

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE  
FACULTE DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre : .....

Série : .....

**MEMOIRE**

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

**Spécialité : Sciences des Matériaux**

**Option : Métallurgie**

**THEME**

**Etude des réactions des Transformations de  
phase dans les alliages d'aluminium sous forme  
des tôles**

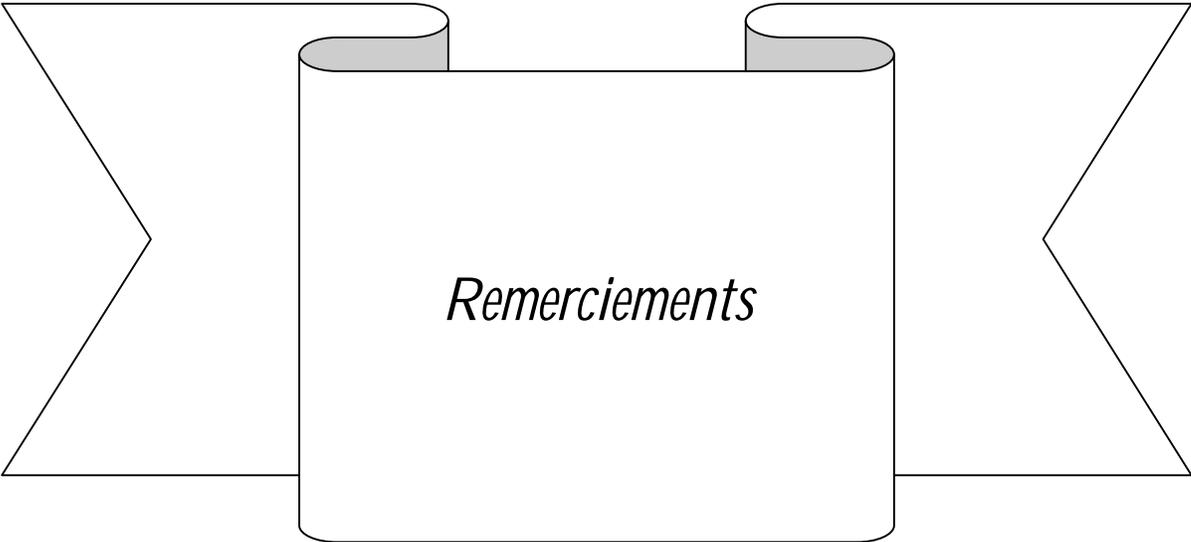
Par :

*M<sup>lle</sup> Sara Mecheri*

Soutenu le : 25 / 06 / 2007

Devant le jury :

Président :	A. Boudjada	<i>M. C.</i>	Université Mentouri-Constantine
Rapporteur :	A. Boubertakh	<i>M. C.</i>	Université Mentouri-Constantine
Examineurs :	R. Bensaha	<i>Prof.</i>	Université Mentouri-Constantine
	A. Karaali	<i>M. C.</i>	Université Mentouri-Constantine
	Z-E. Ouili	<i>M. C.</i>	Université Mentouri-Constantine



## *Remerciements*

Ce travail a été réalisé au laboratoire des "Propriétés Thermodynamiques et Traitements de Surface des Matériaux" sous la direction de M.C. A. KARAALI.

Je tiens à remercier vivement le Dr. A. Boubertakh, maître de conférences au département de Physique de l'Université Mentouri de Constantine, d'avoir accepté d'être le rapporteur de ce mémoire; qu'il trouve ici l'expression de ma très cordiale gratitude pour ses conseils, soutien et encouragements dispensés lors de la réalisation de ce travail.

Ainsi, j'exprime mes plus sincères remerciements au Prof. R. BENSABA, professeur au département de Physique de l'Université de Constantine, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Mes sincères gratitudes vont au M. A. BOUDJADA, maître de conférences au département de physique de l'Université de Constantine, pour avoir accepté de juger ce travail et de faire partie du jury d'examen.

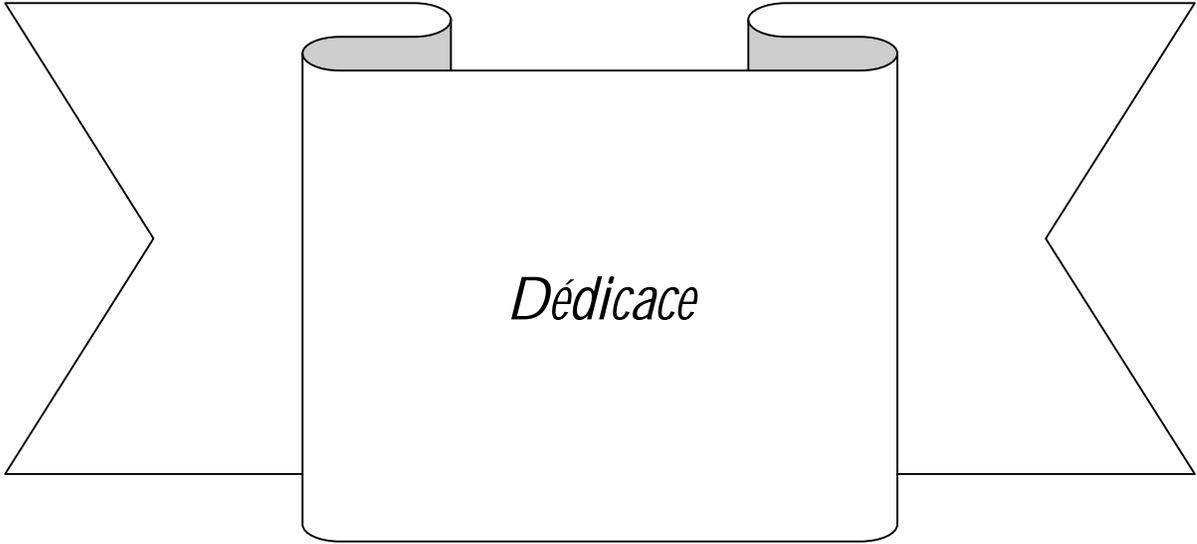
J'adresse aussi mes remerciements au M. A. KARAALI, maître de conférences au département de Physique de l'Université de Constantine, qui me fait l'honneur de faire partie de ce jury.

J'adresse également ma gratitude au M. Z-E. OUILI, maître de conférences au département de Physique, Université de Constantine, pour avoir accepté de juger ce travail et de faire partie du jury d'examen.

J'adresse mes remerciements aux gens qui nous ont aidés pour réaliser l'étude métallographique: Prof. R. Bensaha (laboratoire de céramique), M. S. SARRAR, (maître de conférences au département de Physique, Université de Constantine),

J'exprime ma profonde reconnaissance au doctorant Y. Aouabdia qui m'a constamment guidé, conseillé et aidé.

Enfin merci, à tous mes camarades de promotion et amis présents ou absents.



*Dédicace*

## *Dédicace*

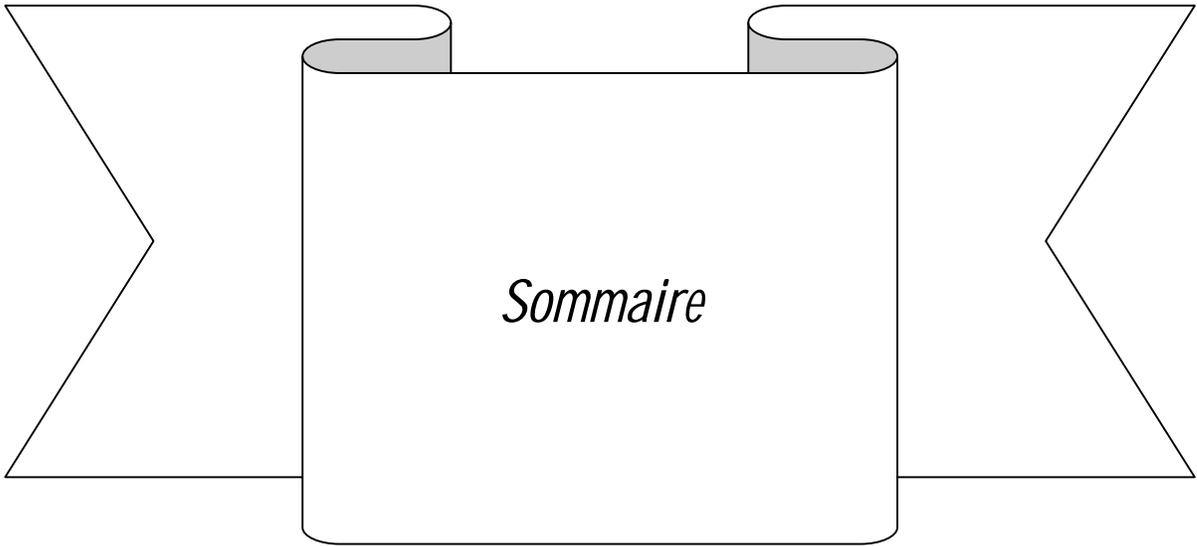
Avec tout mon amour, je dédie ce mémoire à mon papa **Ali** et ma maman **Houria** qui n'ont pas cessé de me soutenir durant toute ma scolarité, ils m'ont éclairé, guidé et aidé à gravir les échelons, pour cela je leur dédie ce travail on leur disant

**"Que dieu vous bénisse, je n'oublierais jamais ce que vous avez fait pour moi"**

A mes chères sœurs **Soumia et Hadjer**

A mes chères frères **Yasser et Zaid**

Et à toute ma famille et mes amies.



# Sommaire

Introduction générale .....	1
-----------------------------	---

## *Chapitre I : Les alliages à base d'aluminium*

I.1 Introduction.....	4
I.2 Propriétés générales des alliages d'aluminium.....	4
I.2.1 La résistance à chaud .....	5
I.2.2 La résistance à basses températures .....	5
I.2.3 La résistance à la fatigue.....	5
I.2.4 La résistance à la corrosion.....	5
I.2.5 La mise en forme.....	6
I.2.6 Soudage.....	6
I.2.7 Résistances comparées de différentes nuances.....	6
I.3 Désignation numérique .....	7
I.4 Signification des désignations.....	7
I.5 Alliages à base d'aluminium.....	8
I.6 Alliages de la série 6XXX.....	9
I.6.1 Alliages du type A.GS.....	10
I.6.2 Alliages du type A.SG.....	10
I.7 Traitements thermiques des matériaux.....	11
I.7.1 Vieillissement thermique.....	11
I.7.1.1 Vieillissement naturel.....	11
I.7.1.2 Vieillissement artificiel... ..	12
I.7.2 Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	12
I.7.2.1 Traitements d'homogénéisation.....	12
I.7.2.2 Traitements d'adoucissement .....	13
I.7.2.3 Traitements de trempe structurale.....	14
Principe.....	14
Traitement industriel de trempe structurale.....	14
I.8 Utilisation des alliages d'Aluminium.....	14
I.9 Processus de cycle de cuisson de la peinture (PBC) .....	15

I.10 Propriétés spéciales aux alliages Al.Mg.Si.Cu.....	16
---	----

***Chapitre II : La précipitation dans les alliages Al.Mg.Si.(Cu)***

II.1 Introduction.....	17
II.2 Transformation de phases.....	17
II.2.1 Germination d'une nouvelle phase (germination primaire).....	18
II.2.2 Croissance de phase à l'échelle atomique.....	24
II.2.3 Croissance à l'échelle de la microstructure.....	26
II.3 Description du comportement globale des transformations de phases par la théorie d'Avrami.....	27
II.4 La cinétique de transformation .....	29
II.5 Méthode d'OZAWA.....	30
II.6 Alliages Al.Mg.Si.....	31
II.6.1 La séquence de précipitation .....	31
II.6.2 Les phases précipitées Les zones GP .....	32
La phase $\beta$ ‘ ‘ .....	32
La phase $\beta'$ .....	32
La phase stable $\beta$ .....	33
II.7 Les alliages Al.Mg.Si (.Cu) .....	33
II.7.1 La précipitation dans les alliages Al.Mg.Si.(Cu).....	34
II.7.2 La séquence de précipitation dans les alliages Al.Mg.Si.(Cu) .....	35
II.7.3 Cristallographie et composition de la phase Q .....	36
II.7.4 Phase métastable Q' .....	37
II.7.5 Identification des deux phases Q' et $\beta'$ .....	37
II.7.6 La cinétique de formation de la phase Q' .....	37
II.7.7 La phase $\theta'$ .Al <sub>2</sub> Cu .....	38
II.8 Caractérisation de la fraction volumique des précipités présents dans les alliages Al.Mg.Si.Cu .....	39

## ***Chapitre III : L'influence des différents paramètres sur La précipitation dans les alliages Al.Mg.Si.(Cu)***

III.1 Introduction .....	41
III.2 Effet du Cuivre dans les alliages Al.Mg.Si .....	41
III.2.1 Effet de la concentration Cu sur les propriétés mécaniques.....	41
III.2.2 Courbe de durcissement de vieillissement .....	41
III.2.3 Propriétés mécaniques.....	42
III.3 Evolution des propriétés mécaniques dans les alliages Al.Mg.Si .....	43
<b>III.4</b> Effet du cuivre sur les propriétés mécaniques des alliages Al.Mg.Si.....	45
III.5 Influence du rapport Mg : Si dans les alliages.....	46
III.5.1 Excès de magnésium .....	46
III.5.2 Excès de silicium.....	46
III.6 Effet de pré.déformation dans les alliages Al.Mg.Si.(Cu).....	47
III.7 Effet du vieillissement naturel sur l'évolution de la résistivité au cours d'un vieillissement artificiel des alliages d'aluminium.....	49
III.8 Influence des paramètres de vieillissement sur les propriétés mécaniques des alliages Al.Mg.Si .....	49
III.9 Etude de l'effet du vieillissement naturel sur les alliages Al.Mg.Si.....	50
III.10 Effet du vieillissement artificiel sur les propriétés d'usage des alliages.....	51

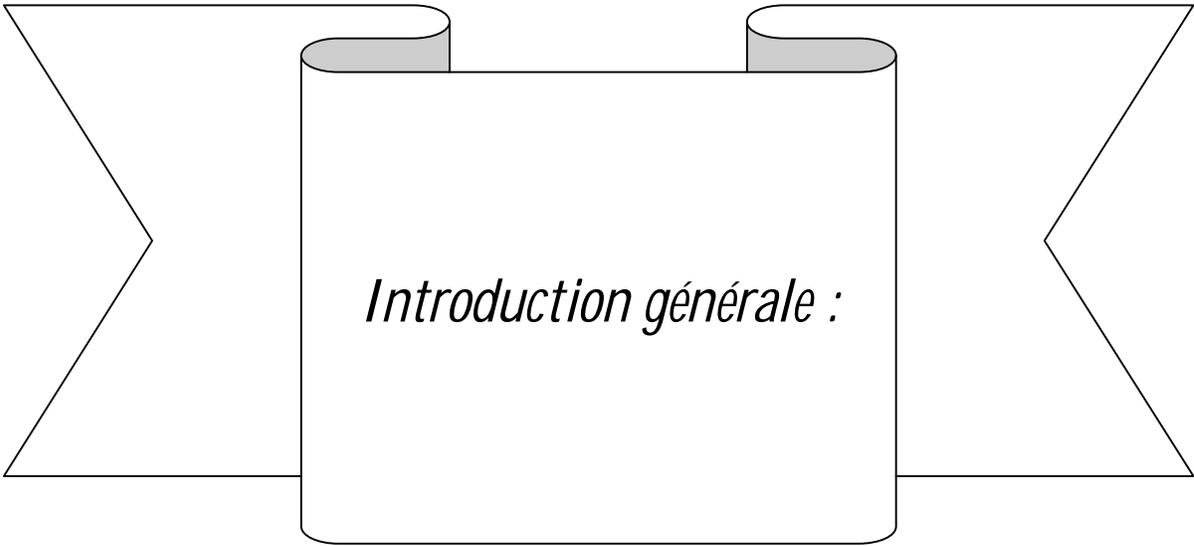
## ***Chapitre IV : Matériaux étudiés et techniques de caractérisations***

IV.1 Introduction .....	52
IV.2 Alliages étudiés.....	52
IV.3 Préparation des échantillons.....	52
IV.3.1 Polissage des échantillons.....	52
IV.3.2 Attaque chimique.....	53
IV.3.3 Forme des échantillons .....	53
IV.4 Traitements thermiques .....	53
IV.5 Techniques expérimentales utilisées.....	54

IV.5.1 Microscopie Optique .....	54
IV.5.2 Diffraction des rayons X .....	55
IV.5.2.1 Production des rayons X.....	56
IV.5.2.2 Loi de Bragg.....	56
IV.5.2.3 Intensité de raies de diffraction.....	57
IV.5.3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	58
IV.5.4 Essais de dureté.....	60
Essai Vickers.....	60
Essais de micro dureté.....	60
Micro dureté Vickers.....	61

## Chapitre V : Résultats et discussions

V.1 Introduction.....	63
V.2 Etude métallographique.....	63
V.2.1 Etat brut.....	63
V.2.2 Etat homogénéisé.....	63
V.2.3 Etat vieilli.....	63
V.3 Diffraction des rayons X.....	66
V.4 Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	69
V.4.1 L'identification des pics à l'état brut.....	69
V.4.2 L'identification des pics juste après la trempe.....	71
V.4.3 Cinétique de précipitation.....	75
V.5 Micro dureté.....	81
V.5.1 Effet de l'homogénéisation sur la dureté.....	81
V.5.2 Effet des traitements thermiques sur la micro dureté des alliages.....	82
V.5.3 Effet de vieillissement artificiel sur la micro dureté des alliages.....	83
V.5.4 Effet de vieillissement naturel sur la micro dureté des alliages.....	88
V.6 Effet du cuivre dans ces alliages.....	92
Conclusion générale.....	93
Perspectives.....	94
Références bibliographiques.....	95



*Introduction générale :*

## **Introduction générale**

Les matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, nombreux programmes de recherches sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc, mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

La compréhension des divers aspects des transformations des phases devient nécessaire pour la maîtrise de la technologie des matériaux métalliques. Parmi les transformations des phases à l'état solide les plus intéressants et qui ont longtemps attirés bon nombre des chercheurs c'est la précipitation qui se produit lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide d'une solution sursaturée, et la dissolution qui est une opération inverse de la précipitation.

Les transformations de phases où certaines précipitations modifient les caractéristiques mécaniques des matériaux métalliques de façon le plus souvent non négligeable. L'aluminium à l'état pur présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossible son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition et l'application de traitements thermiques provoquent la précipitation de certaines phases dans la matrice d'aluminium. L'alliage est alors généralement plus résistant mais aussi moins ductile que l'aluminium pur. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium corroyés qui diffèrent par leurs éléments d'addition principaux; Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000). La faible masse volumique des alliages d'aluminium associée à leurs bonnes caractéristiques mécaniques intéresse l'industrie du transport (ferroviaire, navale, routière, aéronautique). Ainsi actuellement, les alliages Al-Mg-Si filés (série 6000) sont fortement utilisés pour réduire le poids des véhicules et par conséquent faire des économies d'énergie.

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural sont des exemples types d'une problématique scientifique où l'innovation industrielle, les chercheurs théoriciens, les expérimentateurs et les instruments d'observation et de caractérisation ont progressé ensemble, et progressent encore. Les mécanismes de durcissement structural impliquent un ralentissement du mouvement des dislocations par des objets extrêmement petits. La précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium.

Le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est caractérisé par la connaissance qualitative de la séquence de précipitation et son influence sur leurs propriétés mécaniques.

La décomposition de solutions solides sursaturées dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu) en différentes phases dépend du rapport de Mg : Si, de la concentration de Cu, de la température et de temps de maintien à ces températures.

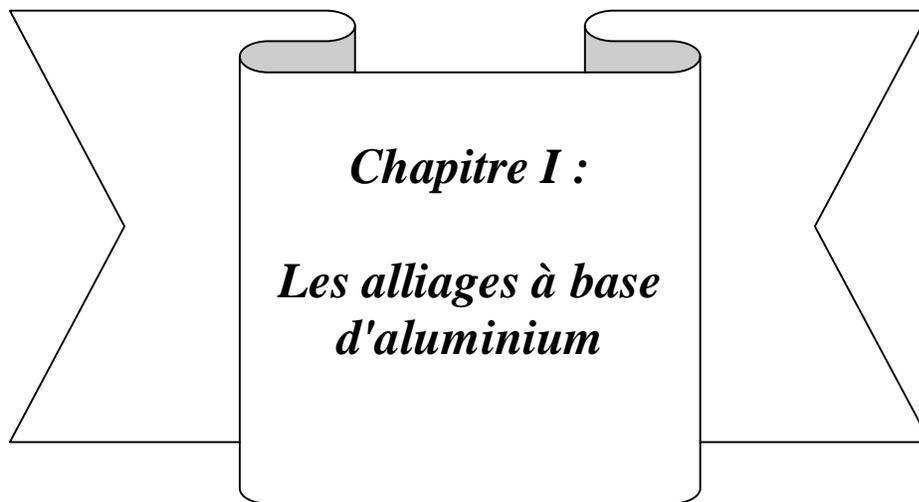
Cet mémoire a été réalisée pour le but d'étudier les réactions de transformation de phase (précipitation et dissolution) dans les alliages d'aluminium, précisément dans les alliages de la série 6XXX (Al-Mg-Si) sous forme des tôles. Il est divisé en deux grandes parties : la première partie est une étude bibliographique et la seconde est une partie expérimentale.

Dans ce travail nous occupons des alliages Al-Mg-Si-(Cu) qui font partie à la série 6XXX. Nous nous intéressons aussi à l'effet du cuivre sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si (tôles diluée d'aluminium) contenant une faible concentration de Cu. Pour étudier l'évolution microstructurale dans ces alliages, nous avons utilisé différentes techniques de caractérisation telle que l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), la microdureté, l'observation métallographique et la diffraction des rayons X après différents traitements thermiques.

Le présent mémoire comporte une introduction générale et cinq chapitres:

- Ø Le premier chapitre s'intéresse des notions générales sur les alliages d'aluminium et leurs domaines d'application.
- Ø Le second chapitre est un rappel sur le mécanisme de décomposition d'une solution solide sursaturée et sa cinétique de transformation, suivi d'une étude sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si sans l'addition du Cu et l'effet de l'excès du silicium dans ces derniers alliages.
- Ø Le troisième chapitre est concerné par les alliages Al-Mg-Si contenant du cuivre c'est-à-dire une étude bibliographique sur l'influence de la présence du cuivre dans ces alliages sur la séquence de précipitation et donc sur, leurs propriétés mécaniques.
- Ø Le quatrième chapitre décrit les traitements et les techniques expérimentales utilisées telles que l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), le microscope optique, le micro-duromètre et la diffraction des rayons X.
- Ø Le cinquième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques et leurs interprétations.

- Ø Une conclusion générale.
- Ø Le mémoire se termine par une liste de références bibliographiques.



***Chapitre I :***

***Les alliages à base  
d'aluminium***

## **I.1 Introduction**

Ce chapitre se propose de rappeler quelques notions générales sur les alliages d'aluminium, les propriétés mécaniques, les traitements thermiques et l'utilisation de ces alliages dans le domaine de l'industrie.

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendéliev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique 26.28 et la température de fusion 660°C. Il se cristallise dans le système cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 kg/dm<sup>3</sup>, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de 23.10<sup>-6</sup>, son module de Young de 6600 bar. L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisantes pour son utilisation dans un bon nombre d'applications structurales, il est léger, ductile et il résiste à la corrosion. Il présente aussi une très bonne conductivité thermique et électrique [1].

L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al > 99.99%) [1]. Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques et mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'additions tels que le Mg, Si, Mn, Cu,.....

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche d'oxyde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumine), épaisse et adhérente, qui protège le métal. Par contre, ce film d'alumine n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation: il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage [2].

## **I.2 Propriétés générales des alliages d'aluminium**

Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de celle des aciers, ce métal (et les alliages qui en dérivent) arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette à un ensemble des propriétés qui, dans bien des circonstances, en font un matériau irremplaçable [3]. Parmi celles-ci, citons ce qui suit :

### I.2.1 Résistance à chaud

La résistance à chaud est faible au-delà de 100°C, sauf pour la série 2000 (Al-Cu) ou l'on peut atteindre 300°C

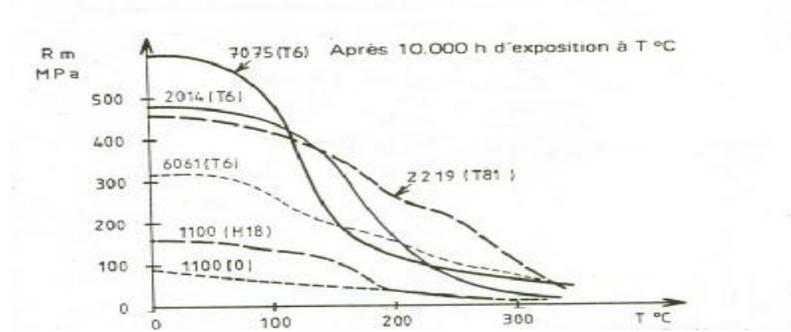


Figure I. 1 : La variation de la résistance à chaud en fonction de la température

### I.2.2 Résistance à basses températures

De part de leur structure cfc, ces alliages ne sont pas fragiles, d'où leur application en cryogénie.

### I.2.3 Résistance à la fatigue

La courbe de WÖHLER ne présente pas de coude marqué et l'asymptote horizontale n'est atteinte que vers  $10^8$  cycles. En général, le coefficient d'endurance  $\frac{a_D}{R_m}$  est de l'ordre de 0.5 pour les alliages non trempant, 0.25-0.3 pour les alliages trempant.

### I.2.4 Résistance à la corrosion

Comme pour l'aluminium non allié, elle est bonne grâce à la formation de la couche protectrice d'oxyde  $Al_2O_3$  et elle peut être améliorée (plus épaisse) par anodisation. Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer. Les risques de corrosion inter granulaire et de corrosion sous tension existent dans les alliages des séries 2000 et 7000.

### I.2.5 Mise en forme

L'aluminium a une température de fusion relativement basse ce qui résulte une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier (coefficient d'écroutissage  $n = 0.2$  à  $0.3$ ), facile à emboutir.

Le chaudronnage et le repoussage est aisé. Un point particulier est le filage à chaud qui est très approprié : pour la série 5000 (Al-Mg) plusieurs dizaines de mètres par seconde peuvent être atteints en sortie de filière.

### I.2.6 Soudage

Le soudage est facile si l'on tient compte de la présence de la couche protectrice d'alumine. Les procédés sont donc des procédés sous gaz protecteur (TIG, MIG) ou sous vide (faisceaux d'électrons). Mais s'il n'y a pas de difficulté pour les alliages non trempant, par contre des problèmes peuvent exister pour les alliages trempant ayant une vitesse de trempe élevée (série 2000 ou Al-Cu). Il peut également exister des dangers de corrosion feuilletant après soudage d'alliages de la série 7000 ou Al-Zn.

### I.2.7 Résistances comparées de différentes nuances

Le tableau ci-dessous compare la résistance des principaux alliages d'aluminium corroyés à l'exception de ceux de la série 4000 (Al-Si) qui sont plus spécialement des alliages de fonderie (A-S 13).

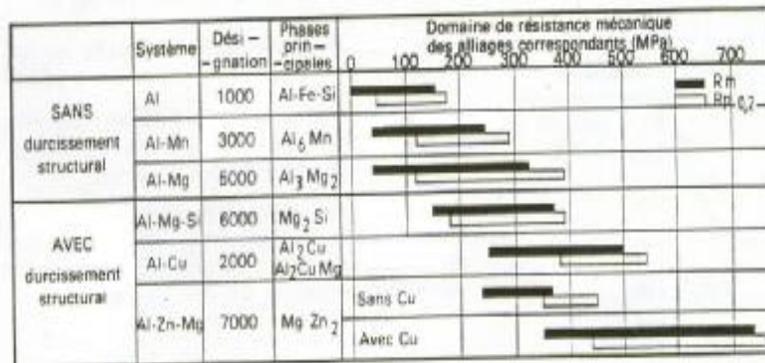


Tableau I.1 : Résistances des différentes nuances des alliages d'aluminium.

Ces alliages apparaissent suivant les deux catégories [2]:

- Ø alliages non trempant : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les phénomènes d'écroutissage et d'adoucissement par recuit ou restauration série 1000, 3000, 5000 ;

- Ø Alliages trempant (à durcissement structural) : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les différents paramètres de la trempe structurale : série 2000, 6000, 7000.

### **I.3 Désignation numérique**

Conformément aux directives de l'aluminium, les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres [4]. Ces quatre chiffres identifient la composition chimique de l'alliage. Ce groupe de quatre chiffres est parfois suivi d'une lettre indiquant une variante nationale. Il est à noter que la norme européenne EN 573-1 indique que cet ensemble de quatre chiffres doit être précédé pour les alliages destinés à être corroyés par le préfixe EN, la lettre « A » (aluminium), « w » (pour les produits corroyés) et un tiret « - ». La notation complète est rarement utilisée. Par ceci de simplification (Tableau I.2).

### **I.4 Signification des désignations :**

- Ø Le premier chiffre indique l'élément d'alliage principal.
- Ø Le deuxième chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent il s'agit d'une fourchette plus petite dans un ou plusieurs éléments de l'alliage.
- Ø Les troisième et quatrième sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage.

La seule exception est la série 1000 ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium.

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	<a href="#">Cuivre</a> (Cu)	Al <sub>2</sub> Cu - Al <sub>2</sub> CuMg
Série 3000	3XXX	<a href="#">Manganèse</a> (Mn)	Al <sub>6</sub> Mn
Série 4000	4XXX	<a href="#">Silicium</a> (Si)	-
Série 5000	5XXX	<a href="#">Magnésium</a> (Mg)	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
Série 6000	6XXX	<a href="#">Magnésium</a> (Mg) et <a href="#">Silicium</a> (Si)	Mg <sub>2</sub> Si
Série 7000	7XXX	<a href="#">Zinc</a> (Zn)	MgZn <sub>2</sub>
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

Tableau I.2: Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [4]

## I.5 Alliages à base d'aluminium

Les alliages qui ne subissent pas à des traitements thermiques obtiennent une plus haute résistance par écrouissage donc par déformation à froid ou ceux qui ont subissent à des traitements thermiques obtiennent leurs propriétés mécaniques à durcissement par précipitation (ou durcissement structurale). En conclusion, on a les groupes suivant : groupe (1XXX) l'aluminium pur, le groupe d'Al-Mn (3XXX), le groupe d'Al-Si (4XXX) et le groupe d'Al-Mg (5XXX). Ces alliages sont la plupart du temps employés pour les produits plats comme feuille mince, lame et clinquants.

Les alliages à durcissement structurale peuvent réaliser une plus haute résistance par traitement thermique et donc ils contiennent un ou plusieurs éléments choisis pour obtenir cette plus haute résistance par précipitation pendant le vieillissement artificiel. Ceux qui concernent les alliages des séries (2XXX)l'Al-Cu-(Mg), (6XXX) Al-(Cu)-Mg-Si et (7XXX) Al-(Cu)-Mg-Zn.

La série 2XXX contient des alliages avec le cuivre comme un élément de durcissement perfection. Souvent le magnésium est ajouté pour augmenter le maximum de résistance. Ces alliages obtiennent leur très haute résistance par la précipitation des phases

$\text{CuAl}_2$  et/ou  $\text{CuMgAl}_2$ . Les alliages de ce groupe sont caractérisés par de haute résistance à la corrosion et très faible extrudabilité et soudabilité.

Ils sont largement utilisés dans l'industrie de l'aviation et l'espace, mais également comme pièces de machine, boulons et rivets.

La série 7XXX contient les matériaux de haute résistance semblables au l'Al-Cu-(Mg), mais avec le zinc au lieu du cuivre comme élément d'alliage principal. Cependant, le cuivre est ajouté en petite quantité. La haute résistance est due à la précipitation des précipités  $\text{MgZn}_2$ .

Les alliages sans cuivre ont une résistance à la traction légèrement plus forte de celle des alliages de la série 6XXX, mais leur expulsion est légèrement plus mauvaise. D'autre part, ils sont beaucoup moins sensibles à la trempe et il faut refroidir à l'air pour une épaisseur de paroi beaucoup plus grande. Les alliages contenant le cuivre atteignent la plus haute résistance de tous les alliages d'aluminium, excédant l'acier de construction normal.

L'expulsion est très pauvre et les alliages ne sont pas soudables au dessous des conditions normales.

Les alliages Al-Mg-Zn sont la plupart du temps employés pour des applications structurales dans l'industrie automobile où la haute résistance mécanique est nécessaire.

Les alliages Al-Cu-Mg-Zn, d'autre part, sont employés pour les composants soumis à une contrainte particulièrement élevés dans l'industrie d'aviation et d'espace [5].

## **I.6 Alliages de la série 6XXX**

La série 6XXX contient des additions de magnésium et de silicium et parfois un peu de cuivre, de chrome ou de manganèse. Les alliages sont fait pour à obtenue les plus grands niveaux de résistance par la précipitation de la phase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Leurs propriétés mécaniques s'étendent doucement que ceux de l'acier de construction.

L'expulsion est généralement très bonne, les alliages sont soudables et ont une bonne résistance à la corrosion (pour certains alliages même dans l'atmosphère marine), ils sont bien appropriés à la plupart des processus de traitement de surface (anodisant, chromant, phosphatant, peindre, plaquant etc...) et ils ont des propriétés de résistance au dessus de 100 °C. Gamme typique d'applications des armatures de fenêtre à des structures fortement chargées. Approximativement 80 % de la production annuelle du monde des extrusions existe des alliages de ce groupe [5].

