

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET**  
**DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**  
**UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE**  
**FACULTE DES SCIENCES**  
**DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

**N° d'ordre :**

**Série :**

**MEMOIRE**

Présenté pour obtenir le diplôme de magister en physique

**SPECIALITE: SCIENCES DES MATERIAUX**

**OPTION: METALLURGIE**

Thème :

**ETUDE CALORIMETRIQUE  
ET MICROSTRUCTURALE  
DES ALLIAGES Al-Mg-Si**

Présenté par :

**FARES SERRADJ**

Soutenu le: 22/06/2005

**DEVANT LE JURY:**

<b>PRESIDENT :</b>	S. HAMAMDA	Prof. Université Mentouri de Constantine
<b>RAPPORTEUR :</b>	R.GUEMINI	M.C. C. Universitaire d'Oum El Bouaghi
<b>EXAMINATEURS :</b>	R.BENSAHA	Prof. Université Mentouri de Constantine
	A.BOUDJADA	M.C. Université Mentouri de Constantine
	A.BOUBERTAKH	M.C. Université Mentouri de Constantine

## REMERCIEMENTS

*L'étude présentée dans ce mémoire a été effectuée dans sa totalité au Laboratoire des « Propriétés Thermodynamiques et Traitements de Surface des Matériaux » du département de physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri de Constantine.*

*Je veux exprimer ma sincère gratitude à Monsieur R. Guemini, mon Encadreur de mémoire, pour sa disponibilité, pour ses conseils, pour ses orientations et pour son aide dans la rédaction du mémoire et l'interprétation des résultats.*

*J'exprime ma gratitude à Monsieur S. HAMAMDA, professeur au Département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri de Constantine pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à messieurs, R. BENSALHA, professeur au Département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri de Constantine de Conférences, A. BOUBERTAKH, Maître de Conférences à l'Université Mentouri de Constantine, A. BOUDJADA, Maître de Conférences à l'Université Mentouri de Constantine, qui ont accepté pour participer aux jury de ce mon jury, malgré leurs nombreuses obligations.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements au Prof. N. ROUAG, professeur à l'Université Mentouri de Constantine, qui m'ont facilité l'accès dans leurs laboratoires, je les remercie pour leurs encouragements.*

*Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, en particulier l'équipe du laboratoire des « Propriétés Thermodynamiques et Traitements de Surface des Matériaux ».*

## TABLE DES MATIERES

Introduction.....	06
<b>Chapitre I : Aluminium et ses alliages.....</b>	<b>08</b>
I. 1 Aluminium.....	09
I. 2 Utilisations d'aluminium et de ses alliages.....	09
I. 3 Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium.....	10
I. 4 Classification des alliages d'aluminium.....	11
I. 4. 1 Alliages sans durcissement structural.....	11
I. 4. 2 Alliages à durcissement structural.....	12
I. 5 Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	14
I. 5. 1 But des traitements thermiques.....	14
I. 5. 2 Principaux traitements thermiques.....	14
I. 5. 2. 1 Traitements d'homogénéisation.....	14
I. 5. 2. 2 Traitements d'adoucissement.....	14
I. 5. 2. 3 Traitements de durcissement structural .....	14
a- La mise en solution.....	15
b- La trempe.....	15
I. 5.3 Durcissement structural des alliages d'aluminium.....	15
a- Zones de Guinier et Preston (G.P) .....	16
b- Composés intermétalliques.....	16
<b>Chapitre II : Généralités sur les processus de précipitation.....</b>	<b>17</b>
II Généralités sur les processus de précipitation.....	18
II. 1 Introduction.....	18
II. 2 Germination et croissance des précipités.....	19
II. 2. 1 Germination homogène.....	19
II. 2. 2 Germination hétérogène.....	21
II. 2. 3 Croissance des précipités.....	23
a- Interface cohérente.....	23
b- Interface semi-cohérent.....	23

c- Interface incohérente.....	23
II. 2. 4 Coalescence des précipités.....	25
II. 3 Cinétique de transformation de phase (Théorie d'Avrami) .....	25
<b>Chapitre III : Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....</b>	<b>28</b>
III. 1 Les alliages Al-Mg-Si.....	29
III. 2 Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....	30
III. 3 Dispersoïdes.....	35
<b>Chapitre IV : Matériaux étudiés et méthodes expérimentaux.....</b>	<b>37</b>
IV. 1 Matériaux étudiés.....	38
IV. 1. 1 Choix et analyse des alliages.....	38
IV. 1. 2 Traitements thermiques.....	38
IV. 1. 3 Préparation des alliages.....	39
IV. 2 Méthodes expérimentaux.....	40
IV. 2. 1 Microscope optique (MO) .....	40
IV. 2. 2 Microscope électronique à balayage (MEB) .....	40
IV. 2. 3 Analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	40
IV. 2. 4 Microdureté.....	41
IV. 2. 5 Diffraction des rayons X (DRX) .....	42
IV. 2. 6 Détermination de la taille des grains.....	42
<b>Chapitre V : Résultats et discussions.....</b>	<b>43</b>
V. 1 Etude micrographique par microscope optique.....	44
V. 1. 1 Etat Brut.....	44
V. 1. 2 Evolution de la microstructure en fonction des traitements thermiques.....	44
V. 1. 2. a Montée de température.....	44
V. 1. 2. b Etat d'homogénéisation .....	51
V. 1. 2. c Vicillissement.....	51
V.2 Etude micrographique par microscope électronique à balayage.....	56
V. 2. 1 Composition chimique des particules .....	56
V. 3 Etude par DSC.....	60
V. 3. 1 Alliage (01) à l'état brut.....	60

V. 3. 2 Alliage (01) après homogénéisation.....	60
V. 3. 3 Alliage (12) à l'état brut.....	60
V. 3. 4 Alliage (12) après homogénéisation.....	62
V. 3. 5 Alliage (13) à l'état brut.....	62
V. 3. 6 Alliage (13) après homogénéisation.....	62
V. 4 La cinétique de transformation .....	66
V. 5 Microdureté .....	70
V. 5. 1 L'évolution de la microdureté en fonction de la température .....	70
V. 5. 2 Isotherme de microdureté aux trois alliages d'aluminium.....	72
V. 5. 3 L'effet de vieillissement naturel .....	75
V. 6 Résultats de diffractométrie.....	77
Conclusion .....	81
Références.....	82

## INTRODUCTION:

Parmi les alliages d'aluminium, ceux appartenant à la famille Al-Mg-Si continuent à être le centre d'intérêt de plusieurs travaux de recherche en science des matériaux. Leur grande utilisation dans l'industrie automobile et aéronautique dépend largement de leurs caractéristiques mécaniques et thermiques. Leur mise en forme par laminage et filage à la presse est facile. Les alliages Al-Mg-Si possèdent de bonne résistance à la corrosion.

Les bonnes propriétés mécaniques peuvent être améliorées, comme pour tous les alliages d'aluminium, par des traitements thermiques suivis d'un revenu ou de traitements de vieillissement. Le comportement des alliages Al-Mg-Si durant le vieillissement après trempe est délicat puisque les premières étapes de décomposition de la solution solide sursaturée ne sont pas directement décelable par les techniques expérimentales utilisées. Le processus de la décomposition de la solution solide sursaturée est principalement lié au mode d'élimination des lacunes.

Le sujet de ce mémoire que nous entamons s'inscrit dans ce sens et aura pour objectif essentiel de comprendre la séquence de la précipitation, et suivre l'évolution structurale et de la microdureté dans les alliages Al-Mg-Si sous forme de tôles. L'effet des éléments d'addition et en particulier l'effet du cuivre et l'excès de silicium sur la microstructure des alliages à base d'aluminium Al-Mg-Si a eu un intérêt important dans notre étude.

Nous proposons dans la présente étude d'apporter une contribution à l'étude du durcissement structural et d'apporter une meilleure compréhension des transformations de phases des alliages Al-Mg-Si. La microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, l'analyse chimique par EDAX, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), les mesures de microdureté et la diffraction des rayons X sont les principales méthodes expérimentales utilisées.

En plus de l'introduction, le mémoire comprendra un premier chapitre consacré à l'aluminium et ses alliages. Le second chapitre est consacré à la précipitation, la germination et la croissance des précipités. Le troisième chapitre donne la synthèse des résultats obtenus lors de l'étude de la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.

Le quatrième chapitre est limité à la présentation des matériaux étudiés, à la préparation des alliages et à la description des techniques expérimentales utilisées.

Le cinquième chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus et ainsi qu'à leurs interprétations.



# CHAPITRE I

## ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

## **I. 1. ALUMINIUM**

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle. C'est le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [1].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2,7 g/cm<sup>3</sup>. Ses températures de fusion et d'ébullition sont respectivement 660°C et 2056 °C.

La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium. Elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide. Cependant, la séparation de l'aluminium du minerai est un procédé délicat. Le procédé utilisé dans l'industrie " Hall Héroult " est un procédé de purification électrolytique.

L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et à toutes modalités de soudage. Au chauffage il présente une aptitude au grossissement du grain, ce qui altère la plasticité.

L'aluminium est un très bon conducteur d'électricité, et non magnétique. Il résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); qui le protège contre les ravages de l'air, de la température, de l'humidité et des attaques chimiques. L'alumine est un composé très dur. A température ambiante, l'alumine est insoluble dans tous les composés chimiques courants, et mauvais conducteur d'électricité. Elle présente une température de fusion élevée, légèrement supérieure à 2000°C.

## **I. 2. UTILISATIONS D'ALUMINIUM ET DE SES ALLIAGES**

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines de l'industrie et de la vie quotidienne: constructions aéronautique, automobile, ferroviaire et navale (superstructures et équipements); dans le bâtiment (toitures, façades, aménagement intérieur); dans l'industrie électrique (câbles et appareillages); pour la fabrication d'appareils ménagers, l'emballage, la décoration.

L'aluminium est peu utilisé à l'état pur, sauf en miroiterie, du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 kg/mm<sup>2</sup>), d'où son utilisation sous forme d'alliages. En effet, l'addition contrôlée des éléments d'alliages tels que: le cuivre, le silicium, le

magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc, le cobalt améliorent les propriétés mécaniques.

Les alliages d'aluminium du type Al-Mg, Al-Mg-Mn et Al-Mg-Si sont les plus répandus dans le domaine du bâtiment et en architecture.

### **I. 3. LES ELEMENTS D'ADDITION DANS LES ALLIAGES D'ALUMINIUM**

Le durcissement structural de l'aluminium est obtenu par l'ajout d'éléments d'addition. Ces derniers peuvent être soit en solution soit sous forme de précipités, tableau I.1 [2]. Les éléments d'addition et, en particulier, les éléments de transitions, jouent un rôle très important dans la métallurgie de l'aluminium [2].

La teneur des éléments d'addition est limitée par le facteur de solubilité. Les éléments d'addition les plus répandus dans les alliages Al-Mg-Si sont le cuivre, le magnésium, le manganèse, le zinc, le fer et le silicium. Ces derniers ont plus ou moins une influence sur les caractéristiques du métal. Ils peuvent en même temps être améliorer ou détériorer les autres propriétés physiques, chimiques et technologiques de l'aluminium pur [3]. Un certain nombre d'éléments d'addition sont rajoutés dans certains alliages pour lui donner une propriété particulière [4].

Les alliages à base d'aluminium contiennent habituellement une certaine quantité de cuivre, de manganèse et de fer suite à la méthode d'élaboration de ces alliages. Ces éléments peuvent être aussi ajoutés délibérément pour fournir les propriétés matérielles spéciales. La présence de magnésium améliore la trempabilité du matériel. Le manganèse est habituellement ajouté pour réduire les effets néfastes des impuretés comme le fer et le silicium, éléments d'addition les plus répandus dans les alliages Al-Mg-Si. Les éléments d'alliage peuvent entrer partiellement dans la solution solide  $\alpha$  et former en partie les particules intermétalliques. La composition des composés intermétalliques dépend du procédé de solidification lors de l'élaboration de l'alliage. Les joints de grain sont généralement les sites de précipitation les plus préférés.

Parmi tous les éléments d'addition, le fer est probablement le plus important, parce qu'il a une affinité avec plusieurs éléments d'addition tel que Mn, Cr et Si. Il peut former ainsi une large gamme de composés intermétalliques tel que  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn}, \text{Fe})_3\text{Si}_2$

et  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$ . Ces composés intermétalliques sont nuisibles aux propriétés mécaniques des alliages lorsque leur taille excède les  $3\ \mu\text{m}$  [2]. En revanche, ils présentent l'avantage de la résistance au fluage à hautes températures.

Les éléments Mn et Cr se caractérisent par une faible solubilité dans les alliages d'aluminium. L'introduction de Mn et Cr modifie de façon général la forme et éventuellement la taille des grains [5] et améliore la ductilité et la ténacité. Mn et Cr sont souvent utilisés dans les alliages d'aluminium pour éviter la recristallisation au cours de la mise en solution.

L'addition de Mn aux alliages d'aluminium facilite la précipitation dans les joints de grain. L'introduction de Mn réduit la proportion de Si en solution dans les alliages Al-Mg-Si par la formation des précipités de type  $\text{AlMnSi}$  et réduit ainsi la précipitation de Si et de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  dans les joints de grain [6].

#### **I.4 CLASSIFICATION DES ALLIAGES D'ALUMINIUM**

Les alliages d'aluminium les plus répandus sont Al-Cu, Al-Si, Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Si, Al-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu. A l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques tels que  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (phase  $\theta$ ),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (phase  $\beta$ ). Il existe deux grandes classes d'alliages d'aluminium déformés plastiquement : les alliages à durcissement par déformation et les alliages à durcissement par précipitation [7].

##### **I.4.1 Alliages sans durcissement structural**

Différents mécanismes de durcissement interviennent dans ces alliages pour moduler les propriétés mécaniques.

- ✓ Le durcissement par écrouissage, telle que la déformation par laminage, étirage, tréfilage, permet d'accroître la limite élastique au détriment de l'allongement. La restauration des propriétés initiales des alliages peut être obtenue suite au traitement thermique approprié.
- ✓ Le durcissement par addition en solution : la présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés accrues de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement le durcissement par écrouissage.

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

Les principales séries d'aluminium sont listées dans le tableau I.2.

Les alliages Al-Mn (série 3000) et Al-Mg (série 5000) sont les principales familles d'alliages d'aluminium sans durcissement structural.

#### I.4.2 ALLIAGES A DURCISSEMENT STRUCTURAL

Le durcissement structural est obtenu par un processus comportant :

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

Les principales familles d'alliages de ce type sont : Al-Cu (série 2000), Al-Si (série 4000), Al-Mg-Si (série 6000) et Al-Zn-Mg (série 7000).

Elément d'addition	Type de particule	Structure cristalline	Paramètre de réseau	Cohérence
Mn	$Al_{15}Mn_3Si_2$	Cubique	a = 1.26 nm	incohérent
	$Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$	Cubique	a = 1.26 nm	incohérent
	$Al_{12}(Mn,Fe)_3Si_2$	Cubique		
Cr	$Al_{15}(Cr,Fe)_3Si_2$	Cubique centrée	a = 1.26 nm	incohérent
	$Al_{18}Cr_3Mg_3$	CFC	a = 1.47 nm	

Tableau I.1 : Composition chimique et structure cristalline des particules (dispersoïdes) contenant Mn et Cr.

Série	Principaux éléments d'alliage	Série	Principaux éléments d'alliage
1xxx	Aluminium pur à 99.99%	5xxx	Mg
2xxx	Cu	6xxx	Mg, Si
3xxx	Mn	7xxx	Zn, Mg
4xxx	Si	8xxx	Autres

Tableau I.2: Désignation des alliages d'aluminium.

