fonction du temps et log du temps de l'alliage (c)	62
Figure IV.16: Courbes $\text{Ln}(T^2/\Phi)$ en fonction de $1/T$ des alliages (a), (b) et (c) (calcul de l'énergie d'activation par la méthode d'Ozawa).....	63
Figure IV. 17: Variation de la microdureté en fonction de la température pour les trois alliages (a), (b) et (c)	65
Figure IV.18: Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 100°C.....	66
Figure IV.19: Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 150°C	67
Figure IV.20: Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 100°C après une maturation d'un mois.....	68
Figure IV.21: Variation de la microdureté avec le temps de vieillissement artificiel à 175°....	69
Figure IV.22: Spectre de diffraction des rayons X des alliages (a), (b) et (c) à l'état brut.....	71
Figure IV.23: Spectre de diffraction des rayons X des alliages (a), (b) et (c) homogénéisés à 530°C pendant 15min et vieilli à 300°C pendant 1 heure	73



Liste des tableaux

Tableau I.1: Désignation des principales séries des alliages d'aluminium	12
Tableau I.2: Séries de traitements thermiques standards.....	15
Tableau I.3: Traitements thermiques de la série T des alliages d'aluminium	16
Tableau II.1: Résumé des différents points significatifs de la courbe DSC dans la figure II.4...	29
Tableau II.2: Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages AlMgSi(Cu).....	29
Tableau III.1: Composition chimique des alliages étudiés	34
Tableau IV.1: Variation de la taille moyenne des grains en fonction des températures de Vieillessement	27 43
Tableau IV.2: Les énergies d'activation des trois alliages	59



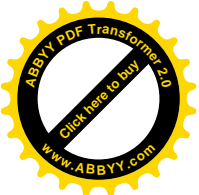
ملخص

أجريت هذه الدراسة على سبائك AIMgSi المصنفة ضمن سبائك الألمنيوم ذات التصليد البنيوي. هذا العمل يهدف أساسا إلى دراسة تأثير العناصر المضافة، خصوصا النحاس، الحديد والإفراط في السيليسيوم على البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية لسبائك AIMgSi .

لهذا الصدد استعملت عدة تقنيات لمتابعة التطور المجهرى للبنية والخصائص الميكانيكية أثناء مختلف المعالجات الحرارية. استعملنا أساسا المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح ، قياس الصلادة، التحليل الحراري التفاضلي "DSC". وانعراج الأشعة السينية (XRD).

النتائج التي تحصلنا عليها تخص حصر زمني لمراحل التطور البنيوي للسبائك المدروسة بدلالة مختلف المعالجات ودرجة حرارة التعقيم، بعد الحصول على محلول جامد من (AIMgSi) فائق التشبع. تمت دراسة أثر العناصر المضافة مثل النحاس، الحديد والفرط في السيليسيوم على التصرف البنيوي، إضافة النحاس لسبائك AIMgSi يجعل البنية المجهرية دقيقة الحبيبات ويساهم في تشكل الطور المعدني Q . ويرفع الخصائص الميكانيكية. إضافة النحاس يرفع طاقة النشاط. طاقة النشاط الأكثر انخفاضا لوحظت في حالة السبيكة التي تحتوي على فرط في السيليسيوم.

الكلمات الدالة : سبائك AIMgSi، الإفراط في السيليسيوم، الترسيب، طاقة النشاط، التعقيم الطبيعي والإصطناعي، الماسح الحراري التفاضلي، الصلادة بواسطة الترسيبات.



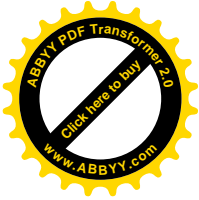
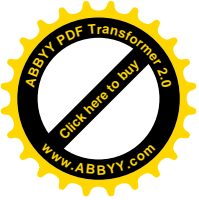
ABSTRACT

The present work is performed on AlMgSi alloys. The principal purpose of this work is to study the effect of the additional elements such as Copper, Iron and the excess of Silicon on the microstructural and the mechanical properties of AlMgSi alloys.

Different technical procedures have been used in order to study the evolution of the microstructure and mechanical properties after different heat treatments. We have used the optical microscopy, the scanning electron microscopy fitted with the system EDAX, the hardness test, the differential scanning calorimetry (DSC) and the X-ray diffraction (XRD).

The obtained results concern the different stages of precipitation and the evolution of the microstructure of AlMgSi alloys after different heat treatments. The combined effect of Cu, Fe and excess of Si was found to enhance the precipitation and to have a great effect on the improvement of the mechanical properties by precipitation of Q-phase. The addition of copper to the AlMgSi alloys was found to refine the average of the grain size and has a greater hardening effect compared to silicon. The addition of copper increase the activation energy. The lowest activation energy was found in the case of the alloy with excess of silicon.

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



Résumé

La présente étude est faite sur les alliages AlMgSi faisant partie de la classe des alliages à durcissement par précipitation. Ce travail a pour but essentiel de l'étude de l'influence des éléments d'addition, en particulier le cuivre, le fer et l'excès de silicium, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages AlMgSi

Différentes techniques ont été utilisées à cet égard pour le suivi de l'évolution microstructurale et des propriétés mécaniques lors des différents traitements thermiques. Nous avons utilisé principalement la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage couplé à un système (EDAX), la microdureté, l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la diffraction des rayons X (DRX).

Les résultats que nous avons obtenus concernent essentiellement la séquence des stades d'évolution structurale des alliages étudiés en fonction des différents traitements et de la température de vieillissement, après l'obtention de la solution solide AlMgSi sursaturée. L'effet des éléments d'addition tel que le cuivre, le fer et l'excès de silicium sur le comportement microstructurale a été aussi étudié. L'addition du cuivre aux alliages d'AlMgSi affine la taille des grains et contribue à la formation de la phase Q et augmente les propriétés mécaniques. L'addition du cuivre augmente l'énergie d'activation. L'énergie d'activation la plus basse est observée dans le cas de l'alliage avec excès de silicium.

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