Le diagramme d'équilibre de la figure I.2 est une coupe de diagramme ternaire Al-Mg-Si pour un rapport atomique Mg/Si = 2. Le composé  $Mg_2Si$  peut être considéré comme un composé simple et. Le durcissement est dû à la précipitation de phases transitoires de  $Mg_2Si$  [2].

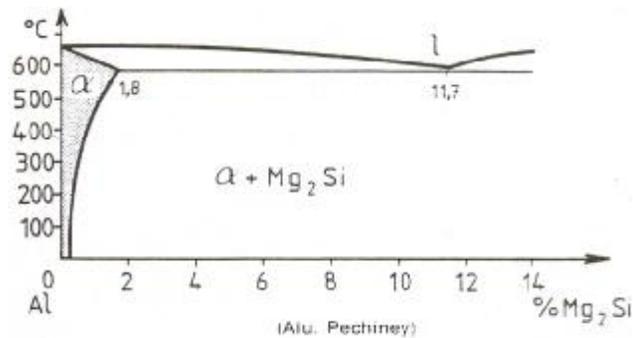


Figure I. 2 : Le diagramme d'équilibre Al-Mg<sub>2</sub>Si [2]

Les alliages de la série 6000 ont une très bonne aptitude à la transformation à chaud, à froid, un bon comportement aux basses températures et une très bonne résistance à la corrosion. Mais leur résistance à chaud est limitée.

### I.6.1 Alliages du type A-GS

Ces alliages ont une teneur en magnésium (0.35-1%) supérieure à celle du silicium (0.25-0.8%). Il n'y a donc pratiquement pas d'excès de silicium par rapport à  $Mg_2Si$ .

Les alliages représentatifs sont l'alliage 6060 qui peut être filé à de très grandes vitesses (140 m.min<sup>-1</sup>) et l'alliage 6061 qui a de meilleures propriétés mécaniques (additions de Cu et Cr) et la meilleure résistance à la corrosion des alliages trempant.

Une série d'alliages de cette famille est utilisée pour le transport de l'énergie électrique. C'est principalement la nuance A-GS/L76, avec 0.55-0.80 Mg, 0.45-0.65 Si, Fe ≤ 0.3 et les autres impuretés limitées au maximum, qui est utilisée.

### I.6.2 Alliages du type A-SG

Dans ces alliages, il y a une teneur en silicium supérieure à celle en magnésium, et le niveau de résistance mécanique est atteint grâce à  $Mg_2Si$  et à Si. Des additions de chrome, de manganèse peuvent améliorer la résistance à la rupture fragile.

Les principaux alliages normalisés sont l'alliage 6005 A (A-SG 0.5), 6081 (A-SGM 0.3) ou 6082 (A-SGM 0.7).

## **I.7 Traitements thermiques des matériaux**

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : la trempe, le revenu, le recuit et le vieillissement [6].

### **I.7.1 Vieillessement thermique**

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

L'évolution des propriétés mécaniques d'un métal écroui soumis à une température supérieure ou égale à environ  $0.5 T_{\text{fusion}}$  par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [7].

#### **I.7.1.1 Vieillessement naturel**

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années. Certains alliages de la série 6000 qui sont durcissants et peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante.

#### **I.7.1.2 Vieillessement artificiel**

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant jusqu'à 240°C (100 à

240°C dans le cas de la série 6000) Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné.

## **I.7.2 Traitements thermiques des alliages d'aluminium**

Les alliages d'aluminium susceptible de durcissement structural, alors que le dernier traitement est très important et très spécifique.

### **I.7.2.1 Traitements d'homogénéisation**

Ce sont des traitements comportant un chauffage à température relativement élevée appliqués à certains produits bruts de fonderie ou corroyés et destinés le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid (filage, étirage, laminage, forgeage). Ils consistent en général en des maintiens de 6 à 48 heures à des températures allant de 450°C à 610°C, qui ont pour but général de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide.

Le corroyage est une opération consistant à déformer un métal avec allongement, généralement, mais non obligatoirement dans un sens privilégié: il est effectué à chaud, à tiède, à température ordinaire et permet par déformation appropriée (forgeage, matriçage, laminage, filage...) d'obtenir des produits à la forme désirée. Il est défini par le rapport de corroyage  $S/s$  avec :

$S$  : section avant déformation;

$s$  : section après déformation;

Il ne faut pas confondre le corroyage avec l'écroutissage.

L'écroutissage est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire (par fois à tiède). Il est défini par la réduction de section  $[(S-s)/S] \times 100$ . Cette expression doit remplacer celle du taux d'écroutissage qui correspond au rapport :  $[(S-s)/S] \times 100$ .

### **I.7.2.2 Traitements d'adoucissement**

Ils ont pour but d'adoucir un métal ou un alliage durci par écroutissage ou par trempe structurale. Dans les cas de l'écroutissage, ce sont les traitements de restauration et les recuits de recristallisation. Ces traitements ont des effets semblables à ceux décrits pour l'aluminium. Seules les températures de traitement sont plus élevées pour les alliages :

∅ Le traitement de restauration est effectué à 200-300°C pendant une à 8 heures; la structure ne se modifie pas, pourtant les caractéristiques mécaniques évoluent d'autant plus que la température est plus élevée et le temps de maintien est plus long. Au niveau atomique il n'y a qu'une réorganisation des dislocations engendrées par l'écroutissage : certains s'annihilent, d'autre se réarrangent au joints et sous joints de grains d'où la malléabilité de l'alliage.

∅ Le traitement de recristallisation est effectué à 300-400°C pendant 0.5 à 3 heures ; les atomes se regroupent suivant des nouvelles directions pour former un petit cristal d'orientation quelconque. Avec le temps de nouveaux atomes viennent s'agglutiner autour du petit cristal jusqu'à ce que les nouveaux grains se rejoignent pour donner la structure macrographique de recristallisation primaire. Si l'on augmente la température ou la durée de maintien, on obtient des structure de recristallisation secondaire à très gros grains. Au contraire, Si l'on stoppe ce traitement de recuit par un temps trop court, on obtient des états partiellement recristallisés.

Dans le cas de la trempe structurale, c'est un recuit de précipitation qui consiste en un chauffage assez prolongé à température comprise entre la température de revenu et la température de mise en solution d'un produit trempé et mûri ou revenu dans le but d'obtenir un adoucissement relativement important par évolution des précipités provenant des constituants de l'alliage.

### **I.7.2.3 Traitements de trempe structurale**

#### **▼ Principe**

Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend une mise en solution solide suivie:

∅ d'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide existant à des températures plus élevées;

∅ d'un traitement de revenu ultérieur à l'ambiante (=maturation) ou à une température supérieure qui conduit à un durcissement de l'alliage.

#### **▼ Traitement industriel de trempe structurale**

Ce traitement va être défini par :

Ø Un traitement de mise en solution: la température de ce traitement est très précise car dans le cas général, le domaine  $T_s - T_1$  n'est pas important. Il faut en particulier éviter d'atteindre la température de brûlure pour la quelle l'alliage commence à fondre aux joints de grains. La régénération de l'alliage par traitement thermique ou mécanique est alors impossible. Pour éviter la brûlure due à la ségrégation mineur on évite de dépasser la température  $T_E$  (eutectique).

Ø Une vitesse critique de trempe qui est la vitesse minimale permettant d'obtenir à température ambiante la solution solide sursaturée.

Ø Un traitement de maturation ou de revenu. Certains alliages sont favorablement influencés par un temps d'attente entre trempe et revenu. Un écrouissage entre trempe et revenu est conduit à des effets favorables dans certains cas.

## **I.8 Utilisation des alliages d'Aluminium**

Même si les aciers sont les matériaux les plus utilisés dans l'industrie automobile, les besoins récents de véhicules dont le degré de sécurité et de confort est très élevé pour une consommation en carburant réduite font des alliages d'aluminium des candidats naturels. En effet, ils peuvent posséder des caractéristiques mécaniques excellentes pour une masse plus faible. Le marché de l'automobile représente donc pour les fabricants d'aluminium un marché important, dont les potentialités sont plus grandes encore [8].

Il a été resurgi des recherches intéressantes sur les alliages d'aluminium dans les récentes années, peut être dû aux grandes demandes de l'utilisation des matériaux légers dans l'industrie d'automobile. Les alliages d'aluminium ont une importance spéciale pour les panneaux externes d'automobile, où la haute résistance et la résistance de bosselure sont exigées et pour les amortisseurs, où la bonne résistance et le choc d'absorption sont nécessaires. Dans les deux cas, la bonne formabilité est une exigence importante. Les alliages Al-Mg-Si sont largement utilisés pour la résistance moyenne des applications structurales et dans les sections architecturales. Et ils sont la plupart du temps employés dans les produits expulsés d'Al en Europe de l'ouest, aussi bien que pour la construction des moteurs des véhicules [9].

Les alliages Al-Mg-Si-(Cu), de durcissement par précipitation, ont été choisis pour la fabrication des panneaux de revêtements.

Les alliages AA6111, développée par Alcan en 1983, ont été choisis pour les applications des panneaux de revêtements dans les usines de l'Amérique du nord parce qu'ils ont une combinaison de bonne formabilité et du potentiel élevé de renforcement.

Récemment, les alliages de la série 6XXX sont aussi utilisés pour les applications aérospatiales.

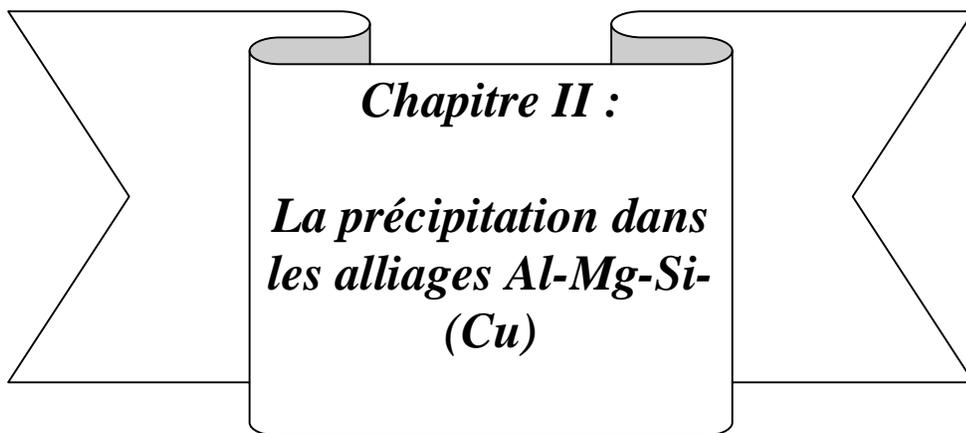
### **I.9 Processus de cycle de cuisson de la peinture (PBC)**

En dépit du potentiel élevé de renforcement des alliages Al-Mg-Si (- Cu), traitant des facteurs tels que le temps de prise entre le traitement de solution et les processus de vieillissement artificiels, comme la durée du vieillissement artificiel, peuvent empêcher sérieusement le processus de renforcement. Le processus (PBC) de cycle de cuisson de la peinture, qui est un processus de cycle thermique désigné pour fournir le traitement de la peinture et durcissement par précipitation pour les panneaux d'automobile, implique relativement la courte durée de processus de vieillissement artificiel, pour lequel peut être simulé dans le laboratoire par le vieillissement pendant 30 minutes à 1 heure à 180 °C. Ils ont remarqués que le vieillissement naturel pour le processus de PBC a un effet nuisible sur les résultats de durcissement de vieillissement des alliages Al-Mg-Si (-Cu), considérablement limitation de la résistance finale [9].

### **I.10 Propriétés spéciales aux alliages Al-Mg-Si-Cu**

Ø L'unicité du système Al-Cu-Mg-Si est qu'il est le seul système à base d'aluminium où la phase quaternaire Q (AlCuMgSi) formé dont les éléments principaux de l'alliage existe et est en équilibre avec l'aluminium dans les intervalles compositionnelles des alliages commerciaux [10].

Ø L'autre caractéristique proéminente dans ce système est l'un des éléments : le silicium, n'est pas réellement un métal mais un semi-conducteur, ce qui peut faire une différence dans son interaction et formation de phase avec les autres constituants métalliques [11]. Ceci peut être un facteur responsable de l'unique comportement de précipitation de la phase  $Mg_2Si$ , et par la suite, pour la précipitation controversée de la phas



***Chapitre II :***  
***La précipitation dans  
les alliages Al-Mg-Si-  
(Cu)***

## II.1 Introduction

Dans ce chapitre seront d'abord présentés un rappel sur la transformation de phase d'une façon générale qui peut s'effectuer au cours de réaction de précipitation, c'est-à-dire les différentes étapes: germination, croissance et coalescence, suivi d'une description du comportement globale des transformations de phases par la théorie d'Avrami (la cinétique transformation) et puis, une étude bibliographique sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu).

## II.2 Transformation de phases

Pour qu'une transformation de phase puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système diminue lors de la transformation ( $\Delta G < 0$ ) [12]. La transformation d'une phase à une autre exige généralement, lors de l'amorçage de la transformation, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui ont la même structure que la phase en formation et qui sont séparés de la phase non-transformé par une interface à énergie élevée. Ces germes, qui sont caractérisés par un rapport surface sur volume élevé, possèdent une enthalpie libre de formation plus élevée que celle de la phase en transformation.

La transformation de phases qui s'effectue de préférence est celle qui est caractérisée par la cinétique la plus rapide, et la microstructure qui se forme est celle qui possède l'enthalpie libre la plus basse. C'est le cas pour la cristallisation qui constitue la transformation physique la plus importante pour l'étude des matériaux. Celle-ci donne naissance à une grande variété de microstructures, en particulier lorsqu'il se fait à des alliages et qu'il peut y avoir formation de plusieurs phases solides de structures différentes.

Les transformations de phases à l'état solide sont également très importantes pour les matériaux. On distingue:

- \* Les transformations allotropiques qui sont particulièrement importantes dans le cas des matériaux ferreux.

- \* Les transformations eutectiques, lors d'un refroidissement, où une phase liquide se scinde simultanément en deux phases nouvelles. Lorsque la transformation eutectique se fait aux dépens d'une phase solide, on la désigne sous le nom de transformation eutectoïde. C'est par exemple, le cas de la solution solide de  $\text{Fe}_\gamma$  -cfc contenant 0,8% de carbone. Dans certains cas, on observe la formation de précipitation de composés de structure intermédiaire comme

les composés intermétalliques qui jouent un rôle très important dans les phénomènes de durcissement des métaux comme l'aluminium par exemple.

La diffusion joue un rôle important dans les transformations de phases où interviennent des changements importants de structure. Cette catégorie, qui représente de loin la classe de transformations de phases la plus importante, procède, presque toujours, par un mécanisme de germination - croissance que nous décrivons de manière élémentaire dans les paragraphes suivants.

### II.2.1 Germination d'une nouvelle phase (germination primaire)

L'apparition d'une nouvelle phase dans une phase existante (une phase cristalline dans un liquide par exemple) se produit en général d'une manière discontinue. Dans le domaine de température où la transformation se produit spontanément, on observe par fluctuations aléatoires la formation d'îlots microscopiques ayant la structure de la phase qui se forme.

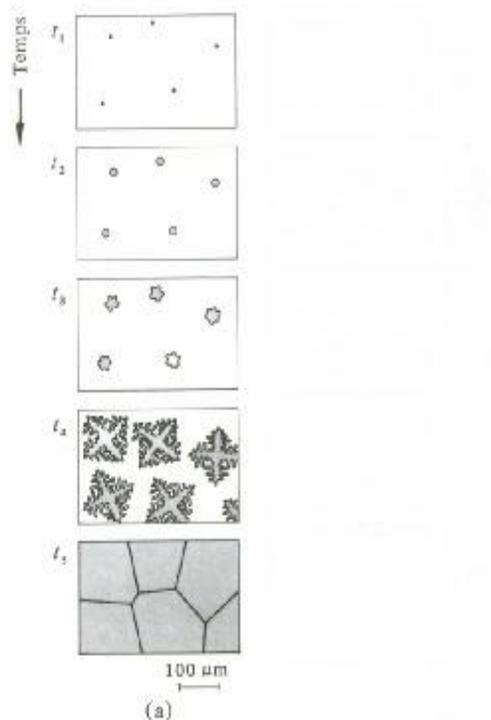


Figure II.1: la cristallisation d'un métal [12]

On observe généralement la formation de dendrites, dans les métaux purs, ne sont plus visible en fin de solidification. Ce sont les germes qui croissent progressivement pour former les grains, jusqu'à occuper tout l'espace disponible pour la transformation.

La formation d'une nouvelle phase aux dépens d'une autre phase homogène par un processus de germination (germination homogène) implique la formation d'une interface. Le processus d'apparition du germe s'accompagne d'une variation d'enthalpie libre  $\Delta G_g$  qui comprend deux termes :

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

A une température inférieure à la température d'équilibre, chaque cristal formé contribue à une diminution de l'enthalpie dû proportionnellement à son volume. L'expression du premier terme,  $\Delta G_v$ , s'obtient donc en multipliant le volume,  $v$ , du germe par l'enthalpie libre de formation de la nouvelle phase par unité de volume,  $\Delta g_v$ . En effet, le second terme,  $\Delta G_s$ , qui représente l'enthalpie libre de formation de l'interface entre le germe et la phase mère et qui est toujours positive. Car la formation de l'interface s'accompagne nécessairement d'une élévation de l'enthalpie libre. L'expression de  $\Delta G_s$  est proportionnel à l'air de l'interface entre le germe et la phase mère.

Initialement, dans les premiers stades de la germination, l'enthalpie libre de formation du germe est toujours positive parce que le rapport surface sur volume est élevé et que  $\Delta G_s$  est plus grand que  $\Delta G_v$  en valeurs absolues. Ce n'est que lorsque le germe aura une taille suffisante (taille critique) que la croissance du germe entraînera une diminution de son enthalpie libre de formation et que la transformation pourra se dérouler spontanément.

Pour qu'une transformation physique comme la cristallisation puisse s'effectuer spontanément, il faut nécessairement que la température de système soit inférieure à la température d'équilibre thermodynamique. Dans le cas d'une cristallisation, il faut que le système se trouve à une température  $T < T_m$  ( $T_m$  température d'équilibre thermodynamique) et l'on parle dans ce cas d'une transformation qui ne démarre que lorsque le système atteint un certain degré de surfusion  $\Delta T = T_m - T$ . On observe que l'enthalpie libre volumique  $\Delta g_v$  est nulle au point de transformation  $t$  (voire la figure II.2) et qu'elle devient de plus en plus négative lorsque le degré de surfusion  $\Delta T$  augmente. C'est là l'origine de la force motrice de la transformation de phases.

Dans le cas d'un germe de forme sphérique de rayon  $r$ , la composante volumique,  $\Delta G_v$ , de l'enthalpie libre de formation du germe est donnée par :

$$\Delta G_v = \frac{4}{3}pr^3\Delta g_v \dots\dots\dots (II.2)$$

La variation d'enthalpie libre engendrée par la création de l'interface s'écrit :

$$\Delta G_s = 4pr^2g \dots\dots\dots (II.3)$$

Dans cette expression,  $\gamma$  est l'énergie spécifique inter faciale, c'est à dire à une température et pression constants, la variation d'enthalpie libre par unité d'interface, qui est toujours positive. Pour un germe sphérique, l'enthalpie libre de formation à température T est donc égale à :

$$\Delta G_g = \frac{4}{3}pr^3\Delta g_v + 4pr^2g \dots\dots\dots (II.4)$$

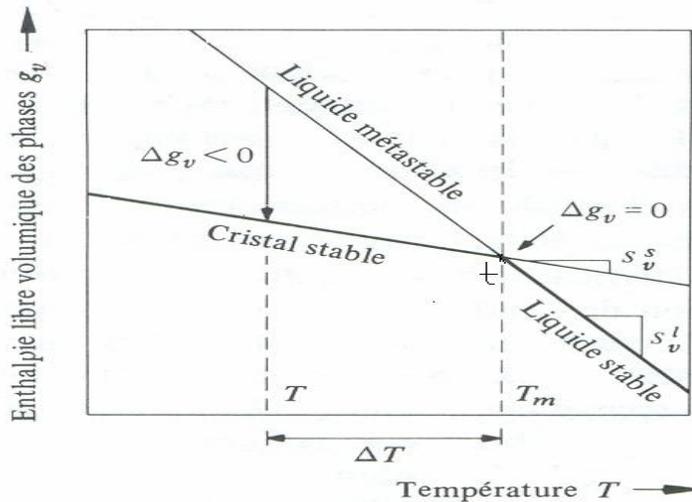


Figure II. 2 : la variation de l'enthalpie libre volumique en fonction de T [12].

La variation volumique d'enthalpie libre peut se mettre sous la forme :

$$\Delta g_v = \Delta h_v - T\Delta s_v \dots\dots\dots (II.5)$$

Les deux termes  $\Delta h_v$  et  $\Delta s_v$  représentent respectivement les variations d'enthalpie et d'entropie résultant de la formation d'un volume unitaire de la nouvelle phase. Dans la cristallisation, ces deux grandeurs sont négatives. Si  $T=T_m$ , le terme  $\Delta g_v$  devient nul d'où :

$$\Delta s_v = \frac{\Delta h_v}{T_m} \dots\dots\dots (II. 6)$$

Au voisinage de  $T_m$ , on peut admettre que l'enthalpie libre,  $g_v$ , varie linéairement en fonction de la température (figure II. 2), c'est à dire  $\Delta h_v$  et  $\Delta s_v$  restent constants dans l'intervalle de température considéré. Ceci permet d'écrire :

$$\Delta g_v = \Delta h_v \frac{T_m - T}{T_m} = \Delta h_v \frac{\Delta T}{T_m} = \Delta s_v \Delta T \dots\dots\dots (II. 7)$$

A partir des deux équations (II. 4) et (II. 7), on calcule :

$$\Delta G_g = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta h_v \frac{\Delta T}{T_m} + 4 \pi r^2 g \dots\dots\dots (II. 8)$$

L'équation II. 8 montre que pour les petites valeurs de  $r$ , le terme d'énergie libre de surface est dominant et que  $\Delta G_g$  est positif. Par contre, si  $r$  est grand, c'est le terme d'enthalpie libre de volume qui l'emporte et  $\Delta G_g$  devient négatif.

De la figure II.3, il est nécessaire d'atteindre un rayon critique,  $r^*$ , pour que l'enthalpie libre de la formation de germe commence à décroître avec son rayon  $r$  et qu'une phase stable se forme. On peut déterminer la valeur du maximum de la courbe de variation de  $\Delta G_g$  en fonction du rayon  $r$ . En égalant à zéro la première dérivée de l'équation II. 8, on obtient :

$$\Delta G_g^* = \frac{16 \pi g^3 T_m^2}{3 \Delta h_v (\Delta T)^2} = \frac{const}{(\Delta T)^2} \dots\dots\dots (II. 9)$$

Et

$$r^* = \frac{2 g T_m}{\Delta h_v \Delta T} = \frac{const'}{(\Delta T)} \dots\dots\dots (II. 10)$$

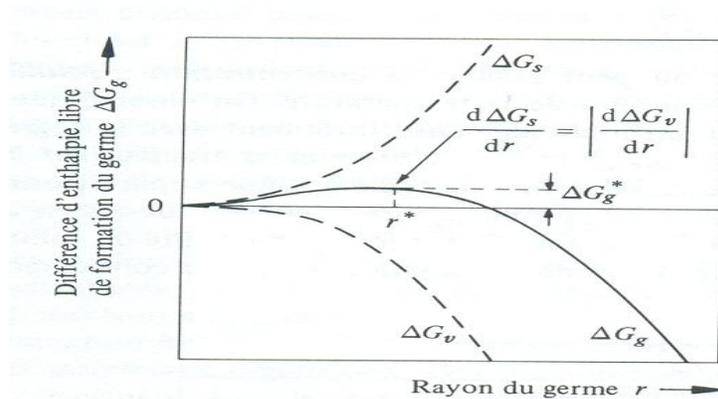


Figure II .3 : la variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique  $\Delta G_g$  en fonction du rayon  $r$  à un degré de surfusion  $\Delta T$  [12].

On peut conclure, à partir des deux expressions (II.9) et (II.10) que  $T=T_m$ , la barrière de potentiel  $\Delta G_g^*$  et le rayon critique  $r^*$  du germe deviennent infinis. Par conséquent, la transformation ne peut se produire à cette température. Une transformation de phase comme la cristallisation ne peut s'amorcer à la température de fusion  $T_m$ . Pour que l'amorçage de la transformation puisse se produire, il faut que le système se trouve à  $T < T_m$ . L'amorçage de la transformation se produira d'autant plus facilement que le degré de surfusion  $\Delta T = T_m - T$  sera élevé, car à mesure que  $\Delta T$  augmente, le rayon critique  $r^*$  diminue et la barrière thermodynamique est abaissée. Il faut cependant que d'après l'expression II.8, l'enthalpie libre de formation du germe est toujours initialement positive et qu'elle ne commence à décroître que lorsque le rayon  $r$  dépasse le rayon critique  $r^*$ .

Les germes ne se forment pas de manière isolée dans le système. Lorsqu'il y a  $n$  germes de rayon  $r$  qui se forment, il faut non seulement tenir compte dans le calcul de la variation d'enthalpie libre, de l'énergie de formation de chacun des germes, mais également d'une variation d'enthalpie libre ( $-T\Delta S_n$ ) à associer à la dispersion aléatoire de  $n$  germes de rayon  $r$  dans le système. Cette variation d'enthalpie libre est négative. On note que  $\Delta S_n$  est la variation d'entropie config rationnelle (entropie de mélange) qui résulte de la dispersion des germes dans le système.

En tenant compte du désordre config rationnel introduit par la formation des germes, on peut montrer que pour toute température  $T < T_m$ , la variation d'enthalpie libre  $\Delta G$  du système résultant de la formation des germes passe par un minimum pour une valeur déterminée du nombre du germes ( $n$ ). On peut donc dire qu'à chaque température il existe à l'équilibre un nombre déterminé  $n_r$  de germes de rayon  $r$  par unité de volume :

$$n_r = const.\exp\left(-\frac{\Delta G_g}{RT}\right) \dots\dots\dots (II.11)$$

A l'aide de l'expression (II.11), on peut calculer la concentration d'équilibre en germes de rayon critique  $r^*$  en fonction de la température. On observe que le nombre de germes atteignant la taille critique augmente fortement avec le degré de surfusion. Une fraction constante de ces germes va croître et se transforme en grains de la nouvelle phase, et de nouveaux germes de taille critique apparaîtront dans la phase non transformée. Ceci nous amène à introduire le concept de vitesse de germination,  $I$ , qui représente le nombre de germes stables formés par unité de volume et par unité de temps [ $m^{-3}s^{-1}$ ]. Cette vitesse de germination augmente considérablement avec le degré de surfusion  $\Delta T$ .

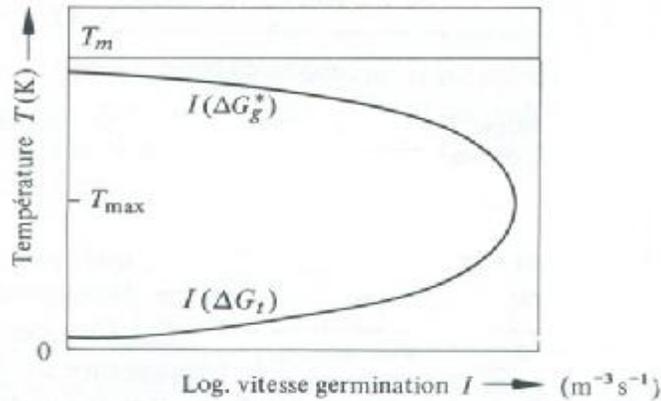


Figure II. 4 : la vitesse de germination I en fonction de la température T [12]

La surfusion n'est pas le seul facteur qui contrôle la vitesse de germination. Lorsqu'un atome, une petite molécule, ou un segment de macromolécule se fixe sur le germe en croissance, il doit franchir une barrière de potentiel  $\Delta G_t$ . D'une manière générale, la vitesse de germination est donnée par l'expression suivante:

$$I = const. \exp\left(-\frac{\Delta G_g^* + \Delta G_t}{RT}\right) \dots\dots\dots (II. 12)$$

La vitesse de germination est donc fonction de deux facteurs: un terme thermodynamique dont la valeur dépend de l'enthalpie libre critique de formation du germe  $\Delta G_g^*$  (les expressions (II. 9) et (II. 11)). Le terme thermodynamique est nul lorsque  $\Delta T = 0$  et il augmente lorsque  $\Delta T$  s'élargie, c'est-à-dire lorsque la température diminue. Le second facteur qui influence la vitesse de germination est le terme de transport qui diminue exponentiellement lorsque la température diminue. Ces deux facteurs ont un effet antagoniste sur la vitesse de germination. Celle-ci passe donc par un maximum pour une température  $T_{max}$  (figure II. 4).

Dans le domaine de température compris entre  $T_m$  et  $T_{max}$ , la vitesse de germination augmente si la température diminue, et c'est le terme thermodynamique qui est dominant dans ce domaine de température. Si  $T_m < T_{max}$ , c'est l'inverse qui se produit, la vitesse de germination diminue lorsque la température décroît. C'est le terme de transport qui l'emporte.

En pratique, le phénomène de germination homogène est relativement rare, car les phases liquides comme les phases solides contiennent toujours un certain nombre de micro hétérogénéités (substances réfractaires, microcristaux, résidus catalytiques, etc...), qui serve de support au germe et abaissent son énergie de formation. Mais, la germination hétérogène

qui s'effectue à un taux de surfusion plus faible est de loin la plus fréquente. Des phénomènes de germination hétérogène interviennent également dans la transformation à l'état solide comme les transformations eutectoides.

Dans un certain nombre de cas, la germination hétérogène est instantanée, c'est à dire que tous les germes potentiels (hétérogénéités présentes dans le système) sont actifs dès le début de la transformation. Si on reproduit la transformation en effectuant des cycles de température, on constate, dans ce cas, que la nouvelle phase démarre toujours en même endroit et que tous les grains sont de même taille. La germination hétérogène instantanée est la règle quasi générale pour la cristallisation des polymères organiques.

La densité de germination primaire [ $m^{-3}$ ] détermine la taille des phases transformées. Celle-ci est une caractéristique importante de la microstructure.

Dans un certain nombre de cas, on ajoute au matériau fondu des agents de germination (ou agents inoculant). Ceux-ci sont des substances finement divisées qui induisent une très grande densité de germination hétérogène, ce qui permet de contrôler la taille des grains. Le mécanisme d'action de ces agents de germination n'est pas connu avec précision. Dans certains cas (germination chimique), il se produit une réaction chimique entre l'agent inoculant et le matériau fondu avec formation in situ de germes hétérogènes.

## **II.2.2 Croissance de phase à l'échelle atomique**

Après formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement, mais il y a également un flux d'atomes ou de molécules en sens inverse. Il y a croissance si le flux d'atomes ou de molécules vers la phase en formation est plus élevé. La vitesse de croissance est en grande partie fonction de la probabilité qu'ont les atomes ou les molécules de venir se fixer (s'absorber) sur l'interface de la phase en développement.

Pour qu'un atome, une molécule, ou un segment de macromolécule vienne se fixer sur l'interface, il faut qu'il dispose sur l'interface d'un certain nombre de sites capable de le lier plus fortement à l'interface. La probabilité de fixation dépend du nombre de liaisons formées entre les atomes ou les molécules de la phase en croissance et les atomes ou les molécules venant s'absorber sur la surface. Une interface très accidentée à l'échelle

atomique est favorable à l'absorption, par contre une interface lisse est défavorable, et le mécanisme de croissance varie en fonction de la structure de l'interface. Il y a essentiellement trois cas à considérer:

Ø Une interface très accidentée (rugueuse à l'échelle atomique) est caractérisée par un grand nombre de marches, de structures en coins, de lacunes de surface. Ces rugosités sont des sites qui permettent la fixation des atomes ou des molécules, c'est à dire qui favorisent la croissance car les atomes et les molécules qui viennent se fixer sur les interfaces rugueuses ont une grande probabilité d'être absorbés. On constate que les substances qui ont une faible entropie de fusion ( $\frac{\Delta S_m}{R} \cong 1$ ) comme les métaux ou certain substances organiques cristallisent en formant une interface rugueuse. La croissance cristalline de ces substances est extrêmement rapide et sa vitesse  $v$  obéit à l'équation suivante:

$$V = K_1 \Delta T \dots\dots\dots (II. 13)$$

$K_1$  est très élevé et il suffira d'une très faible surfusion  $\Delta T$  pour arriver à une vitesse de croissance élevée. En fait, dans les cristaux de ce type, la croissance se fait pratiquement à la température de fusion et l'étape de limitation de vitesse est la diffusion, soit de la chaleur dans le cas de métaux purs, soit d'un des constituants dans le cas d'alliages.

Ø A l'autre extrême, certaines substances, les polymères en particulier, caractérisées par une entropie de fusion très élevée ( $\frac{\Delta S_m}{R} \cong 100$ ) forment des interfaces lisses.

L'attachement de molécules ou de segment de molécules sur ces interfaces est très difficile. En fait avec ce type d'interface il se forme un germe secondaire plat, à deux dimensions, et de l'épaisseur d'un atome. Ce germe qui est cohérent avec la structure cristalline sous-jacente, croit latéralement lorsque le germe secondaire a dépassé la taille critique. Dans ce type de cristallisation, la vitesse de croissance prend la forme d'une exponentielle:

$$v = K_2 \exp(-K_2' / \Delta T) \dots\dots\dots (II. 14)$$

Ce type de cristallisation est très lent et exige des degrés de surfusion élevés ( $\Delta T \sim 50K$ ).

Il existe des cas intermédiaires où la surface du cristal est lisse, mais comporte néanmoins certains défauts.