## **I. 5. TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES D'ALUMINIUM :**

### **I. 5. 1 BUT DES TRAITEMENTS THERMIQUES :**

Les traitements thermiques se proposent de modifier les propriétés du matériau afin de l'adapter à une utilisation précise. Généralement, les traitements thermiques entraînent la variation des caractéristiques telles que : La conductivité électrique, la résistance mécanique, l'aptitude au filage et à l'emboutissage, la résistance au fluage ...etc.

### **I. 5. 2 PRINCIPAUX TRAITEMENTS THERMIQUES :**

**Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium sont classés en trois principales catégories :**

#### **I. 5. 2. 1 TRAITEMENTS D'HOMOGENEISATION :**

Les traitements d'homogénéisation consistent à maintenir pendant des temps de maintien à une température assez élevée les produits à l'état brut ou après déformation, pour en faciliter leurs transformations ultérieures (filage, laminage, usinage...etc.). Ils peuvent minimiser les gradients de composition obtenus durant la solidification.

Les traitements d'homogénéisation sont fonction de la durée et la température des traitements thermiques qui dépendent généralement de la massivité de pièces, de la composition des alliages et de l'importance des ségrégations. Les domaines des températures d'homogénéisation s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium [8].

#### **I. 5. 2. 2 TRAITEMENTS D'ADOUCCISSEMENT :**

Les traitements d'adoucissement par recuit ou restauration sont généralement effectués aux alliages écrouis. Les courbes isothermes d'adoucissement présentent généralement, le réarrangement des dislocations dans les alliages (restauration). La recristallisation partielle se caractérise par l'apparition d'orientations différentes et de la croissance rapide des grains.

#### **I. 5. 2. 3 TRAITEMENTS DE DURCISSEMENT STRUCTURAL :**

Ce type de traitement, spécifique aux alliages à durcissement structural comprend la mise en solution, la trempe et le durcissement ou maturation.

#### **a- LA MISE EN SOLUTION :**

Le traitement de mise en solution consiste en un maintien à une température située entre 450°C et 590°C suivant les alliages. Il a pour but de solubiliser les éléments durcissants précipités au cours des transformations antérieures ou au cours d'un refroidissement lors de l'élaboration du matériau. La mise en solution s'effectue généralement à la température la plus haute possible, pour augmenter à la fois la solubilité et la vitesse de diffusion des éléments. Le dépassement de la température limite entraîne un risque de fusion locale principalement localisée aux joints de grains en cas de ségrégation importante. Il est important de faire précéder la mise en solution par un traitement d'homogénéisation.

#### **b- LA TREMPE :**

La trempe a pour but de conserver, dans l'état sursaturé à la température ambiante, la solution formée à haute température. Ce résultat est obtenu par un refroidissement à une vitesse supérieure à la vitesse critique de trempe afin d'éviter toute décomposition de la solution solide. La vitesse critique de trempe varie d'un alliage à l'autre et elle dépend de la vitesse de diffusion des éléments.

Certains alliages sont autotrepants, c'est à dire que la solution solide sursaturée est conservée par un simple refroidissement à l'air. D'autres alliages ont des vitesses critiques de trempe élevées. Même lorsqu'ils sont sous forme de tôles minces, ils doivent être trempés à l'eau pour empêcher la décomposition de la solution solide sursaturée. Dans la pratique industrielle, en plus des traitements de mise en solution et de trempe, l'écrouissage et l'attente entre trempe et revenu sont deux facteurs qui ont une influence sur les propriétés mécaniques.

#### **I. 5. 3 DURCISSEMENT STRUCTURAL DANS LES ALLIAGES D'ALUMINIUM :**

C'est au début du XX<sup>ème</sup> siècle, que WILM [9] en étudiant un alliage Al-Cu constata par hasard une évolution de l'état trempé se traduisant par une augmentation de la dureté en fonction du temps à la température ambiante.

L'évolution de la structure après la trempe est appelée durcissement structural. Au cours de ce traitement, après une période d'incubation, la dureté augmente jusqu'à une valeur maximale avant de décroître si on prolonge le traitement. Cette évolution se traduit par la décomposition partielle de la solution solide sursaturée obtenue



préalablement par trempe. Les différentes étapes de cette décomposition sont schématisées ci-dessous :

Solution Solide Sursaturée (SSS) → Zones de Guinier et Preston (G.P) [10,11] → Un ou plusieurs composés intermétalliques de transition → Composé intermétallique d'équilibre.

#### I. 5. 3.1 ZONES DE GUINIER -PRESTON (G.P) :

Elles apparaissent lors du maintien de la solution sursaturée à la température ambiante ou une température peu élevée. Ces zones sont constituées par les rassemblements des atomes de soluté qui conservent cependant leurs places aux nœuds du réseau de la matrice. Elles peuvent se présenter sous différentes formes : planes, sphériques suivant les alliages, et peuvent contenir une ou plusieurs sortes d'atomes [10,11].

#### I. 5. 3. 2 COMPOSÉS INTERMETALLIQUES :

Au cours du revenu, les zones G.P sont remplacées progressivement par des composés intermétalliques. En général, on observe la formation d'une ou plusieurs phases de transition, avant l'obtention des composés intermétalliques d'équilibre. Ces derniers peuvent être de formes diverses (aiguilles, bâtonnets, sphères, plaquettes...etc.).

Le durcissement peut être réversible à la suite de certains traitements thermiques. En effet les propriétés mécaniques telles que la dureté et la limite élastique d'un alliage, vieilli à une température permettant la formation des zones G.P, peuvent être ramenées à celles de l'état trempé si cet alliage est porté ensuite à une température supérieure. Ce phénomène est appelé phénomène de réversion.

Pour la plupart des alliages à durcissement structural les zones G.P dont la taille est inférieure à une valeur critique  $r_c$ , redissolvent pour une température supérieure à celle nécessaire pour leur formation.

Les caractéristiques mécaniques des alliages légers à durcissement structural peuvent être modulées en agissant sur les deux paramètres: le degré d'avancement de la précipitation et la distribution des précipités. Le premier paramètre peut être modifié par le choix de la température et par la durée du revenu. Le second paramètre dépend de différents facteurs pouvant influencer la germination des composés intermétalliques.

## CHAPITRE II

# GENERALITES SUR LES PROCESSUS DE PRECIPITATION

## II. GENERALITES SUR LES PROCESSUS DE PRECIPITATION

### II.1 INTRODUCTION

Tout système hors d'équilibre minimise son énergie par un réarrangement atomique qui s'effectue par diffusion des atomes et des défauts de structure pour atteindre un état d'équilibre stable ou métastable. L'apparition de la nouvelle phase au sein d'une matrice sursaturée commence par des fluctuations dans l'arrangement atomique (étape dite de pré précipitation) ou il y a regroupement des atomes de mêmes espèces en amas appelés zones de Guinier et Preston (G.P). L'évolution de ces amas donne naissance à des embryons de la nouvelle phase appelés souvent zones G.P.2, qui seront parfois instables et peuvent ainsi disparaître ou germer suite à un traitement thermique approprié tel que le vieillissement. Les germes peuvent croître jusqu'à l'état d'équilibre et donner ainsi lieu à la formation directe de la phase d'équilibre. Ils peuvent aussi passer d'abord par des états intermédiaires instables dont l'évolution peut conduire à la phase d'équilibre.

Il existe deux types de précipitations : la précipitation discontinue et la précipitation continue.

On dit que la précipitation est discontinue lorsque, pendant la transformation de phase, le cristal est divisé en deux régions : l'une où la transformation est complète et l'autre où la solution solide est encore sursaturée. Elle nécessite donc la germination et la croissance de cellules constituées de produits biphasés (lamelles de la seconde phase noyées dans la matrice d'équilibre). Partant de la solution solide  $\alpha$ , on obtient donc un mélange d'une solution solide  $\alpha'$  appauvrie et réorientée ou non par rapport à la phase  $\alpha$ , et d'une phase nouvelle  $\beta$  dispersée dans  $\alpha$ . Au cours du vieillissement, le paramètre du réseau varie d'une façon discontinue.

La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment jusqu'à sa valeur d'équilibre. Cette précipitation conduit donc, au moins dans un premier temps, à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés qui grossissent par le drainage des atomes de soluté.

Cependant, dans des conditions thermiques données, ces précipités n'ont pas tous la même probabilité d'apparition. Les relations cristallographiques entre la phase mère et le produit de la précipitation déterminent les énergies associées à l'interface  $\alpha/\beta$  et l'énergie élastique emmagasinée dans la matrice et dans l'embryon. Au cours de la décomposition de la solution solide sursaturée, le paramètre du réseau varie alors de façon continue.

## II.2. GERMINATION ET CROISSANCE DES PRECIPITES

### II.2.1 GERMINATION HOMOGENE

Une transformation homogène est caractérisée par le passage graduel de l'alliage par une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final. La germination homogène apparaît donc complètement au hasard à travers tout l'alliage [12]. Aux températures où la mobilité atomique est appréciable, des réarrangements locaux des diverses espèces d'atomes se produisent continuellement. Le modèle le plus simple suppose que les germes produits présentent la même structure et la même composition que la phase d'équilibre [13,14]. Ces hypothèses laissent la forme et la taille de l'embryon comme seuls paramètres. Le bilan de variation d'enthalpie est donné par l'expression:

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

Où:

$\Delta G_v$  : la variation d'enthalpie libre volumique

$\Delta G_s$  : la variation d'enthalpie libre superficielle

$\Delta G_d$  : la variation d'enthalpie de déformation.

Le terme  $\Delta G_d$  est généralement négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination (germe de très petite dimension).

Les deux autres termes de variations d'enthalpie libres sont étroitement liés aux dimensions du germe. Dans le cas d'un grand germe sphérique on a :

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

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

Où  $G_\beta$  et  $G_\alpha$  sont les enthalpies libres spécifiques des phases  $\beta$  et  $\alpha$  respectivement et  $\delta$  l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface  $\alpha/\beta$ .

Par substitution dans l'équation (II.1) on a alors :

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

Elle englobe deux termes, l'un négatif  $\Delta G_v$  et l'autre positif  $\Delta G_s$ . Une valeur critique du rayon  $r_c$  du germe est déterminée par la condition:

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

d'où  $r_c = -2\delta / (G_\beta - G_\alpha) \dots \dots \dots (II.6)$

Si  $r < r_c$  alors  $d\Delta G/dr > 0$ . Ceci signifie que pour tout germe de rayon inférieur au rayon critique, une augmentation du rayon doit entraîner un accroissement de l'enthalpie libre de l'alliage, ce qui est impossible.

Dans le cas où  $r > r_c$ , on a  $d\Delta G/dr < 0$ , ce qui signifie que toute croissance du germe de rayon supérieur à  $r_c$  entraîne une diminution de l'enthalpie libre de l'alliage, c'est à dire un accroissement de la stabilité (figure II.1) [15].

En résumé, la théorie de la germination et de la croissance tient compte du fait qu'une barrière d'énergie doit être franchie afin que les embryons puissent se stabiliser. Cette barrière d'énergie résulte du compromis existant entre une énergie de volume qui stimule la germination et l'énergie de création de l'interface qui retarde celle-ci.

## II.2.2 GERMINATION HETEROGENE

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

Dans le cas d'un joint de grain, l'enthalpie libre de formation d'un germe sur un joint de grain,  $\Delta G_j$ , est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice,  $\Delta G_m$ , par la relation:

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - 3\cos\theta + \cos 3\theta) \quad [16] \dots \dots \dots (II.7)$$

Où  $\theta$  est l'angle d'équilibre de tensions (figure II. 2) [15].

Les deux germes sont donc critiques pour une même valeur du rayon, mais l'enthalpie libre du germe critique est beaucoup plus faible dans le joint que dans la matrice. Cette différence entre les enthalpies libres de formation des embryons fait que la germination hétérogène démarre bien avant que la germination homogène ne commence.

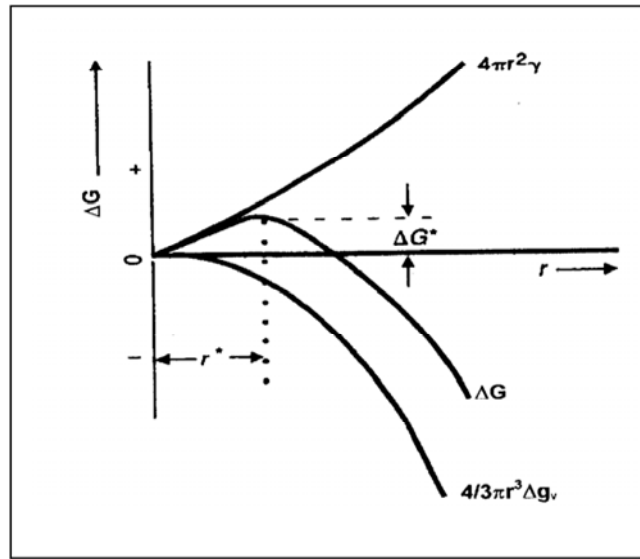


Figure II.1 : Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique  $\Delta G$  en fonction du rayon  $r$  de ce germe [15]

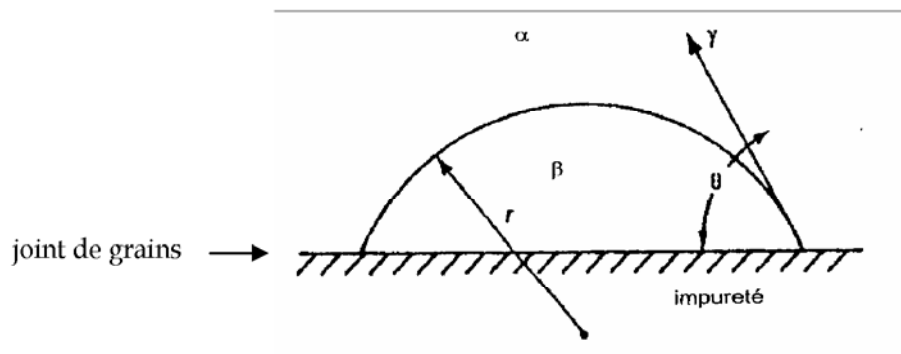


Figure II.2 : Germination d'un germe  $\beta$  sur un joint de grains [15]

### II.2.3 CROISSANCE DES PRECIPITES

La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité va provoquer d'une part un changement de volume qui a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases, et d'autre part l'apparition d'une surface entre le précipité et la matrice, de sorte que la différence entre les énergies de liaison atomique dans deux milieux en cet endroit donne ce qu'on appelle l'énergie d'interface. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur le type d'interface séparant le germe de la phase mère, et sur la forme du précipité. Les interfaces existantes entre la phase mère et le précipité peuvent être classées en trois types (figure II.3) [17].

A INTERFACE COHERENTE : une interface entre deux cristaux est parfaitement cohérente lorsque le plan d'atomes constituant l'interface est commun aux deux phases (figure II.3a). Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté sont généralement complètement cohérentes avec la matrice.

B INTERFACE SEMI-COHERENTE : lorsque le germe atteint une dimension critique au delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus importante que l'énergie interfaciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans certains endroits de l'interface. Ces derniers deviennent à ce moment là semi-cohérent (figure II.3b).

C INTERFACE INCOHERENTE : au cours de la croissance du précipité les dislocations appelées dislocations d'accommodation continuent leur introduction progressive jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque d'une structure à l'autre au niveau de cette interface (figure II.3c).