On peut donc dire en conclusion que la croissance cristalline est en grande partie contrôlée par la nature de l'interface à l'échelle des atomes.

Comme la vitesse de germination, la vitesse de croissance peut être limitée par des phénomènes diffusionnels. Lorsque le taux de surfusion est élevé, c'est le terme de transport qui est dominant et la vitesse de croissance passe par un maximum pour une certaine température  $T'_{\max} < T_m$ . En général, on observe que le maximum de vitesse de croissance se produit à une température plus élevée que la température  $T_{\max}$  où la germination est la plus rapide, c'est à dire que:

$$T_{\max} < T'_{\max} < T_m \dots\dots\dots (II. 15)$$

### II.2.3 Croissance à l'échelle de la microstructure

Dans les matériaux comme les métaux qui cristallisent rapidement au niveau de l'interface, les phénomènes qui se déroulent à l'échelle atomique ne sont en général par limitatifs de vitesse, et ils ne représentent qu'une partie du processus de transformation de phase. L'autre partie du processus est constituée par la structuration de la matière à une échelle plus grande et qui est fortement influencée par les phénomènes de diffusion, comme nous l'avons déjà mentionné à la section précédente.

Il résulte de ces phénomènes des cristaux de microstructure variée, de dimension de l'ordre du  $\mu\text{m}$  au mm et visibles au microscope optique. Ce sont des cristaux dendritiques, des grains eutectiques, des structures en plaquettes formées lors de transformations de phases à l'état solide. A partir de la figure II. 5, ces microstructures sont représentées schématiquement à un stade intermédiaire de leur formation entre la germination et la fin de la croissance.

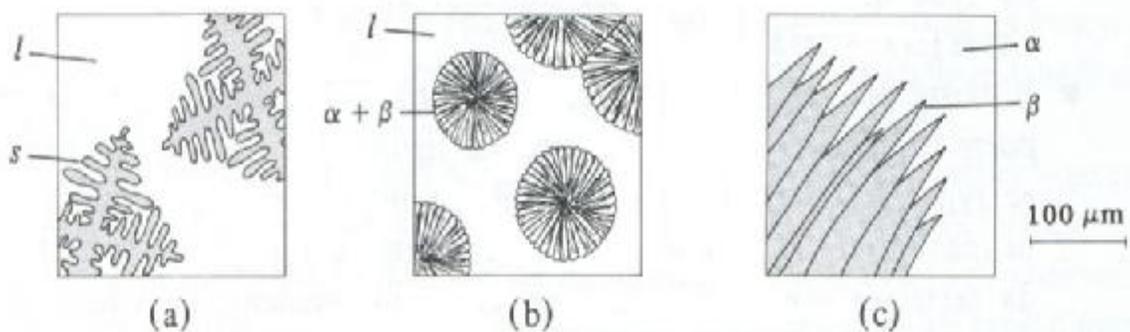


Figure II. 5 : Quelques morphologies importantes de croissance de cristaux [12] :

(a) dendrites en formation dans un métal pendant la solidification

- (b) grains eutectiques sphérolithiques en formation
- (c) plaquettes de cristaux formées dans une transformation de phase à l'état solide.

Deux cas importants des microstructures développées durant la cristallisation de métaux : la croissance conduisant à la formation de dendrites et la solidification des eutectiques produisant une structure lamellaire. Une croissance équiaxe (également probable dans toutes les directions de l'espace) se produit dans les métaux lorsque le liquide est en surfusion pendant la transformation, ce qui produit fréquemment à cause de la surfusion nécessaire à la germination.

D'une manière générale, On peut dire que toutes ces microstructures deviennent de plus en plus fines à mesure que la vitesse de transformation augmente. L'accélération de la transformation n'est possible que si les transferts de chaleur et de matière sont rapides, c'est à dire que si les distances à parcourir sont petites. C'est la raison fondamentale pour la quelle les cristaux se forment avec des morphologies favorables aux phénomènes de transfert, ce qui justifie l'apparition de cristaux fibreux, de dendrites, de lamelles eutectiques.

### **II.3 Description du comportement globale des transformations de phases par la théorie d'Avrami**

Les cinétiques de transformation de phase qui procède par un mécanisme de germination obéissant généralement à une loi de transformation proposée par Avrami. Le traitement d'Avrami donne une équation qui permet de calculer le degré d'avancement de la transformation de phases en fonction du temps.

L'apparition et le développement d'une nouvelle phase  $\beta$  au sein d'une phase  $\alpha$  préexistante peuvent être imaginés de la manière suivante : initialement, un germe apparaît au sein de la phase mère  $\alpha$ . Ce germe constitue un élément de la phase  $\beta$ . Dans une deuxième étape, les germes croissent aux dépens de la phase  $\alpha$  et contribuent de la transformation (figure II. 6).

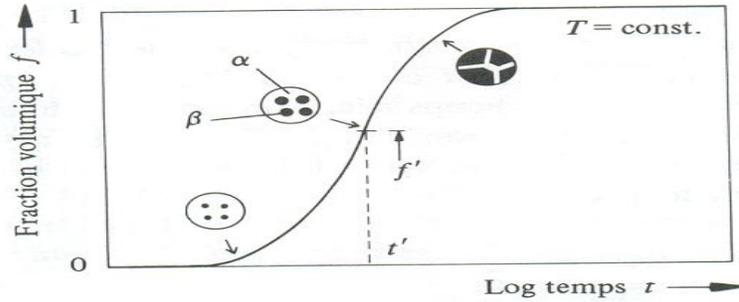


Figure II. 6 : Variation isotherme de la fraction volumique  $f$  de la phase transformée en fonction du logarithme du temps  $t$  selon l'équation II. 18 [12].

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

$$V = \frac{4}{3}p(vt)^3 = \frac{4}{3}pv^3t^3 \dots\dots\dots (II. 16)$$

où  $v$  est la vitesse de croissance et  $vt$  représente le rayon de la sphère au temps  $t$ . Un grain de la phase  $\beta$  qui commence à ce développer après un temps  $t = \tau$  aura atteint au temps  $t > \tau$ , un volume :

$$V' = \frac{4}{3}pv^3(t - \tau)^3 \dots\dots\dots (II. 17)$$

La croissance de la nouvelle phase s'effectue librement durant les premiers temps de la transformation. Ce comportement se modifie à un certain taux de conversion, lorsque les phases en croissance entrent en contact les unes avec les autres. En tenant compte de cette caractéristique et en se basant sur les lois de germination et de croissance, on obtient une équation générale qui donne le taux de conversion (fraction volumique  $f$ ) en fonction du temps de transformation :

$$f = 1 - \exp(-Kt^n) \dots\dots\dots (II. 18)$$

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

$$K = \left(\frac{p}{3}\right)Iv^3 \dots\dots\dots (II. 19)$$

La relation est appelée équation d'Avrami et n varie suivant le type de transformation de 1 à 4, et K dépend des processus de germination et de croissance qui sont fortement dépendants de la température. Connaissant la loi de variation de K en fonction de la température, on peut calculer le temps nécessaire pour atteindre à une température donnée un taux de conversion déterminée (1, 50, 90%,.....)

#### II.4 La cinétique de transformation

L'amélioration des propriétés mécaniques exige plus la compréhension de l'évolution microstructural comme la cinétique de précipitation dans ces alliages Al-Mg-Si (-Cu). Pour cela, plusieurs études ont été conduites sur la caractérisation microstructurale [9].

La cinétique de transformation (précipitation et dissolution des précipités) est toujours reliée aux concepts d'énergies d'activation et de l'ordre de réaction [13].

Des études des processus de précipitation sont associées au processus de germination et de croissance qui domine dans les alliages sursaturés. En général des énergies d'activation séparées doivent être identifiées à chaque étape de germination et de croissance dans une transformation bien qu'elles aient été habituellement combinées en une énergie d'activation représentative du processus globale de précipitation.

Des études de la précipitation dans les alliages sursaturés au cours du chauffage ont été effectuées par l'analyse calorimétrique à isotherme. Dans la méthode à isotherme l'échantillon est chauffé avec une vitesse de chauffage, constante et l'évolution de la chaleur est ainsi enregistrée en fonction de la température.

La transformation de phase isotherme et à isotherme à l'état solide se fait par germination et croissance. La cinétique de transformation dans les conditions isothermes obéissant à la loi d'AVRAMI-JOHNSON-MEHL permettant de calculer le degré d'avancement de la transformation en fonction de temps [14]:

$$c=1-\exp[-(kt)^n] \quad (\text{II. 20})$$

Ou 
$$t=\left(\frac{1}{k}\right)[-\ln(1-c)]^{\frac{1}{n}} \quad (\text{II. 20}')$$

Avec 
$$k=k_0\exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (\text{II. 21})$$

Où  $\chi$  : fraction de transformée  
 n : Ordre de réaction  
 $k_0$  : Pré-exponentiel facteur  
 E : Energie d'activation efficace  
 R : Constante des gaz  
 T : Température

La base théorique pour l'interprétation des données de DSC est donnée par une théorie formelle de cinétique de transformation comme la fraction volumique,  $\chi$ , précipitée ou dissolvait dans un temps, t, par l'équation II. 20 de J-M-A.

Ceci est habituellement supposé pour avoir une dépendance de température d'Arrhenius, équation II. 21

A partir des équations (II. 20), (II. 20'), (II. 21) et après une manipulation assez longue, on obtient :

$$\frac{dc}{dt} = (1-c)nk^n t^{(n-1)}(1+at) \quad (\text{II. 22})$$

Où  $a = \frac{QE}{RT^2}$

## II-5 Méthode d'OZAWA

Plusieurs méthodes ont été proposées pour évaluer l'énergie d'activation efficace pour les processus de précipitation et de dissolution dans les conditions anisothermes. Dans ce travail on parle uniquement des quatre méthodes utilisées par les auteurs de l'article en question.

La méthode proposée par OZAWA en 1971, est utilisée pour déduire l'ordre de réaction (n) et l'énergie d'activation efficace (E) du processus de transformation.

Si on intègre l'équation II. 22 par rapport à la température au lieu du temps, on remplace :  $t = \frac{(T-T_0)}{Q}$  et si on considère que  $T_0 \ll T$  et  $E/RT \gg 1$ , sachant que  $T_0$  est la température initiale, la solution de l'équation II. 22 est :

$$\ln\left[-\frac{\ln(1-c)}{(T/K)^{2n}}\right] = n \ln(Q/K \text{ min}^{-1}) - \frac{nE}{RT} + n \ln\left(\frac{k_0 R}{nE}\right) \quad (\text{II.23})$$

La différentiation de l'équation (II. 23) à T constante donne :

$$\frac{d[\ln[-\ln(1-c)]]}{d[\ln(Q/L \text{ min}^{-1})]} = -n \quad (\text{II. 24})$$

Sur cette base, traçant  $\ln(-\ln(1-\chi))$  en fonction de  $\ln Q$ , qui est obtenue à la même température à partir d'un nombre d'exothermes de précipitation (par exemple) pris à différentes vitesses de chauffage, produirait la valeur de  $n$ .

L'équation (II.6.23) peut être réécrite sous la forme :

$$\ln(Q/K \text{ min}^{-1}) = -\frac{1}{n} \ln[-\ln(1-c)] - \left[ \left( \frac{E}{RT} \right) + \ln(T^2/K^2) \right] + \text{constante} \quad (\text{II.25})$$

Par l'utilisation de l'approximation de Mahadevan (1986), on trouve que la variation de  $\ln T^2$  avec  $\ln Q$  est beaucoup plus lente que celle de  $\frac{1}{T}$  avec  $\ln Q$ . De cette manière, si on suppose que la fraction transformée,  $\chi$ , à la température du pic est constante, la relation  $\ln Q$  en fonction de  $\frac{1}{T}$  donne l'énergie d'activation globale  $E$  du processus considéré.

La fraction,  $\chi$ , est obtenue à partir du rapport de la surface partielle du processus exotherme ou endotherme à  $T$  donnée.

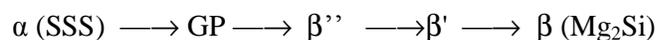
## II.6 Alliages Al-Mg-Si

Les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx ont été largement étudiés, dues à leurs excellentes propriétés et l'utilisation étendue dans l'industrie de moteur des véhicules. Ces alliages, produits par le traitement de vieillissement artificiel, a pu être renforcé par la précipitation des phases métastables  $\beta''$  ou  $\beta$  [15].

### II.6.1 La séquence de précipitation :

Dans la majorité des cas des alliages binaires et ternaires d'aluminium, le premier stade de décomposition qui prend place immédiatement après trempe à la température ambiante est la formation des zones Guinier-Preston (GP). Il est cru que l'excès de lacunes piégées au cours de la trempe d'un alliage donné à partir d'une région monophasée à une autre biphasée dans le diagramme de phase d'équilibre joue un rôle important dans la formation de petites zones sphériques dans les alliages Al-Mg (zones GP) et la séquence de précipitation [13].

Dans l'alliage équilibré, la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si est généralement la suivante :



$\alpha$  : solution solide sursaturée

GP : amas de solutés  
 $\beta''$  : Phase métastable sous forme d'aiguilles  
 $\beta'$  : phase métastable sous forme de bâtonnets  
: Phase stable,  $Mg_2Si$  sous forme de plaquettes

## II.6.2 Les phases précipitées

### ▼ Les zones GP

Bien que démontrée indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, la formation des zones GP à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. On suppose que ces amas ont une taille comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. L'observation à microscopie électronique à transmission conventionnelle (MET) aux objets de cette taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électroniques de l'aluminium, du magnésium et du silicium [8]. A ce stade, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques [8]. Ces amas contiennent en majorité des atomes d'aluminium. Ils représentent une zone limitée spatialement dans laquelle la concentration en solutés est supérieure à la concentration moyenne de l'alliage.

### ▼ La phase $\beta''$

La phase  $\beta''$  a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP-II [8], car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions  $[001]^*$  du réseau réciproque de la matrice [8]. Elle est responsable de la microstructure présente au pic de dureté dans les modèles industriels des alliages Al-Mg-Si-(Cu) [8] à faible teneur en cuivre. La forte contribution de la phase  $\beta''$  au durcissement structural s'explique par sa cohérence avec la matrice qui provoque un champ de contrainte important. Celui-ci rend difficile le mouvement des dislocations. Cette phase précipite sous la forme d'aiguilles, le long de la direction  $\langle 100 \rangle$ , mesurant entre 1 et 5 nm de diamètre et 10 et 50 nm de longueur, et elle a une structure monoclinique. Le rapport stœchiométrique Mg : Si des précipités, qui est le rapport correspondant à la phase stable  $Mg_2Si$ , est inférieur à 2. Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7 et semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage (autour de 1,7 pour des alliages Al-Mg<sub>2</sub>Si et autour de 1 dans des alliages à excès de Si).

### ▼ La phase $\beta'$

La phase  $\beta'$  précipite sous forme de bâtonnets, le long de la direction  $\langle 100 \rangle$ , mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre [8]. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres :  $a = 0,705\text{nm}$   $c = 0,405\text{nm}$ . Comme les aiguilles  $\beta''$ , les bâtonnets  $\beta'$  sont cohérents avec la matrice d'aluminium [8] le long de leur grand axe. Le rapport  $Mg : Si$  soit également inférieur à 2. Les rapports  $Mg : Si$  trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase  $\beta''$  (entre 1 et 1,7 selon les alliages) [8].

### ▼ La phase stable $\beta$

La phase stable  $Mg_2Si$  précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées ordonnée comme  $CaF_2$ . Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est  $a = 0,639\text{nm}$ . La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [8]:

$$(001)_{\beta} // (001)_{Al} \text{ et } [110]_{\beta} // [100]_{Al}$$

## II.7 Les alliages Al-Mg-Si (-Cu)

La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si(-Cu) a déjà été étudiée expérimentalement [09]. La diffraction d'électrons ou de rayons X a montré que des phases métastables, très cohérentes avec la matrice, se formaient avant la phase stable. Ces phases ont par la suite été identifiées par la microscopie électronique à transmission.

Les perspectives d'application de ces alliages dans l'industrie automotrice ont mené au rapport des compositions d'alliage des alliages ternaires et quaternaires à différents teneurs de Cu, et avec un décalage de préférence aux compositions excessives en silicium (au-dessus de la stoechiométrie de  $Mg_2Si$ ) [16]. En outre, la microscopie électronique à haute résolution a exposé une pléthore de nouvelles phases métastables et leur diverse séquence de précipitation. La confusion est provenant de l'utilisation de différentes nomenclatures près de différents chercheurs pour les mêmes phases. Un cadre logique qui entoure les détails de précipitation des phases métastables dans les alliages de la série  $\beta$ xxx est nécessaire [16].

Le point de vue régnant attribue la résistance dans toutes ces familles des alliages à la présence de la phase durcissant  $\beta''$  qui correspond au pic maximal dans les courbes de durcissement [17]. Pourtant d'autres phases ont été rapportées présent avec elle au pic maximal, en particulier dans les alliages quaternaires, ceux contenant du Cu, tandis que la population relative est rapportée pour changer dépendant de la composition d'alliage [18, 19].

### II.7.1 La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu)

Les phases et leur séquence pendant la précipitation sont tout à fait complexes. La tentative est faite ici de systématiser les résultats, prêtant l'attention seulement à ces phases métastables que produisent près des pics dans les conditions moyennes et maximales, et les phases stables suivantes :

\* Les phases QP (hexagonal,  $a = 0,395$  nm,  $c = 0,405$  nm) [20] et QC (hexagonal,  $a = 0,67$  nm,  $c = 0,405$  nm) [21] ont été également rapportés au précipité comme des phases précurseurs de la phase Q dans les alliages Al-Mg-Si contenant du Cu. La phase QP et la phase L, qui a la forme d'une lamelle, sont rapportés au précipité dans la condition du pic vieilli, alors que les phases Q' est habituellement observé à la fin de vieillissement dans les alliages.

La phase L se produit également dans l'alliage " Al à équilibré + haut concentration de Cu " ( $0,65\text{Si}$ ,  $0,87\text{Mg}$ , Cu), mais comme l'addition de Cu augmente la proportion relative de  $\beta''$  aux augmentations du pic maximales [18]. La phase L également devient plus prééminente au moyen. La précipitation dans les alliages ternaires d'excès de Si fournit un contraste notable à celui dans l'alliage ternaire équilibré. Segalowicz et al [18] ont observé la phase  $\beta''$  au pic maximal ainsi qu'une phase métastable sous forme de lamellaire, indiquée  $\beta_d''$ , qui ont préférentiellement précipité sur des dislocations. Cette phase était dessus remplacé à l'état sur-vieilli par une phase nommée M. La phase M, qui a des paramètres semblables de maille, la structure cristalline est hexagonale et elle présente une morphologie lamellaire comme la phase métastable quaternaire Q'.

L'existence d'une phase ternaire métastable M [18] et une autre du type C [22], qui a la structure semblable à la phase Q' est une conclusion intéressante. La phase Q a une structure semblable à celle de la phase  $\text{Th}_7\text{S}_{12}$  dans laquelle les atomes de silicium remplacent les atomes de Th, d'Al et de Mg sont aléatoirement placés sur les sites occupés par S dans la structure de prototype. En outre, on pense des atomes de Cu à soient placés à d'autres sites qui ne sont pas occupés dans la structure du  $\text{Th}_7\text{S}_{12}$  [16]. Une explication de la phase Q comme la phase M ou la phase C, est que ces sites ne sont pas occupés dans la structure ternaire. La

structure a la même désignation de groupe d'espace que la phase Q et les paramètres semblables de maille et soyez pratiquement distingué la phase Q par des techniques de diffraction X.

## II.7.2 La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu)

Plusieurs études ont été proposées pour la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si avec l'addition du cuivre [15]:

Miao et Laughlin [23] ont proposé que la séquence de précipitation dans l'alliage 6022 avec 0,07% Cu soit :

SSSS  $\rightarrow$  zones GP (aciculaire)  $\rightarrow$   $\beta''$  (aiguille)  $\rightarrow$   $\beta'$  (bâtonnet)  $\rightarrow$  Q' (lamellaire)  $\rightarrow$   $\beta$ +Si

Tandis que la séquence de précipitation dans l'alliage avec 0,91% de Cu est:

SSSS  $\rightarrow$  zones GP (aciculaire)  $\rightarrow$   $\beta''$  (aiguille)  $\rightarrow$  Q' (lamellaire)  $\rightarrow$  Q+Si.

D.G.Eskin [10] a proposé la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si-Cu comme suit :

Ø A basse concentration de Cu :

SSSS  $\rightarrow$  zones GP (aciculaire)  $\rightarrow$   $\beta''$  (avec l'addition du Cu)  $\rightarrow$   $\theta'$   $\rightarrow$  Si  $\rightarrow$  plusieurs modifications de  $\beta'$  (avec l'addition du Cu) impliquant  $b'_c \rightarrow$  Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>2</sub>Cu, Si.

Ø A concentration élevée de Cu :

SSSS  $\rightarrow$  zones GP (aciculaire)  $\rightarrow$   $\beta''$  (avec l'addition du Cu)  $\rightarrow$   $\theta'$   $\rightarrow$  Si  $\rightarrow$  plusieurs modifications de  $\beta'$  (avec l'addition du Cu) impliquant  $b'_c$  (Q')  $\rightarrow$  Q (AlMgSiCu), Al<sub>2</sub>Cu, Si.

Ø A concentration moyenne de Cu, dans le cas de vieillissement naturel, avant le vieillissement artificiel, et à température supérieur à 200°C, la combinaison des deux séquences de précipitation peut apparaître.

Pour les alliages Al-Cu-Mg-Si, un modèle de Cayron [24] a proposé des transitions structurales de phase pour expliquer substructure commune des phases de Q, de QC et de QP. Ces phases sont également rapportées pour coexister dans le même précipité. Etudes systématiques détaillées comprenant TEM de haute résolution par Cayron et al. [24, 25] Sur les alliages Al-Mg-Si-Cu, dérivés des réactions dans des composites en métal, ont également

indiqué plusieurs phases métastables à Q, à savoir le QP hexagonal et le QC hexagonal. Cayron [24] a montré aussi la séquence de précipitation: QP → QC → Q.

L'alliage	Les phases	Mg : Si	Structure	paramètres de la phase
Al-Mg-Si	β'' aiguilles	1.0-1.7	monoclinique	$a = 15.2 \text{ \AA}, b = 4.05 \text{ \AA}, c = 6.7 \text{ \AA}, \beta = 105^\circ$
	β' bâtonnets	1.7	hexagonal	$a = 7.05 \text{ \AA}, c = 4.05 \text{ \AA}$
	β plaquettes	(Mg <sub>2</sub> Si)	cfc	$a = 6.42 \text{ \AA}$
Al-Cu-Mg-Si	QP		hexagonal	$a = 3.93 \text{ \AA}, c = 4.05 \text{ \AA}$
	QC	1.4	hexagonal	$a = 6.70 \text{ \AA}, c = 4.05 \text{ \AA}$
	Q	Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Al <sub>5</sub>	hexagonal	$a = 4.05 \text{ \AA}, c = 10.4 \text{ \AA}$
Al-Mg-Si (excès de Si)	A	0.28	hexagonal	$a = 4.05 \text{ \AA}, c = 6.7 \text{ \AA}$
	B	0.40	orthorhombique	$a = 6.8 \text{ \AA}, b = 7.9 \text{ \AA}, c = 4.05 \text{ \AA}$
	C	0.83 (Cu,Si) <sub>8</sub> (Mg,Al) <sub>13</sub>		$a = 10.4 \text{ \AA}, c = 4.05 \text{ \AA}$

Tableau I.1 : la séquence de précipitation dans les alliages de la série 6xxx [24]

### II.7.3 Cristallographie et composition de la phase Q

La phase Q est citée dans la littérature avec plusieurs désignations [26-28] ; la phase d'équilibre Q a une structure hexagonale appartenant à la classe  $\bar{6}$ . Ses paramètres de réseau sont  $a=0.405 \text{ nm}$  et  $c= 1.04 \text{ nm}$ . Sa composition exacte n'est pas encore connue, mais elle peut exister sous les formes suivantes : Al<sub>4</sub>CuMg<sub>5</sub>Si<sub>4</sub> et Al<sub>3</sub>Mg<sub>9</sub>Si<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub> [6], Al<sub>4</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>7</sub> [29], Al<sub>5</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>6</sub> [30].

Quand Q se forme à partir de la phase liquide, elle apparaît sous forme de nid d'abeille dont la taille est de l'ordre du micron [29,31]. Sa morphologie change sous l'effet thermique au cours des traitements. Cette phase peut également précipiter dans l'état solide à hautes

températures ou durant le traitement de recuit. Dans ce dernier cas, elle forme des particules de forme sphérique ou ovale aux joints de grains [29].

#### **II.7.4 Phase métastable Q'**

Est une phase métastable, a une forme lamellaire avec une structure hexagonal. Elle était considérée comme précurseur de la phase quaternaire Q qui se forme au cours de vieillissement artificielle. Q' est la même phase que Q mais elle a une relation d'orientation spécifique avec la matrice parce qu'elle forme semi cohérent. Quand Q' forme par la précipitation, elle semble une morphologie similaire à la phase  $\beta'$  dont elle a une dimension long comme les bâtonnets. C'est la direction c de la structure hexagonale et elle marche parallèle aux directions  $\langle 100 \rangle$  donc la direction c a une distance de répétition similaire à  $\langle 100 \rangle$  à l'aluminium. Elle tend de croître dans ces direction pour minimiser l'énergie de tension dans une section droite les précipités Q' a des formes rectangulaires avec ses faces pleines les longs des de la matrice de l'aluminium. Ces plans sont explicables, considérant des paramètres du réseau d'Aluminium et de la phase Q.

La distance de répétition le long des directions  $\langle 150 \rangle$  de la matrice de l'aluminium est  $0.404 \times \sqrt{26} / 2 = 1.03nm$ . Elle est a peu près la même des paramètres de réseau de la phase Q. d'ici, au cours de la précipitation à l'état solide, Q' minimisée leur énergie de surface en maximisant la surface sur les plans  $\{150\}$ , ainsi, Q' a une morphologie lamellaire [30].

#### **II.7.5 Identification des deux phases Q' et $\beta'$**

L'étude par micrographie électronique des alliages de la série 6000. Vieillis à une température convenable permet l'identification des phases Q' et  $\beta'$ , généralement confondues [31]. Ces deux phases présentent une longue dimension qui est parallèle à la direction  $\langle 100 \rangle$  de la matrice d'aluminium. Ceci se produit parce que ces deux phases ont pratiquement leur paramètre du réseau c égal à celui de la matrice d'aluminium, ce qui favorise la croissance de ces phases, le long de cette direction.

#### **II.7.6 La cinétique de formation de la phase Q'**

Un des raisons que la phase métastable forme prioritaire avant la phase d'équilibre pendant la précipitation est le fait que son énergie de surface est inférieure que celle de la phase d'équilibre. La barrière de nucléation peut être écrit comme suit:

$$\Delta G^* = \frac{(GF)(s)^3}{(\Delta g_v + w)^2}$$

Où GF : un facteur géométrique qui dépend de la forme du noyau critique.

s : L'énergie de surface de la nouvelle phase.

$\Delta g_v$  : la variation de l'énergie libre par unité de volume de la nouvelle phase.

W : l'énergie de tension par unité de volume de la nouvelle phase.

Bien que les phases d'équilibres ont les plus grandes valeurs de  $\Delta g_v$ , leur terme d'énergie de surface est habituellement plus grande que des phases métastables parce qu'en général, elles ne peuvent pas former dans les configurations à basses énergie de surface avec la matrice d'Aluminium. Ce terme est cubé et puisque l'expression entière de  $\Delta G^*$  est un part d'un argument d'un exponentiel, la vitesse de formation de la phase d'équilibre est habituellement beaucoup plus lente que celui de la phase métastable. Cependant, la phase Q est une exception à ceci parce qu'elle est une phase d'équilibre et a donc une grande valeur de  $\Delta g_v$  et elle peut aussi former dans une configuration à basse énergie de surface comme expliqué ci-dessus dans la section de cristallographie. Par conséquent, son énergie de surface est faible et l'expression entière de la barrière de formation de la phase est petite provoquant une valeur de relativement grande du taux de nucléation de ceci comparé aux phases en concurrence [32].

### II.7.7 La phase $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu

Le rapport d'orientation entre la phase  $\theta'$  et la matrices d'Al est  $(100)_{\theta'} \parallel (100)_{Al}$  et  $[100]_{\theta'} \parallel [100]_{Al}$ . Cependant, pas de précipités de la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu a été trouvé dans l'alliage 1,0 % en poids de Cu. Ce qui suggère que quand la teneur de Cu dans les alliages Al-Si-Mg est inférieure à 1,0 % en poids, la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu ne précipitera pas pendant le vieillissement artificiel.

L'augmentation remarquable de la dureté de l'alliage 3,0 % en poids de Cu par rapport à l'alliage contenant 1,0 % en poids de Cu est principalement dû à la précipitation d'une fraction volumique importante de la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu [33].

La précipitation de la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu dans l'alliage Al-Cu-Mg-Si n'est pas seulement due à la teneur de Cu, mais elle est aussi liée à la concentration du silicium et au rapport Cu/Mg. La concentration élevée de Si et le rapport élevé Cu/Mg ont comme effet d'augmenter la précipitation de la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu. La phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu ne peut précipiter que si

la concentration du Si est supérieure à 0,3 % poids dans l'alliage Al-1.5Cu-0.75Mg pendant le vieillissement artificiel à 175 °C tandis que aucune précipitation de la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu pourrait être trouvée dans l'alliage Al- 2.0Cu -0.9Mg-0.25Si après le vieillissement artificiel [33]. Puisque, la concentration du silicium dans le fonderie des alliages commerciaux Al-Mg-Si est beaucoup plus grande que la solubilité du silicium dans Al, il doit y avoir une valeur- seuil pour la concentration de Cu située entre 1,0 et 1,5 % en poids, au-dessus de laquelle la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu précipite dans les alliages Al-Mg-Si pendant le vieillissement artificiel [3].

## **II.8 Caractérisation de la fraction volumique des précipités présents dans les alliages**

### **Al-Mg-Si-Cu**

La calorimétrie différentielle à balayage est utilisée pour mesurer l'évolution de la fraction volumique des précipités pendant durcissement de vieillissement dans les alliages d'Al-Mg-Si-Cu. Les essais de calorimétrie sont exécutés sur des échantillons d'alliage après vieillissement pour différentes périodes à 180°C et le changement des effets collectifs de la chaleur des processus principaux de précipitation et de dissolution dans chacun couru sont employés pour déterminer l'état de précipitation des échantillons [34]. L'évolution de la fraction relative de volume des précipités pendant le vieillissement artificiel après l'homogénéisation, des échantillons trempé d'un alliage d'Al-Mg-Si-Cu a été déterminé en utilisant une méthode analytique développée en utilisant DSC [35].

La méthode, qui est utilisé le changement des effets collectif des processus principales de précipitation et de dissolution dans chacun couru pour déterminer l'état de précipitation, a été alors prolongé pour analyser l'évolution microstructurale dans les alliages pré-vieillis pendant vieillissement artificiel. La méthode prolongée était mis en application sur une feuille AA6111 pré-vieillis, As puits en tant que feuilles commercialement pré-vieillis d'AA6111 et l'alliage Al-Mg-Si-Cu [35].

Les valeurs obtenues de la fraction relative de volume des précipités pour l'alliage à des diverses étapes de vieillissement artificiel ont été alors comparés aux résultats obtenus à partir de méthode analytique utilisant calorimétrie isotherme [35, 36] aussi bien que les résultats quantitatifs de la microscopie électronique à transmission. Excellent accord entre les résultats des différentes méthodes confirme que la technique de DSC peut être sûrement caractérisaient l'évolution de la fraction de volume des précipités dans ces types des alliages AA6111.

Il est cru que la méthode est applicable aux autres températures de vieillissement, aussi longtemps que la dissolution négligeable des précipités de pré-vieillessement pendant le vieillissement artificiel et l'indépendance de chemin de vieillissement de la fraction de volume des précipités à condition de pic vieilli soient valides prétentions.

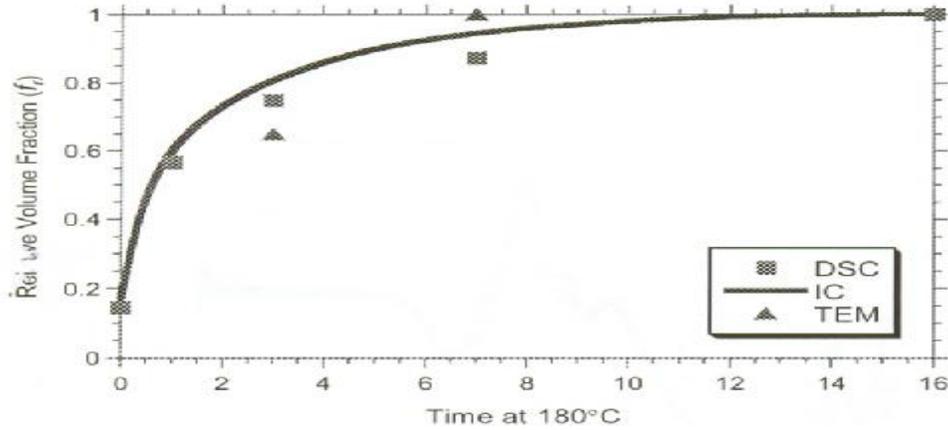
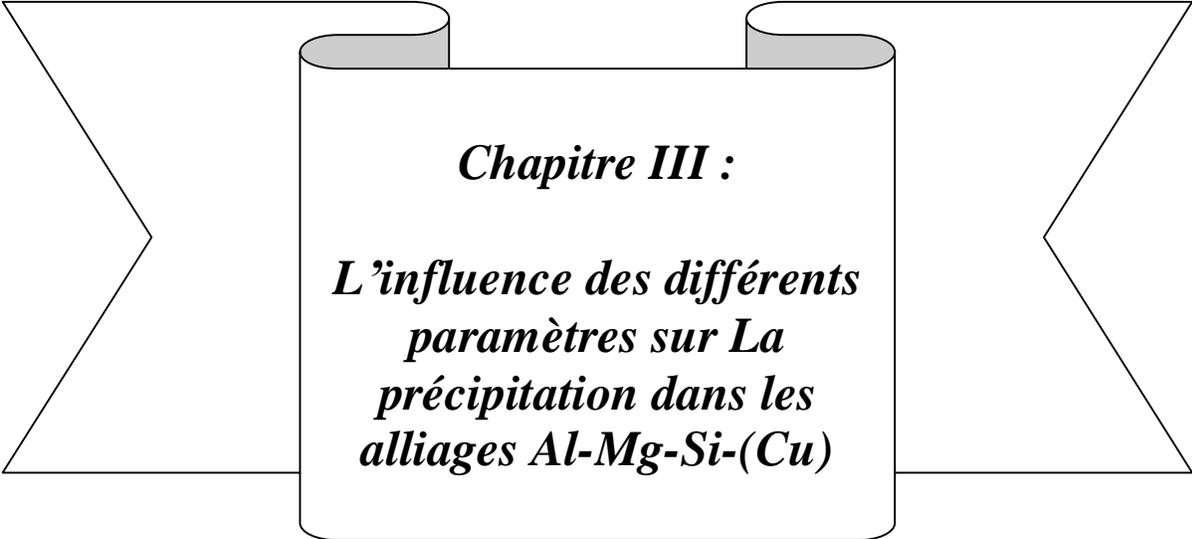


Figure II.9.7: L'évolution de la fraction relative de volume des précipités pour les alliages AA6111 au cours d'un vieillissement à 180°C [34]



***Chapitre III :***

***L'influence des différents  
paramètres sur La  
précipitation dans les  
alliages Al-Mg-Si-(Cu)***

### **III.1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous présentons les modifications existants lors de l'addition du cuivre dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu), c'est-à-dire l'influence du cuivre sur la cinétique de transformation de phase: l'effet du cuivre sur les propriétés mécaniques et la microstructure des alliages étudiés, l'influence du rapport Mg : Si, la pré-déformation, le vieillissement naturel...etc.

### **III.2 Effet du Cuivre dans les alliages Al-Mg-Si**

Il est bien connu que l'addition de cuivre augmente la dureté des alliages Al-Mg-Si, qui est due à l'influence du cuivre sur le comportement de précipitation des alliages pendant le traitement de vieillissement de durcissement. Ainsi une autre optimisation des propriétés mécaniques de ces alliages peut être prévue par l'addition du cuivre et du traitement thermique optimisé. De nombreuses études ont été effectuées sur l'influence de cet élément sur le comportement de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx [37, 42]. Il est constaté que l'addition de Cu a un effet d'augmenter la cinétique de précipitation de  $\beta''$  pendant le vieillissement artificiel et le raffinage des précipités dans les alliages. L'addition du Cu change également la séquence de précipitation dans ce type d'alliages.

#### **III.2.1 Effet de la concentration Cu sur les propriétés mécaniques**

Y.J. Li et S. Brusethaug [38] ont étudié l'influence du Cu sur les propriétés mécaniques et le comportement de précipitation dans les alliages  $AlSi_7Mg_{0.5}$  au cours d'un traitement de vieillissement. Dans leur étude, ces auteurs ont utilisé trois alliages de différentes concentrations du Cu.

#### **III.2.2 Courbe de durcissement de vieillissement**

Figure III. 1 montre l'évolution de la dureté de Vickers des alliages en fonction du temps pendant le vieillissement artificiel à 175 °C. La dureté des trois alliages augmente rapidement avec la croissance du temps de vieillissement jusqu'à des valeurs maximales situées dans l'intervalle 6-9 heures. Le pic vieilli de la dureté augmente avec l'augmentation du contenu de Cu dans les alliages, montrant que l'addition du Cu a comme influence l'amélioration du pic vieilli de la dureté de l'alliage de fonderie d' $AlSi_7Mg$  [38].

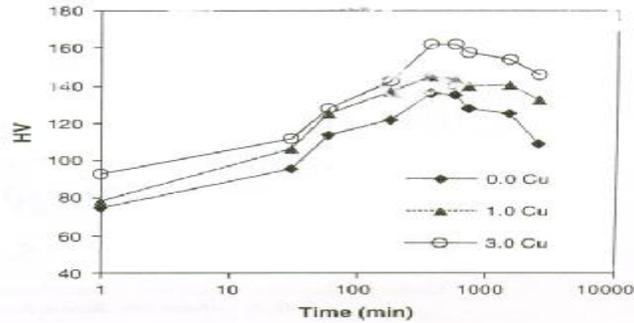


Figure III. 1 : Evolution de la microdureté des alliages à différente concentration de Cu en fonction de temps pendant le vieillissement à 175°C [38].

L'augmentation du pic vieilli de la dureté et de la résistance de fonderie d'alliage par l'addition du Cu peut être attribué à l'augmentation de la densité de la phase  $\beta''$ , la précipitation de la phase Q et ses précurseurs Q'. La phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu se précipite dans l'alliage de haute concentration de Cu. La précipitation des précurseurs de la phase Q et la phase  $\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu augmente la quantité des précipités durcissants, contribuant à la dureté des alliages.

L'augmentation de la densité de la phase  $\beta''$  dans les alliages Al-Mg-Si contenant du Cu est dû à l'influence du Cu qui augmente la cinétique de précipitation de la phase  $\beta''$ .

La rapidité de la cinétique de précipitation dans les alliages contenant du Cu est expliquée par le fait que le Cu réduit légèrement la solubilité de la phase Mg<sub>2</sub>Si pour une composition donnée de l'alliage.

L'influence du Cu sur le comportement du pic durcissant à l'étape initiale du traitement de vieillissement artificiel n'a pas été étudiée dans le travail actuel.

Néanmoins, il peut voir de la figure III.1 que l'alliage 1,0 Cu [% en poids] montre une réponse plus rapide du pic durcissant après un vieillissement de 30 minutes que l'alliage 0,0 Cu [% en poids]. Cependant, les trois alliages atteignent le pic vieilli de la dureté au même temps de vieillissement, environ.

### III.2.3 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des alliages après 6 h de maintien à 175°C [38] sont représentées dans la figure III. 2. La résistance à la traction (UTS) augmente avec le concentration de Cu dans les alliages AlSi<sub>7</sub>Mg.

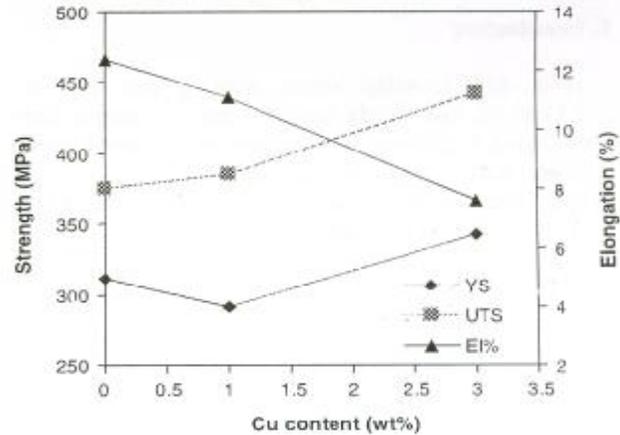


Figure III. 2 : Evolution des propriétés mécaniques des alliages AlSi<sub>7</sub>Mg en fonction de la concentration de Cu après maintien de 6 heures à 175°C [38]

L'amélioration significative de la résistance à la traction a été réalisée dans l'alliage contenant 3,0 % en poids de Cu. Cet alliage a également une limite élastique (YS) beaucoup plus élevée que celle de l'alliage sans Cu. Cependant, la limite élastique de l'alliage contenant 1,0% en poids de Cu est un peu inférieure à celle de l'alliage sans Cu. C'est probablement dû à la basse température d'homogénéisation appliquée pour l'alliage contenant 1,0% Cu en poids, à cause de la faible concentration du magnésium dans la solution solide [38].

L'élongation diminue avec l'augmentation du contenu de Cu. Quoique, une élongation moyenne de 7,6% a été réalisée pour l'alliage du 3,0 Cu. Il faut noter que l'élongation des alliages dans la présente étude est beaucoup plus haute que celle de la fonderie des alliages commerciaux. C'est parce que le matériau employé dans ce travail est le lingot de DC à une vitesse de solidification très élevée avec beaucoup moins de porosité pendant le vieillissement artificiel.

### III.3 Evolution des propriétés mécaniques dans les alliages Al-Mg-Si

L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement toujours conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure (Figure III. 3). La séquence des 3 états sous-vieillis, bien-vieillis et sur-vieillis provoque une augmentation puis une diminution des caractéristiques de résistance mécanique et une variation en sens inverse de la ductilité [40].

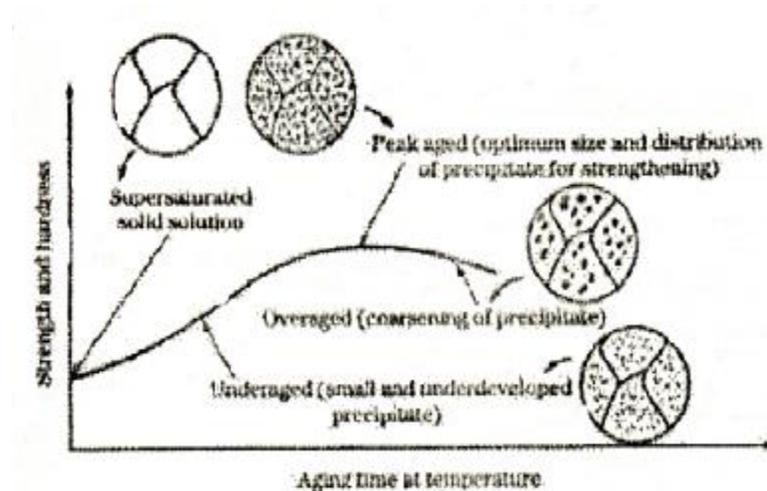


Figure III. 3 : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structurale pendant le vieillissement [40].

Siddiqui et al. [41] ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques des alliages 6000. Les phénomènes enregistrés sont généralisables aux autres alliages à durcissement structural. Ces auteurs ont étudié l'alliage 6063 et ont remarqué que :

\* Quand la durée de revenu et la température augmentent, la résistance mécanique augmente également. L'augmentation supplémentaire de la température de revenu entre 473 et 498 K pendant 10 à 12 heures réduit la résistance mécanique de cet alliage.

\* La limite élastique augmente continuellement avec l'augmentation de la température jusqu'à une valeur maximale limite est observée quand l'alliage est revenu entre 10 à 12 heures à 473K. Un prolongement de temps de maintien à cette température cause une légère baisse de cette caractéristique.

\* L'augmentation continue et prononcée de la dureté est corrélée avec la durée et la température de revenu. L'alliage atteint sa dureté maximale à 473 K pendant 8 heures. Ensuite, une diminution intervient en même temps que la durée et la température décroissent.

\* Le pourcentage d'allongement de cet alliage chute graduellement avec l'augmentation du temps et de la température de revenu. Les échantillons les plus durcis ont une ductilité jusqu'à 6% quand le durcissement a été prolongé à 498 K pendant 14 heures.

\* La résistance à la fatigue augmente en vieillissant l'alliage au-dessus de la température ambiante. Ceci est du au durcissement de précipitation à température élevée et à l'augmentation de la durée.

Une séquence complexe, dépendante du temps et de la température, est responsable du durcissement structurel de l'alliage.

L'augmentation initiale des propriétés mécaniques, est due à un mécanisme de diffusion de lacunes. Aux températures ambiantes et élevées, c'est-à-dire dans les conditions sous-vieilli, bien-vieilli, les lacunes sont très mobiles. Ces lacunes jouent un rôle significatif dans la formation des zones GP, lesquelles sont considérablement riches en atomes de soluté. La ségrégation locale d'atome de soluté produit une distorsion des plans du réseau. Ces tensions s'effectuent à l'intérieur des zones et s'étendent dans plusieurs couches atomiques de la matrice. Avec une augmentation dans le nombre ou la densité des zones, le degré de perturbation dans le réseau augmente.

Cependant les propriétés mécaniques aussi bien que le comportement à la rupture de l'alliage sont améliorées. L'effet de renforcement peut aussi être un résultat de l'interférence avec le mouvement des dislocations. Ceci est due à la formation de précipités dans les conditions sous vieilles et bien vieilles. L'alliage bien vieilli aux meilleures, les plus hautes propriétés mécaniques comparées est un alliage sous vieilli et sur vieilli.

Une baisse dans les propriétés mécaniques de l'alliage dans les conditions de sur vieillissement est apparue. Une coalescence des précipités donne des particules plus grandes, avec un grain plus grand, et aussi due au « recuit » des défauts. Ceci peut causer moins d'obstacles au mouvement des dislocations et ainsi les propriétés mécaniques commencent à diminuer. Un comportement similaire est aussi observé en fatigue. L'alliage sous vieilli présente un faciès de rupture en fatigue en facettes. Les alliages bien vieillis montrent une mode mélangée de fracture, c'est-à-dire de la rupture en facettes avec une rupture inter granulaire striée.

#### **III.4 Effet du cuivre sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si**

Les effets de l'addition de Cu sur la microstructure et la stabilité thermique de l'alliage Al-Mg-Si (6082) ont été étudiés [15]. Il était constaté que l'addition de 0,6% Cu à l'alliage Al-Mg-Si (6082) augmente clairement la dureté maximale et ramène le temps à atteindre la dureté maximale. La valeur de dureté de l'alliage avec 0,6% de Cu était toujours distinctement plus haute que celui de l'alliage sans Cu pendant le traitement isotherme à 250°C. L'étude par microscopie électronique à transmission a indiqué que les précipités Q' sont formés au cours de vieillissement à 170°C pour 4 h dans l'alliage 6082 avec l'addition de 0,6% Cu. Des

atomes de Cu sont isolés aux interfaces  $Q'/\alpha$  plutôt que incorporé dans le précipité, qui retardé la coalescence des précipités  $Q'$  pendant tenir la température à 250°C.

### III.5 Influence du rapport Mg : Si dans les alliages

La précipitation dans des alliages Al-Mg-Si et l'effet de durcissement dépend infiniment du rapport Mg : Si [10].

#### III.5.1 Excès de magnésium

Les alliages à excès de magnésium, ont un rapport 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  $\beta''$ . 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 [42]. En effet, les phases métastables durcissantes ont une stoechiométrie  $Mg : Si$  inférieure à 2. La présence de magnésium en excès aurait tendance à favoriser la formation de la phase stable  $Mg_2Si$  au dépend des phases de rapport  $Mg : Si$  inférieur à 2 [8].

#### III.5.2 Excès de silicium

Les alliages à excès de silicium, ont un rapport  $Mg : Si$  inférieur à 2. Concernant les premiers stades de précipitation, il semble que l'on puisse considérer que le silicium en excès joue un rôle similaire à celui du cuivre. En effet, les alliages à excès de silicium ont un pic de dureté supérieur aux alliages dits stoechiométriques [43]. 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 [8].

En ce qui concerne la stoechiométrie de la phase  $Mg_2Si$ , l'excès du silicium peut considérablement changer la cinétique de précipitation et la composition de la phase. Comme a été déjà mentionné, la phase semi-cohérent  $\beta'$  a plusieurs modifications. Ces modifications sont typiques pour les alliages Al-Mg-Si avec un excès du silicium.

La composition des phases métastables, c.-à-d. le rapport Mg: Si, est différent de celui du  $Mg_2Si$  (Mg:Si = 2 [at. %]). Le rapport Mg : Si augmente sans interruption dans la série GPZ,  $\beta''$ ,  $\beta'$  et  $\beta$ , particulièrement dans les alliages avec un excès de silicium. Autrement dit, les phases métastables sont enrichies de silicium. Ceci signifie que le silicium excessif doit par la suite former des précipités Si comme on l'a observé. Les précipités Si n'ont aucun effet

durcissant mais leur formation devrait toujours être prise en considération quand on vu la composition de la solution solide sursaturé, la séquence de précipitation et masse d'équilibre.

Selon les études les plus récentes par Matsuda et al. [44], Edwards et al. [45] et Gupta et al. [46] la décomposition de la solution solide sursaturée dans les alliages Al-Mg-Si avec un excès de silicium se produit comme suit:

Clusters de Si et clusters de Mg, la dissolution des clusters de Mg, formation des clusters Mg/Si, formation des précipités " aléatoire " et " parallélogramme " cohérent (GPZ), précipités aiguilles cohérents  $\beta''$ ; particules fines de Si, précipités bâtonnets semi cohérents  $\beta'$ ; bâtonnet  $\beta'_B$ ; bâtonnet  $\beta'_A$ ; bâtonnet et lamellaire  $\beta'_C$  (B'), particules plaquettes de Si, particules plaquettes sous forme cubique  $\beta$ .

Cependant, selon les conditions de la température et de temps (recuit isotherme, la température du recuit, précipitation au cours du chauffage etc...) la précipitation passez par cet ordre ou commencez à une certaine étape. La décomposition commence directement par la formation des particules  $\beta'_C$  et  $\beta'_A$  aux températures au-dessus de 300°C, et la phase d'équilibre *de*  $\beta$  de précipités directement pendant le recuit au-dessus de 400°C. Il convient noter que pendant recuit à hautes températures (à 300 –350°C) les phases  $\beta'$  et  $\beta$  d'équilibre peuvent coexister pendant longtemps, grand précipités incohérents avec la structure de  $\beta'$  existant dans la solution solide saturée.

Les zones GP (Mg, Si) et la phase  $\beta''$  sont les durcisseurs efficaces et participent aux processus de vieillissement naturel et artificiel. À l'étape s'amollissant d'eux donnent endroit à des divers modifications à la phase  $\beta'$  qui a été considérablement stable.

La résistance maximum est réalisée aux alliages avec un excès de silicium et dans l'étape de la précipitation  $\beta''$ . Selon la plupart des références, il n'y a aucun durcissement considérable lié à la précipitation de  $\beta'$ .

### **III.6 Effet de pré-déformation dans les alliages Al-Mg-Si-(Cu)**

La précipitation des phases métastables pendant les expériences de calorimétrie différentielle à balayage des alliages AA6022 déformé à froid est étudiée par la microscopie électronique de transmission. On le constate que les précipités  $\beta''$  sont remplacés par  $\beta'$  et Q' dans les échantillons pré-déformé [47].

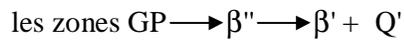
Les résultats prouvent qu'à températures élevées seulement les précipités de Q' sont présents dans la microstructure d es échantillons pré-déformé.

L'effet de la déformation à froid sur la séquence de précipités métastables des alliages AA6022 dans le scénario du chauffage dynamique de DSC à 20°C/min a été étudié par la microscopie électronique de transmission.

On l'a constaté d'après la figure III. 3 que tandis que le second pic exothermique (2) dans l'échantillon indéformé est dû aux précipités  $\beta''$ , le deuxième pic exothermique (2' et 2'') dans les échantillons pré-déformé sont dues aux précipités '.

Les investigations sur des précipités du pic 3 d'échantillon indéformé sont les précipités  $\beta'$  et Q'. La correspondance des pics 3' et 3'' des échantillons pré-déformé sont dus seulement au Q'.

En conclusion, les précipités de Q' sont préférés de former par des processus hétérogènes de nucléation. Par conséquent, au lieu de cette séquence:



pour les phases métastables dans la condition indéformé, la séquence suivante pour la précipitation des phases métastables dans le scénario dynamique de chauffage de DSC à 20°C/min des échantillons pré-déformé est proposé:

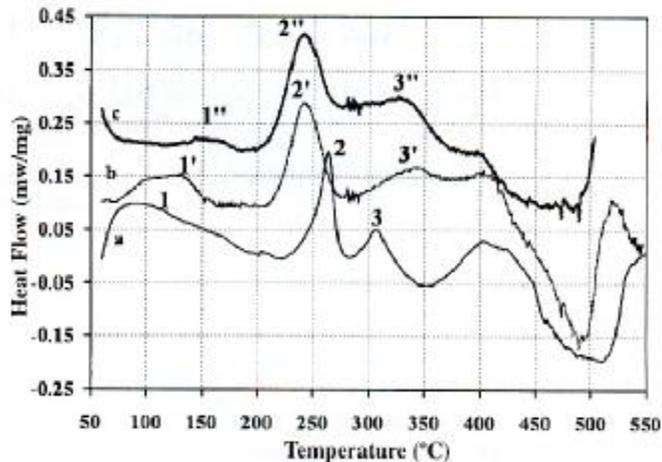
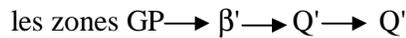


Figure III. 3 : Thermogrammes de DSC des alliages AA6022 [47]

(a) : L'état trempé

(b) : après 15% de déformation

(c) : après 30% de déformation

### **III.7 Effet du vieillissement naturel sur l'évolution de la résistivité au cours d'un vieillissement artificiel des alliages d'aluminium**

L'effet du vieillissement naturel sur l'alliage AA6111 Al-Mg-Si-Cu vieilli artificiellement a été étudié par S. Esmaeili et al. [48]. Ils ont utilisé les mesures de la résistivité électrique à basse température. Deux conditions expérimentales ont été examinées:

- (i) le vieillissement naturel pendant 2 semaines suivi d'un vieillissement artificiel dans l'intervalle de température 120 à 200°C
- (ii) vieillissement naturel pendant des périodes variables a suivi du vieillissement à 180°C.

L'influence du vieillissement naturel sur le développement de la résistivité électrique pendant le vieillissement artificiel dans AA6111 a été étudié.

La variation de la résistivité électrique après 2 semaines de vieillissement naturel et suivant du vieillissement artificiel dans l'intervalle de température 120 –200°C est composée de l'un ou l'autre une augmentation initiale suivi d'une diminution ou d'un monotone diminuez selon la température.

L'évolution de la résistivité pendant sous-vieille peut être liée à évolution microstructural due à la précipitation de nouvelles phases et la dissolution possible des clusters formés pendant le vieillissement naturel.

On lui montre que l'évolution de résistivité pendant sous-vieille à 180°C est sensiblement affectée par l'histoire de vieillissement naturel. Cependant, le vieillissement naturel au delà de 1 journée a peu d'effet sur le développement de résistivité. Ceci suggère que les clusters formés dissous pendant les 24 premières heures de vieillissement naturel suivi de vieillissement artificiel.

Contrairement au régime sous-vieilli, l'évolution de résistivité pendant sur-vieilli est semblable pour des échantillons avec ou sans vieillissement naturel. Le taux de diminution de résistivité pendant sur-vieilli est également beaucoup plus lent que le taux de diminution de résistivité pendant sous-vieille.

### **III.8 Influence des paramètres de vieillissement sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si**

Les alliages d'aluminium ont été subits à divers traitements thermiques à l'état sous-vieilli, bien-vieilli et sur-vieilli.

L'effet de la précipitation sur la résistance à la traction, la limite élastique, la dureté, la ductilité et le nombre de cycles exigés pour échouer l'alliage à l'effort constant ont été étudiées.

La variation du temps et la température ont amélioré les propriétés mécaniques de l'alliage d'Al, tandis que la ductilité a diminué.

Le travail expérimental a indiqué que le temps et la température jouent un rôle très important dans le processus de durcissement par précipitation de l'alliage d'Al.

L'augmentation initiale de la résistance à la traction, la limite élastique, la dureté et la fatigue est due au mécanisme de diffusion par la formation des lacunes et la formation d'une grande fraction volumique des zones de Guinier et Preston perturbés la régularité de la maille.

A l'état sur-vieilli de l'alliage, la taille des différentes particules augmente, mais le nombre d'elles diminue à cause peu d'obstacles au mouvement des dislocations, donc, les diminutions des propriétés mécaniques.

L'étude de microscope électronique à balayage (SEM) de l'alliage à l'état sur-vieilli, ont montré la surface de rupture de fatigue de facette, tandis que l'exposition âgée maximale d'alliage ont montré un mode mélangé de la rupture, c.-à-d. rupture de facette avec la striation et également la rupture inter granulaire [41].

### **III.9 Etude de l'effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si**

L. Zhen [49] a étudié l'influence du vieillissement naturel sur les processus globaux de précipitation de deux alliages d'Al-Mg-Si a été étudiée par une série d'analyses de la calorimétrie différentielle à balayage DSC. La forme des thermo grammes de DSC change distinctement avec l'augmentation des périodes de vieillissement naturels: il y a sept pics exothermiques à l'état trempé, alors que, il y a seulement trois pour des spécimens naturellement vieilli pendant plus de quatre semaines.

La raison de l'influence forte du vieillissement naturel sur le comportement de la précipitation des deux alliages Al-Mg-Si est supposée d'être la formation des clusters pendant le vieillissement naturel. Le vieillissement naturel a l'influence distincte sur processus suivants de précipitation des alliages Al-Mg-Si, particulièrement ceux de l'alliage avec le contenu élevé de silicium. Avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, le nombre de pics exothermiques a changé de sept pics à l'état trempé à trois pics après vieillissement naturel pendant quatre semaines (figure III. 4).

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

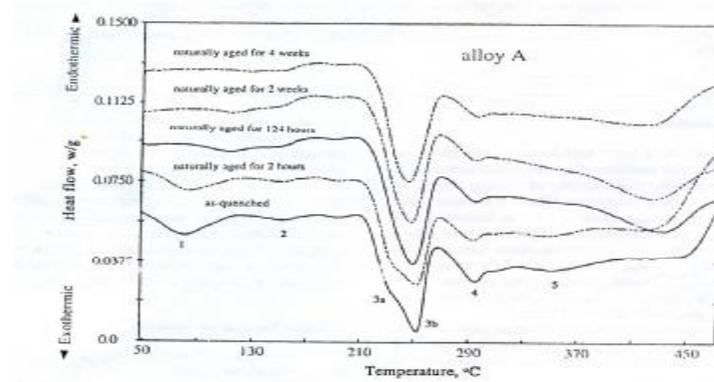


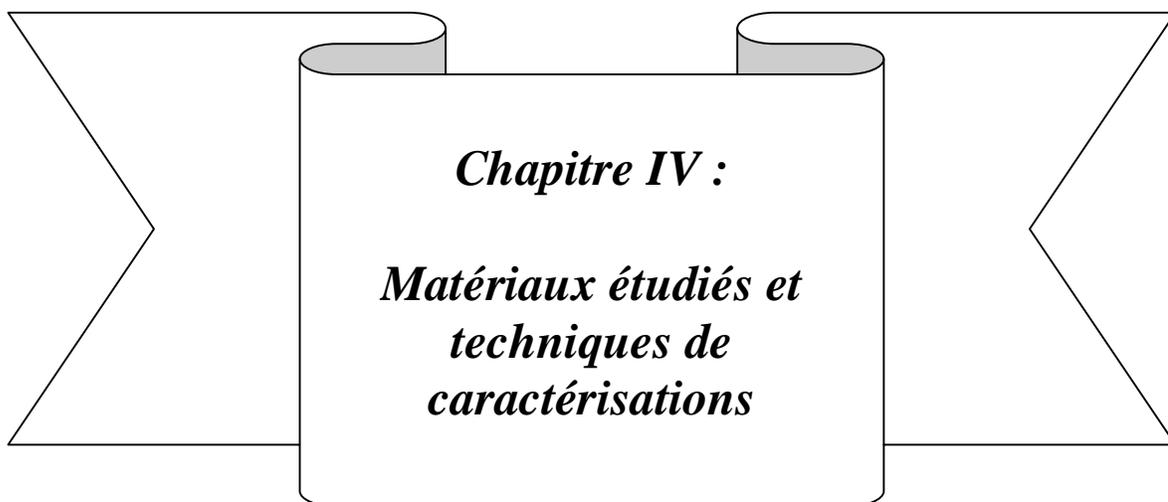
Figure III. 4 : Thermo grammes de DSC de l'alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement pour différentes périodes avant d'être analysé par DSC avec une vitesse de chauffage de 10°C. [49].

### III.10 Effet du vieillissement artificiel sur les propriétés d'usage des alliages Al-Mg-Si

Le vieillissement artificiel produit la structure plus dure attribuable à l'accélération de la précipitation de  $Mg_2Si$  et à d'autres phases comme  $CuAl_2$  et  $Al-Fe-Si$  [50]. La microstructure a été changée avec le traitement de vieillissement et on l'a observé que les précipités dans la structure ont dispersé finement avec l'augmentation du temps de vieillissement.

Le traitement de vieillissement a causé une diminution du coefficient de frottement après avoir atteint l'état d'équilibre, excédant des périodes selon le vieillissement et le temps d'homogénéisation. Le plus bas coefficient de frottement a été obtenu en échantillons vieillis à 180°C pour 5 heures après traitement d'homogénéisation à 510°C pour 6 heures.

Les coefficients d'usage et l'usage perdus des échantillons dans moulé ont plus grands que dans les échantillons vieillis. D'autre part, l'augmentation du temps de vieillissement à la réduction des coefficients d'usage était plus efficace que celle du temps d'homogénéisation.



## IV.1 Introduction

Dans ce chapitre seront d'abord présentés les différents alliages que nous avons étudiés et ses compositions chimiques, puis les techniques de préparation des échantillons pour les différents essais, ensuite nous citons les différents traitements thermiques suivis au cours de notre travail.

On a également décrit les techniques d'analyse utilisée pour la caractérisation des échantillons telles que la calorimétrie différentielle à balayage(DSC), le microscope optique, le micro-duromètre et la diffraction des rayons X. Dans ce travail, notre étude de caractérisation est basée essentiellement sur l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et les mesures de la micro-dureté.

## IV.2 Alliages étudiés

Dans ce travail, nous avons utilisés deux alliages sous forme des tôles industrielles. Ces deux tôles sont des alliages dilués d'aluminium. Ils ont presque la même composition chimique, ils diffèrent au pourcentage de cuivre.

La composition chimique des deux tôles est donnée dans le tableau suivant :

Code	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	B	Al
13	0.62	0.17	0.10	0.030	0.21	0.001	0.003	0.011	0.0014	balance
09	0.61	0.17	0.002	0.030	0.20	0.001	0.003	0.012	0.0017	balance

## IV.3 Préparation des échantillons

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

### IV.3.1 Polissage des échantillons

Les échantillons subissent un polissage en utilisant des papiers émeri de granulométrie décroissante 600, 800 et 1000, placés sur un disque rotatif. Les échantillons sont lavés à l'eau et séché à l'air comprimée.

L'échantillon subit une rotation de  $\pi/2$  afin d'éviter les rayures produites par le papier abrasif précédent. Ensuite, ils sont subit à un polissage fin en utilisant l'alumine : 3, 12, 24, 48 heures.

### **IV.3.2 Attaque chimique**

L'observation des échantillons en microscope optique ou électronique nécessite une attaque chimique pour révéler sa structure, on utilise un réactif de Keller dont sa composition est la suivante :

- Acide fluorhydrique (HF) : 2 ml
- Acide chlorhydrique (HCl) : 3ml
- Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) : 5 ml
- Eau distillée (H<sub>2</sub>O) : 180 ml

### **IV.3.3 Forme des échantillons**

Pour l'étude calorimétrique, des petits disques, de chaque alliage, de 5 mm de diamètre et de 180 mg de masse environ ont été préparés. Un disque d'aluminium extra pure de poids similaire a été utilisé comme référence.

### **IV.4 Traitements thermiques**

Pour provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, les alliages ont été traités comme suit :

- Ø Homogénéisation à 550°C pendant 1 heure, avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.
- Ø Tous les traitements thermiques des échantillons sont faits toujours après homogénéisation, suivis d'une trempe.
- Ø Vieillissements artificiels à différentes températures 150, 175 et 200°C pendant les différentes durées suivantes: 01, 03, 06, 08, 10, 13, 16, 18, 20, 24, 28, 32, 36, 40, 44 et 48 heures.
- Ø Vieillissements naturels à la température ambiante pendant 07 et 21 jours suivi d'un traitement thermique de chaque échantillon à 175°C pour les durées suivantes: 30 minutes, 01, 03, 06, 08, 10, 13, 16, 18, 20, 24, 28, 32, 36, 40, 44 et 48 heures.

## IV.5 Techniques expérimentales utilisées

### IV.5.1 Microscopie Optique

L'évolution structurale des alliages, ayant subi des traitements thermiques (isothermes et anisothermes), a été suivie à l'aide d'un microscope optique à grand champ 500 du type AXIVERT 25CA équipé d'une caméra photographique qui permet l'obtention d'un grand nombre de photos des différentes microstructures avec différents grossissements. Pour les examens structuraux cela nous a permis l'évolution de la mesure de la taille des grains des alliages. Toutes les micrographies ont été faites soit en lumière ordinaire, soit en lumière polarisée.

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

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

Dans notre travail nous avons utilisé une méthode de comptage basée sur la technique planimétrique de JEFFERIES. Cette technique est la plus usuelle lorsqu'on cherche une estimation quantitative de la taille de grains, que ce soit dans le contrôle de la production ou dans la recherche.

Elle consiste à inscrire sur l'image de l'échantillon un cercle d'aire connue (dans notre cas c'est un cercle de 60 mm de diamètre (figure IV.1) tracé sur écran dépoli du microscope optique. On compte le nombre de grains situés entièrement à l'intérieur du cercle ( $N_i$ ) et on l'ajoute ensuite à la moitié du nombre des grains coupés par la circonférence ( $N_c$ ) de ce cercle.