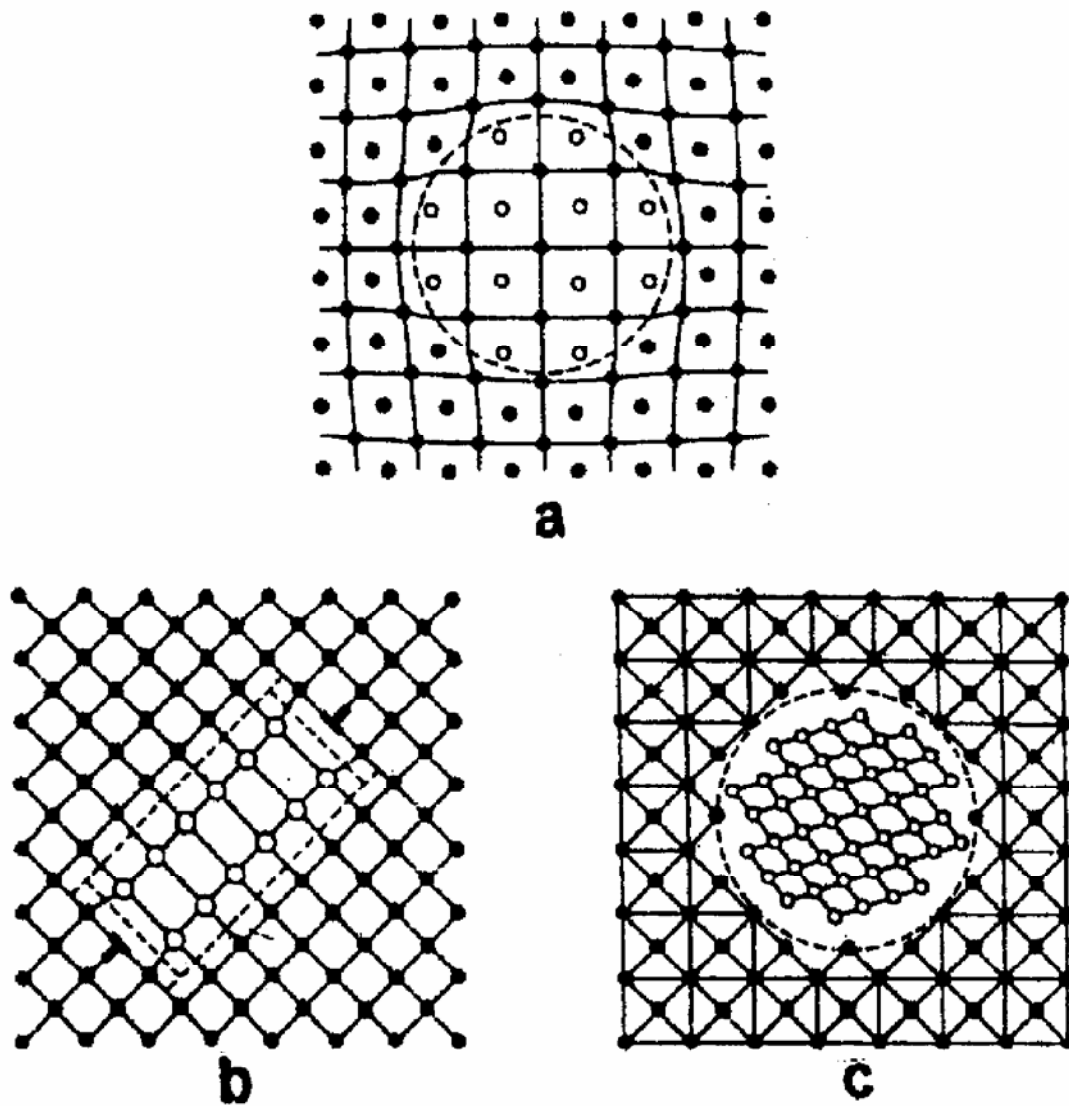


Figure II.3 : Schématisation des trois types d'interfaces existantes

entre un précipité et la matrice

a - Interface cohérente

b - Interface semi-cohérente

c - Interface incohérente

## II.2.4 COALESCENCE DES PRECIPITES

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grosses particules croissent aux dépens des plus petites particules. La force motrice de ce changement est la tendance du système à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. Le processus requiert la diffusion des atomes de soluté des régions voisines des petites particules vers les régions entourant les grosses. En effet, la proportion des atomes localisés à l'interface augmente lorsque la taille décroît, il s'en suit que l'énergie libre par atome du précipité est plus grande pour les petites particules. La coalescence des précipités entraîne le plus souvent les propriétés mécaniques de l'alliage.

## II. 3 CINETIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASES (THEORIE D'AVRAMI)

Les cinétiques de transformation de phases (liquide – solide et solide – solide) qui procèdent par un mécanisme de germination obéissant généralement à une loi de transformation proposée par Avrami [18]. Le traitement d'Avrami donne une équation qui permet de calculer le degré d'avancement de la transformation de phase en fonction du temps.

L'apparition et le développement d'une nouvelle phase  $\beta$  au sein d'une phase  $\alpha$  pré-existante 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, la taille des germes augmente aux dépens de la phase  $\alpha$ , (figure II.4).

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 radiale (croissance sphéroïdale). Un germe apparu au temps  $t = 0$  aura atteint, au temps  $t > 0$ , un volume égal à :

$$V = 4 \pi (v t)^3 / 3 \dots\dots\dots(\text{II.8})$$

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

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

La croissance de la nouvelle phase s'effectue librement durant les premiers temps de la transformation. Ce type de croissance 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 :

$$f = 1 - \exp(-K t^n) \dots\dots\dots(\text{II.10})$$

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

$$K = (\pi/3) I v^3 \dots\dots\dots(\text{II.11})$$

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

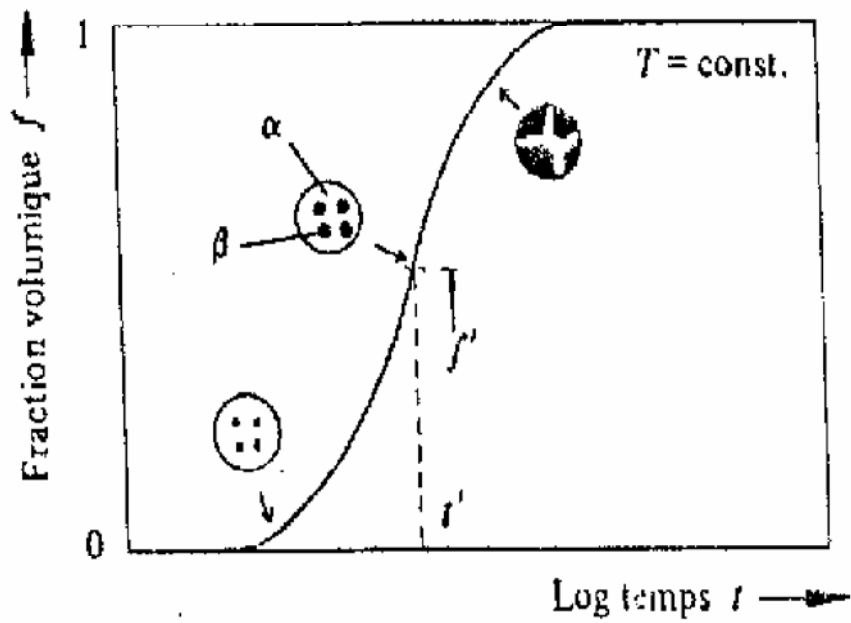


Figure II.4 : Variation de la fraction volumique  $f$  de la phase transformée en fonction du Logarithme du temps.  $f$  correspond à la fraction de  $\beta$  transformée à  $t$  et  $(1-f)$  est la fraction de la phase  $\alpha$  non transformée.

# CHAPITRE III

## PRECIPITATION DANS LES ALLIAGES

### Al-Mg-Si

### III. 1 Les Alliages Al-Mg-Si

Les alliages Al-Mg-Si sont les plus fréquemment utilisés comme des alliages structuraux à contrainte moyenne. Ils présentent des avantages cumulés d'une bonne soudabilité et d'une bonne résistance à la corrosion, notamment à la corrosion sous contraintes [19]. Ils sont surtout utilisés comme profiles de structure (radelles de camions, pylônes, panneaux de signalisation routière) et dans l'industrie automobile. Ils sont aussi utilisés dans la fabrication des câbles aériens pour les lignes de transport et de distribution d'électricité.

Les alliages Al-Mg-Si possèdent des propriétés mécaniques moyennes par rapport aux autres alliages d'aluminium à durcissement structural. En plus, ils ont une excellente aptitude à la mise en forme à chaud et une bonne soudabilité.

Leur comportement à basses températures est acceptable malgré leur résistance à chaud limitée à 150°C [20]. Ils font preuve d'une excellente résistance à la corrosion atmosphérique, tout en étant insensibles à la corrosion sous tension.

Les alliages Al-Mg-Si font partie de la famille des alliages à durcissement structural, qui peuvent être durcis par précipitation de plusieurs phases métastables. La compréhension et le contrôle du processus de précipitation durant le chauffage du matériau sont très importants dans la recherche et l'acquisition des propriétés mécaniques et thermodynamiques optimales recherchées. Même si la séquence de précipitation a été extensivement étudiée, il reste néanmoins, beaucoup de zones d'incompréhension sur la nature de la structure, et sur la composition des phases présentes lors de la décomposition de la solution solide sursaturée.

Le durcissement structural des alliages d'aluminium de la série 6xxx est dû principalement à la formation du phase durcissante  $Mg_2Si$  [21]. La figure III.1 représente le diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si déterminant le domaine de la formation de la phase d'équilibre  $\beta$  ( $Mg_2Si$ ).

L'excès de silicium améliore les propriétés mécaniques au détriment de la résistance à la corrosion. Certains alliages comportent d'autres éléments d'addition tels que Fe, Cu, Si, Mn et Cr. Les éléments Mn et Cr ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur ténacité, et d'affiner la taille des grains [21,22]. Le fer est l'élément le plus présent

dans la plupart des composés intermétalliques. Il facilite la formation de la plupart des composés intermétalliques à cause de sa grande affinité avec le Si, Mn et Cu [23,24]. L'addition du cuivre améliore également les propriétés mécaniques de ces alliages en affinant la taille des grains, mais on limite sa teneur à 0,5% mass car il diminue leur résistance à la corrosion [25].

Pour élargir le domaine d'utilisation des alliages Al-Mg-Si dans l'industrie, plusieurs chercheurs ont étudiés l'influence des éléments d'addition et en particulier le cuivre. L'influence du cuivre sur les alliages d'aluminium est triple [25] :

- Stabilisation des zones G.P à une haute température.
- Augmentation de taux de germination.
- Retentissement de la cinétique de croissance.

La structure des phases métastables qui précipitent dans ces alliages est largement décrite dans la littérature, mais les mécanismes de précipitation à l'échelle atomique restent non clairs.

### III. 2 PRECIPITATION DANS LES ALLIAGES Al-Mg-Si

Les séquences de précipitation et l'analyse des précipités ont été l'objet de beaucoup d'études. Les principales réactions de précipitation qui se produisent dans les alliages Al-Mg-Si peuvent être récapitulées comme suit:

Solution solide sursaturée  $\rightarrow$  zones G.P  $\rightarrow$   $\beta''$  (aiguilles)  $\rightarrow$   $\beta'$  [précipité intermédiaire] (bâtonnets)  $\rightarrow$   $\beta$  ( $Mg_2Si$ ) [ $\beta$  sous forme de plaques].

La première étape de la décomposition de la solution solide sursaturée a été étudiée par Geisler et Hill [26], Guinier et Lambot [27] en utilisant les techniques des rayons X. Ils ont trouvé que les zones précipitent sous forme d'aiguilles après vieillissement aux températures en dessous de 200°C. Lutts [28] a étudié les séquences de précipitation des alliages Al-0.7% mass.  $Mg_2Si$  et Al-1.4% mass.  $Ge_2Si$  pendant le vieillissement isotherme à 135, à 150, à 200 et à 250°C en utilisant la dispersion des rayons X de faible angle. Il a observé la formation d'agrégats riches en Silicium contenant un grand nombre de lacunes avant la formation des zones G.P.

Pendant le vieillissement subséquent une périodicité identique à celle de la matrice a été

progressivement établie avec une diminution brusque de la concentration des lacunes. Les zones se transforment en précipités sous forme d'aiguilles sans perte apparente de la cohérence. La dureté maximale est associée à la formation des précipités en aiguilles qui se transforment à leur tour en phase d'équilibre après vieillissement à température élevée.

Les premières observations détaillées par microscopie électronique ont été rapportées par Thomas [29] sur la décomposition de la solution solide sursaturée d'un alliage Al-1.53%mass.Mg<sub>2</sub>Si-0.4%mass.Si. La première étape de la précipitation aux températures en dessous de 200°C consiste en la précipitation des zones G.P sous forme d'aiguilles, le long de directions <100> de la matrice d'aluminium avec une densité moyenne de  $2 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ . Elles s'étendent entre 20 et 100 nm de longueur. Après une augmentation de la température de vieillissement, les aiguilles prennent la forme de bâtonnets avec une augmentation de leur diamètre et de leur longueur et une diminution de leur densité jusqu'à environ  $10^{13}/\text{cm}^3$ . Il a proposé que sous l'effet d'un vieillissement prolongé aux températures élevées, les zones G.P sous forme d'aiguilles peuvent agir comme des sites de germination pour les précipités  $\beta'$  sous forme de bâtonnets. Les relations d'orientations trouvées à partir de la diffraction des rayons X ont confirmé les résultats obtenus par Geisler et Hill [26].

La structure cristallographique de la phase d'équilibre  $\beta$  sous forme de plaques est analogue à celle de la phase Mg<sub>2</sub>Si c'est-à-dire la structure CFC du type CaF<sub>2</sub> avec  $a = 0.639 \text{ nm}$ .

Des observations similaires ont été aussi rapportées par Pashley et al [30] qui ont entrepris des études par M.E.T sur les réactions de précipitation dans un alliage Al-1.2%mass.Mg<sub>2</sub>Si. La transformation des précipités sous forme de bâtonnets aux précipités sous forme de plaques a été observée après un vieillissement à 300°C.

La structure du précipité  $\beta'$  déterminée par Jacobs [31] est hexagonale avec  $a = b = 0,705 \text{ nm}$  et  $c = 0,405 \text{ nm}$ . Comme aucun changements structurales discrets, pendant la transformation des précipités sous forme d'aiguilles aux précipités semi-cohérents sous forme des bâtonnets n'a été observé, il a déduit que la transformation des zones G.P à  $\beta'$  est continue.



Une étude détaillée du processus d'agrégation dans un alliage Al-1.4% mass.Mg<sub>2</sub>Si a été effectuée par Panseri et Federighi [32]. Ils ont prouvé que le regroupement constitue le mécanisme initial de la décomposition en dessous de 160°C et ont confirmé que les zones G.P étaient riches en lacunes, et qu'il y avait une très forte énergie de liaison entre les zones G.P et les lacunes. La structure interne des zones G.P est responsable de l'augmentation de la dureté et de leur densité. Ils ont conclu que l'amélioration de la structure interne des zones était due à la formation de l'ordre interne avec la présence de liaisons Mg-Si.

Le rôle d'excès de silicium, sur le comportement en vieillissement de l'alliage Al - 0.8% mass.Mg<sub>2</sub>Si et dans l'augmentation de la densité des zones G.P qui se forment pendant le vieillissement artificiel ou naturel a été rapporté par Ceresara et al [33].

La composition des précipités intermédiaires dans les alliages Al-Mg-Si a été estimée par Edwards et al [34] en utilisant l'EDS. Ils ont constaté que le rapport atomique de Mg/Si dans les précipités  $\beta''$  et  $\beta'$  est proche de 1,1 et le rapport atomique dans  $\beta$  est proche de 0,9. Ce dernier rapport a été estimé par Lynch et al [35] être de l'ordre de 0,44 et par Matsuda et al [36] de l'ordre de 1,68.

Lynch et al [35] ont utilisé les techniques de microdiffraction et des rayons X pour étudier la formation des précipités pendant un vieillissement des alliages Al-1.16% mass.Mg<sub>2</sub>Si et Al- 1.16% mass.Mg<sub>2</sub>Ge à 250°C après traitement d'homogénéisation. Ils ont observé un nouveau précipité  $\beta''$  avec une structure monoclinique ( $a = 0,33$  nm,  $c = 0,40$  nm,  $\alpha = \beta = 90^\circ$ ,  $\gamma = 71^\circ$ ,  $[001]_{\beta''} // [001]_{Al}$ ,  $[001]_{\beta''} \wedge [100]_{Al} = 5^\circ$ ) formée après trois heures de vieillissement. Ils ont également confirmé la structure hexagonale des précipités  $\beta'$  sous forme de bâtonnets qui a été suggéré par Jacobs [31] pour le précipité intermédiaire  $\beta''$ . Les paramètres du réseau sont:  $a = b = 0,708 \pm 0,005$  nm, et  $c = 0,405 \pm 0,004$  nm.

La phase métastable  $\beta'$  (Mg<sub>2</sub>Si) dans un alliage Al-1.0% mass.Mg<sub>2</sub>Si-0.4% mass.Si a été étudiée par Matsuda et al [37]. Ils ont rapporté la formation de trois nouveaux types de précipités avec différentes structures cristallographiques à partir de la phase  $\beta'$  (Mg<sub>2</sub>Si) (réseau hexagonale compact [HCP],  $a = 0.407$  nm,  $c = 0,405$  nm) dans l'alliage Al-1.0% mass.Mg<sub>2</sub>Si vieilli à 250 °C. Le premier précipité a un réseau hexagonal avec  $a =$

0,405 nm,  $c = 0,47$  nm, le deuxième a un réseau orthorhombique avec  $a = 0,684$  nm,  $b = 0,703$  nm et  $c = 0,405$  nm, et le troisième avec un réseau hexagonale compact [HCP] avec  $a = 1,040$  nm et  $c = 0.405$  nm.

Matsuda et al [38] ont étudié la structure cristallographique du précipité sous forme de bâtonnet dans un alliage Al-1.0% mass.Mg<sub>2</sub>Si-0.4% mass.Si en utilisant la diffraction électronique. La structure cristallographique du précipité a été déterminée hexagonale simple avec  $a = 0,405$  nm et  $c = 0,67$  nm. Les paramètres de réseau sont différents de ceux de la phase métastable formée dans un alliage pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [39].

La structure cristallographique de la phase  $\beta'$  d'un alliage vieilli Al-1.0% mass.Mg<sub>2</sub>Si a été étudiée par Matsuda et al [36] en utilisant les diagrammes de diffraction des rayons X, les rayons X à dispersion d'énergie, les spectres et les images de haute résolution. Ils ont proposé la structure cristalline de cette phase comme HCP ayant Mg/Si = 1,68, et les paramètres de réseau ( $a = 0,407$  nm et  $c = 0,4905$  nm). Le système cristallin de  $\beta'$  (Mg<sub>2</sub>Si) a été rapporté être un CFC par Thomas [40] et un hexagonal par Jacobs [31]. Les relations d'orientation des particules  $\beta$  observées dans l'alliage Al-1.0% mass.Mg<sub>2</sub>Si trempés dans l'eau après traitement d'homogénéisation pendant 1 heure à 550°C et vieillis pendant 2 min à 350°C ont été reportées par Westengen et Ryum [41] comme :

$$\begin{aligned} (001)_{\beta} // (001)_{Al} \\ \langle 100 \rangle_{\beta} // \langle 100 \rangle_{Al} \end{aligned}$$

L'excès de lacunes a été proposé avoir un rôle important dans la germination de ces précipités. Matsuda et al [38] ont proposé aussi la séquence de précipitation dans les alliage Al-Mg-Si comme suit :

Des agrégats séparés d'atomes de Mg et de Si → agrégats binaires des atomes de Mg et de Si → petit précipité équiaxe → précipité B'' → précipité  $\beta'$  →  $\beta$  (Mg<sub>2</sub>Si).

Une nouvelle structure pour le précipité B'', monoclinique base centré,  $a = 1,534$  nm,  $b = 0,405$  nm,  $c = 0,689$  nm,  $\gamma = 106^\circ$  a été proposée par Burger et al [42]. La structure proposée pour B'' est différente de la phase  $\beta''$  précédemment rapportée [35].

Dans une étude récente, Edwards et al [43] ont proposé la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si :

Al (SSS) → agrégats d'atomes de Si et de Mg → dissolution de l'agrégat d'atomes de Mg → formation des agrégats binaires de Mg/Si → petits précipités de structure inconnue →  $\beta''$  →  $\beta''$  et  $\beta' \rightarrow \beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ .

Ils ont constaté que les rapports de Mg/Si dans les précipités, dans la séquence de  $\beta''$  vers  $\beta'$  étaient proches de 1,1.

Zhen et al [44] ont aussi proposé trois séquences de précipitation pour les alliages Al-Mg-Si :

1. Solution solide sursaturée → Zones de Guinier et Preston → phase  $\beta''$  (aiguilles) → phase  $\beta'$  (bâtonnet) → phase d'équilibre  $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ .
2. Solution solide sursaturée → agrégats des atomes de Si → Zones G.P.I → Zones G.P.II / phase  $\beta''$  → phase  $\beta'$  → phase  $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$  sous forme de plaques.
3. Solution solide sursaturée → agrégats indépendant d'atomes de Si et d'atomes de Mg → agrégats binaire d'atomes de Mg et Si → Zones G.P de structure inconnue → phase  $\beta''$  → phase  $\beta'$  (des lamelles) et  $\beta'$  (des plaques) → phase  $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ .

D'autres phases Q et Q', qui forment une paire stable/métastable, ont aussi été rapportées avoir la même structure hexagonale [45-49] telle que la phase quaternaire contenant le cuivre, désignée B' [42]. La phase Q' précipite sous forme de latte allongées suivant les directions  $\langle 100 \rangle$  de la matrice, avec des plans d'habitat  $\{510\}_{\text{Al}}$ . Cayron et al [47] ont aussi reporté que les précipités  $\beta'$  et Q' en forme de bâtonnet présents dans les alliages Al-Mg-Si et Al-Mg-Si-Cu ont la structure hexagonale ( $a = 0.67$  nm pour la phase Q' et  $a = 0.71$  nm pour la phase  $\beta'$ ).

La pré-précipitation des agrégats et la nature chimique des précipités métastables dans les alliages Al-Mg-Si vieillis ont été étudiés par Murayama et Hono [50] en utilisant la microscopie électronique à transmission (M.E.T) pour une meilleure compréhension du comportement durant les deux étapes de vieillissement et de l'effet d'excès du silicium. Après un vieillissement naturel prolongé, ils ont observé des agrégats binaires d'atomes de Mg et de Si en plus des agrégats séparés de Si et de Mg. Le rapport Mg/Si dans les agrégats binaires est approximativement 1/1. Les zones G.P sphériques observées après un pré-vieillissement de 16h à 70°C contiennent 20%at.Mg et 20%at.Ag. La densité de précipité  $\beta''$  après un vieillissement de 30 minutes à 175°C augmente de manière

significative quand l'alliage est pré vieilli à 70°C. Ceci suggère que les zones G.P formées à 70°C servent la germination de  $\beta''$  après le vieillissement à 175°C. D'autre part, les agrégats binaires formés à la température ambiante ne servent pas d'emplacements de germination aux précipités de  $\beta''$ .

### III. 3 LES DISPERSOÏDES

L'addition de petites quantités d'éléments de transition tels que Mn, Zr, Cr, V et Ti a pour but de modifier la microstructure, les propriétés mécaniques ainsi que les propriétés thermodynamiques des alliages d'aluminium. Ces éléments d'addition ont également une faibles solubilité dans l'aluminium [51] (tableau III.1). L'énergie d'activation de diffusion du manganèse est égale à 50.5 Kcal/mole, ce qui est assez supérieur par rapport au coefficient de diffusion de l'aluminium dont la valeur est égal à 34 Kcal/mole [52,53].

Les dispersoïdes, une fois formée, ont l'avantage d'être retenus à haute température [54- 56], et peuvent se précipiter comme de très fines particules intermétalliques dont la taille varie de 50 à 200 nm. Ils retardent ainsi la recristallisation durant le processus d'extrusion et deviennent des obstacles pour la croissance des grains lors des traitements thermomécaniques ultérieurs.

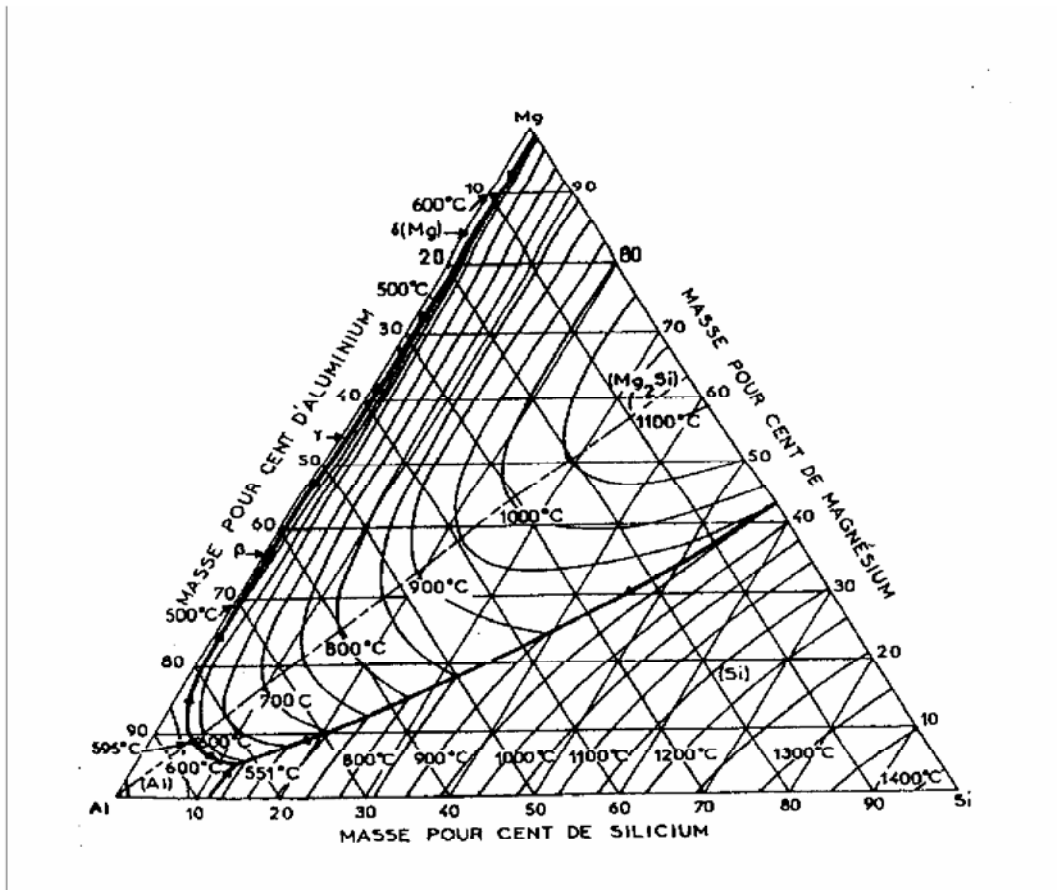


Figure III.1 Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si

ELEMENT	SOLUBILITE SOLIDE (%at)	T(°C)	ELEMENT	SOLUBILITE SOLIDE (%at)	T(°C)
Ag	23.8	570	Mg	16.28	450
Cr	0.40	660	Ni	0.023	640
Cu	2.48	550	Si	1.59	580
Fe	0.025	655	Sn	< 0.002	230
Ga	8.82	30	Ti	0.57	675
Ge	2.30	425	Zn	66.4	380
Li	13.9	600	Zr	0.085	1220

TABLEAU III.1 : Solubilités maximales des éléments dans l'aluminium [51].

## **CHAPITRE IV**

# **MATERIAUX ETUDIES ET METHODES EXPERIMENTAUX**

## IV .1 Matériaux étudiés

### IV .1.1 Choix et analyse des alliages

Les trois alliages Al-Mg-Si qui ont fait l'objet de notre étude, ont été fournis sous forme de tôles par le département de métallurgie (université de Manchester).

La composition chimique de ces alliages est donnée dans le tableau IV.1 :

Alliage	Eléments d'addition (%mass)								
	Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	B
(01) J 563 F	0.50	0.37	0.01	0.17	0.03	0.001	0.003	0.11	0.014
(12) J 508 F	0.20	0.22	0.10	0.17	0.03	0.001	0.003	0.10	0.012
(13) J 509 F	0.21	0.62	0.10	0.17	0.03	0.001	0.003	0.10	0.010

Tableau IV.1 : Composition chimique des alliages étudiés

### IV .1.2 Traitements thermiques

Il y a lieu de remarquer que tous les traitements thermiques ont été effectués dans un four du type Ademel où le gradient de température entre les deux extrémités ne dépasse pas 2°C. Les alliages ont subis lors de tous les traitements thermiques une montée de température avec une vitesse de chauffage de 5°C/ min.

Dans notre travail, nous avons procédé pour les trois alliages Al-Mg-Si un traitement thermique menant à la décomposition de la solution solide sursaturée.

Ce type de traitement comporte :

- un traitement d'homogénéisation à une température élevée (530°C). D'une façon générale, plusieurs genres d'évolution aisément observables dans les alliages d'aluminium peuvent être retenues, en particulier soit une dissolution des phases intermétalliques en excès, soit un nivellement des concentrations dans les solutions solides.
- Une trempe rapide à la température ambiante permet d'obtenir une solution solide sursaturée un revenu pendant lequel se produit en deux étapes : une

précipitation caractérisée par la formation des zones G.P, et une précipitation des phases intermétalliques.

- Un vieillissement aux températures inférieures à celle de la température d'homogénéisation.

Les températures et les durées de ces traitements thermiques sont rassemblées dans le tableau ci- dessous :

Alliage	Type de traitement	Température (°C)	Tempe de maintien (min)
01	Homogénéisation	530	15
12	Trempe	ambiante	////////////////////
13	Revenu	ambiante - 450	Variable

Tableau IV.2 : Traitements thermiques

#### IV .1. 3 Préparation des alliages

Pour l'étude de microstructure par microscopie optique, les alliages traités ont subi un polissage mécanique sur papiers abrasifs (du numéro 100 au numéro 1000) puis à la pâte diamantée de granulométrie (6 et 3 µm). L'attaque chimique est faite à l'aide du réactif d'attaque Keller dont la composition est la suivante :

- Eau distillée (H<sub>2</sub>O) :..... 78 ml
- Acide fluorhydrique (HF) :..... 5 ml
- Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) :..... 17 ml
- Acide chlorhydrique (HCL) :..... 9 ml



## **IV. 2 LES METHODES EXPERIMENTAUX**

### **IV.2.1 MICROSCOPE OPTIQUE (MO)**

La première approche, pour une compréhension des effets des différents traitements thermiques subis par l'alliage, est donnée par les observations de sa microstructure. En effet on peut voir pour une matrice déterminée la taille de grains et la répartition des précipités. L'utilisation de deux types de microscope métallographique à grands champs LEITZ et ZEISS nous ont permis de suivre l'évolution microstructurale des alliages étudiés en fonction des traitements thermiques.

### **IV.2.2 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (M.E.B)**

Une étude quantitative des composés intermétalliques à été menée par le biais d'un microscope à émission thermoélectronique " Philips du type PSEM 500 ". La grande profondeur du champ du microscope électronique à balayage, liée à la faible ouverture du faisceau primaire, permet des observations plus faciles qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.

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

### **IV.2.3 ANALYSE CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE (DSC)**

Tout matériau soumis à un programme thermique subit des transformations qui absorbent ou libèrent de l'énergie. Autrement dit, à toute transformation est liée une variation d'enthalpie que l'on mesure par calorimétrie. Initialement, seule une différence de température  $\Delta T$  entre l'alliage et la référence inerte était mesurée. L'évolution technologique a permis actuellement que l'on transforme ce  $\Delta T$  en une différence de flux thermique entre l'alliage et la référence.