Le nombre total de grains, ( $N_T$ ) sera donc:

$$N_T = N_i + N_c/2$$

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

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

$$A_v = A_{\text{observée}} / G^2$$

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

$$A_g = A_v / N_T$$

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

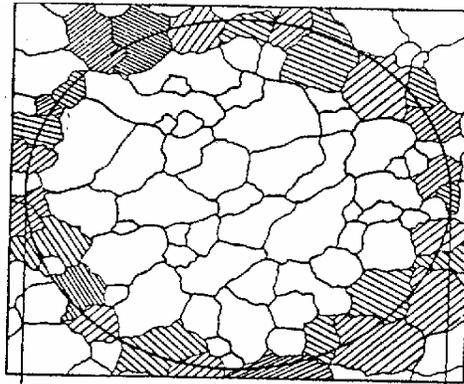


Figure IV.1: Procédure de calcul de la taille moyenne des grains

#### IV.5.2 Diffraction des rayons X

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques de nature ondulatoire. Ils résultent du choc d'électrons rapides contre une cible métallique appelée anticathode mais seulement 1% de l'énergie est transformée en énergie de radiation X, le reste donne naissance à une grande quantité de chaleur. Lorsqu'un faisceau de rayons X tombe sur la matière, une partie de l'énergie est absorbée et l'autre transmise ou diffusée : c'est celle qui nous intéresse. La matière va émettre un rayonnement de même longueur d'onde que le rayonnement incident mais dans des directions différentes de celle du faisceau initial. Chaque atome va être la source d'un rayonnement diffusé et l'onde observée dans une direction donnée sera la résultante de la superposition des ondes provenant de chaque atome. L'intensité des ondes élémentaires émises par chaque atome est très faible. Pour qu'elle soit suffisante, il faut que les ondes diffusées par les atomes d'un même cristal soient en concordance de phase.

### IV.5.2.1 Production des rayons X

Une tension de plusieurs kilovolts est appliquée entre un filament chauffé et une anode en cuivre pour arracher des électrons et les projeter sur l'anode. Le ralentissement de ces particules dans le cuivre va produire un spectre de rayonnement X par émission de photons de désexcitation de ce matériau. Un monochromateur permet ensuite de sélectionner une plage d'énergie. Pour notre étude, les raies utilisées sont les raies les plus énergétiques  $K_{\alpha 1}$  et  $K_{\alpha 2}$  du cuivre, correspondant respectivement à 8,049 et 8,018 keV. La longueur d'onde  $\lambda$  est donc de l'ordre de 1,54 Å. Ce monochromateur, ainsi qu'un système de fentes d'ouvertures, permettent de focaliser le faisceau sur un échantillon.

### IV.5.2.2 Loi de Bragg

On place un cristal sur le trajet d'un faisceau de rayons X parallèles et monochromatiques; Les rayons X diffusés dans toutes les directions de l'espace par les atomes du cristal doivent parcourir des chemins égaux ou qui diffèrent d'un nombre entier de longueurs d'onde (figure IV. 2).

D'autre part, ces rayons ne sont en phase que pour  $\delta = n\lambda$ . Bragg a ainsi montré que pour que l'intensité réfléchie soit maximum, les rayons X incidents doivent rencontrer le plan réticulaire sous l'angle  $\theta$ .

Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données par la loi de Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \dots\dots\dots (IV. 1)$$

$n$  : Ordre de la diffraction,

$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayons X,

$d_{hkl}$  : Distance réticulaire,

$\theta$  : Angle d'incidence des rayons X.

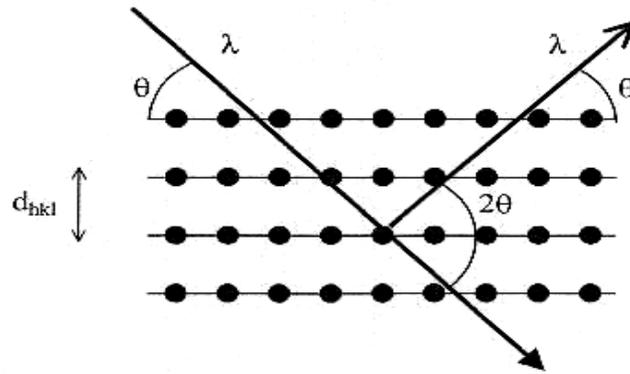


Figure IV. 2 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg.

### IV.5.2.3 Intensité de raies de diffraction

Les positions et intensité des raies de diffraction de la plupart des matériaux connus ont été étudiés et sont répertoriés dans des bases de données. La comparaison d'un diffractogramme expérimental avec ces données permet de retrouver la nature de chaque phase constitutive de l'échantillon.

Dans ce travail, l'enregistrement de nos spectres a été effectué à l'aide du diffractomètre automatisé Siemens de type D8-Advance opérant en géométrie Bragg-Brantano (figure IV. 2), suivant les conditions suivantes :

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

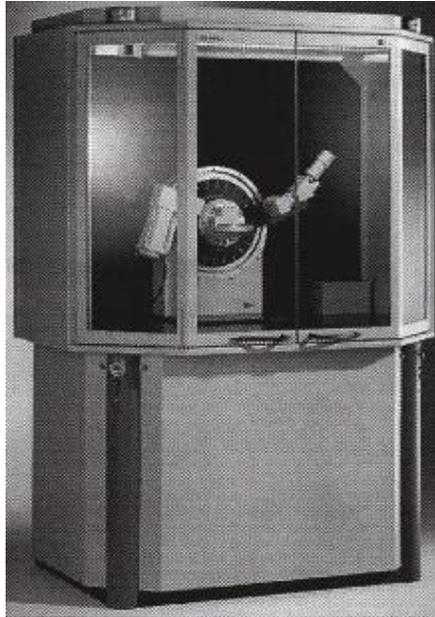


Figure IV. 3 : Diffractomètre automatisé Siemens de type D8-Advance

#### **IV.5.3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)**

Les alliages métalliques subissent à des transformations de phases qui absorbent ou dégagent de l'énergie lorsqu'il soumit à des traitements thermiques.

La technique de DSC représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités et qui est plus utilisé dans les alliages d'aluminium. Cette technique peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation.

L'analyse calorimétrique différentielle est utilisée de mesurer la différence de flux thermique entre l'échantillon et la référence en fonction de la température ou du temps au cours d'un cycle thermique programmé. Elle permet la détection de très faible flux de chaleur de réaction et présenté ainsi une très forte sensibilité.

Cette technique permet de suivre l'évolution structurale des matériaux dans des conditions prédéfinie et sous atmosphère contrôlée.

Les thermo grammes de DSC présentent des pics exothermiques situés au-dessus de la ligne de base associé à des réactions de précipitation ou recristallisation qui dégage de la chaleur, et des pics endothermiques situés au-dessous de la ligne de base associés à des réactions de dissolution qui absorbe de la chaleur.

L'aire formée par le pic et la ligne de base du thermogramme soit :

$$\Delta C_p = f(T), \text{ soit } H = \int C_p \Delta T \dots\dots\dots (IV. 2)$$

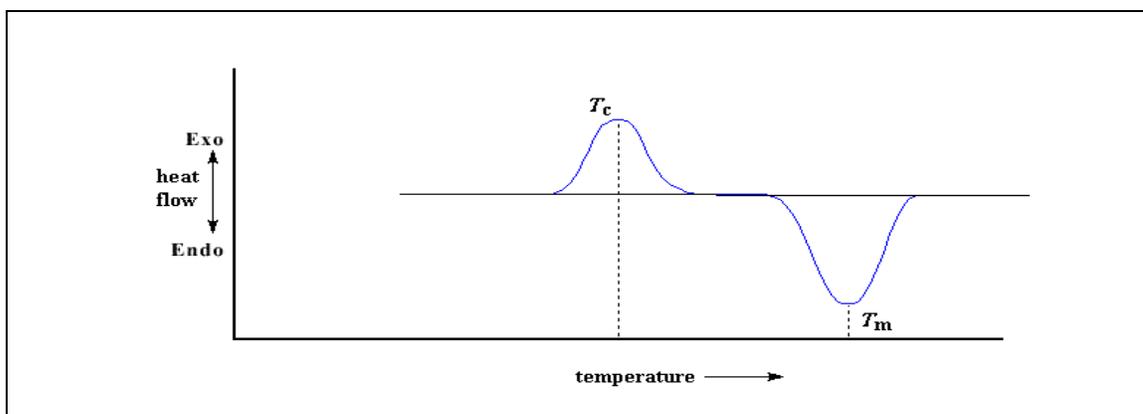


Figure IV. 4 : Courbe de DSC

Les essais calorimétriques ont été réalisés sur les échantillons traités par un analyseur SETARAM, désigné DSC 92, équipé d'un programme de traitement, d'une cellule de mesure et d'un traceur (figure IV. 4). Chaque essai de DSC a été commence à partir de la température ambiante jusqu'à la température de 550°C avec une vitesse de chauffage 5°C/min et un temps de maintien de 5min, puis un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec la même vitesse de chauffage et sous l'aire.



Figure IV.5: SETARAM DSC92

Les courbes obtenues sont enregistrées lors du chauffage.

Tout d'abord, nous avons procédé un essai blanc (utilisant une même masse de l'échantillon et de la référence qui est en aluminium pur) pour corriger les courbes obtenues, ensuite nous avons réalisé une série des essais de 7 mesures de différentes vitesses (5, 10, 15, 20, 25 °C/min) pour une précision dans le calcul de la valeur de l'énergie d'activation.

Les faibles vitesses de chauffage garantissent un état plus proche de l'équilibre et les grandes vitesses ont l'avantage de requérir un temps réduit pour l'essai.

#### **IV.5.4 Essais de dureté**

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration : un pénétrateur est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force pendant un temps donné. Plus l'empreinte laissée est petite, plus le matériau est dur. Bien que la dureté ne soit pas une propriété simple à définir, les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère tractif. Leur résultat donne un aperçu synthétique des propriétés mécaniques du matériau testé.

Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même ils ne diffèrent que par la forme de pénétrateur utilisé : essai Brinell, essai Rockwell, essai Shore et l'essai Vickers.

##### **▼ Essai Vickers**

Le pénétrateur est une pyramide en diamant, à base carré et d'angle au sommet entre faces opposées égal à 136°.

L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne  $d$  (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base, mesuré à l'aide d'un appareil optique approprié), figure IV. 5. La charge d'essai  $F$  (N) est choisie dans une gamme normalisée. La dureté est donnée par le rapport de  $F$  (en kg force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimés sans dimension.

##### **▼ Essais de micro dureté**

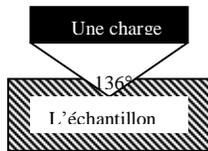
La mesure de la dureté des tôles minces et revêtement superficiels nécessite des essais sous très faible charge, dont la profondeur d'empreinte ne dépasse pas 1/10 de l'épaisseur du matériau testé.

## ▼ Micro dreté Vickers

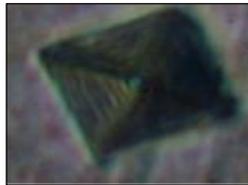
Analogue à un essai Vickers, elle s'effectue sous une charge de quelques grammes à quelques centaines de grammes.

Le microduromètre utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli ; le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer

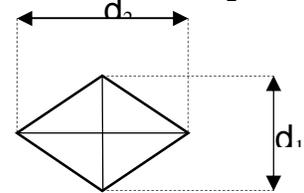
L'indenteur a une forme pyramidale avec un angle  $136^\circ$



L'empreinte



La base carrée de l'empreinte,  $d$  est le moyen de  $d_1$  et  $d_2 \Rightarrow d = \frac{d_1 + d_2}{2}$



les diagonales de l'empreinte (de quelques micron à quelque dizaines de microns).

Figure IV.6 : Indenteur et l'empreinte d'indentation.

La surface latérale  $S$  de l'empreinte peut s'exprimer en fonction de la diagonale  $d$  de la base carrée de la pyramidale de l'empreinte après suppression de la charge :

$$S = \frac{d^2}{2 \cdot \sin(68^\circ)}, \text{ d'où } H_v = 0,1891 \times \frac{F}{d^2} \Leftrightarrow H_v = 1,854 \times \frac{P}{d^2} \dots\dots (IV. 3)$$

Les mesures de la micro dreté sont effectuées avec un micro duromètre semi-automatique de type ZWICK (figure IV. 7) à pénétration Vickers, avec une charge de 300g. Nous avons réalisé 6 mesures.

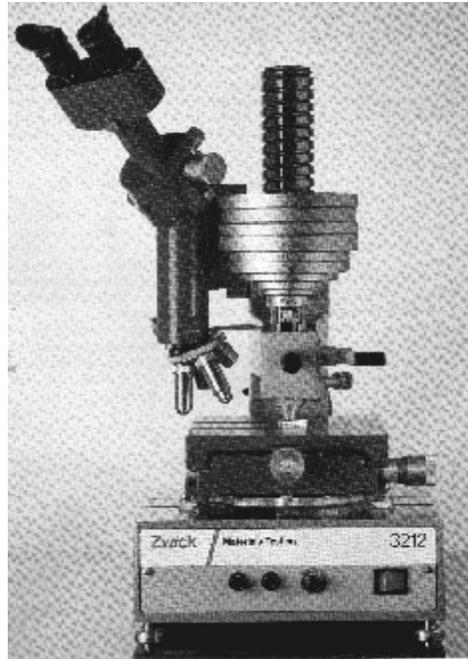
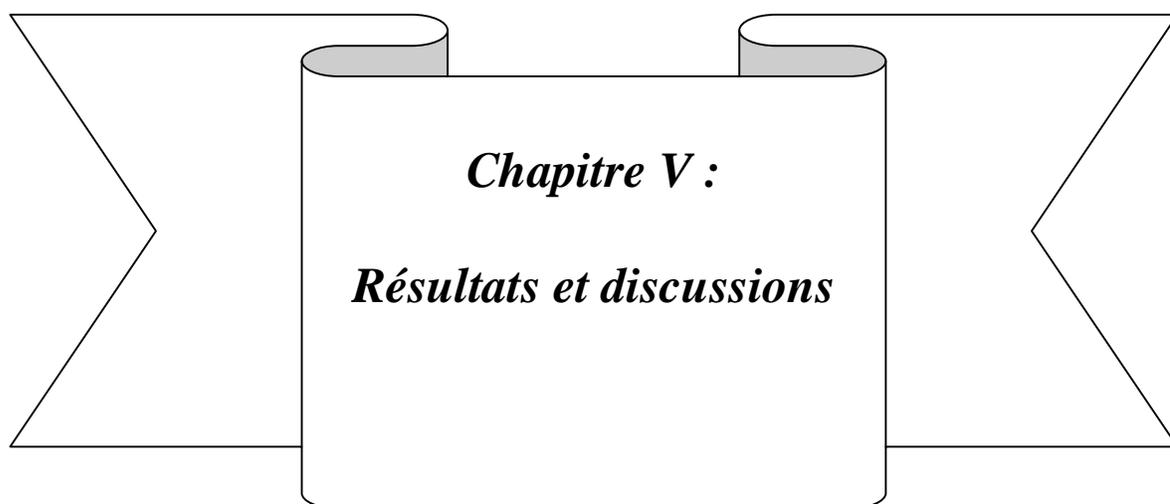


Figure IV.7 : Le microduromètre semi-automatique de type ZWICK à pénétration Vickers



***Chapitre V :***

***Résultats et discussions***

## **V-1 Introduction**

Ce travail de recherche est une étude des réactions de transformations de phases et aussi de l'influence de la présence du cuivre en faible teneur sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si. Pour cela, nous avons étudié deux alliages sous forme de tôle dont la teneur en cuivre est presque nulle (0.002%Cu) dans la tôle 09 alors que la tôle 13 contient 0.1%Cu (% en poids). Dans ce chapitre sont représentés les résultats obtenus à partir échantillons étudiés au cours de ce travail. Ces résultats expérimentaux sont obtenus à l'aide de différentes techniques expérimentales telles que la microscopie optique, DSC, DRX, mesures de microdureté  $H_v$ .

## **V-2 Etude métallographique**

### **V-2.1 Etat brut**

La microstructure de l'état brut des échantillons des alliages étudiés est présentée dans la figure V-1. Cette dernière montre qu'il y a une distribution non-uniforme de taille des grains. Elle met aussi en évidence la présence de quelques précipités à l'intérieur des grains.

### **V.2.2 Etat homogénéisé**

L'homogénéisation des échantillons à 550°C pendant 1 heure produit une microstructure homogène, avec une distribution uniforme de tâches sombres pouvant être des précipités stables à haute température, figure V-2.

### **V-1.3 Etat vieilli**

Les microstructures des échantillons des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1heure, trempé à l'eau et puis vieillis artificiel à 175°C pendant 6, 20 et 32 heures sont représentées dans la figure V.3, les tâches sombres peuvent être attribuées à des précipités. L'observation par microscope optique des échantillons 09 et 13 traités thermiquement n'a révélé aucune différence en microstructure entre ces deux alliages, sauf que la taille moyenne des grains dans le cas de l'alliage 13 est plus petite que celle dans le cas de l'alliage 09. Cet affinement est attribué à la présence de Cu dans l'alliage 13 et qui affine la microstructure. On observe aussi une diminution de la taille des grains avec l'accroissance du temps de vieillissement.

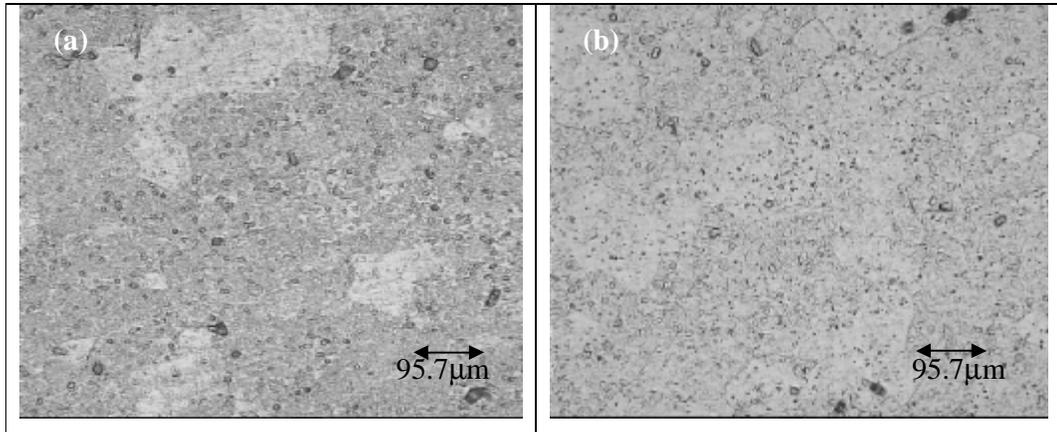


Figure V-1: Microstructure des échantillons à l'état brut (a) tôle 09 et (b) tôle 13

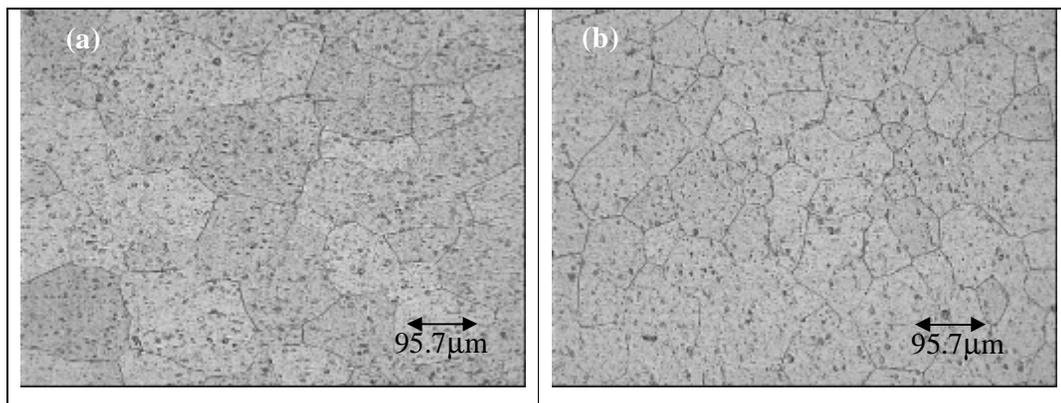


Figure V-2 : Microstructure des alliages homogénéisés à 550°C pendant 1heure (a) tôle 09 et (b) tôle 13.

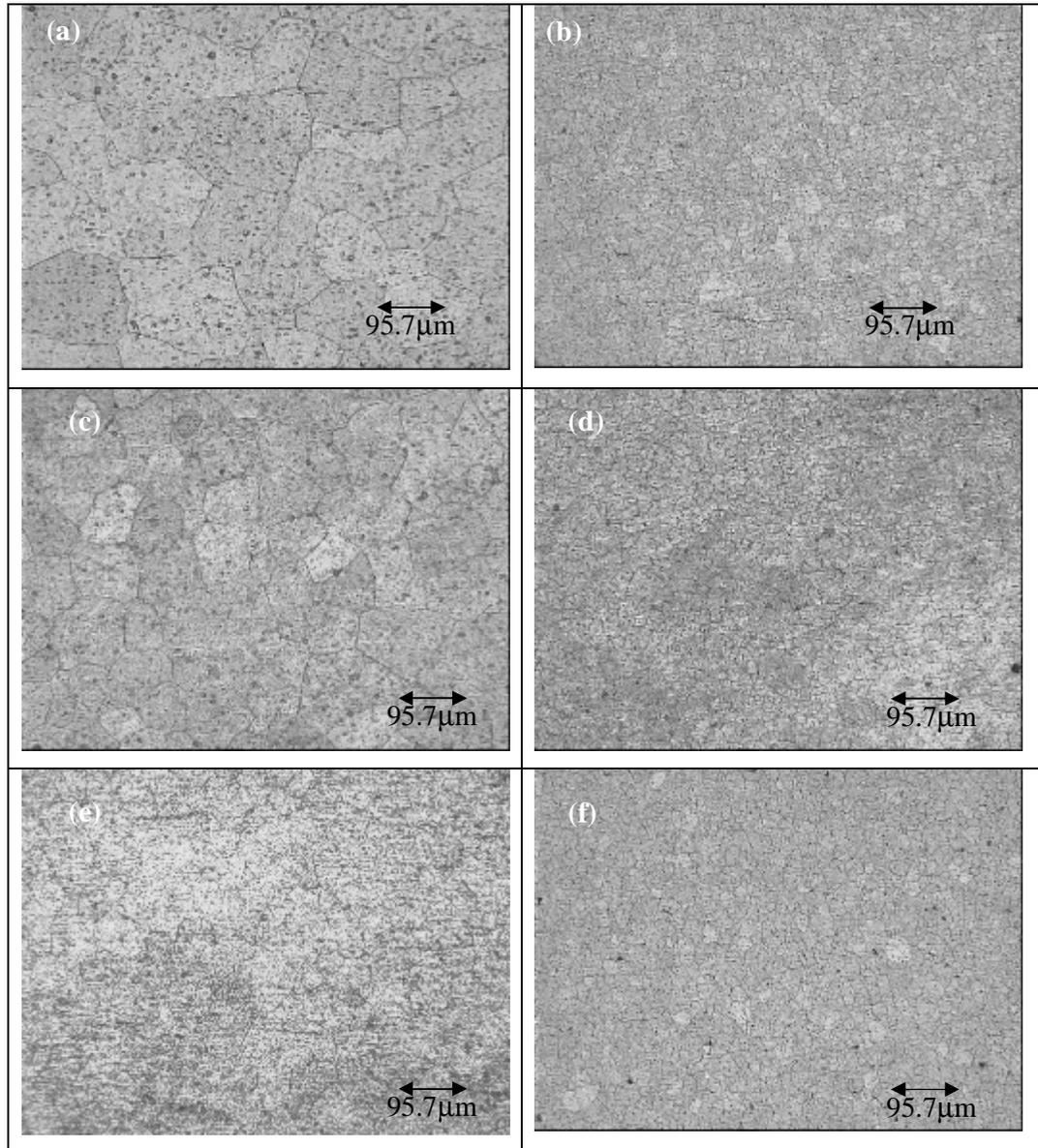


Figure V-3 : microstructure des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempé à l'eau puis vieillis à 175°C pendant :

- (a) tôle 09 (06 heures), (b) tôle 13 (06 heures)
- (c) tôle 09 (20 heures), (d) tôle 13 (20 heures)
- (e) tôle 09 (32 heures), (f) tôle 13 (32 heures)

### V-3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est le moyen le plus adapté pour mettre en évidence les phases présentes dans les matériaux; elle est très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin.

Les diagrammes de diffraction des rayons X des alliages étudiés à l'état brut sont représentés dans les figures (V.4.a), (V.4.b). Les pics présents correspondent à la structure c.f.c. de la matrice  $\alpha$ -aluminium. L'intensité reportée est une intensité relative. Les résultats obtenus par DRX des échantillons à l'état brut montrent que le pic le plus intense n'est pas le pic (111) de l'aluminium pur d'après les fichiers ASTM, mais c'est le pic (200) pour les tôles 09 et (220) pour la tôle 13. Ce qui suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont été laminées durant le procédé de fabrication.

Pour les alliages Al-Mg-Si, qui sont des alliages à durcissement structurale, les réactions de précipitation et de dissolution induisent des changements dans le paramètre de la maille de la matrice. On remarque un déplacement des pics vers les grands angles, cela veut dire qu'il y a une variation du paramètre de réseau de la maille de la matrice  $\alpha$ -aluminium dû à la présence des éléments d'additions. Ces résultats sont en bon accord avec d'autres travaux de recherche [4, 6, 58].

Les spectres de diffraction X, obtenus à partir des échantillons des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau sont représentés dans les figures (V.4.c), (V.4.d). Ils apparaissent presque identiques à ceux obtenus dans le cas des échantillons à l'état brut, mais il y'a apparition d'autres réflexions de la structure c.f.c. de la matrice  $\alpha$ -aluminium, dû à la structure homogène c'est-à-dire une distribution relativement uniforme des éléments d'addition dans la matrice mère, à cause du traitement d'homogénéisation.

Remarquant de la figure V.5 que les pics sont dédoublés à cause de l'existence de deux longueurs d'ondes  $K_{\alpha 1}$  et  $K_{\alpha 2}$  du Cu. Le pic (200) de la tôle 13 est plus large que ce de la tôle 09, ceci peut être dû à l'addition de Cu dans l'alliage 13 qui affine la microstructure des alliages Al-Mg-Si et à la présence d'un nombre important des contraintes résiduels [51].

Les spectres de diffraction des rayons X, obtenus à partir des échantillons des deux tôles 09 et 13 homogénéisées à 550°C pendant 1 heure, trempées à l'eau puis traité à différentes températures pendant différentes durées sont représentés dans la figure V.6. On peut voir de la figure V.6 que toutes les raies correspondent toujours à la structure c.f.c. de la matrice  $\alpha$ -aluminium et ceci est causée par la faible concentration de la fraction transformée

des phases précipités (autrement dit que le diffractomètre utilisé n'est pas sensible à cette quantité des précipités).

La seule différence existe entre les spectres enregistrés est la variation de l'intensité des pics à cause de l'anisotropie du matériau.

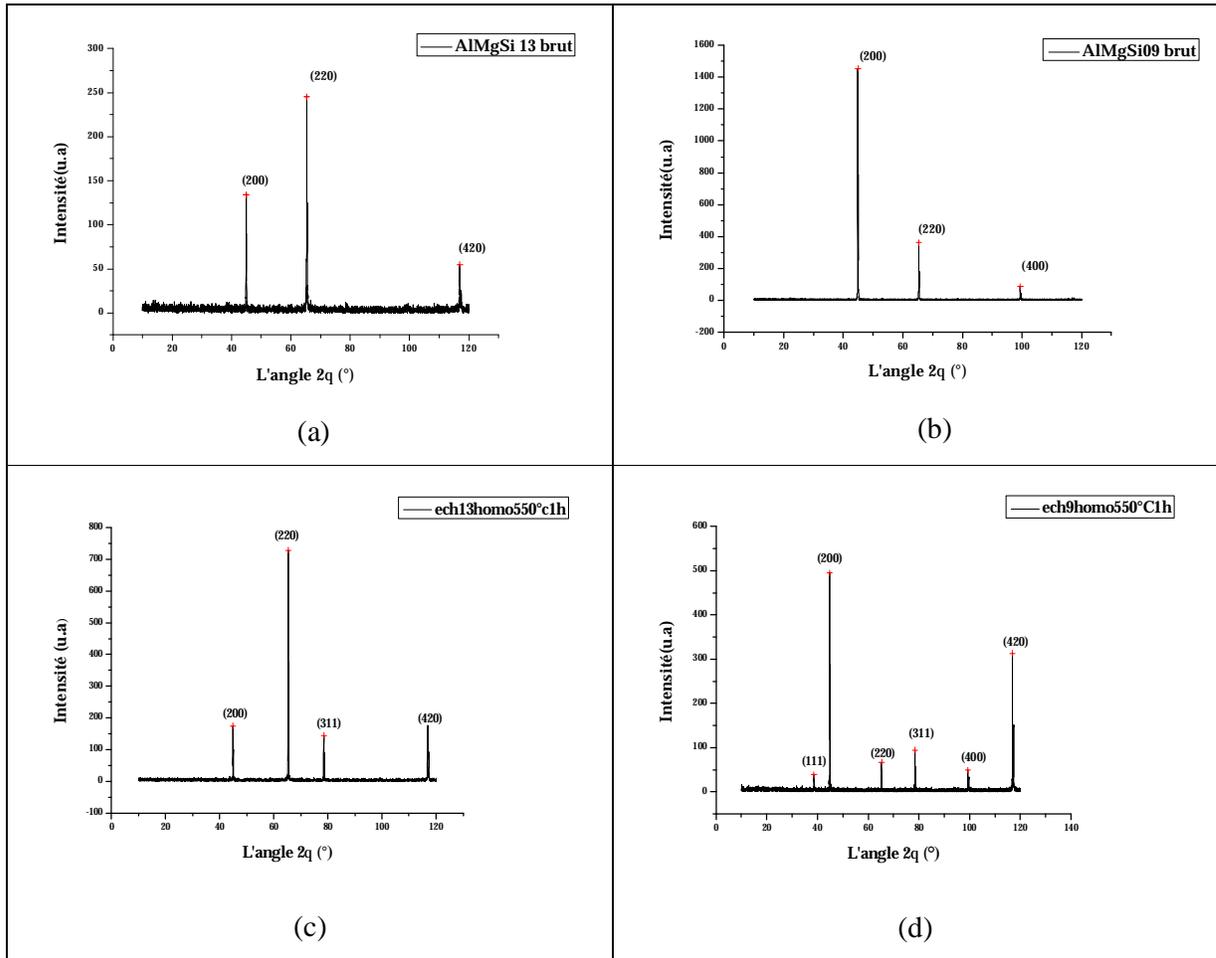


Figure V.4 : Spectres de diffraction des rayons X des alliages Spectre de diffraction des alliages étudiés :

- (a): L'alliage 13 à l'état brut
- (b): L'alliage 09 à l'état brut
- (c): L'alliage 13 homogénéisée puis trempée
- (d): L'alliage 09 homogénéisée puis trempée

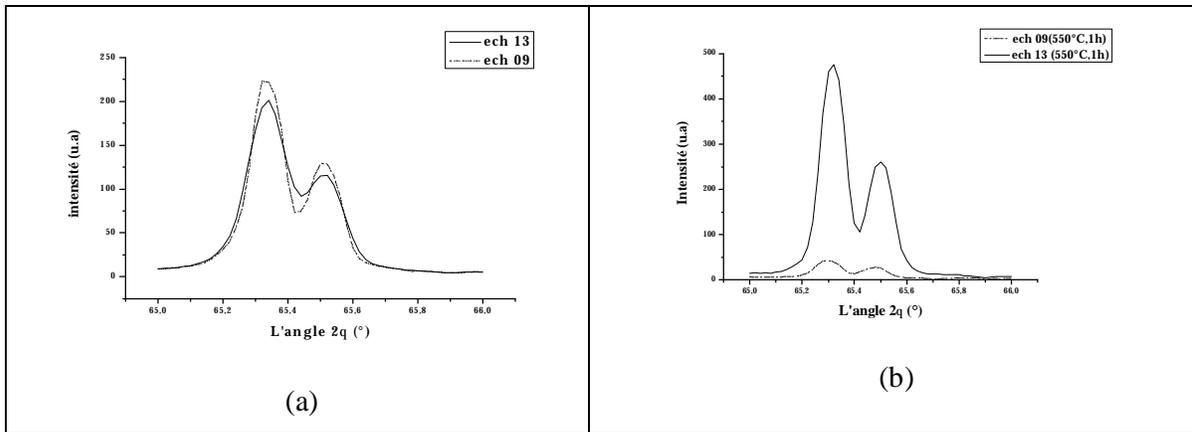


Figure V.5: Le pic (200) des deux tôles : (a) Etat brut (b) Etat homogénéisé

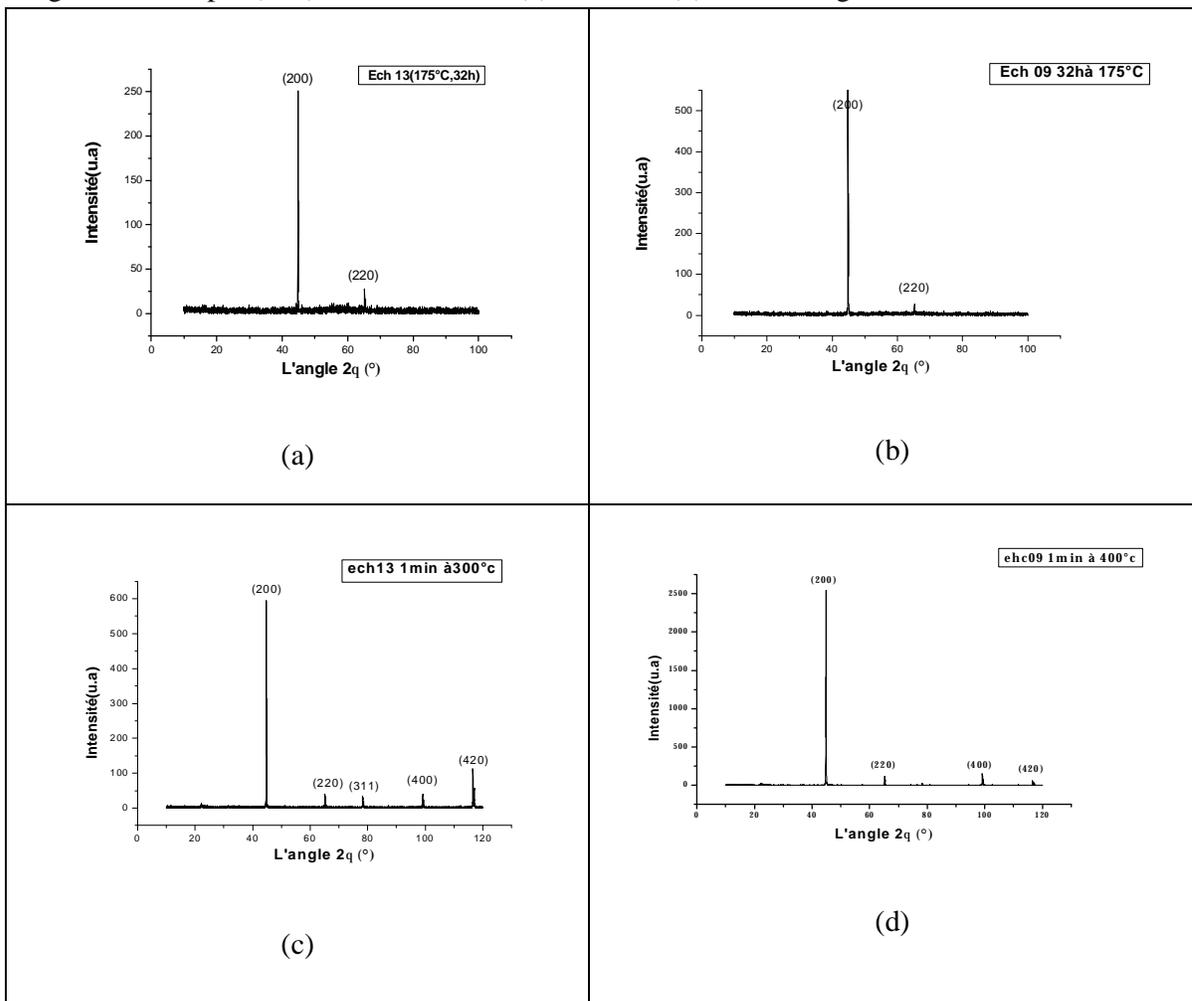


Figure V.6: Spectre de diffraction des rayons X des alliages 13 et 09 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempés puis:  
 Vieillis à 175°C pendant 32 heures pour les deux alliages 13 (a) et 09 (b).  
 Traité 1 min à 300°C pour l'alliage 13 (c) et à 400°C pour l'alliage 09 (d).