L'analyse thermique différentielle ou l'analyse calorimétrique différentielle permettent de suivre l'évolution des matériaux, dans des conditions thermiques prédéfinis et sous atmosphère contrôlée. Les deux méthodes mesurent ou restituent des grandeurs différentes :

- ❖ Une différence de température (ATD) entre l'alliage et une substance inerte (référence).
- ❖ Des flux thermiques (DSC).

Dans le premier type d'appareil, on mesure un déséquilibre thermique instantané, c-a-d la différence de température entre l'alliage et le référence; alors que dans le deuxième cas, on mesure un déséquilibre < électrique > c-a-d la différence de puissance électrique fournie pour maintenir la même température entre la référence et l'alliage.

La DSC permet la détection de très faibles chaleurs de réaction et présente aussi une sensibilité plus forte que celle caractérisant les appareils du type ATD.

Lors d'une réaction exothermique (formation de phase), la DSC enregistre un pic situé au-dessus de la ligne de base et pour les réactions endothermiques (dissolution d'une phase), elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base. Le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme :

$$\Delta C_p = f(t), \text{ soit } \Delta H = \int C_p \cdot dT$$

Dans notre étude nous avons donc utilisé un analyseur *SETARAM DSC 92* équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur. Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage à partir de l'ambiante jusqu'à 550°C, avec un maintien de 5 min, suivi d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec une même vitesse de chauffage. Les alliages sont préparés sous forme cylindrique (2 mm de hauteur et 5 mm de diamètre avec une masse d'environ 200 mg).

#### **IV.2.4 MICRO DURETE**

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. La mesure de microdureté est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sou l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée  $F$  à la surface en cours  $S$  de l'empreinte donne la dureté  $H$  ( $H = F/S$ ).

Nous avons utilisé un micro-duremètre Vickers du type ZWICK, avec une charge de mesure de 300g, relié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique de

l'empreinte grâce à un logiciel adapté, Une moyenne de dix mesures a été effectuée lors de chaque essai. La microdureté Vickers calculée est à l'aide de la formule suivante:

$$H_V = 1854 \times P/d^2$$

Où  $H_V$  : microdureté Vickers,  $P$  : masse de la charge en gramme et  $d$  : la valeur moyenne des diagonales en  $\mu\text{m}$ .

#### **IV.2.5 DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX)**

L'arrangement des atomes dans un réseau cristallin est périodique. La distance entre les plans atomiques d'une même famille de plans (hkl) est dite distance "inter réticulaire". Lorsque une espèce cristalline est irradiée par un rayonnement  $X$  de longueur d'onde  $\lambda$  incliné d'un angle  $\theta$ , le rayonnement diffracté doit vérifier la relation de Bragg:

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

Nous avons utilisé un diffractomètre (Siemens D8 Advance). Les spectres de diffraction des rayons  $X$  ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre. Le balayage a été fait entre  $10^\circ$  et  $120^\circ$  en  $2\theta$ .

#### **IV.2.6 DETERMINATION DE LA TAILLE DES GRAINS:**

La microstructure des alliages dépend généralement de la méthode de leur élaboration à causes des hétérogénéités, les tensions internes, des inclusions d'oxydes... Tous ces facteurs peuvent multiplier les germes cristallins et donc influencer la grandeur des grains. La taille des grains a une influence sur les propriétés du métal. Les gros grains diminuent la vitesse critique de trempe et la pénétration de trempe est plus grande. La fragilité des alliages augmente avec la taille des grains. La taille du grain est un facteur important à déterminer. On distingue trois méthodes de détermination de la taille de grain: méthode par comptage, Méthode par intersection et méthode par comparaison avec des images types.

Dans notre étude nous avons utilisé la méthode par comptage pour déterminer la taille des grains. La taille de grain peut être évaluée en superposant un cercle limitant une surface d'aire sur l'image micrographique et en comptant le nombre  $n_c$  de grains coupés par la circonférence et le nombre  $n_i$  de grains se trouvant à l'intérieur du cercle. Le nombre de grain  $N_A$  par unité de surface est donné par la relation:

$$N_A = n / A = (n_i + n_c / 2) / A, \quad \text{où } A : \text{est l'aire.}$$

# **CHAPITRE V**

## **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## V. RESULTATS ET DISCUSSIONS

### V.I ETUDE MICROGRAPHIQUE PAR MICROSCOPE OPTIQUE

On s'est intéressé dans cette partie l'étude de l'état structural de chaque alliage à l'état brut et après le traitement d'homogénéisation et les traitements de vieillissement.

#### V.I.1 ETAT BRUT

La figure V.1 représente la microstructure typique des trois alliages d'aluminium à l'état brut. Des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains sont observées. Quelques particules ont une taille pouvant excéder les 3  $\mu$ m. Ces particules sont formées durant l'élaboration des alliages étudiés. La taille des grains des trois alliages étudiés est hétérogène.

### V. I. 2 EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE EN FONCTION DES TRAITEMENTS THERMIQUES

#### V.I.2.a. Montée de température :

Les observations par microscopie optique sont faites sur les alliages trempés à l'eau à partir de différentes températures prises pendant la montée de la température jusqu'à la température 450°C. La vitesse de montée de la température est de 5°/min.

Les figures V.2, V.3 et V.4 illustrent les observations typiques de la microstructure des trois alliages trempés à l'eau durant la montée de température à partir de 250°C, 300°C et 350°C respectivement. Les trois alliages possèdent des tailles des grains différentes. Aucun changement de la microstructure de l'état brut à 300°C n'a été révélé. Cependant, à partir de 300°C on remarque une légère augmentation de la taille des grains pour les trois alliages. La petite taille de grain est observée dans le cas de l'alliage 13 pour les différentes températures. Ceci est dû à la présence du cuivre et d'un excès de silicium par rapport aux deux autres alliages. En effet, le cuivre favorise l'affinement des grains [23].

La figure V.5 illustre la microstructure optique typique des trois alliages trempés à l'eau durant la montée de température à partir de 450°C. A cette température on remarque un changement de la taille de grain et en plus une répartition presque homogène des précipités à l'intérieur des grains, et plus particulière dans l'alliage 13, figure V. 5.c.

Quelques grandes particules sont observées dans les trois alliages. Elles sont plus répandues dans l'alliage 13. En effet, l'excès de silicium en plus de la présence de fer favorise la précipitation de plusieurs types de particules riche en silicium tels que  $AlFeSi$ ,  $Q...$  etc, durant l'élaboration des alliages Al-Mg-Si [24].

#### V.1.2.b ETAT D'HOMOGENEISATION

Les figures V.6 représente la microstructure optique des trois alliages étudiés après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 530°C. Des particules fines, répartie d'une façon homogène à l'intérieur des grains est observée dans les trois alliages. Quelques grandes particules déjà observées à l'état brut restent insolubles même après ce traitement d'homogénéisation. Cependant on remarque une diminution de leur taille. En effet, le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition qui sont responsable de la formation des précipites observés à l'intérieur des grains.

#### V.1.2.c VIEILLISSEMENT

La figure V.7 représente la microstructure optique des trois alliages étudiés homogénéisés pendant 15 min à 530°C, trempé à l'eau puis vieillis à la température 250°C pendant 1 heure. L'utilisation de la méthode les lignes interceptées pour la détermination de la taille des grains a permis de suivre la variation de la taille des grains des alliages 01- 12- 13. Les tailles moyennes du grain des alliages 01- 12 et 13 sont respectivement de l'ordre de 50  $\mu m$ , 40  $\mu m$ , 25  $\mu m$ . Cependant, la taille moyenne des grains est plus petite dans le cas de l'alliage 13. Ceci probablement dû à la présence de cuivre combinée à l'excès de silicium qui favorise l'affinement des grains.

L'effet du vieillissement à la température 300°C sur la microstructure est illustré dans la figure V.8. On observe l'apparition des petites particules à l'intérieur des gros grains dans le cas des trois alliages étudiés. Aucun changement de la taille du grain n'a été observé par comparaison à la figure V.7.

Figure V.9 illustre la microstructure optique des trois alliages étudiés homogénéisés pendant 15 min à 530°C, trempé à l'eau puis vieillis à la température 425°C pendant 1 heure. On observe une distribution homogène des particules à l'intérieur des grains.

Une diminution de la densité et de la taille des précipités est observée. En effet l'addition du traitement de vieillissement pendant une heure à 425°C au traitement de l'homogénéisation favorisent la coalescence des précipités

## **V. 2 Microscope électronique à balayage (M.E.B)**

La microstructure des trois alliages étudiés et la composition chimique des particules observés sont faites à l'aide du microscope électronique à balayage (M.E.B) équipé du système EDAX.

Figure V.10 montre la microstructure typique des trois alliages étudiés à l'état brut obtenue par la microscopie électronique à balayage. Une coexistence des grosses et fines particules est observée dans les trois alliages. La plus grande densité des particules fines est observée dans l'alliage 01. Les grosses particules dont la taille moyenne peut excéder 3  $\mu\text{m}$ , observés à l'état brut restent insolubles même après un traitement d'homogénéisation. La figure V.11 représente une distribution typique des grosses et fines particules observées après traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 530°C.

### **V. 2. 1 COMPOSITION CHIMIQUE DES PARTICULES**

L'analyse chimique des particules par le système EDAX montre que la plupart des particules observés dans les trois alliages sont principalement riches en (AlSiCuMgFe), (AlMnFeSi), (AlFeSi) et (AlCuMgSi).

La figure V.12.a montre le spectre de la composition chimique de la particule A observée dans l'alliage 01 après le traitement d'homogénéisation, figure V.11.a. Les principaux éléments présent dans la particule sont Al, Mn, Fe et Si. Le traitement d'homogénéisation facilite l'incorporation d'une petite quantité de manganèse dans les particules initialement riche en Al, Fe et Si dans l'état brut.

La figure V.12.b montre le spectre de la composition chimique de la grande particule B, de 3  $\mu\text{m}$  de taille, observée dans l'alliage 12 après le traitement d'homogénéisation. Cette particule est du type (AlCuMgSi), figure V.11.b.

Dans l'alliage 13, la plupart des particules observées après le traitement d'homogénéisation sont du type (AlMgCuSiFeMn). La figure V.12.C montre le spectre de la composition chimique de la particule C, figure V.11.c

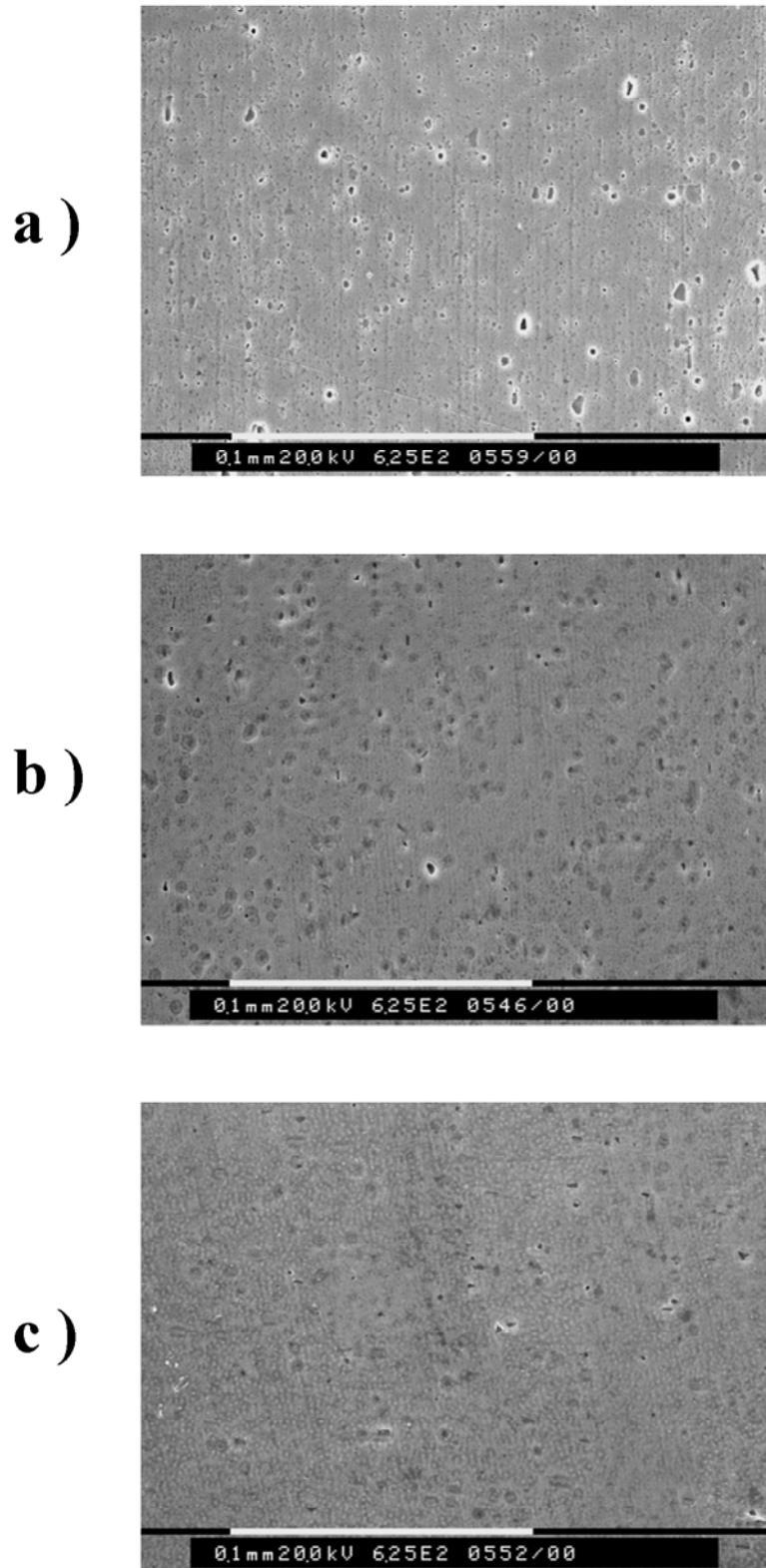


Figure V.10: Microstructure des trois alliages à l'état brut obtenue par MEB  
a). alliage 01 , b). alliage 12 et c). alliage 13