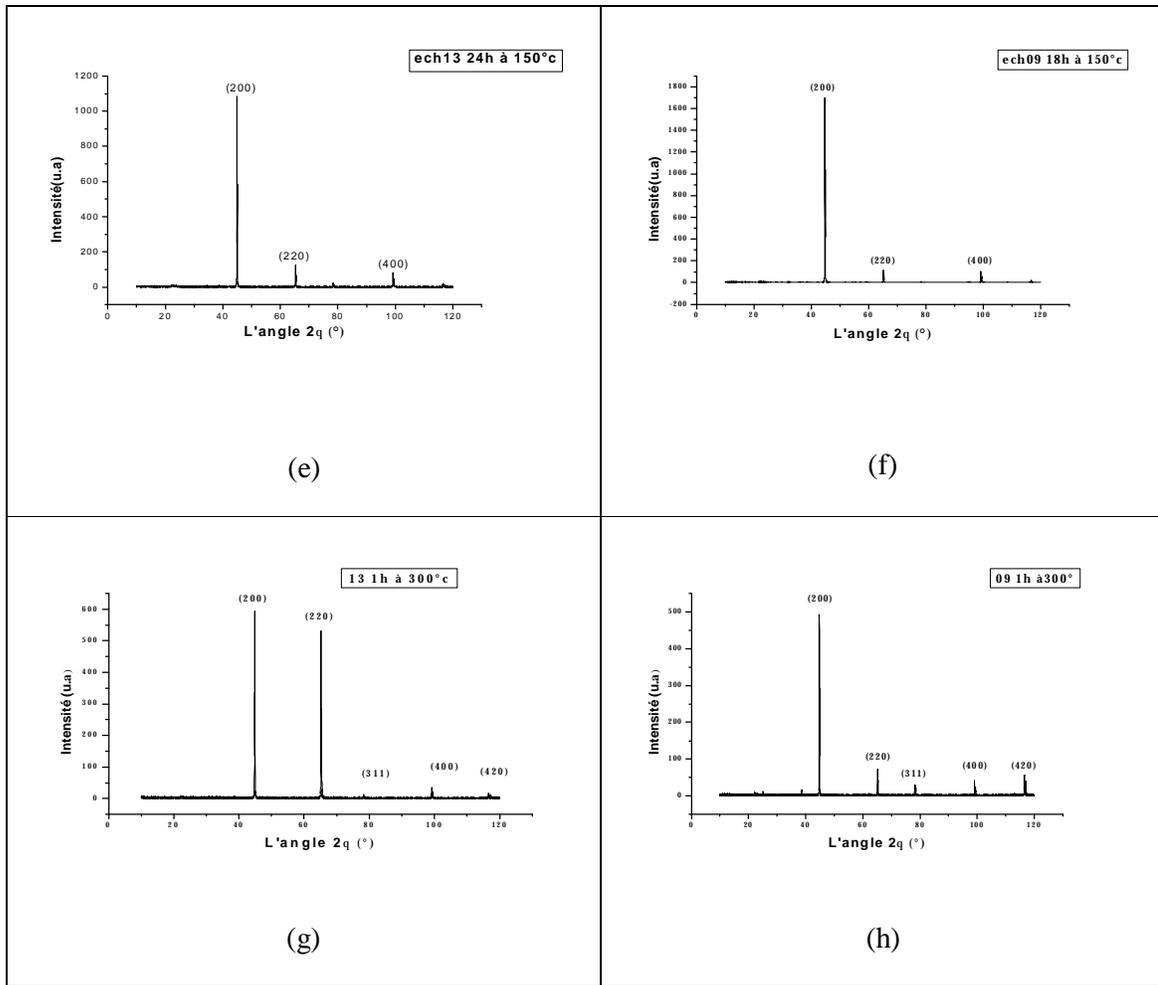


Figure V.6': Spectre de diffraction des rayons X des alliages 13 et 09 homogénéisés à 550°C pendant 1heure, trempés puis:

Vieillis à 150°C pendant 24 heures pour l'alliage 13 (e) et 18 heures pour l'alliage 09 (f)

Vieillis à 300°C pendant 1 heure pour les deux alliages.

## V-4 Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

### V-4.1 L'identification des pics à l'état brut

Les figures V.7 et V.8 montrent les courbes de DSC des échantillons des deux alliages 09 et 13 à l'état brut, obtenus par une vitesse de chauffage de 5°C/min.

Dans le cas de la l'alliage 09 (figure V.7), la courbe de DSC montre deux pics exothermiques et deux pics endothermiques. Le pic exothermique (I), situé à la température 360°C, est un chevauchement de deux réactions qui peuvent être la précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$ . Le pic exothermique (II) est attribué à la formation de la phase d'équilibre  $\beta$  aussi se

dissolve par la suite. Le premier pic endothermique (I'), situé à la température 220°C, correspond à la dissolution des agrégats, et le second pic endothermique (II'), situé à la température 435°C, est dû à la dissolution des deux phases  $\beta''$  et  $\beta$ .

Dans le cas de l'alliage 13 (figure V.8), la courbe de DSC montre trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Le premier pic exothermique (I), situé aux environs de 265°C, est qui représente un chevauchement de plus d'une réaction de précipitation. Ce pic est probablement dû à la formation de la phase durcissant  $\beta''$  et la phase  $\beta'$  et/ou la phase Q'. Le deuxième pic exothermique (II), situé à la température 393°C, peut être dû à la formation de la phase  $\beta$  qui se dissolvait par la suite (pic endothermique (III')). Le premier pic endothermique (I'), situé à la température 216°C, correspond à la dissolution des agrégats, le deuxième pic endothermique (II'), situé à la température 340°C, est dû à la dissolution des phases formées lors des réactions de précipitation correspondant au pic exothermique (II). Le troisième pic endothermique (III'), situé à la température 450°C est attribué à la dissolution de la phase  $\beta$ .

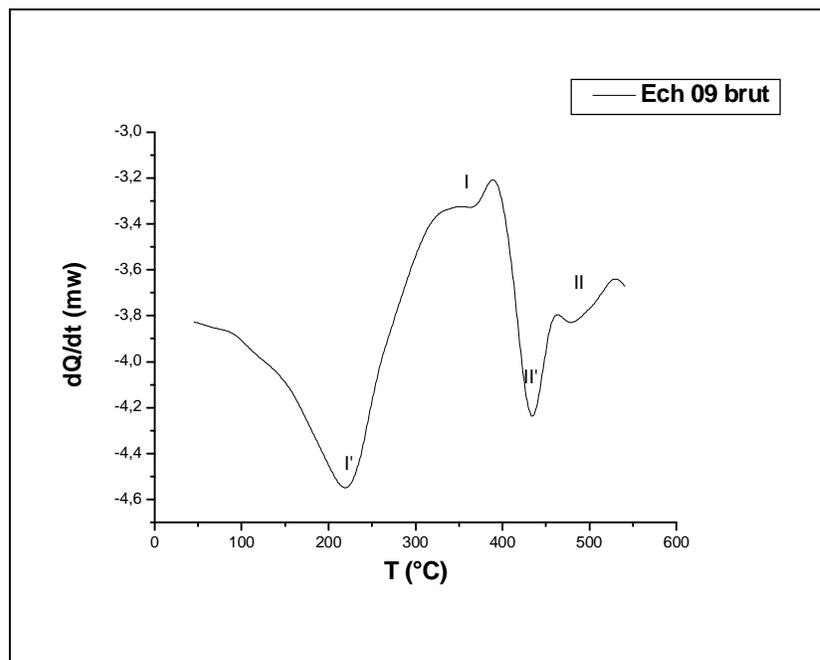


Figure V.7 : Courbe de DSC de la tôle 09 à l'état brut obtenue avec la vitesse 5°C/min.

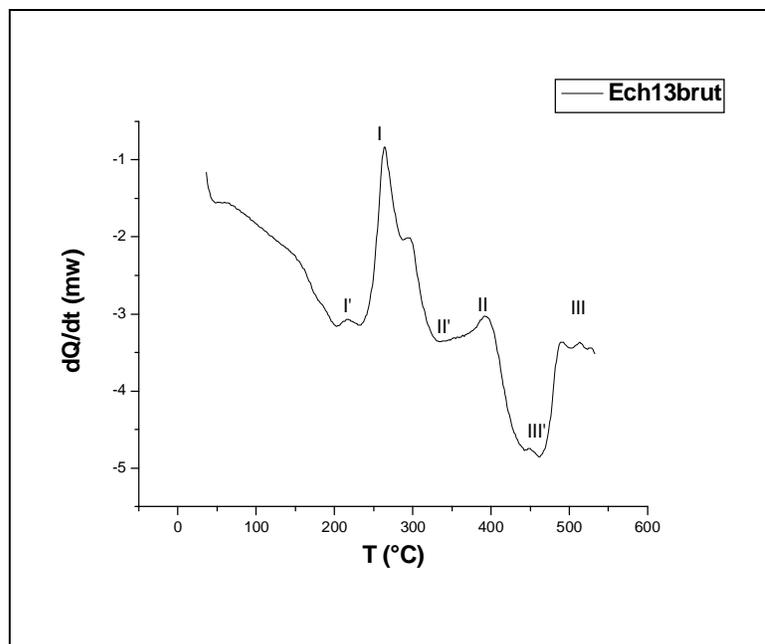


Figure V.8 : Courbe de DSC de la tôle 13 à l'état brut obtenue avec la vitesse 5°C/min.

#### V-4.2 L'identification des pics juste après la trempe

Les transformations structurales des échantillons homogénéisés et trempés ont été suivies par DSC lors du chauffage à partir de la température ambiante jusqu'à 550°C en utilisant différentes vitesses de chauffage.

Les figures (V.9) et (V.10) montrent les courbes de DSC des échantillons des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure puis trempés, en utilisant une vitesse de chauffage de 5°C/min.

Dans le cas de l'alliage 09, la courbe de DSC montre trois pics exothermiques (I, II, III) et deux pics endothermiques (I', II'). Le premier pic exothermique (I), situé à la température 135°C, est associé à la formation de la zone GP. Le pic (II), situé à la température 317°C, est probablement dû à la formation des deux phases  $\beta''$  et  $\beta'$  et le pic (III), situé à la température 478°C, est attribué à la formation de la phase stable  $\beta$ . On ce qui concerne les pics endothermiques, ils apparaissent aux températures 195°C et 435°C. Ils correspondent respectivement aux dissolutions des zones GP et les phases  $\beta''$  et  $\beta'$ . Ces résultats sont en bon accord avec d'autres travaux de recherche [4, 6, 58, 38, 59].

Dans le cas de l'alliage 13, la courbe de DSC montre cinq pics exothermiques (I, II, III, IV, et V) situés respectivement aux températures 108, 264, 303, 414 et 500°C et

quatre pics endothermiques (I', II', III' et IV') situés respectivement aux températures 211, 294, 378 et 478°C. Le premier pic exothermique (I) correspond à la formation des zones GP. Le second pic (II) est attribué à la précipitation de la phase  $\beta''$ , le troisième pic (III) est associé à la précipitation de la phase  $\beta'$  et/ou la phase Q'. Le pic (IV) est attribué à la formation de la phase d'équilibre  $\beta$ , tandis que le dernier pic n'a pu être identifié. Le pic (I') correspond à la dissolution des zones GP. Le second endothermique (II') est attribué à la dissolution de la phase  $\beta''$ . Le pic (III') est du à la dissolution des phases  $\beta'$  et/ou Q'. Le dernier pic endothermique correspond à la dissolution de la phase  $\beta$ . Ces résultats sont en bon accord avec d'autres travaux de recherche [58, 59, 60].

Les figures (V.11) et (V.12) présentent la superposition des courbes de DSC à l'état brut et homogénéisé des deux alliages. Elles montrent que ces courbes sont presque similaires, la seule différence existe apparaît à basse température (<200°C). La courbe à l'état homogénéisé illustre la précipitation des zones GP et en suite leur dissolution par contre à l'état brut montre tout de suite la dissolution des agrégats formés au cours de temps.

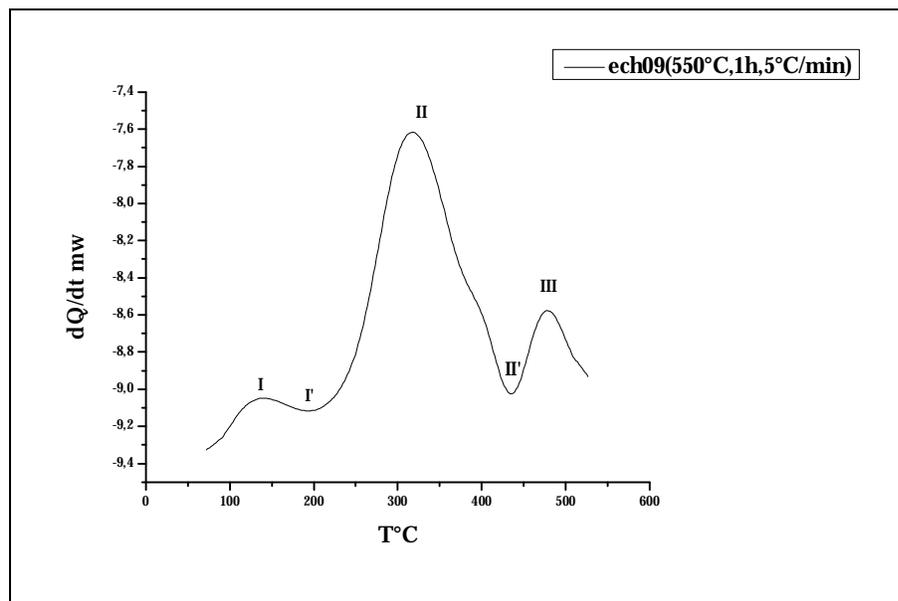


Figure V.9 : Courbe de DSC de l'alliage 09, homogénéisée à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

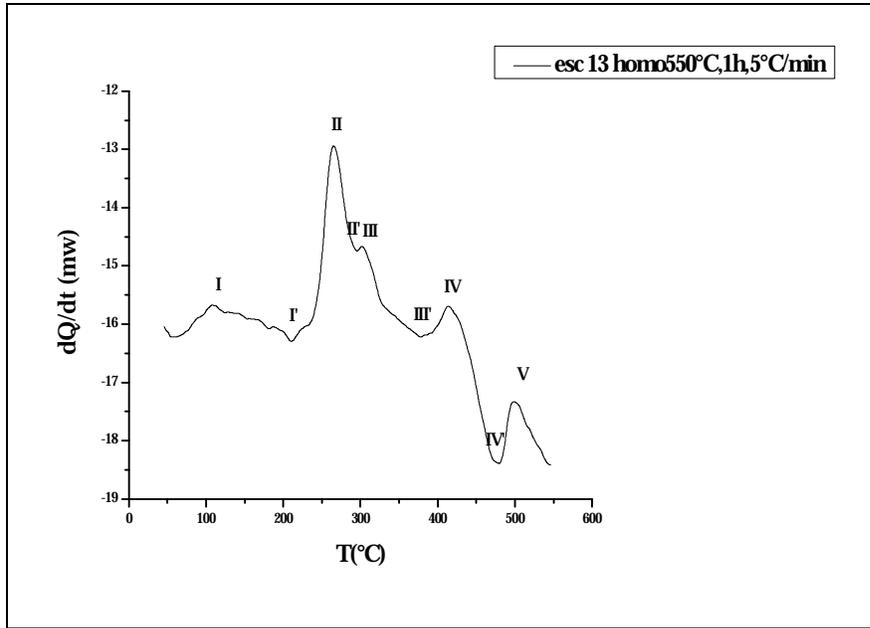


Figure V.10: Courbe de DSC de l'alliage 13, homogénéisée à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau, obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

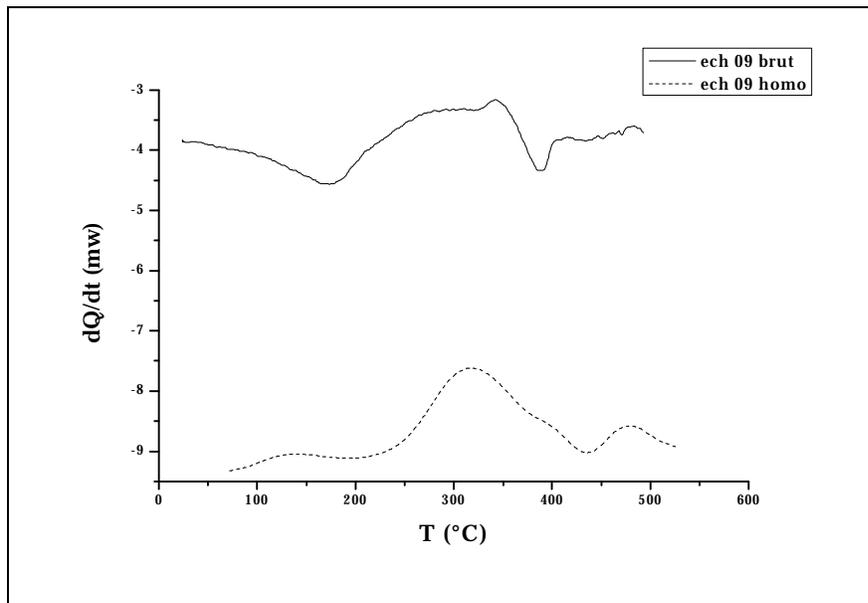


Figure V.11 : Superposition des courbes de DSC d'un échantillon de l'alliage 09 à l'état brut et homogénéisé à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau.

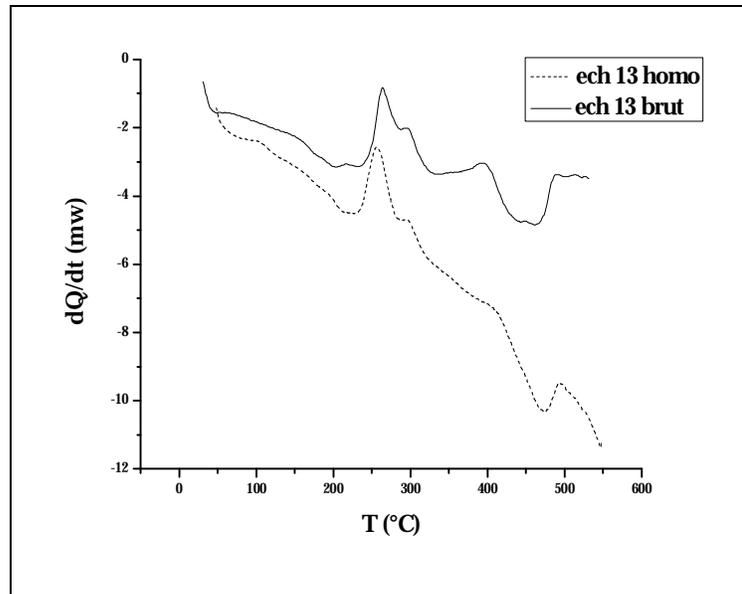


Figure V.12 : Superposition des courbes de DSC d'un échantillon de la tôle 13 à l'état brut et homogénéisé à 550°C pendant 1 heure suivie d'une trempe à l'eau.

La figure V.13 représente une superposition des courbes DSC des échantillons des deux tôles étudiées. On peut remarquer que les pics exothermiques de l'alliage 13 sont décalés par rapport à ceux des alliages 09. Ce décalage est probablement dû à la présence de cuivre dans l'alliage 13 qui accélère les réactions de précipitation [33,47].

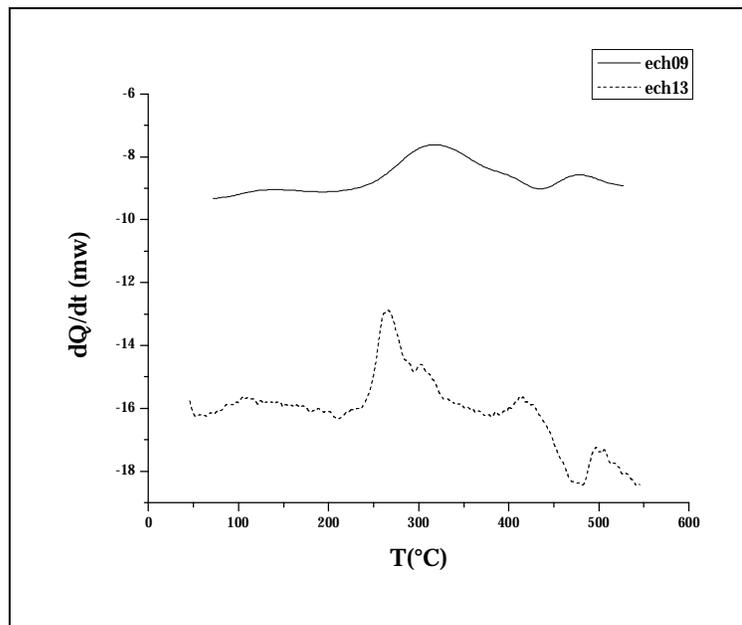


Figure V.13 : Courbes de DSC des échantillons 09 et 13, homogénéisé à 550°C suivi d'une trempe, obtenues avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

### V-4.3 Cinétique de précipitation

La plus grande partie de notre travail est basée essentiellement sur l'analyse calorimétrique des échantillons. 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. Elle est déterminée en utilisant une relation linéaire impliquant la température du pic et la vitesse de chauffage. Pour les deux alliages 09 et 13 nous avons procédé à une série de cinq mesures, faites à des vitesses de chauffage différentes: 05, 10, 15, 20 et 25°C/min. Les courbes d'analyse thermique ainsi obtenues sont représentées dans les figures V.14 et V.15. Nous constatons que les pics sont généralement plus intenses et se décalent vers les hautes températures. De plus, le bruit de fond diminue avec l'accroissement de la vitesse de chauffage.

Comme la précipitation est un phénomène diffusionnel, il est nécessairement basé sur la concentration des lacunes dans les alliages. La faible vitesse de chauffage donne beaucoup de temps aux lacunes pour se former, donc, le phénomène peut se faire à une température inférieure. Par contre l'augmentation de la vitesse de chauffage ne donne pas assez de temps aux lacunes, donc, on arrive à des températures supérieures pour obtenir la même concentration de celle-ci, ce qui explique le décalage des pics.

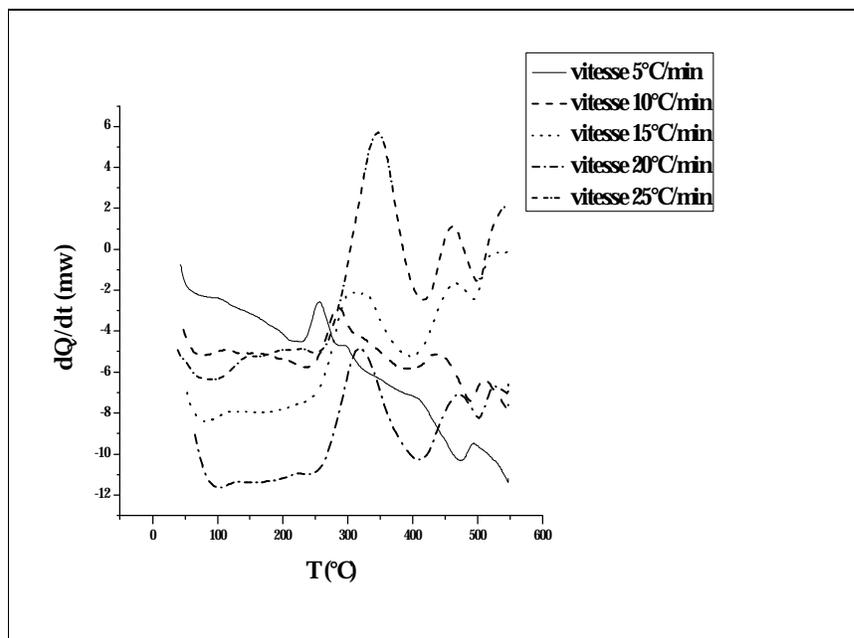


Figure V.14 : Courbes de DSC de la tôle 13, homogénéisée à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau, obtenues avec différentes vitesses de chauffage.

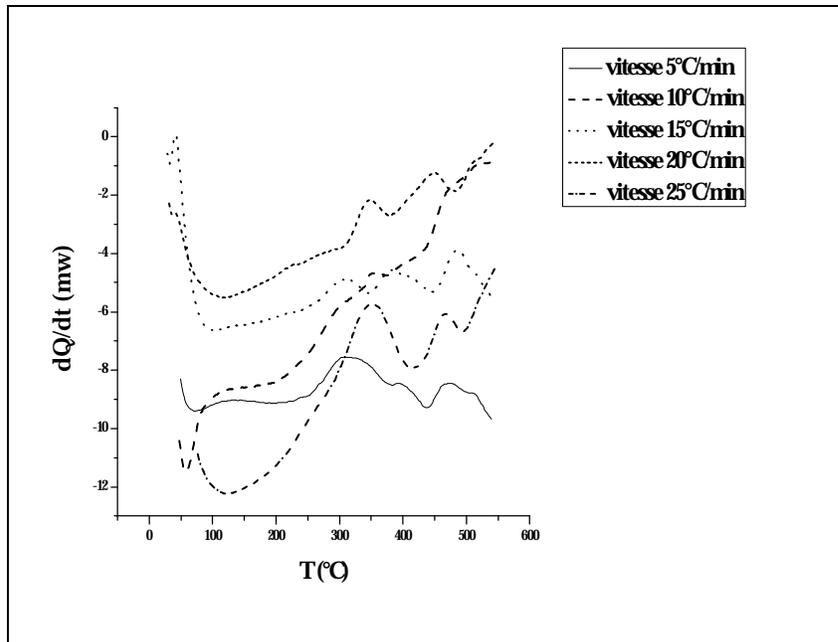


Figure V.15 : Courbes de DSC de la tôle 09, homogénéisée à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau, obtenues avec différentes vitesses de chauffage.

Avant de présenter les résultats, nous commentons brièvement la procédure de calcul proposée initialement par Ozawa [52] et utilisée ensuite par plusieurs chercheurs [15, 53, 54]. Au départ la ligne de base a été déterminée expérimentalement, sur la base d'un essai de référence avec de l'aluminium pur dans les deux creusets. 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 permet de remonter à la fraction transformée en fonction de la température (ou du temps).

L'erreur introduite par cette méthode est due à la détermination des extrémités du pic analysé, c'est-à-dire à la détermination du début et de la fin de la réaction correspondante. L'effet de cette erreur peut être diminué par le fait que nous utilisons une relation logarithmique pour l'analyse de ces données.

Les courbes de DSC des alliages 09 et 13 représentent des pics exothermiques (précipitation) et endothermiques (dissolution). Pour illustrer la procédure de calcul de l'énergie d'activation, nous présentons l'analyse de la précipitation de la phase la plus durcissant  $\beta''$  (le pic de chevauchement des phases précipités) et leur réaction de dissolution et la précipitation de la phase  $\beta$  des deux alliages. Les pics correspondant à cette précipitation, enregistrés à différentes vitesses de chauffage, pour les deux alliages, sont représentés sur la figure V.16. Nous avons procédé à la calibration de la ligne de base. Il est à remarquer que si

les pics sont décalés vers les hautes températures par l'accroissement de la vitesse de chauffage, leur intensité est généralement plus grande. L'écart à cette règle générale est essentiellement dû au fait que la ligne de base a été déterminée avec une erreur notable.

La fraction transformée à une température  $T$ ,  $x(T)$ , pour une réaction à l'état solide, est calculée depuis le signal DSC [46]:

$$x(T) = \frac{S(T) - S(T_0)}{S(T_\infty) - S(T_0)} \dots\dots\dots (V.1)$$

Où  $S(T)$  est la chaleur cumulée dégagée (ou absorbée) à la température  $T$  (pour la DSC, c'est l'intégrale du signal entre  $T_0$  et  $T_\infty$ ),  $T_0$  est la température du début de la réaction (du pic), et  $T_\infty$  est la température de la fin de la réaction.

La représentation de la variation de la fraction transformée en fonction de la température a été faite et représenté dans la figure V.17, afin de vérifier à l'avance la validité de l'analyse. Les parties médianes des courbes sont parallèles et ordonnées de gauche à droite, c'est-à-dire de l'essai obtenu avec une vitesse de chauffage de 5°C/min jusqu'à celui obtenu avec 20°C/min. Elles s'emboîtent (à une exception près) dans le bon ordre.

L'énergie d'activation est déterminée on utilisant la relation V.2, déjà utilisée par plusieurs chercheurs [53, 55, 56, 57] et qui nécessite la connaissance des températures des pics obtenus par différentes vitesses de chauffage:

$$\ln \frac{T_m^2}{f} = \frac{E}{R} \frac{1}{T} + C \dots\dots\dots (V.2)$$

où l'indice  $m$  indique la position du pic considéré de la courbe de DSC,  $f$  est la vitesse de chauffage,  $R$  la constante des gaz,  $E$  l'énergie d'activation, et  $C$  une constante.

La figure V.18 est une représentation de  $\ln(T^2/f)$  en fonction de  $1/T$  qui est une droite dont la pente représente directement l'énergie d'activation de la réaction. Une régression linéaire avec la méthode des moindres carrés est effectuée pour les cinq points obtenus. Nous avons éliminé le point le plus éloigné et refait une autre régression linéaire. Ensuite, il s'agit juste de calculer la pente, qui donne directement l'énergie d'activation effective recherchée.

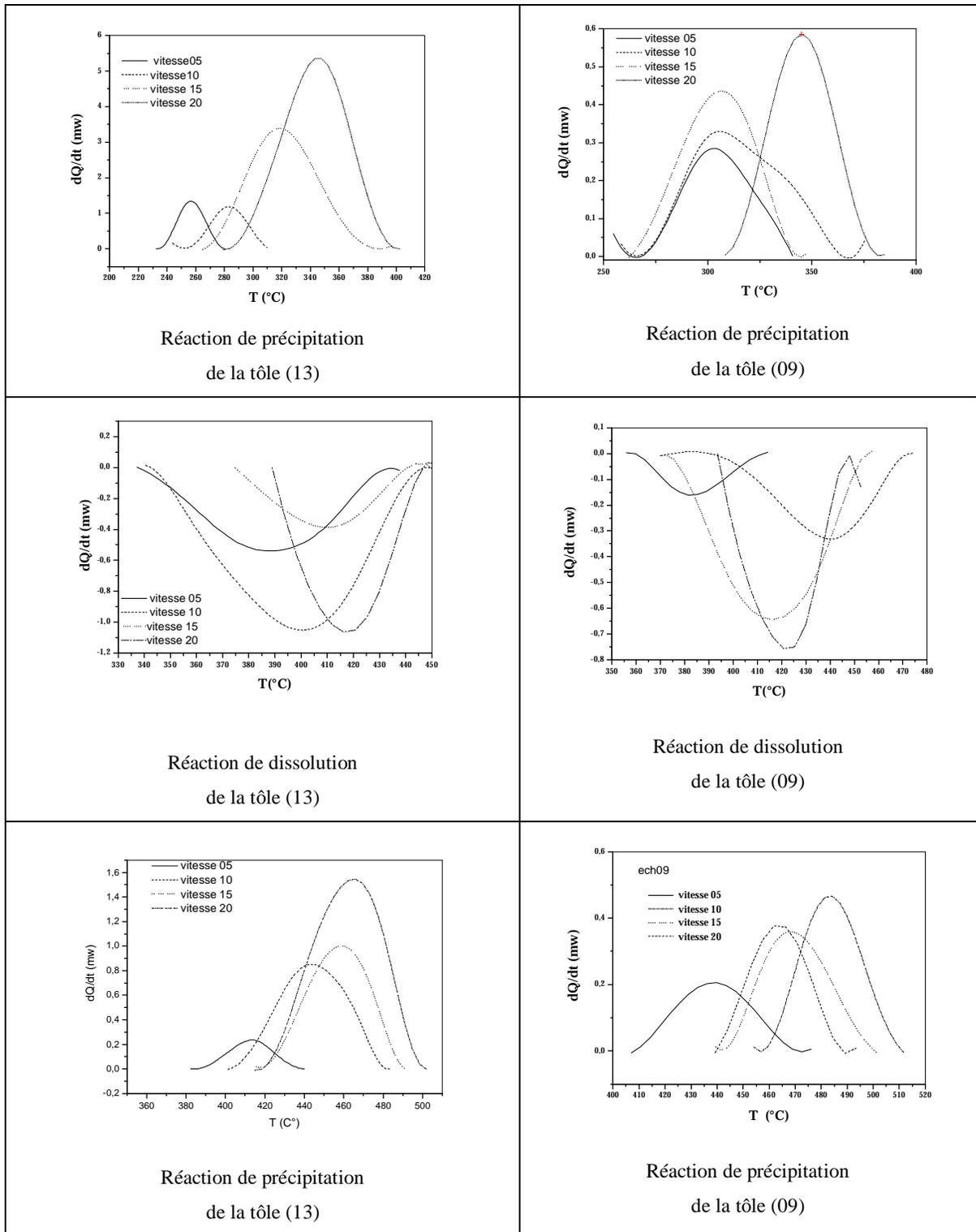


Figure V.16 : Pics d'une réaction de précipitation et dissolution de la phase la plus durcissant  $\beta''$  dans les deux alliages 13 et 09 respectivement obtenus par différentes vitesses de chauffage.

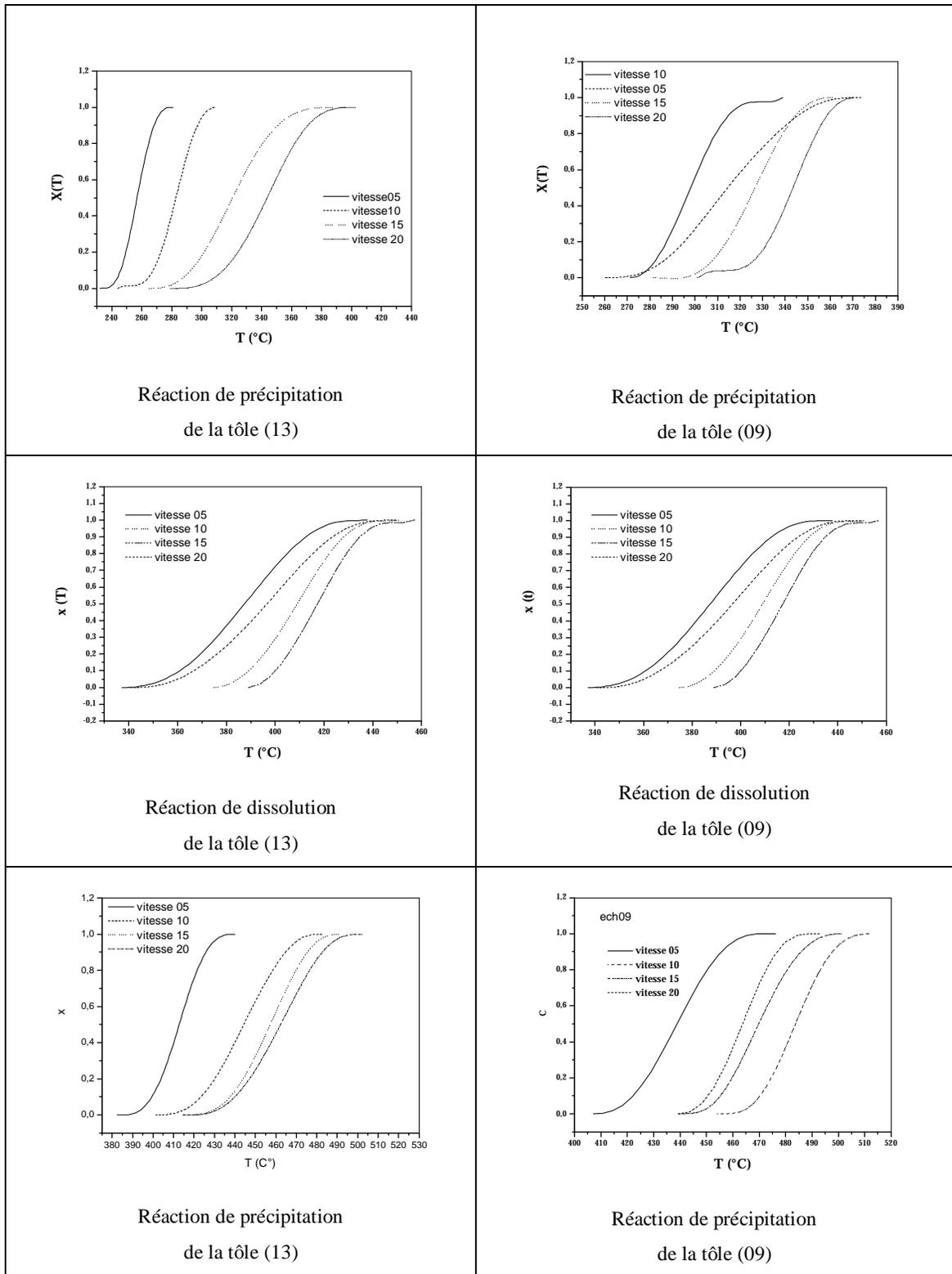


Figure V.17 : Fractions transformées lors de la réaction de précipitation et de dissolution dans les deux alliages 13 et 09 respectivement.

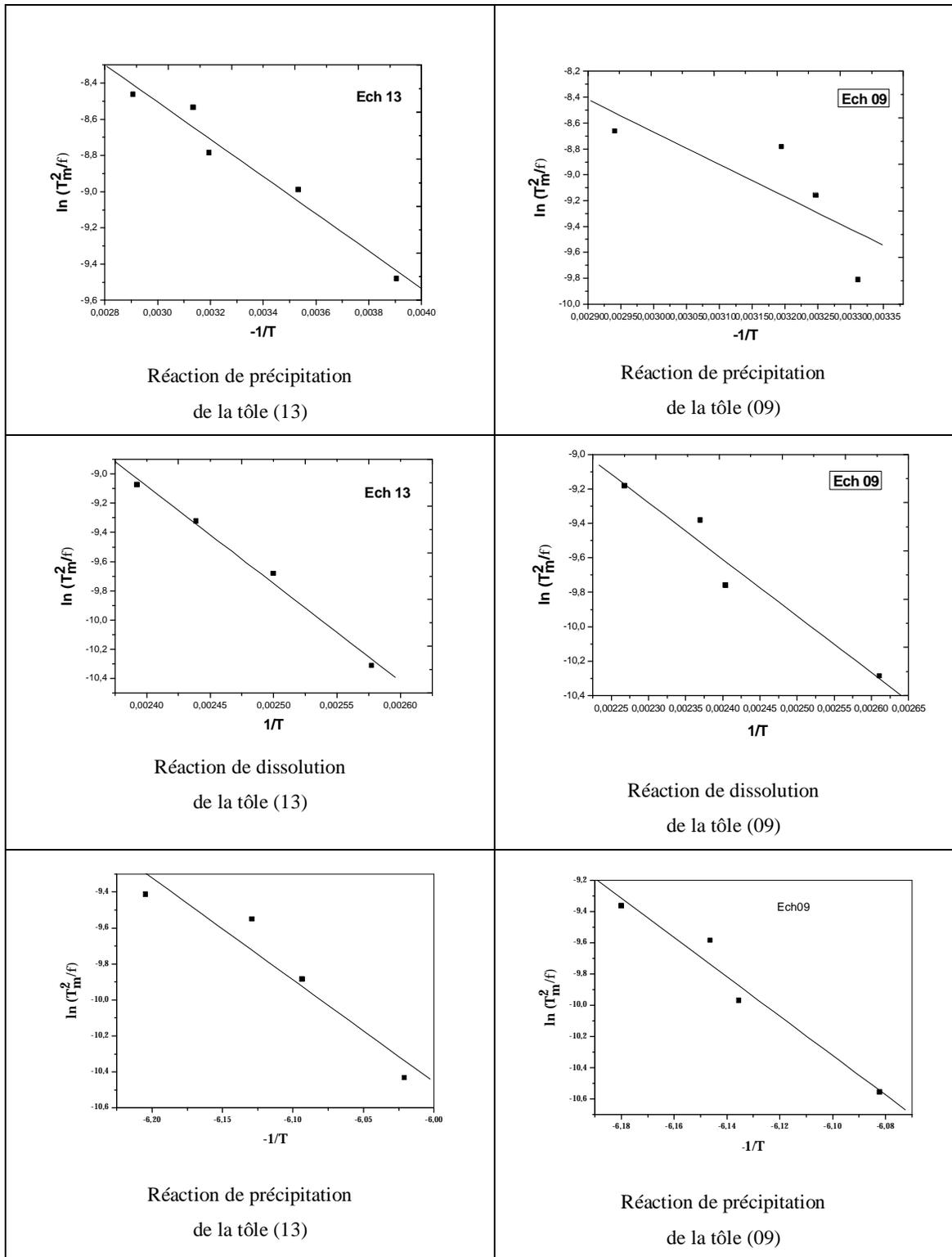


Figure V-18 : Calcul de l'énergie d'activation de la réaction de précipitation et celle de la dissolution de la phase  $\beta''$  pour les deux alliages 13 et 09.

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés au pic le plus intense situé aux environs de 260°C pour l'alliage 13 et 300°C pour l'alliage 09 et qui correspond à la réaction de formation des phases  $\beta''+\beta'$  et/ou  $Q'$  dans le cas du premier alliage et  $\beta''+\beta'$  dans l'autre alliage et le pic situé à la température 478°C dans le cas de l'alliage 09 et à 414°C dans le cas de l'alliage 13 qui est attribué à la formation de la phase stable  $\beta$ . Les énergies d'activation obtenues sont rapportées dans le tableau V.1. On remarque, d'une manière générale, que les valeurs de l'énergie d'activation déterminées de l'alliage 13 est plus grande que dans l'alliage 09 et que ces valeurs sont faibles par comparaison aux valeurs trouvées dans la littérature [61-63]. Les valeurs correspondant au pic de dissolution sont faibles aussi par rapport les littératures [52,61-63]

Alliage	E (kJ/mole) Précipitation	E (kJ/mole) Dissolution	E (kJ/mole) Précipitation
13	112.7	135.2	177.5
09	102.3	122.8	152.4

Tableau V.1 : Valeurs de l'énergie d'activation des deux réactions pour les deux alliages

## V-5 Microdureté

### V-5.1 Effet de l'homogénéisation sur la dureté

Les mesures de micro dureté ont été faites sur les échantillons des deux tôles à l'état brut et homogénéisé à 550°C pendant 1 heure puis trempé à l'eau. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau V.

	L'état brut (kg/mm <sup>2</sup> )	L'état homogénéisé (kg/mm <sup>2</sup> )
La tôle 13	67.36	51.76
La tôle 09	49.84	32.66

Tableau V.2 : Valeurs de microdureté des deux tôles à l'état brut et homogénéisées.

D'après ces résultats, on remarque que la valeur de micro dureté des deux échantillons à l'état brut est plus grande que celle à l'état homogénéisé. Ceci est du à la haute concentration des défauts dans l'échantillon à l'état brut et aussi à la présence des agrégats formés à basse température avant les traitements thermiques. Autrement dit que l'effet de la température au

cours de l'homogénéisation est d'annihiler les défauts et par conséquent la diminution de la haute concentration d'elles (la montée des dislocations, concentration plus élevée des lacunes...etc) et la dissolution des agrégats.

On remarque aussi que la valeur de micro dureté de l'échantillon de la tôle 13 est plus importante par rapport à celle de la tôle 09. Ceci attribué à la présence du Cu dans l'alliage 13 qui a un effet d'affiner la microstructure donc une taille de grains plus petite.

### V-5.2 Effet des traitements thermiques sur la micro dureté des alliages

Après l'homogénéisation des deux alliages à 550°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau à la température ambiante, les échantillons ont subi un vieillissement pendant 1 min, à différentes températures dans l'intervalle [60 à 500°C].

Dans le cas de l'échantillon 13, la courbe de micro dureté représenté dans la figure V.19.a, montre deux pics à 100°C et 300°C. Le premier pic est du à la formation des zones GP, tandis que le second pic est associée à la formation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  et/ou  $Q'$ .

Dans le cas de l'échantillon 09, la courbe de micro dureté représentée dans la figure V.19.b montre deux pics à 80°C et 400°C. Le premier pic est du à la formation des zones GP, le second pic est associée à la formation de phase durcissant  $\beta''$  et le dernier pic correspond à la formation de la phase stable  $\beta$ .

La figure V.20 est une superposition des courbes de microdureté des deux alliages 13 et 09 montres que l'alliage 13 est plus résistant que l'alliage 09 et aussi un décalage du pic de formation des zones GP est observé. Le pic le plus intense dans l'alliage 13 correspond à la précipitation des phases la plus durcissant  $\beta''$ , par contre, dans l'alliage 09 le pic le plus intense est situé dans le domaine de température ou se forment les zones GP [4, 6, 51,58].

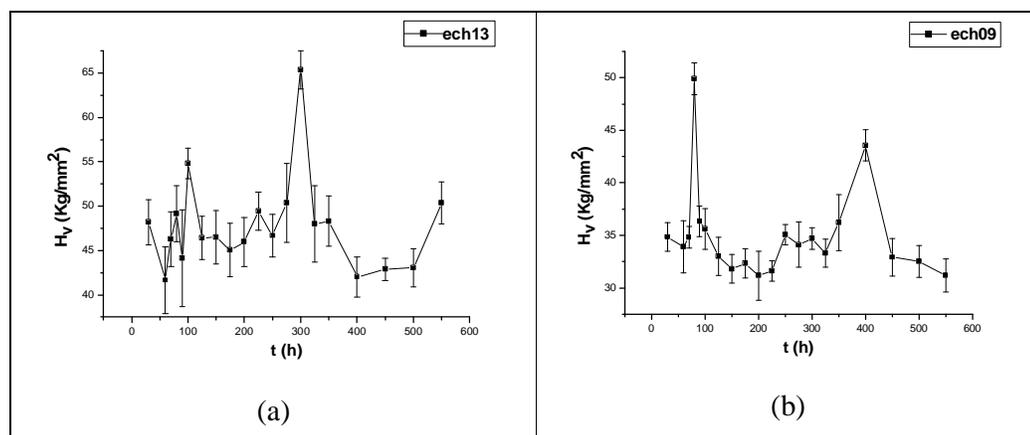


Figure V.19 : La variation de microdureté des alliages 13 et 09 en fonction de la température.

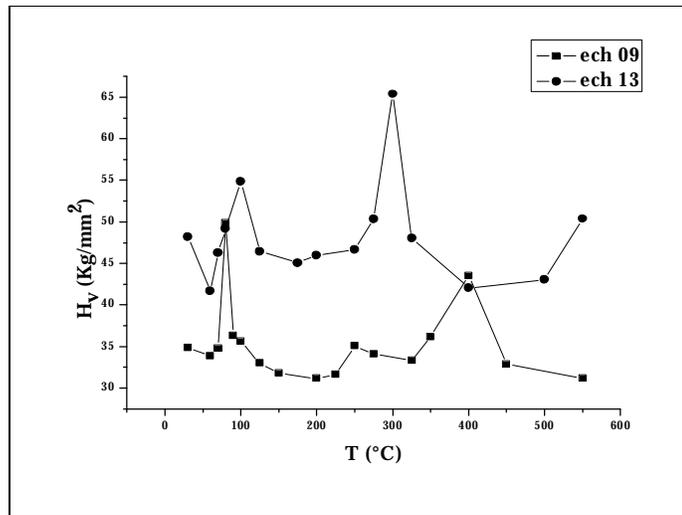


Figure V.20 : Superposition des courbes variations de microdureté des deux alliages 13 et 09

### V-5.3 Effet de vieillissement artificiel sur la micro dureté des alliages

Après l'homogénéisation des alliages à 550°C pendant 1 heure suivie d'une trempe à l'eau, les échantillons ont subi un vieillissement artificiel à plusieurs températures 150°C, 175°C et 200°C pendant différentes durée varie entre 1 heure jusqu'à 48 heures. Les figures V.21, V.22 et V.23 représentent la variation de la microdureté en fonction du temps des échantillons de la tôle 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure et trempés puis traités à 150°C, 175°C et 200°C.

Dans le cas de l'alliage 13, la courbe de micro dureté à 150°C, figure V.21, montre trois pics. Le premier pic est formé après 6 heures de maintien est probablement du à la formation des zones GP. Le deuxième large pic, qui s'étale de 10 à 40 heures, est probablement du à la formation des phases  $\beta''$ ,  $\beta'$  et Q'. Le dernier pic est formé après un temps de maintien de 48 heures est attribué à la présence d'une fraction volumiques importante de la phase durcissant. Les autres courbes de microdureté montrent presque la même allure de celle de la première avec des petites différences (figures V.22 et V.23). La superposition de ces courbes illustre la différence qui existe entre elles (figure V.24).

L'élargissement des pics obtenus à partir des échantillons traités à 150°C est plus grand par rapport à celles traités à 175°C et 200°C, c'est-à-dire à cette température (150°C) la phase précipitée prend un temps long pour sa formation (l'énergie est insuffisante pour la formation rapide de ces précipités), le phénomène de coalescence fonctionne plus ce qui donne de gros grains donc une diminution de la dureté du matériau. Les échantillons traités à

175°C sont plus durs que les échantillons traités à 150°C et 200°C. Le phénomène de germination est plus rapide de fonctionner par rapport à la coalescence ce qui donne une structure fine donc une augmentation de la dureté du matériau. La rapidité de formation des pics est plus grande dans les échantillons traités à 200°C. Elle est du à la présence d'une énergie importante dans ce dernier cas.

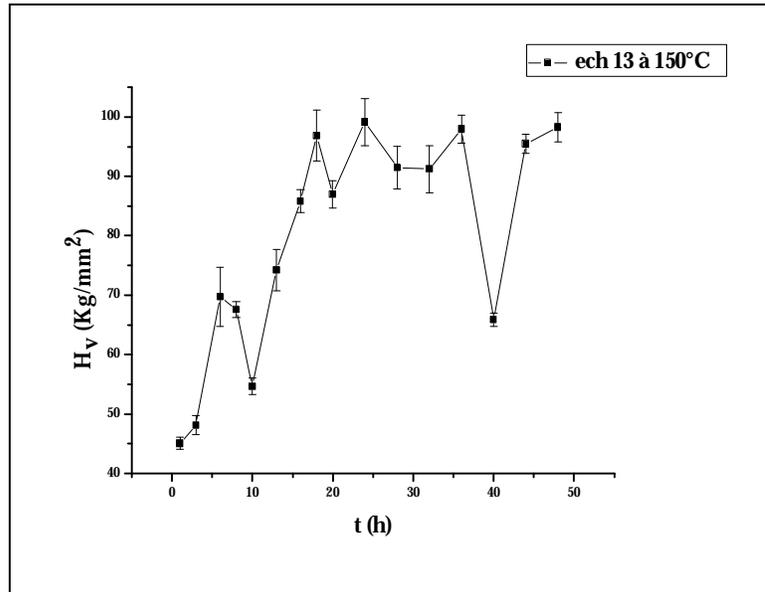


Figure V.21 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 150°C.

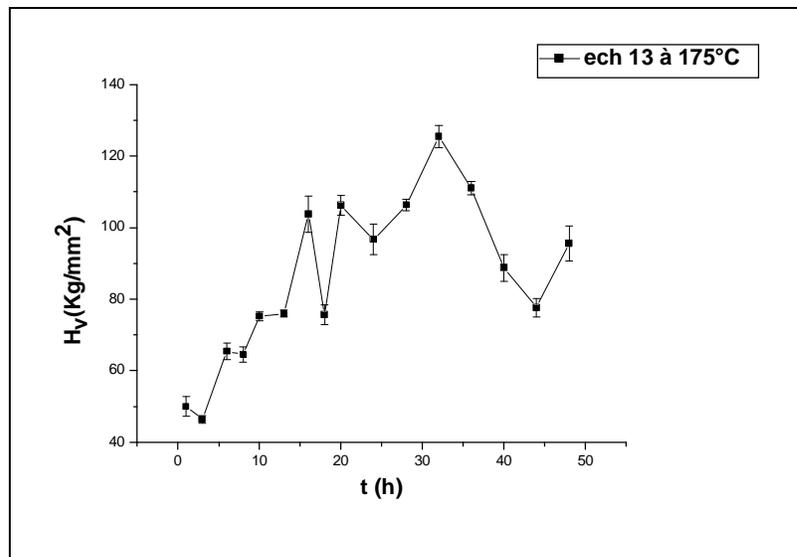


Figure V. 22 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 175°C.

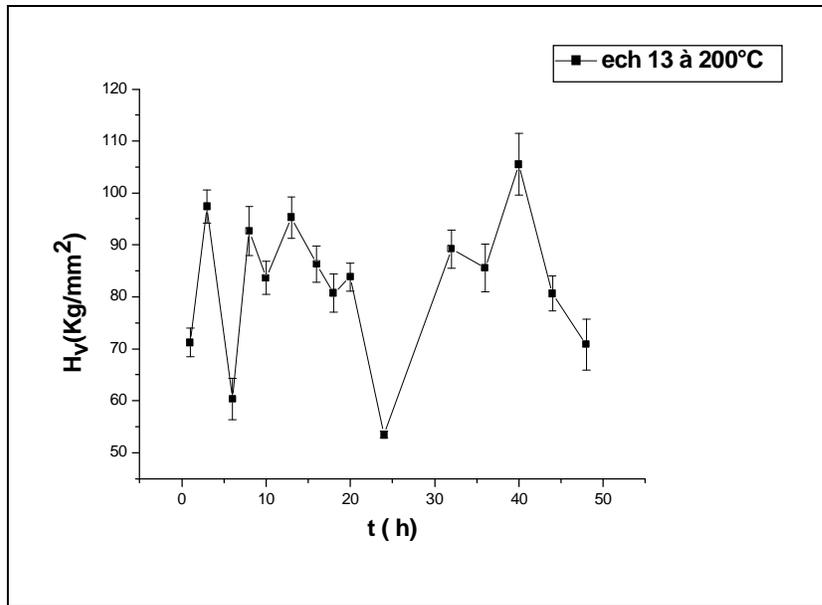


Figure V. 23 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 200°C.

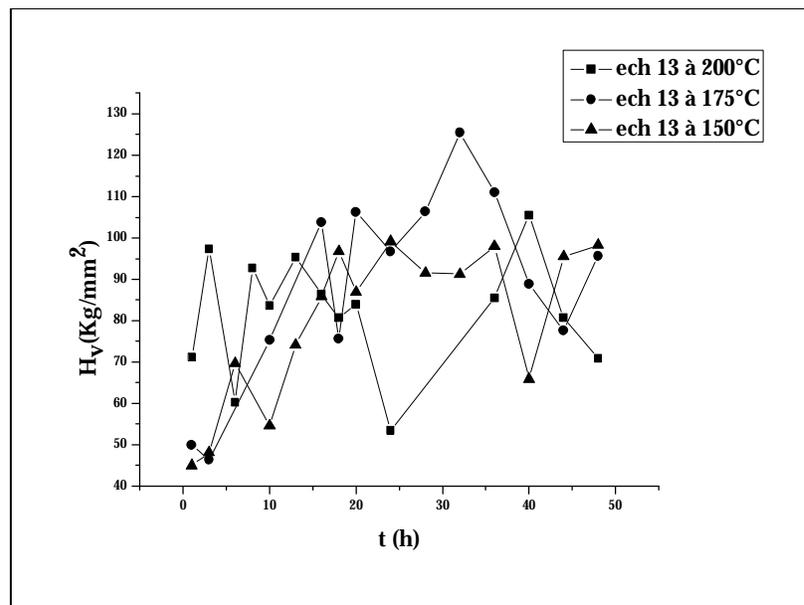


Figure V.24 : Superposition des courbes de microdureté de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 150°C, 175°C et 200°C.

Les figures (V.25), (V.26), (V.27) montrent la variation de la microdureté en fonction du temps des échantillons de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 150°C, 175°C et 200°C.

Dans ce cas, la courbe de microdureté des échantillons traités à 150°C montre trois pics (figure V.25). Le premier pic est formé après 6 heures de temps et qui est peut être du à la formation des zones GP. Le deuxième pic qui apparaît après 18 heures de temps de maintien, est probablement du à la formation des phases  $\beta''$  et le dernier pic, qui apparaît après 44 heures de temps de maintien, est peut être du à la présence d'une fraction volumique non négligeable de la phase métastable  $\beta'$ .

Pour les autres courbes des échantillons traités à 175°C et à 200°C, la formation de trois pics est toujours existante avec une différence dans leurs positions, l'intensité et l'élargissement de ces pics (figures V.26, V.27).

Figure V.28 est la superposition des courbes de microdureté des trois échantillons. Elle illustre la différence qui existe entre les trois. Les pics obtenus dans le cas des échantillons traités à 200°C sont plus large et plus intense que les autres pics obtenus dans le cas des échantillons traités à 150°C et 175°C. Les échantillons traités à 200°C sont plus durs à cause de leur structure fine qui est une conséquence de la grande vitesse de transformation.

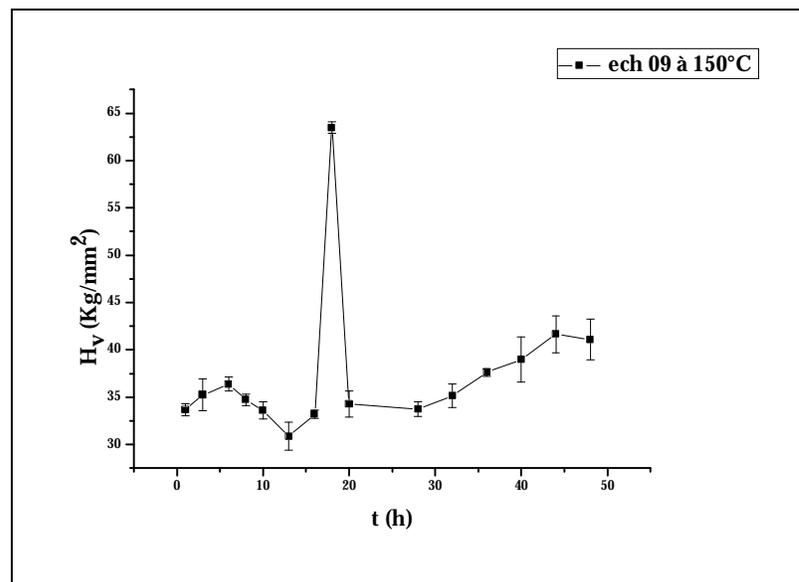


Figure V.25 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 150°C.

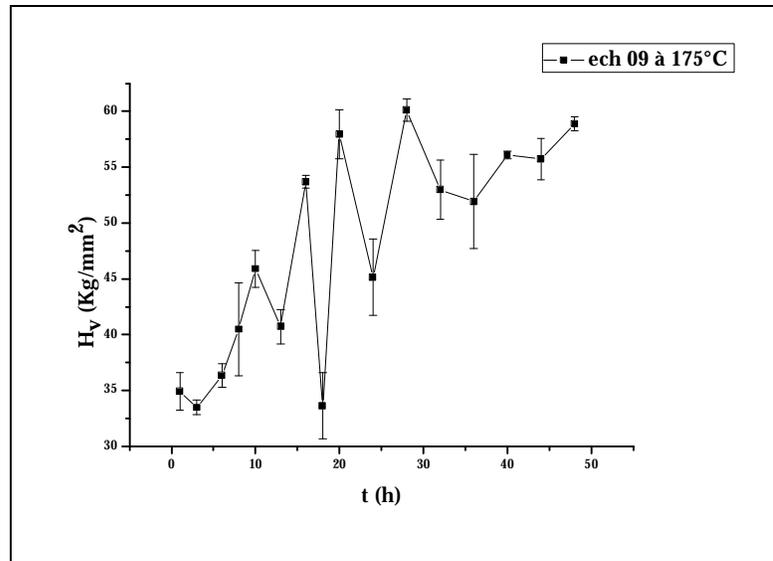


Figure V.26 : Courbe de micro dureté en fonction du temps de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 175°C.

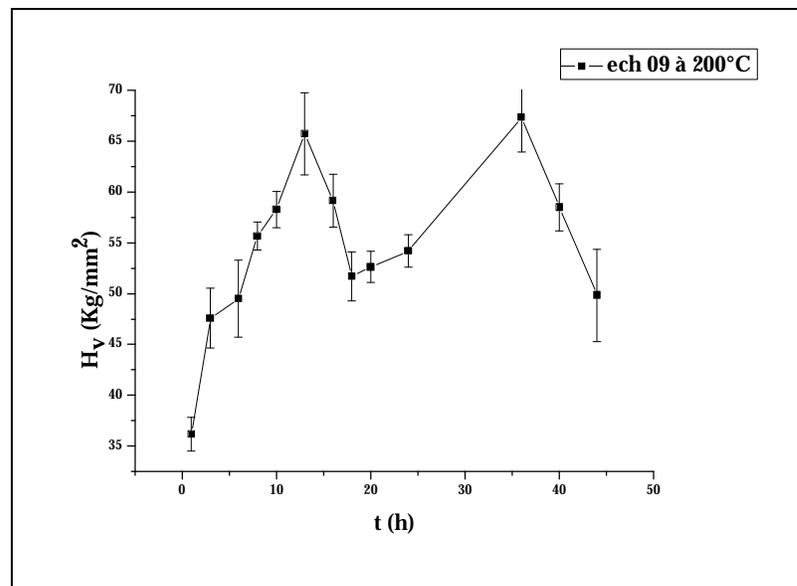


Figure V.27: Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 200°C.

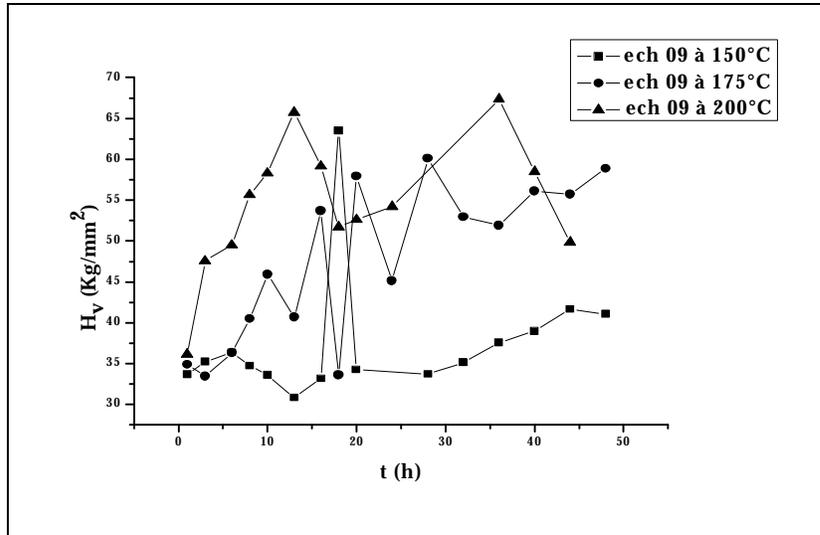


Figure V.28 : Superposition des courbes de variation de microdureté de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé et puis traité à 150, 175 et 200°C.

#### V-5.4 Effet de vieillissement naturel sur la micro dureté des alliages

Après l'homogénéisation des alliages à 550°C pendant 1 heure suivie d'une trempe à l'eau à la température ambiante, les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant une semaine (7 jours) et 21 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 175°C.

Figure V.29 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de l'échantillon 09 vieilli naturellement pendant 7 jours. La courbe montre un pic intense après 13 heures de vieillissement qui est peut être du à la précipitation des phases β". Dans le cas de l'échantillon qui est vieilli naturellement pendant 21 jours (figure V.30), le pic le plus intense est obtenu après 1 heure de temps qui est dû aux agrégats formés au cours de vieillissement naturel.

Les courbes des figures V.32 et V.33 représentent la variation de la microdureté de l'alliage 13 vieilli naturellement pendant 7 et 21 jours en fonction du temps. On peut constater à partir des courbes la présence de plusieurs pics traduisant l'existence de précipités durcissant.

La superposition des courbes de microdureté des échantillons des alliages 09 et 13 (figure V.31 et V.34) illustre que le vieillissement naturel le cuivre augmente la microdureté du matériau. On remarque aussi que le vieillissement naturel a une influence sur la fraction transformée des zones GP.