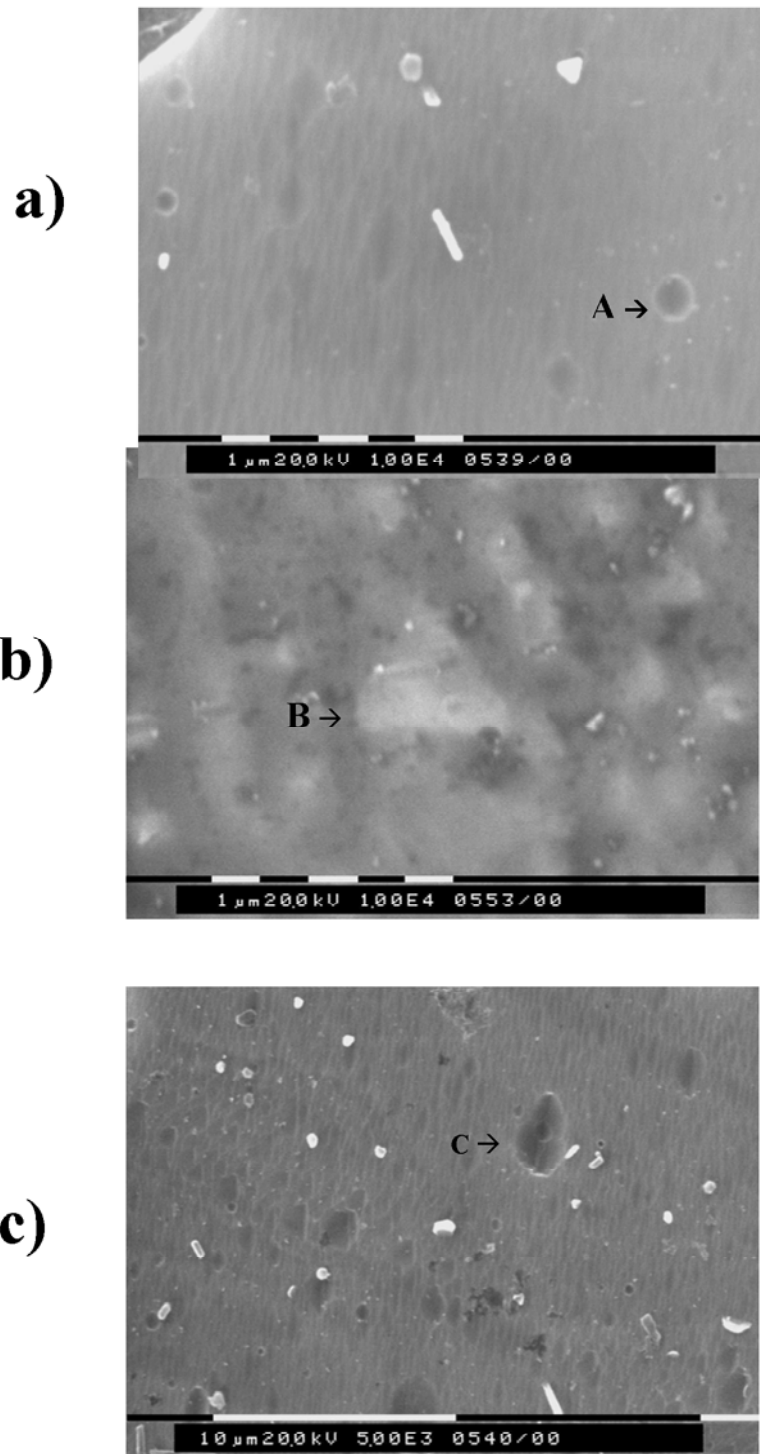
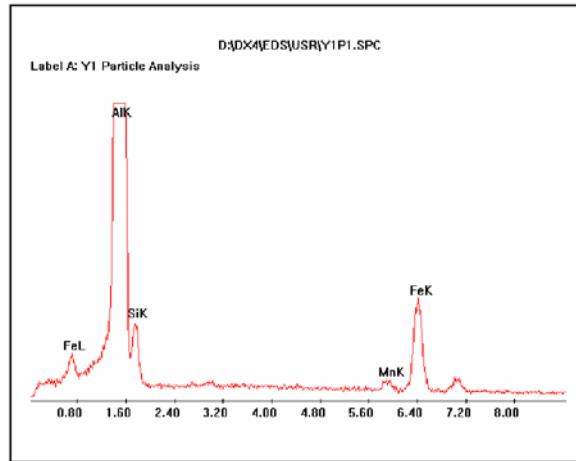
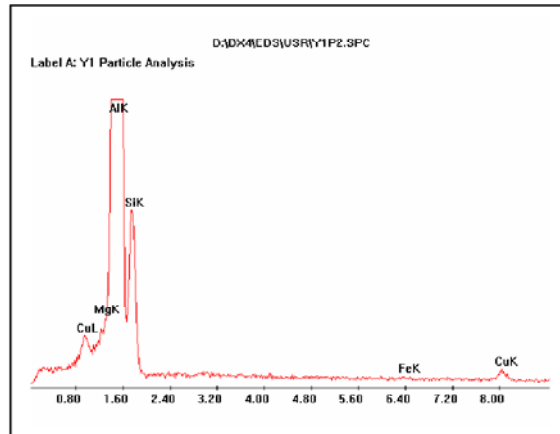


Figure V.11: Microstructure des trois alliages après le traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 15min  
a). alliage 01, b). alliage 12 et c). alliage 12

a)



b)



c)

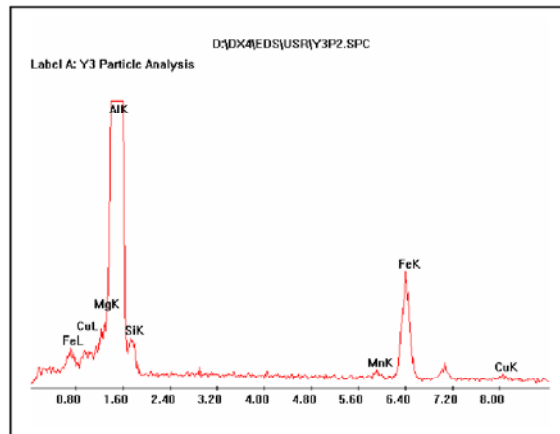


Figure V.12: Composition chimique des particules dans les trois alliages après le traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 15 min. a) Particule A dans l'alliage 01, b) Particule B dans l'alliage 12 et c) Particule C dans l'alliage 13

### V. 3 ETUDE PAR DSC

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) a permis de suivre l'évolution de la microstructure des trois alliages étudiés à l'état brut et après le traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 15 minutes.

#### V. 3. 1 ALLIAGE (01) A L'ETAT BRUT:

La figure V. 13 représente le thermogramme de DSC de l'alliage 01 à l'état brut obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min de l'ambiante jusqu'à 550°C. On observe quatre pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures 98°C, 268°C, 320°C et 405°C et les pics endothermiques sont situés aux températures 180°C, 369°C et 417°C. Les quatre pics exothermiques sont associés à la formation des zones G.P, à la précipitation des phases  $\beta''$ ,  $\beta'$  et  $\beta$ . Les réactions endothermiques sont attribuées à la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ . Les séquences de précipitation et dissolution sont en bon accord avec les travaux de [57-62].

#### V. 3. 2 ALLIAGE (01) APRES HOMOGENEISATION

La figure V. 14 représente la courbe de DSC obtenue avec une vitesse de chauffage de 5°C/min de l'alliage 01 homogénéisé à 530°C pendant 15 min. Les réactions observées sont identiques à celles observées dans la figure V. 13. Cependant, les pics sont observés décalés vers les basses températures, et sont plus claires et plus intenses. Ceci est dû à la mise en solution des éléments d'addition lors du traitement d'homogénéisation.

#### V. 3. 3 ALLIAGE (12) A L'ETAT BRUT:

La figure V. 15 représente la courbe de DSC de l'alliage 12 à l'état brut. On observe trois pics endothermiques situés aux températures 165°C, 347 et 415°C, et trois pics exothermiques situés aux températures 112°C, 275°C et 369°C. Le premier pic exothermique est dû à la formation des zones G.P et le deuxième pic est dû à la précipitation des phases ( $\beta'' + \beta'$ ). Le troisième pic exothermique est dû à la précipitation de la phase  $\beta$ . Enfin, les pics endothermiques représentent la dissolution des zones G.P et à la dissolution des phases  $\beta'' + \beta'$  et  $\beta$  [57-62].

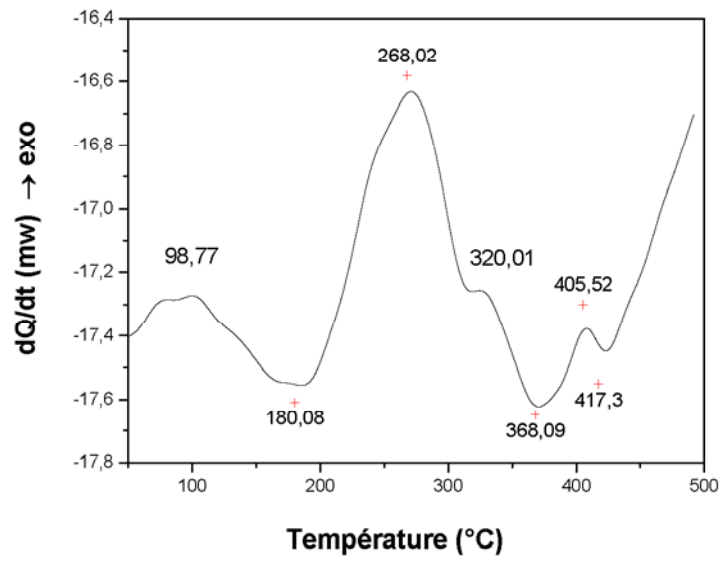


Figure V. 13: Courbe de DSC de l'alliage 01 à l'état brut

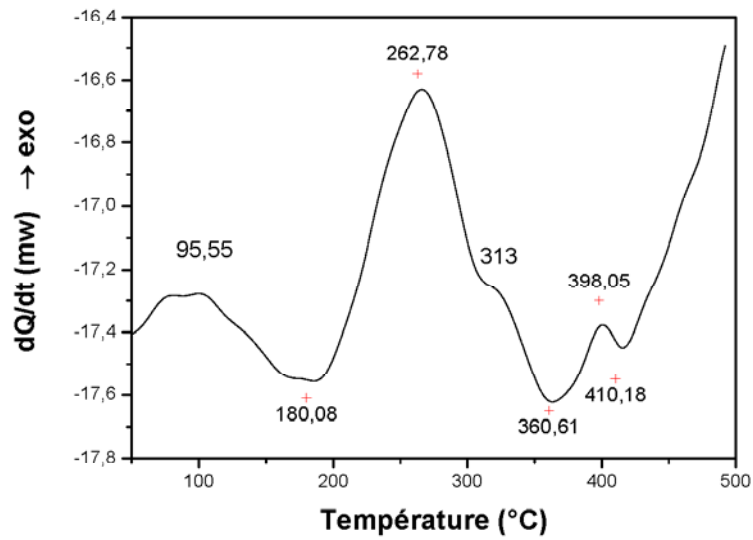


Figure V. 14 : Courbe de DSC de l'alliage 01 homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau

#### V. 3. 4 ALLIAGE (12) APRES HOMOGENEISATION

La figure V. 16 représente la courbe de DSC de l'alliage 12 homogénéisé pendant 15 min à 530°C puis trempé à l'eau. Les mêmes réactions obtenues dans le cas de l'alliage 12 à l'état brut sont observées. L'intensité des pics est plus forte. Les pics sont décalés vers les basses températures (105°C, 270°C, 362°C et 408°C). Ainsi l'homogénéisation favorise l'accélération de la précipitation.

#### V. 3. 5 ALLIAGE (13) A L'ETAT BRUT :

La figure V. 17 représente la courbe de DSC de l'alliage 13 à l'état brut. Trois pics endothermiques aux températures 213°C, 338°C et 454°C, et quatre pic exothermiques aux températures 99°C, 261°C, 299°C et 420°C. Le premier pic exothermique est probablement dû à la formation des zones G.P. Le deuxième et le troisième pic exothermiques sont probablement dus à la précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$ . Et le quatrième pic exothermique est dû à la précipitation de la phase  $\beta$  et/ou du silicium. Les pics endothermiques représentent la dissolution des phases formées précédemment. Ces résultats sont en bon accord avec les travaux de Miao et al [57].

#### V. 3. 6 ALLIAGE (13) APRES HOMOGENEISATION:

La figure V. 18 représente le thermogramme de la DSC de l'alliage 13 homogénéisé à la température 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau. Quatre pics exothermiques plus discrets et trois pics endothermiques sont observés. Le premier pic, exothermique, situé à la température 97°C, est probablement dû à la précipitation des zones de Guinier et Preston. Ceci confirme les travaux de Miao et al [57] qui ont révélé l'existence de ces zones G.P vers 95°C dans l'alliage Al-0.58% Mg-1.28%Si. D'autres auteurs [58-62] ont reporté aussi l'existence de ces zones G.P vers 100°C dans les alliages Al-Mg-Si, avec des compositions différentes de Mg et de Si.

Le deuxième pic exothermique observé sur le thermogramme et situé à la température 259°C, est probablement lié à l'apparition de la phase  $\beta''$ .

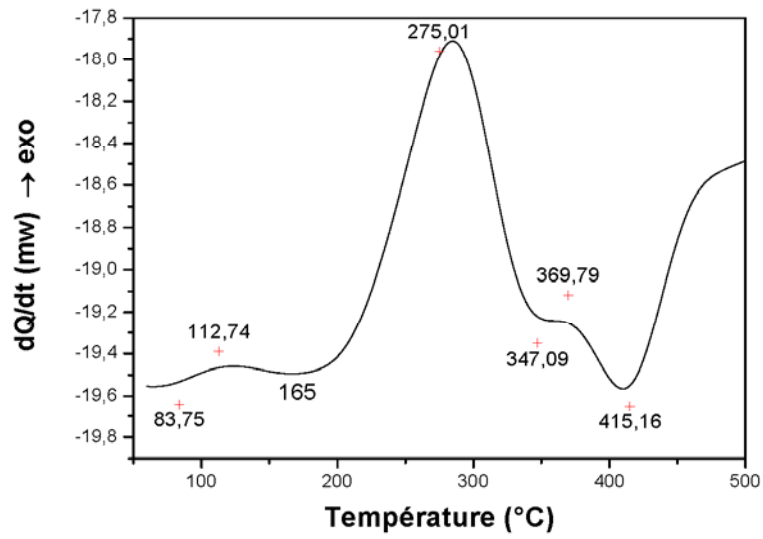


Figure V. 15 : Courbe de DSC de l'alliage 12 à l'état brut

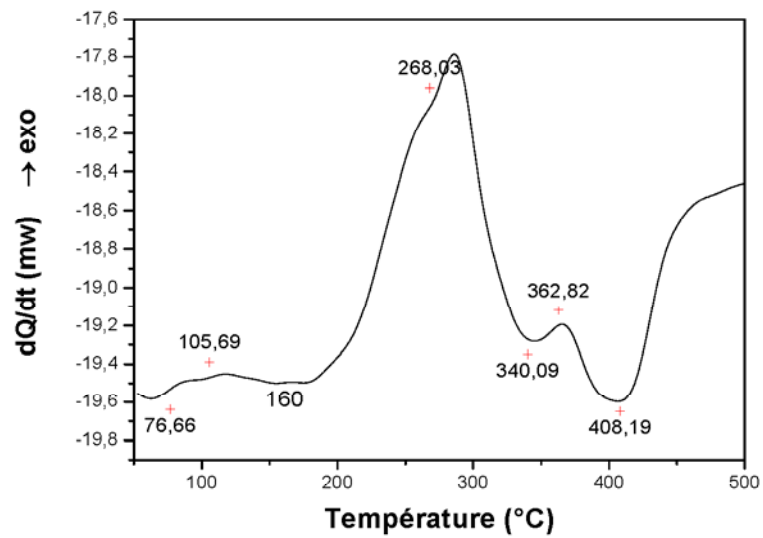


Figure V. 16: Courbe de DSC de l'alliage 12 homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau.

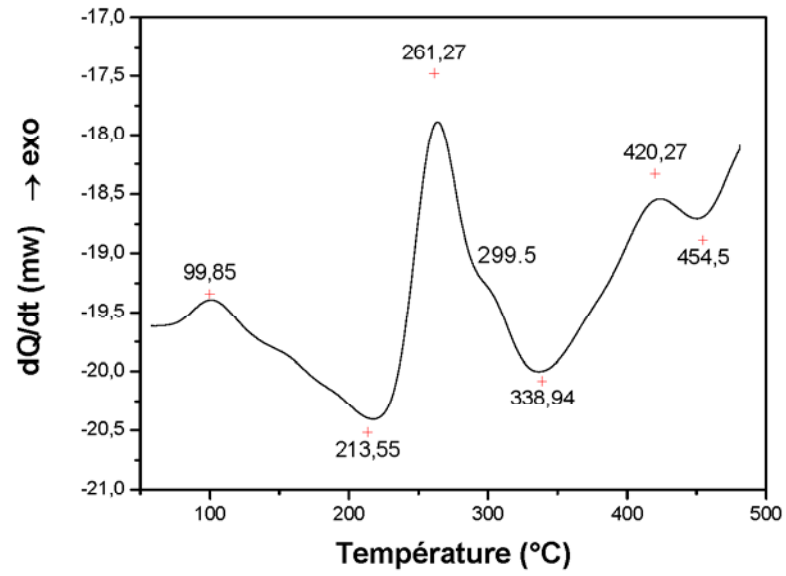


Figure V. 17: Courbe de DSC de l'alliage 13 à l'état brut

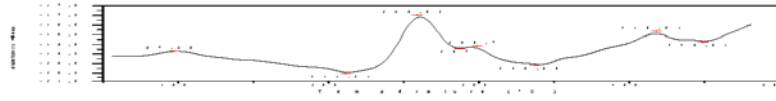


Figure V. 18: Courbe de DSC de l'alliage 13 homogénéisé à 530°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau

Les travaux de Miao et al [57], Laughlin et al [58] et Jacobs et al [30] confirment l'existence de cette phase à 240°C, 250°C et 180°C, respectivement.