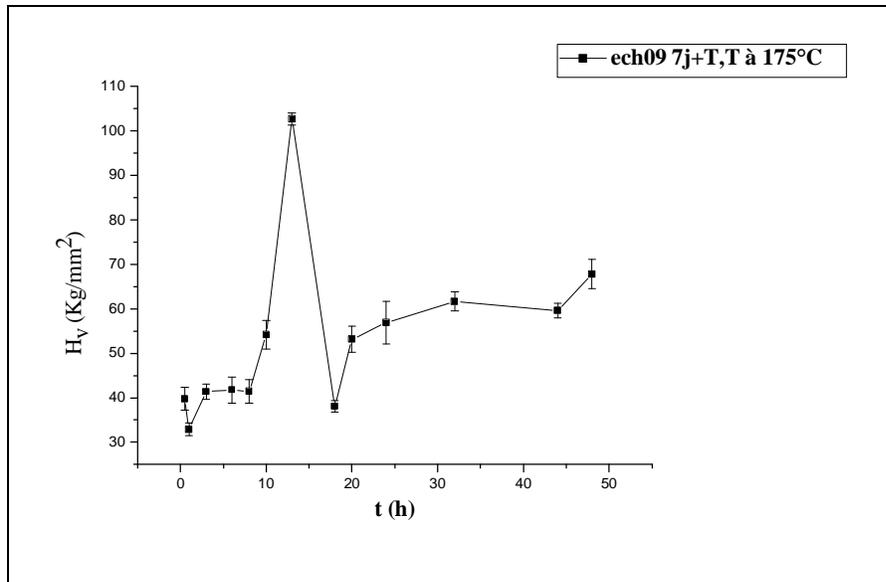


Figure V.29 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 7 jours et en suite traité à 175°C.

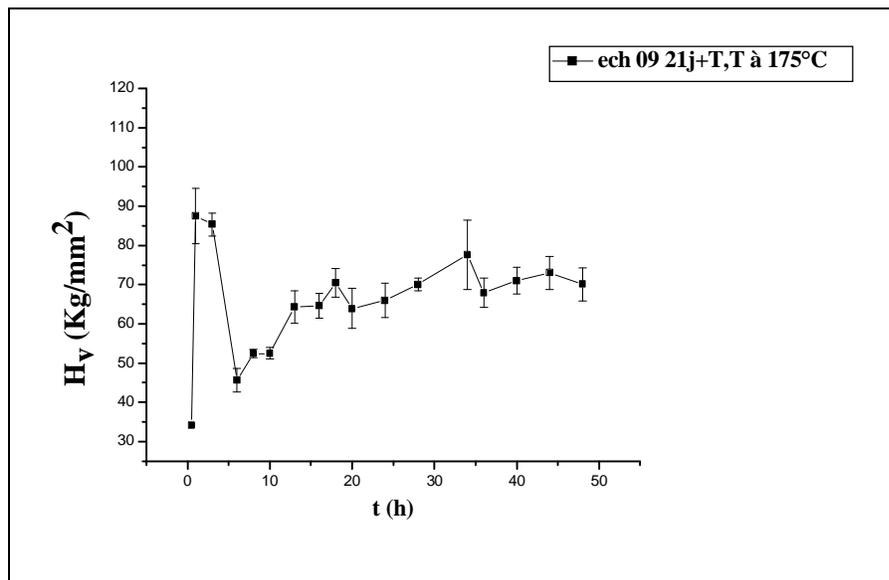


Figure V.30 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 09 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 21 jours et en suite traité à 175°C.

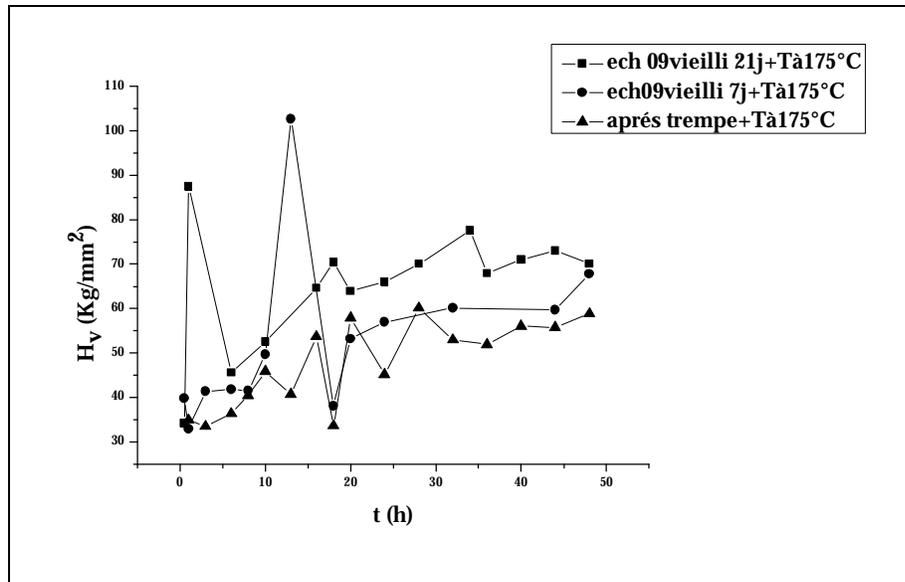


Figure V.31 : Superposition des courbes de microdureté en fonction du temps l'alliage 09 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 7 et 21 jours et ensuite traité 175°C.

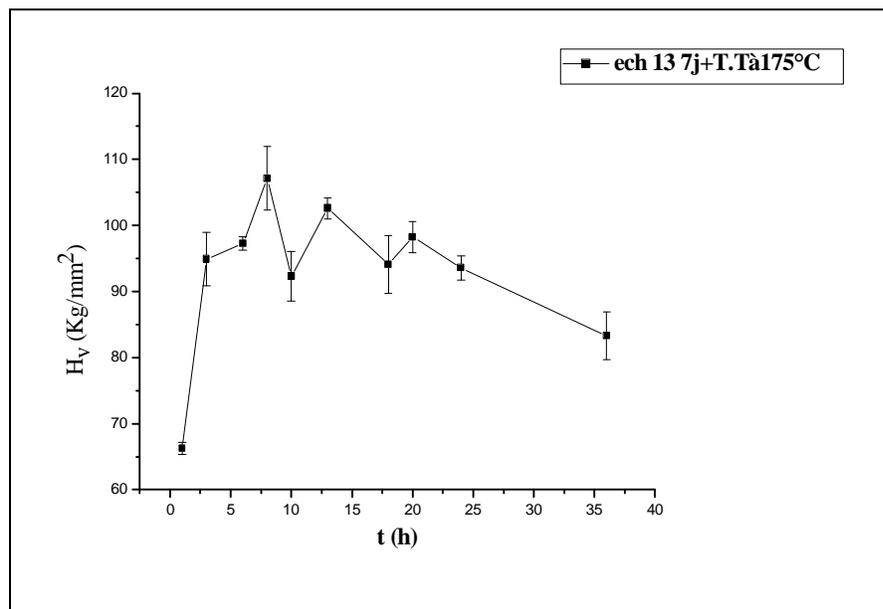


Figure V.32 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 7 jours en suite traité à 175°C.

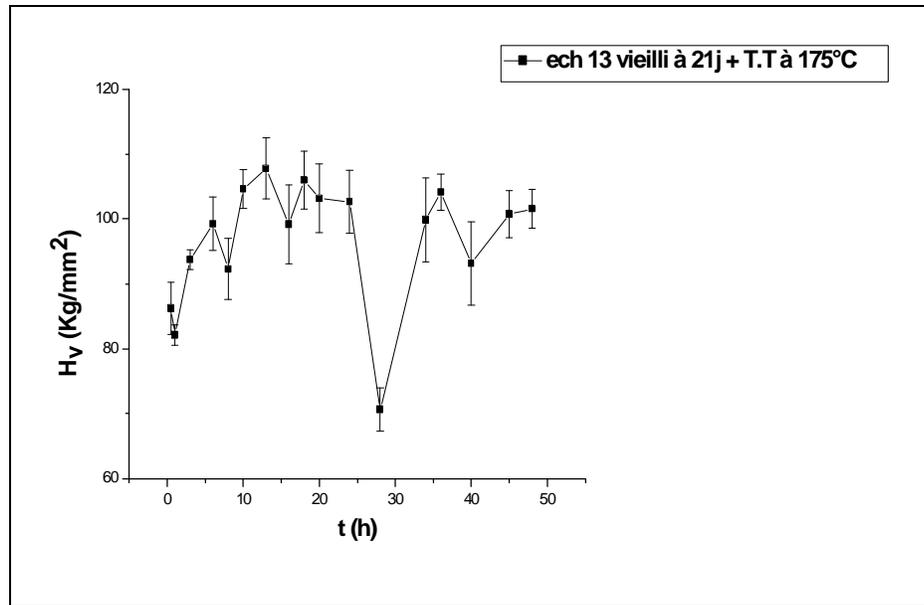


Figure V.33 : Courbe de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisé à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 21 jours et en suite traité à 175°C.

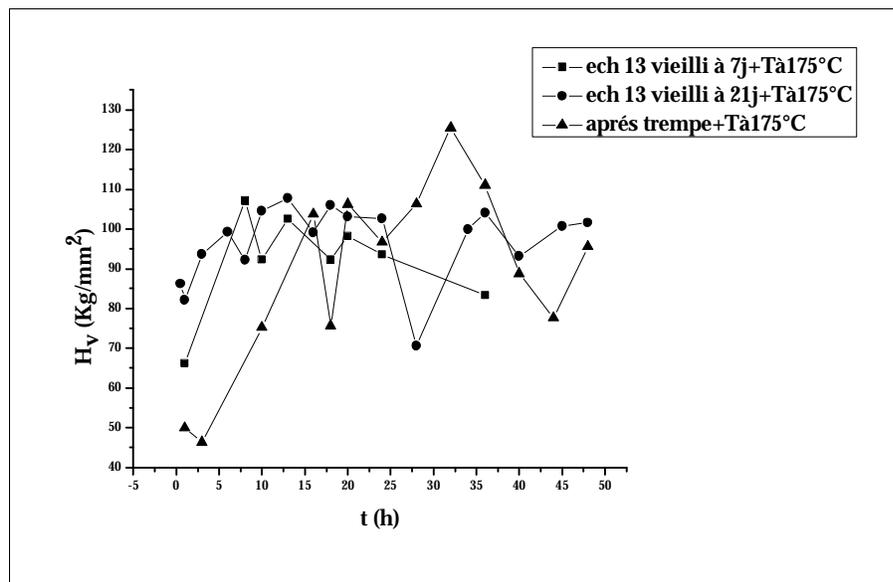


Figure V.34 : Superposition des courbes de microdureté en fonction du temps de l'alliage 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempé puis vieilli naturellement pendant 7-21 jours et ensuite traité 175°C.

## V-6 Effet du cuivre dans ces alliages

Il est bien connu que la présence de cuivre a un grand effet sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si. Cet effet apparaît sur la séquence de précipitation comme il est montré par l'analyse calorimétrique différentielle qui illustre la présence des plusieurs pics supplémentaires dans les échantillons contenant du cuivre (la tôle 13) par rapport à la tôle 09 qui ne contient pratiquement pas de cuivre comme il est représenté sur les figures (V.9), (V.10) et (V.13). La présence des nouvelles phases (la phase précurseur Q') donne une microstructure fine à cause de l'augmentation du taux de germination et le ralentissement de la cinétique de croissance, autrement dit que l'addition de cuivre favorise la cinétique de précipitation et augmente la dureté des alliages Al-Mg-Si. Les traitements thermiques réalisés au cours de ce travail ont une influence apparente sur les propriétés de ces alliages.

Les courbes représentées dans les figures V.35 et V.36 montrent la superposition des courbes de microdureté en fonction du temps des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempés puis vieillis naturellement pendant 7 et 21 jours et ensuite traités à 175°C. Ces courbes montrent une augmentation significative de la dureté des échantillons de l'alliage 13 contenant du cuivre et qui a subi des vieillissements naturel et artificiel.

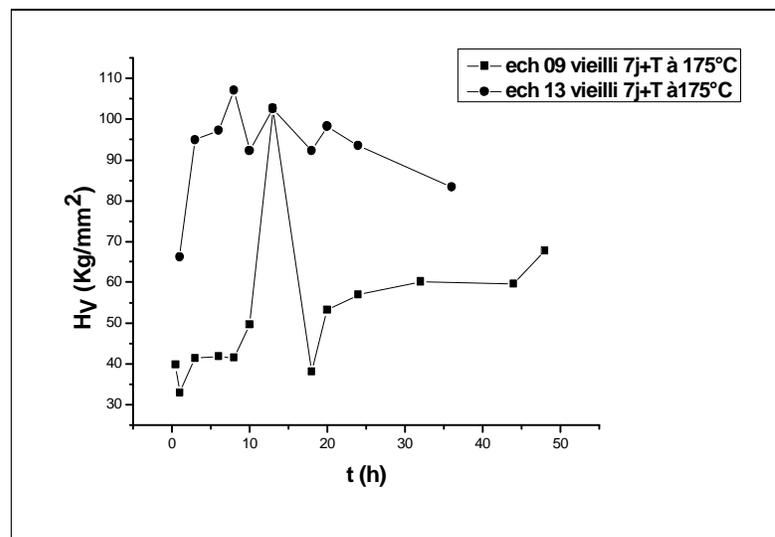


Figure V.35 : Superposition des courbes de microdureté en fonction du temps des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempée puis vieillis naturellement pendant 7 jours et ensuite traités 175°C.

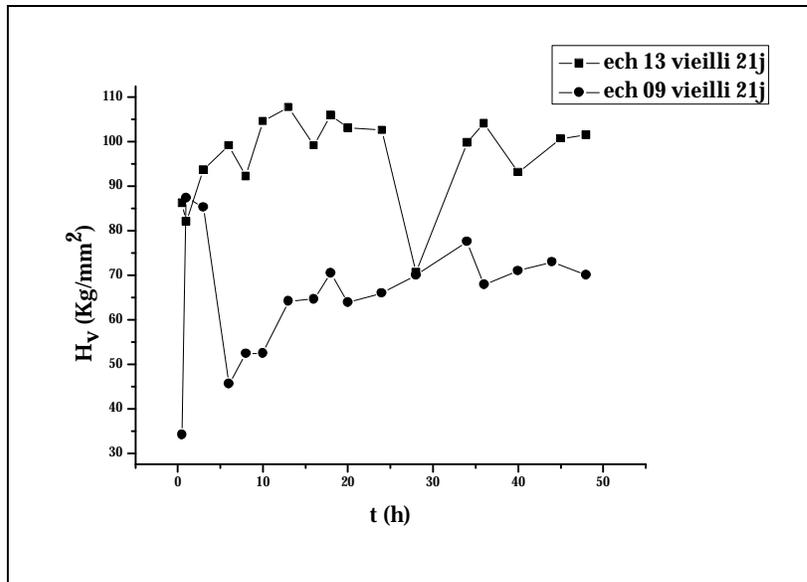
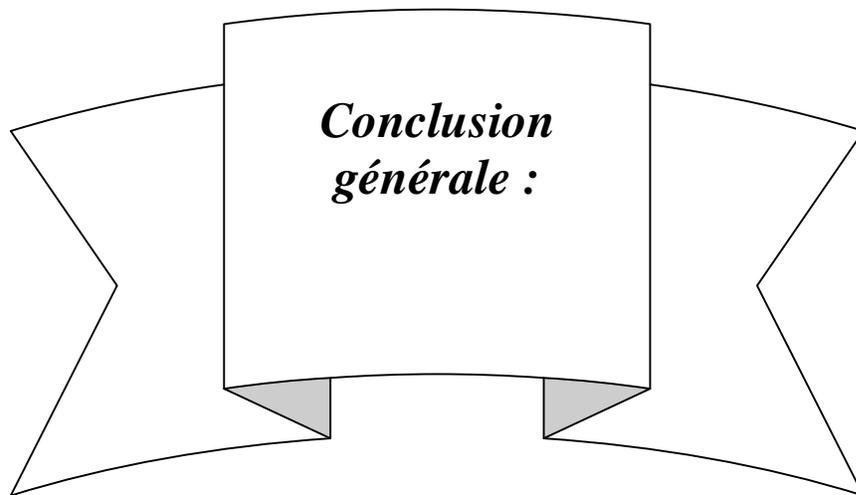


Figure V.36 : Superposition des courbes de microdureté en fonction du temps des alliages 09 et 13 homogénéisés à 550°C pendant 1 heure, trempés puis vieillis naturellement pendant 21 jours et ensuite traités 175°C.



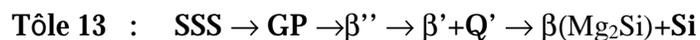
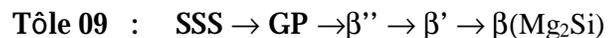
***Conclusion  
générale :***

## Conclusion générale

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif l'étude des réactions de transformations de phases et l'influence de l'adition d'une faible teneur de cuivre sur la stabilité microstructurale et les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si-(Cu). L'étude de l'évolution structurale a été essentiellement basée sur l'analyse calorimétrique, l'observation par microscopie optique, et la mesure de micro dureté.

Les résultats obtenus sont appréciables et peuvent se résumer comme suit :

- ✓ L'observation au microscope optique montre que le cuivre affine la taille moyenne des grains, et donne une micro dureté plus élevée et que l'addition du cuivre est le bénéfique dans l'amélioration des propriétés mécaniques du à l'accélération de la précipitation.
- ✓ Les résultats de la diffraction des rayons X montrent la présence des pics correspondent à la structure c.f.c. de la matrice  $\alpha$ -aluminium. Ces résultats montrent aussi l'existence d'une anisotropie dans la direction de laminage des tôles étudiés.
- ✓ L'analyse calorimétrique différentielle est adaptée pour suivre la cinétique de précipitation. Le calcul de l'énergie d'activation montre que le phénomène de précipitation dans les alliages qui contient de Cu est plus difficile que dans les alliages ne contenant pas cet élément.
- ✓ Sur la base des résultats de DSC, on peut conclure la séquence de précipitation dans les alliages 09 et 13 respectivement:



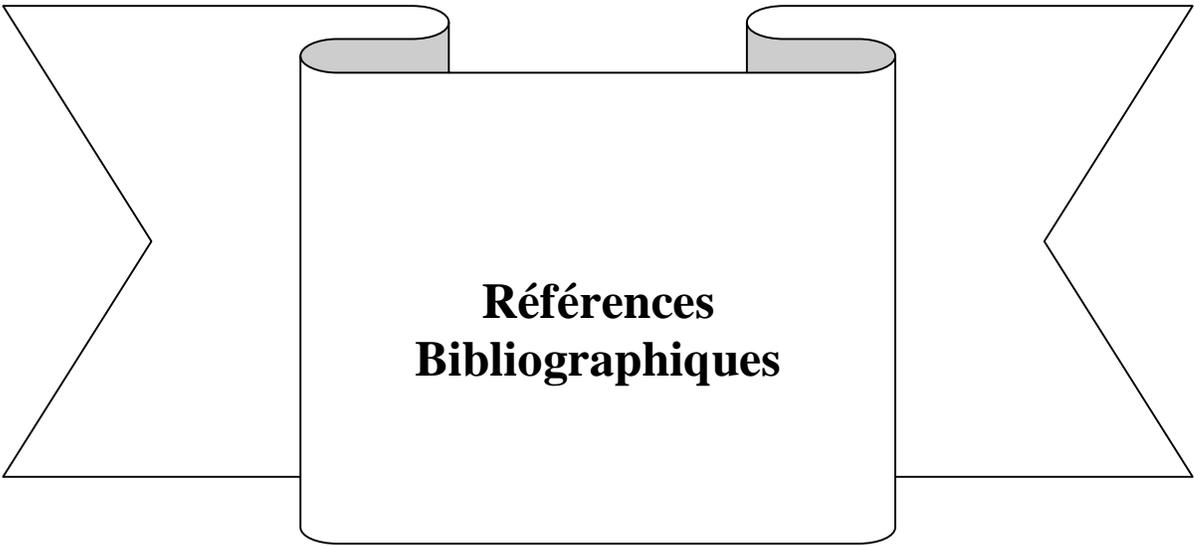
- ✓ L'augmentation de la densité de la phase  $\beta''$  dans les alliages Al-Mg-Si contenant du Cu est dû à la formation rapide de cette phase.
- ✓ Le temps de maintien suffisant pour la précipitation de la phase  $\beta''$  est situé dans l'intervalle de 10 à 40 heures pour les alliages vieillis à 150, 175 et 200°C
- ✓ Le vieillissement naturel a un effet néfaste sur le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si. Cet effet néfaste est du à la formation des zones GP et les agrégats formées à basse température lors du vieillissement naturel.
- ✓ La rapidité de la cinétique de précipitation dans les alliages qui contient de Cu est expliquée par le fait que le Cu réduit légèrement la solubilité de la phase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  pour une composition donnée de l'alliage.

- ▼ La valeur maximale de la microdureté dans le cas des alliages qui contiennent de Cu est atteinte à une température inférieure à celle des alliages qui ne contiennent pas ce dernier élément.

### **Perspectives**

Le travail entrepris a abouti à un certain nombre de résultats accompagnés des interprétations des expériences réalisées, mais il n'en demeure pas moins que cette étude demande des affinements qui font l'objet de nos perspectives de recherche.

- ü Utiliser le MET et le MEB pour mieux appréhender la nature des taches observées par le microscope optique
- ü Étendre l'investigation à d'autres concentrations plus élevées en  $Mg_2Si$  et avec un excès plus important en Si
- ü Rechercher une façon fiable de décomposer les pics non symétriques sur les courbes de DSC



**Références  
Bibliographiques**

## Références Bibliographiques

- [1] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II, Masson et c<sup>ie</sup> éditeurs. Pp.71-92, 1971
- [2] J. Barralis, G. Maeder, *Précis de métallurgie*, Communications actives 5<sup>eme</sup> édition (Paris,1975), pp. 11-14.
- [3] J.P. Bailon et J. M. Dorlot, Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques,pp. 227-242 et 512-520, réimpression, automne,2004, Canada.
- [4] T. Abid. Mémoire de magister. Université de Constantine (2007).
- [5] Marc- Jan de Haas. Université de Groningen (2002).
- [6] Y.Aouabdia. Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [7] M. Dupeux, Aide mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004), pp.105-148.
- [8] F.D.GEUSER. Thèse de doctorat, Université de ROUEN (2005).
- [9] S. Esmaeili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, *Met. Mater. Trans.*, **34(A)**, 2003, pp. 751-762.
- [10] D. G. Eskin, *J.Mate.Sci.*, **38**, 2003,pp. 279-290.
- [11] A. Touil Memoire de magister. Université de Constantine (2007).
- [12] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Introduction à la Science Des Matériaux*, 2<sup>eme</sup> édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne,1995), pp. 191-203
- [13] A. Gaber, N. Afify,A. Gadallah,A. Mossad, H. Temp.H Per.,**31**, 1999. pp. 613-625.
- [14] P. Papon, J. Leblon, PH.E. Meijer, *Physique des transitions de phase*, Dunod Paris 1999, pp.211-230.
- [15] A.K. Jena, A.K. Gupta, M.C. Chaturvedi, *Acta. Metall.*, **37(3)**, 1989, pp. 885-895.
- [16] [D.J. Chakrabarti](#), [Y. Peng](#), [D.E. Laughlin](#), *Mater. Sci. Forum*, **396-402**, 2002, pp. 857-862.
- [17] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *J. Mater. Sci. Lett.*, **19**, 2000, pp. 201-203.
- [18] L. Sagalowicz, G. Lapasset, G. Hug, *Phil. Mag. Lett.*, **74(2)**, 1996, pp. 57-66.
- [19] A.Perovic, D.D. Perovic, Weatherly and D.J.Loyed: *Scrip.Met*, 79, 1999,p.1293.
- [20] L.Lodgaard, N. Ryum, *Mater .Sci.Tech.*, **16**, 2000, pp. 599-604.

- [21] D. Vaumousse, A. Cerezo, P.J. Warren, S.A. Court, *Mater. Sci. Forum.*, **396-402**, 2002, pp. 693-998.
- [22] K. Matsuda, Y. Uetani, T. Sato, S. Ikeno, *Met. Mater. Trans.*, **32A (6)**, 2001, pp.1293- 1299.
- [23] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Met. Mater. Trans.*, **31(A)**, 2000, pp. 361-371.
- [24] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P.A. Buffat, *Phil. Magazine*, **79(11)**, 1999, pp. 2833-2851.
- [25] C. Cayron, Thèse doctorat, Ecole Polytech. Fed. Lausanne, 2000.
- [26] S. Esmaili, D.J. Lloyd, W.J. Poole, *Acta Mater.*, **51**, 2003, pp. 3467-3481.
- [27] S. Esmaili, D.J. Loyd, W.J. Poole, *Acta Mater.*, **51**, 2003, pp. 2243-2257.
- [28] S. Esmaili, W.J. Poole, D.J. Lloyd, **Aluminium 2003**, pp. 177-185.
- [29] D.J. Chakrabarti, B-K. Cheong, D.E. Laughlin " Automotive Alloys II, **Proc. TMS Annual Meeting** in San Antonio, TX, Feb. 1998, ed. Subodh K. Das, TMS, Wrendale, 1998, pp. 63-80.
- [30] L. Sagalowicz, G. Lapasset, G. Hug, *Phil. Mag. Lett.*, **74(2)**, 1996, pp. 57-66.
- [31] K. Matsuda, Y. Uetani, T. Sato, S. Ikeno, *Met. Mater. Trans.*, **32A (6)**, 2001, pp.1293- 1299.
- [32] D.J. Chakrabarti, D.E. Laughlin, *Progress Mater. Sci.*, **49**, 2004, pp. 389-410.
- [33] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Scripta Mater.*, **40(7)**, 1999, pp. 873-878.
- [34] S. Esmaili, D.L. Li, W.J. Poole, *Mate. Lett.*, **59**, 2005, pp. 575-577
- [35] Y.J. Li, S. Brusethaug, A. Olsen, *Scripta Materialia.*, **54**, 2006, pp. 99–103.
- [36] S. Esmaili, D.J. Lloyd, *Mate Char*,**55**, 2005, pp. 307-319.
- [37] S. Esmaili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, *Met. Mater. Trans.*, **34(A)**, 2003, pp. 751-762.
- [38] Y.J.Li, S.Brusethaug, A.Olsen, *Scripta Mater.*,**54**, 2006, 99-103.
- [39] S. Esmaili, D.J. Lloyd, W.J. Poole, *Acta Mater.*, **51**, 2003, pp. 3467-3481.
- [40] W.F. Smith, principles of Materials science and engineering, Mc Graw-Hill,P. 528, 1996.

- [41] R. A. Siddiqui, H.A. Abdullah, K.R. Belushi, *J. Mater. Process. Tech.*, **102**, 2000, pp. 234-240.
- [42] D.J. Chakrabarti, D.E. Laughlin, *Progress Mater. Sci.*, **49**, 2004, pp. 389-410.
- [43] A. Gupta, D.J; Lloyd, S.A. Court, *Mate. Sci. Eng A.*, **316**, 2001, pp. 11-17.
- [44] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum*, **396-402**, 2002, pp. 941-946.
- [45] G.A. Edwards, K. Stillep, G.L. Dunlop, M.J. Couper, *Acta Mater.*, **46(11)**, 1998, pp. 3893-3940.
- [46] A.Gupta, D.J; Lloyd, S.A. Court, *Mate. Sci. Eng A.*, **301**, 2001, pp. 140-146.
- [47] S. R. Yassar, P. D. Field , H. Weiland, *Scripta Materialia.*, **53**, 2005, pp. 299–303.
- [48] S. Esmaili, D.L. Lioyd, W.J. Poole, *Mate. Lett.*, **59**, 2005, pp. 575-577.
- [49] L. Zhen, S.B. Kang, *Mate. Letter.*, **37**, 1998, pp. 349-353.
- [50] M. Gavgali, Y. Totik, R. Sadeler., *Mate Lett* **57**, 2003, pp. 3713-3721.
- [51] A.Boushasa. Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [52] T. Ozawa, *J. Ther. Anal.*, **2**, 1970, pp. 301-324
- [53] Q. Lou, D.G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, *Acta. Metall. Mater.*, **41(3)**, 1993, pp. 769-797.
- [54] A. Fattah, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temp - High Press*, **31**, 1999, pp. 613-625.
- [55] Y. Ohmori, L.C. Doan, K. Nakai, *Mater. Trans.*, **43(2)**, 2002, pp. 246-255.
- [56] L.C .Doan, Y.Ohmori, K. Nakai, *Mater. Trans, JIM.*, **41(2)**, 2002, pp. 300-305.
- [57] Z. Guo, W. Sha, *Mate. Sci. Eng A.*, **392**, 2005, pp. 449-452.
- [58] F.Serradj. Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [59] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Met. Mater. Trans.*, **31(A)**, 2000, pp. 361-371.
- [60] K. Matsuda, Y. Uetani, T. Sato, S. Ikeno, *Met. Mater. Trans.*, **32A (6)**, 2001, pp.1293- 1299.
- [61] A. Gaber , A. M. Ali, K. Matsuda, T. Kawabata, T. Yamazaki, S. Ikeno., *Journal of Alloys and Compounds* **432** (2007) 149–155.
- [62] A.K. Jena, A.K. Gupta, M.C. Chaturvedi, *Acta. Metall.*, **37(3)**, 1989, pp. 885-895.

- [63] A. Gaber, A. M. Ali, K. Matsuda, T. Kawabata, T. Yamazaki, S. Ikenob., *Journal of Alloys and Compounds* **432** (2007) 149–155.

دراسة التحولات الطورية و تأثير النحاس علي البنية الحبيبية علي سبائك الألمنيوم

## Al-Mg-Si(-Cu)

### ملخص

اعتبنا خلال عملنا في هذه المذكرة بدراسة سبيكتين من سبائك الألمنيوم التي تنتمي إلي صنف من الصناعية ذات التصليد البنيوي. هذه السبائك لها أهمية في صناعة السيارات و الطائرات. سبائك الألمنيوم اننا نقوم في هذا البحث بدراسة التحولات الطورية في هذه السبائك وكذلك تأثير النحاس علي البنية الحبيبية لهذه السبائك وخواصها الميكانيكية.

تمت دراسة هذه الصفائح بواسطة عدة وسائل تلابيرية. فلقد اعتمدنا أساسا علي التحليل الحراري التفاضلي، قياس الصلادة، المجهر الضوئي، حيود الأشعة السينية. بعد تحليل النتائج المحصل عليها نلخص النتائج المحصل عليها فيما يلي:

لقد تتبعنا آلية الترسيبات في هذه الصفائح بواسطة التحليل الحراري التفاضلي و قد بينت أن وجود النحاس و أدى الي ترسب طور آخر  $Q'$  الذي يؤدي  $\beta$  يسرع من حدوث هذه التحولات و رفع كثافة الطور " بدوره إلى رفع صلادة السبيكة المدروسة. إن تأثير النحاس هو تقليص حجم الحبيبات و تحسين بصفة عامة الخواص الميكانيكية لهذه السبائك.

**الكلمات الدالة:** السبائك Al-Mg-Si(-Cu) ، آلية الترسيبات في السبائك Al-Mg-Si، التحليل الحراري

التفاضلي، الطور"  $\beta$ ، الطور  $Q'$

## **Abstract**

In this work, we are interested to study two sheets of aluminium alloys of 6000 serie. These alloys are age hardening industrial. The Al-Mg-Si alloys have a great interest in the industry of car and the aerospace applications.

The aim of memory is the study of reactions of transformations of phases and the influence of the addition of a low copper content on the microstructural stability and the mechanical properties of the Al-Mg-Si alloys.

For the characterization of these materials, we have used various experimental techniques such as differential calorimetric analysis (DSC), optical microscope, microhardness measurements and the X-rays diffraction.

The precipitation kinetics was followed by the differential calorimetric analysis and shows that the presence of copper accelerates the reactions of transformations, increases the density of the  $\beta''$  phase and gives arise to the precipitation of the metastable Q' phase. The effect of copper is to refine the average size of the grains size and improves which improves the mechanical properties of the Al-Mg-Si alloys.

**Keywords:** Al-Mg-Si-(Cu) alloys, Precipitation kinetics in AlMgSi alloys, differential scaning calorimety,  $\beta''$  phase, Q' phase.

## Résumé

Dans le cadre de ce travail, nous sommes intéressés par l'étude de deux tôles des alliages AlMgSi. Ce type d'alliages à durcissement structural sont demandés d'être utilisés industriellement. Les alliages Al-Mg-Si-(Cu) ont un grand intérêt dans l'industrie d'automobile et les applications aérospatiales.

Ce mémoire a pour objectif d'étudier les réactions de transformations de phases et l'influence de l'addition d'une faible teneur de cuivre sur la stabilité microstructurale et les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si-(Cu).

Pour la caractérisation de ces échantillons nous avons utilisé différentes techniques expérimentales telles que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), le microscope optique, la microdureté et la diffraction des rayons X.

La cinétique de précipitation a été suivie par l'analyse calorimétrie différentielle qui a montré que la présence de cuivre accélère les réactions de transformations, augmente la densité de la phase  $\beta''$  et donne naissance de la précipitation de la phase métastable  $Q'$  qui font augmenter d'une manière globale la dureté des alliages. L'effet du cuivre est d'affiner la taille moyenne des grains et améliore les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si.

**Mots clés :** alliages Al-Mg-Si-(Cu), cinétique de précipitation dans les alliages AlMgSi,

calorimétrie différentielle à balayage, phase  $\beta''$ , phase  $Q'$ .