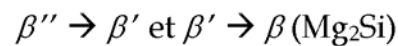
Le troisième pic exothermique observé à la température 298°C sur le thermogramme de la DSC ne doit être que celui dû à la précipitation de la phase  $\beta'$ .

L'existence de ce pic exothermique d'environ de la température 300°C, à été aussi rapporté dans différent travaux [38,57,58]. Matsuda et al [38] ont confirmé l'existence de cette phase à 250°C par microscopie électronique à transmission tandis que Miao et al [57] ont par la calorimétrie révélé la présence de cette phase à 280°C dans un alliage Al-Mg-Si-Cu. Laughlin et al [58] ont observé cette phase à la température 300°C.

Le quatrième et dernier pic exothermique et plus accentué sur le thermogramme est dû probablement à la présence de la phase d'équilibre  $\beta$  ( $Mg_2Si$ ) et /ou du silicium.

Enfin, les pics endothermiques situés aux températures 211°C, 336°C et 449°C représentent la dissolution des zones G.P,  $\beta'$  et  $\beta$  respectivement.

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



L'examen des résultats de DSC de l'alliage 13 après homogénéisation montre la même allure des courbes avec un décalage des pics vers les basses températures comparé à celle observée à l'état brut.

Les deux pics exothermiques correspondants à la précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  sont observées et décalés vers les basses températures comparés aux pics observés dans le cas des alliages 01 et 12. Ces observations peuvent être liées à l'excès de silicium contenant dans l'alliage 13. En effet le silicium accélère la précipitation.



#### V. 4 LA CINÉTIQUE DE TRANSFORMATION :

La cinétique de transformation (précipitation ou dissolution des précipités) est toujours reliée au concept de l'énergie d'activation. En général, des énergies d'activations séparées doivent être identifiées avec différentes étapes de germination et de croissance dans une transformation.

Les études de la cinétique de la précipitation ont été réalisées par l'utilisation des mesures calorimétriques à balayage non isotherme (anisotherme). Dans la méthode anisotherme la chaleur évoluée de l'alliage chauffé est enregistrée en fonction de la température.

Le paramètre le plus important dans la cinétique de transformation est l'énergie d'activation. Pour déterminer cette énergie d'activation en utilisant la relation (V.I) qui est linéaire, on applique la température du pic et la vitesse de chauffage.

Différentes méthodes sont appliquées pour évaluer les énergies d'activation efficaces pour la précipitation et la dissolution [63]. La procédure de calcul est proposée premièrement par Ozawa (en 1971) [64], et ensuite par plusieurs chercheurs [65-67].

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 de temps.

Dans notre travail, nous nous sommes limités à quatre mesures correspondant aux vitesses de chauffages : 05, 10, 15 et 20°C/min pour les trois alliages étudiés.

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

La figure V.19 illustre les résultats de cette analyse. Elle représente la variation de la fraction transformée en fonction du temps. La présentation a été faite sur une échelle semi-Log afin de vérifier à l'avance la validité de l'analyse.

Nous avons remarqué que les courbes sont parallèles et ordonnées, à partir de l'essai obtenu avec une vitesse de chauffage de 20°C/min jusqu'à la vitesse de chauffage de 05°C/min.

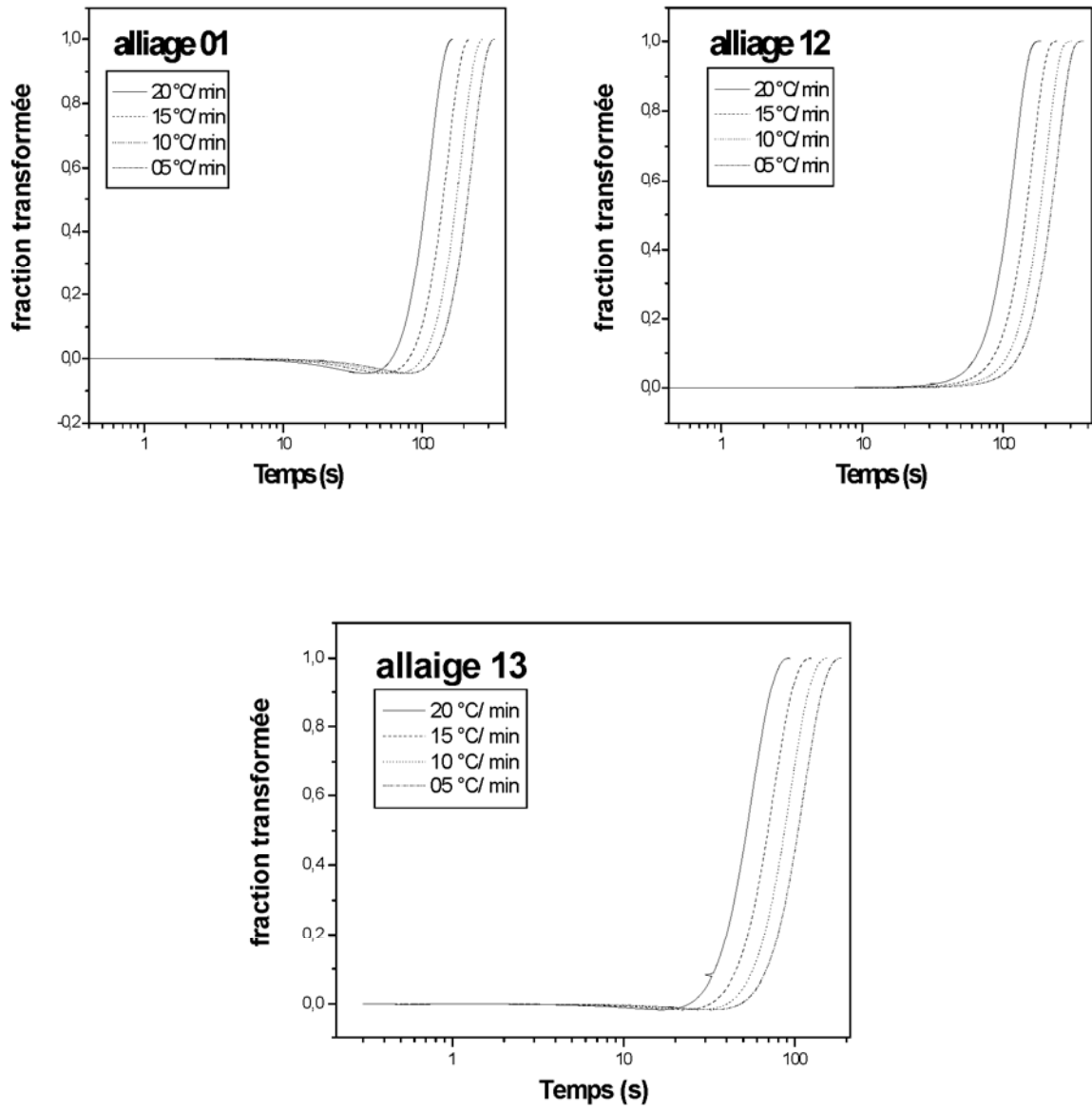


Figure V.19: La variation de la fraction transformée en fonction du temps des alliages 01-12 et 13

La détermination de l'énergie d'activation de la réaction due à la formation de la phase  $\beta''$  par la relation (V.1) nécessite la connaissance des températures des pics de DSC obtenus par différentes vitesses de chauffage:

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

Dans cette formule,  $\phi$  est la vitesse de chauffage, l'indice  $m$  indique la position du pic considéré de la courbe de DSC,  $E$  est l'énergie d'activation,  $R$  est la constante de gaz et  $C$  est une constante.

La figure V. 20 représente les courbes de  $\ln (T^2/\phi)$  en fonction de  $1/T$  des trois alliages étudiés qui sont des droites dont la pente donne directement l'énergie d'activation de la réaction.

Les calculs ont été faits sur le pic de précipitation situé environ de la température 260°C. Les énergies d'activation obtenues sont rapportées dans le tableau ci- dessous :

Alliage	Energie d'activation (kJ / mol)
01	177.8
12	124.5
13	184.4

Tableau V.1 : Energie d'activation du pic choisi des trois alliages

On remarque que les énergies d'activation des alliages 01 et 13 sont supérieures à celle de l'alliage 12. On peut déduire ainsi que la cinétique de transformation dans l'alliage 12 est plus facile que celles des deux autres alliages.

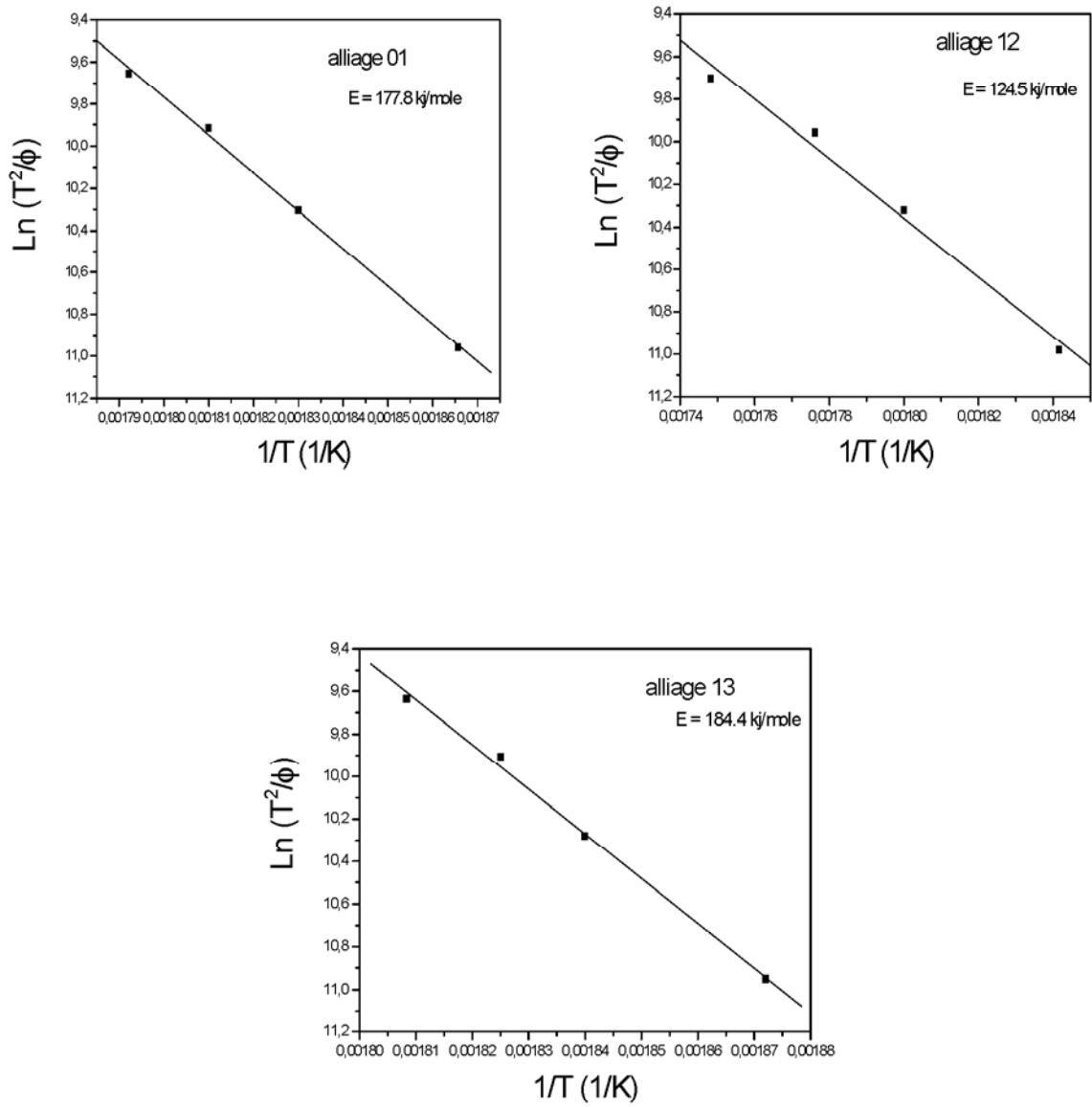


Figure V.20: Calcul de l'énergie d'activation des alliages 01, 12 et 13

## V. 5 MICRODURETE

### V. 5. 1 EVOLUTION DE LA MICRODURETE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Le traitement d'homogénéisation a été suivi par le vieillissement artificiel aux températures comprises entre la température ambiante et 500°C. Le durcissement structural des alliages a été suivi par les mesures de la microdureté Vickers Hv.

La figure V.21 représente la variation de la microdureté Hv en fonction de la température de vieillissement pour les trois alliages étudiés. Le temps de vieillissement est de 1 min. Les trois courbes de la microdureté des différents alliages ont la même allure. Les valeurs maximales et minimales sont obtenues aux mêmes intervalles de température. Cependant, l'alliage 01 possède la valeur minimale de la microdureté alors que l'alliage 13 possède la valeur maximale de la microdureté. L'alliage 12 possède une valeur intermédiaire.

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

### V. 5. 2 ISOTHERME DE MICRODURETE AUX TROIS ALLIAGES D'ALUMINIUM

La microdureté des trois alliages homogénéisés est faite en fonction du temps de vieillissement aux températures 150, 200 et 250°C.

La figure V.22 représente la variation de la microdureté des trois alliages étudiés en fonction du temps de vieillissement à la température 150°C. L'allure des courbes de la microdureté des trois alliages est la même. Une montée de la microdureté est observée à partir de l'état initiale jusqu'au temps de maintien de 600 minutes au-delà duquel on remarque une variation presque uniforme de la microdureté. Ce temps de maintien est suffisant pour la formation de la phase  $\beta''$ . La plus grande valeur de la microdureté est

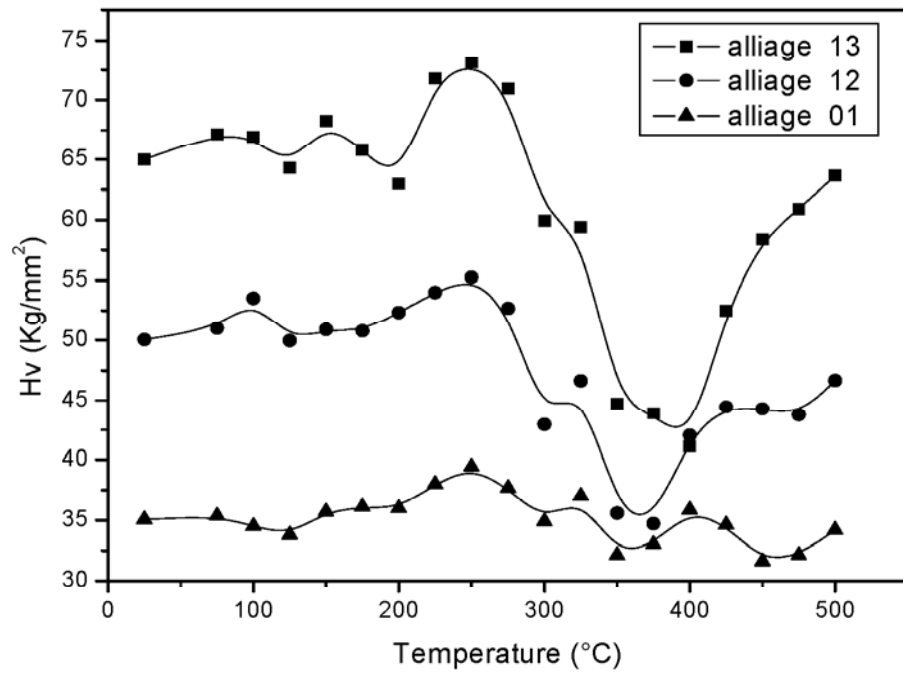


Figure V.21: La variation de la microdureté en fonction de la température  
 Pour les trois alliages 01- 12 et 13

observée pour l'alliage 13 contenant un excès de silicium en plus de la présence de cuivre. La plus petite valeur est observée pour l'alliage ne contenant pas le cuivre malgré la présence de l'excès de silicium. Ainsi la présence du cuivre en plus de l'excès de silicium facilite le durcissement des alliages Al-Mg-Si lors des traitements thermiques isothermes.

La figure V.23 représente la variation de la microdureté des trois alliages en fonction du temps de vieillissement à la température 200°C. Une évolution rapide de la microdureté est observée pour les trois alliages jusqu'au temps de maintien de 480 minutes. Au-delà on remarque une variation presque uniforme de la microdureté. Ce temps de maintien est suffisant pour la formation de la phase  $\beta''$ .

La figure V.24 illustre les courbes de la variation de la microdureté des trois alliages en fonction du temps de vieillissement à la température 250°C. Les trois courbes de la microdureté des trois alliages ont presque la même allure. Elles présentent deux pics dus aux transformations des phases se produisant dans chaque alliage. Le premier pic, situé dans l'intervalle du temps de maintien entre 60 - 150 minutes pour les deux alliages 01 et 12, et de 30 - 100 minutes pour l'alliage 13, est lié à la formation de la phase  $\beta''$ . La dissolution de la phase  $\beta''$  et la formation de la phase  $\beta'$  sont représentés par la diminution et l'augmentation de la microdureté situés aux intervalles de temps de maintien 150 - 360 minutes, 500 - 660 minutes pour les deux alliages 01 et 12 respectivement. La précipitation de la phase  $\beta'$  est observée après un temps plus court de vieillissement de 400 - 540 minutes pour l'alliage 13. Ceci est dû à l'effet combiné de la présence de cuivre en plus de l'excès de silicium.

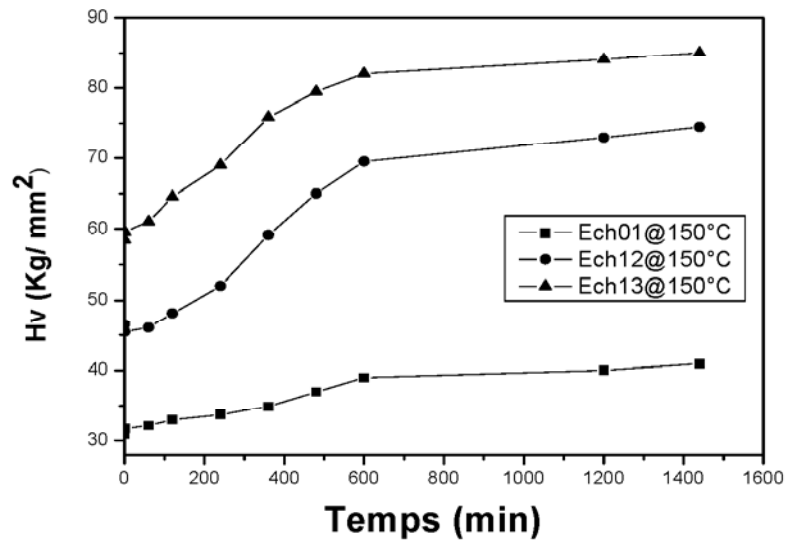


Figure V.22: La variation de la microdureté en fonction de temps de vieillissement à la température 150°C des trois alliages.

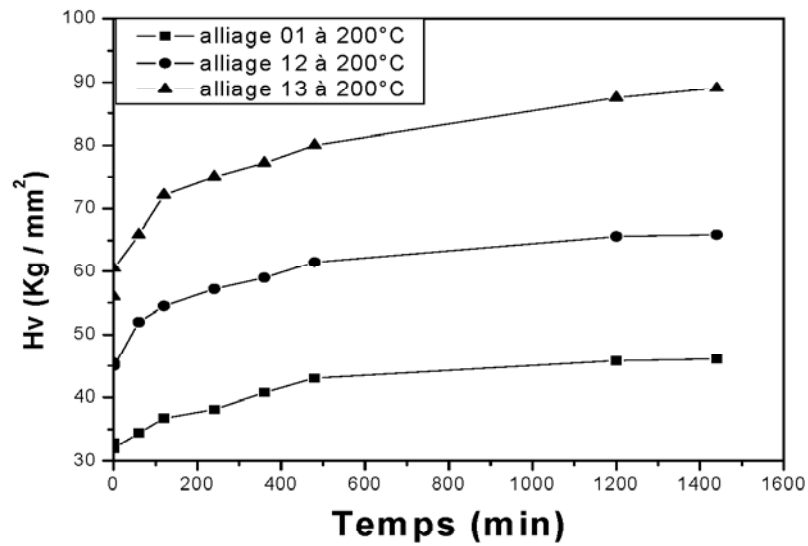


Figure V.23: La variation de la microdureté en fonction de temps de vieillissement à la température 200°C des trois alliages.



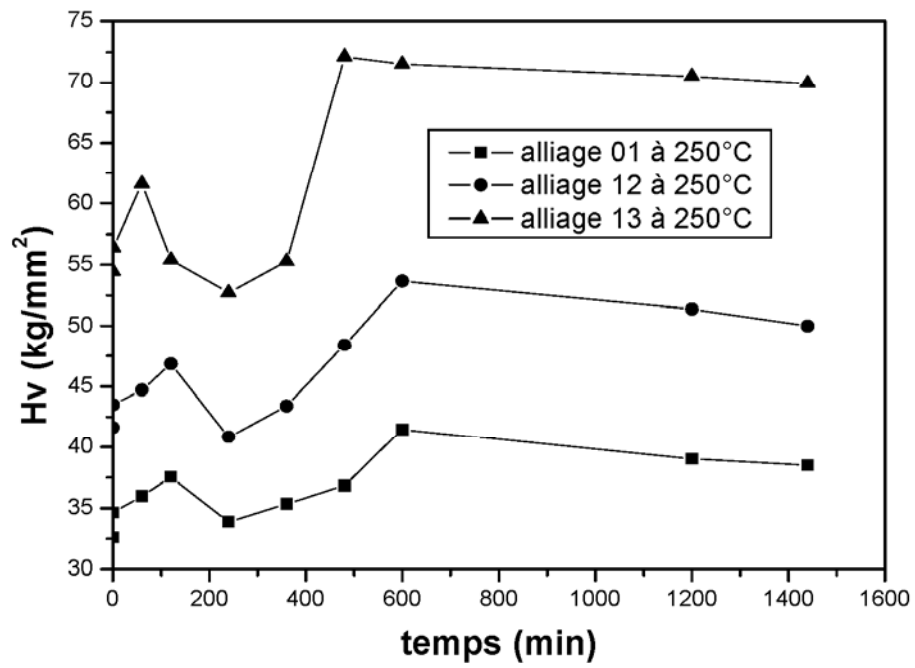


Figure V.24: La variation de la microdureté en fonction de temps de vieillissement à la température 250°C des trois alliages

### V. 5. 3 L'EFFET DE VIEILLISSEMENT NATUREL :

La figure V.25 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement naturel et artificiel des alliages étudiés 12 et 13 homogénéisés à 530°C pendant 15 minutes. L'évolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C des deux alliages 12 et 13 sans vieillissement naturel est représentée dans la figure V.25.a. L'allure des courbes est la même mais les valeurs de la microdureté dans l'alliages 13 sont les plus élevées par rapport à celles de l'alliage 12 pendant tout le traitement de vieillissement. Ceci est dû à la présence de cuivre en plus de silicium dans l'alliage 13. La figure V.25.b représente l'évolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C des deux alliages 12 et 13 vieillis naturellement pendant 30 jours.

La figure V.26 montre la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement artificiel à 175°C des deux alliages d'aluminium. Chaque alliage d'aluminium a subi un vieillissement naturel de 30 jours ou sans vieillissement naturel. Pour les deux alliages sans vieillissement naturel, la microdureté augmente avec la montée du temps de vieillissement jusqu'à 500 minutes. Après ce temps de maintien, on remarque une légère diminution de la microdureté.

Les alliages naturellement vieillis ont montré une microdureté initiale plus élevée en comparaison avec les alliages qui ne sont pas naturellement vieillis.

Les alliages naturellement vieillis ont montré une diminution de la microdureté avec la montée du temps de vieillissement jusqu'à 60 minutes. Cette diminution est due à la dissolution des zones G.P qui ont été déjà formées lors le vieillissement naturel de 30 jours. Une augmentation de la microdureté jusqu'à la valeur maximale est observée pour les deux alliages. Cette augmentation est légèrement élevée pour les alliages vieillis artificiellement. Ces résultats sont en accord avec les résultats reportés par Miao [58] et Kang [68].

L'effet néfaste du vieillissement naturel, lié à la diminution de la microdureté, pourrait être dû à la dissolution des zones G.P formées pendant le vieillissement naturel. Ceci a été aussi confirmé par Kang [68] et Pashley [69].

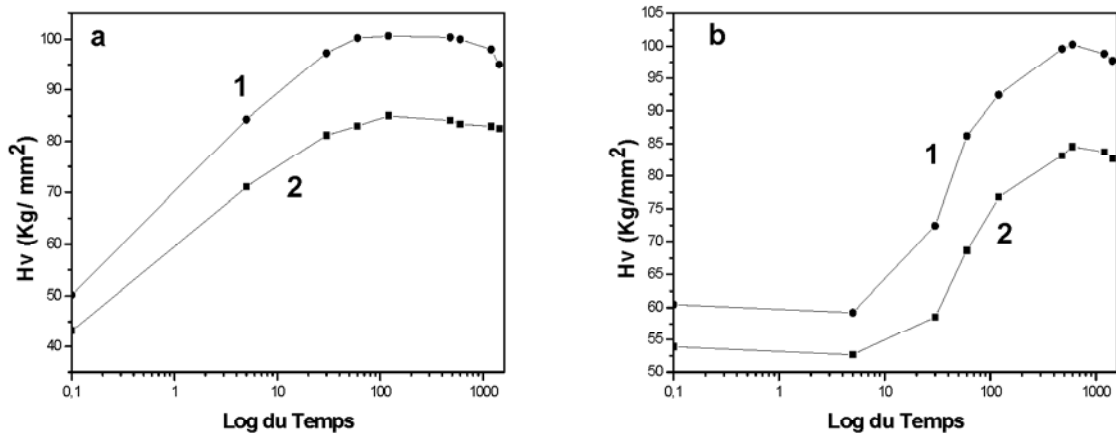


Figure V.25: L'évolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C  
 a) sans vieillissement naturel. b) vieillissement naturel de 30 jours  
 (1) alliage 13. (2) alliage 12

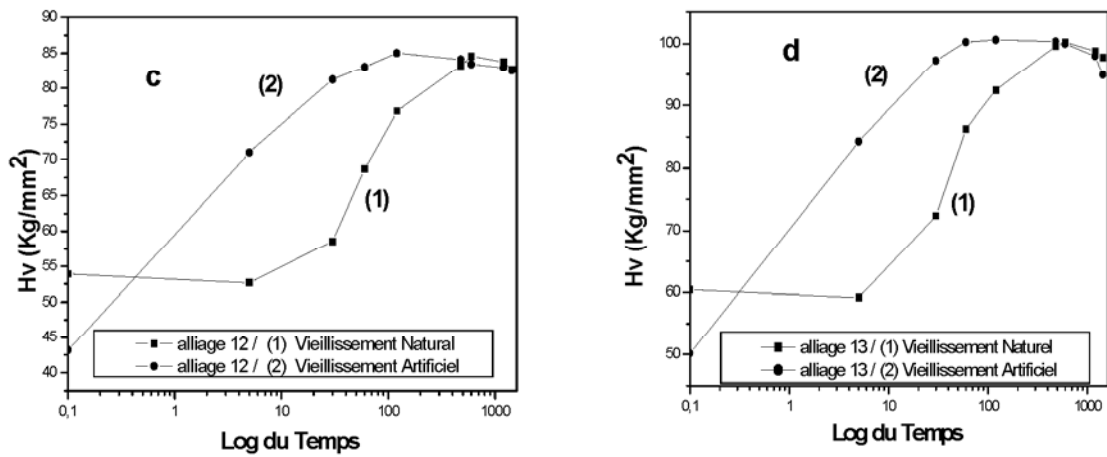


Figure V.26: L'évolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 175°C  
 de deux alliages d'aluminium c) alliage 12. d) alliage 13  
 (1) alliage ayant subi un vieillissement naturel de 30 jours  
 (2) alliage sans vieillissement naturel

## **V. 6 DIFFRACTION DES RAYONS X:**

Les diagrammes de diffraction des rayons X des trois alliages étudiés à l'état brut sont représentés dans la figure V.27. Les pics présents correspondent à la structure c.f.c de la matrice d'aluminium. Les résultats obtenus par DRX des alliages à l'état brut montrent que le pic le plus intense n'est pas le pic (111) de l'aluminium pur. Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont subi un laminage durant le procédé de fabrication.

La figure V.29 représente les diagrammes de diffraction des rayons X des trois alliages homogénéisés à 530°C pendant 15 minutes puis vieillis à 300°C pendant une heure. Les spectres apparaissent presque identiques à ceux obtenus dans le cas des alliages à l'état brut et de ceux homogénéisés (figure V.28). Nous remarquons que tous les pics observés correspondent à la matrice d'aluminium. Nous constatons aussi que l'intensité des pics situés aux angles 44.8°, 65°, 78°, 116° croit ou disparaît totalement. Ceci est pourrait être dû à une recristallisation.

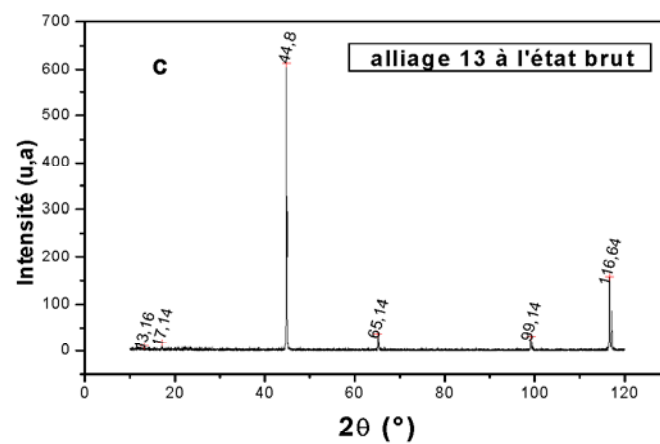
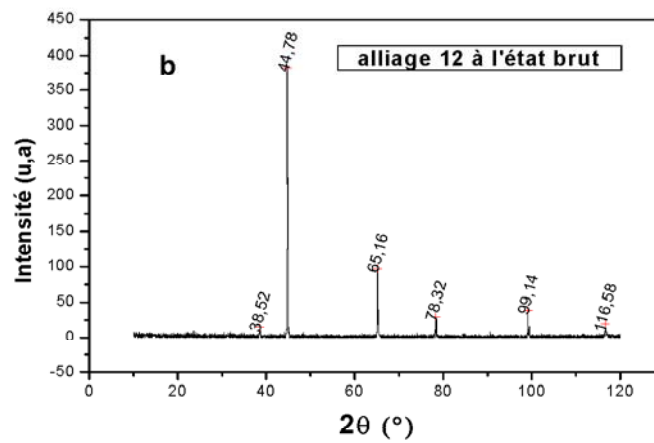
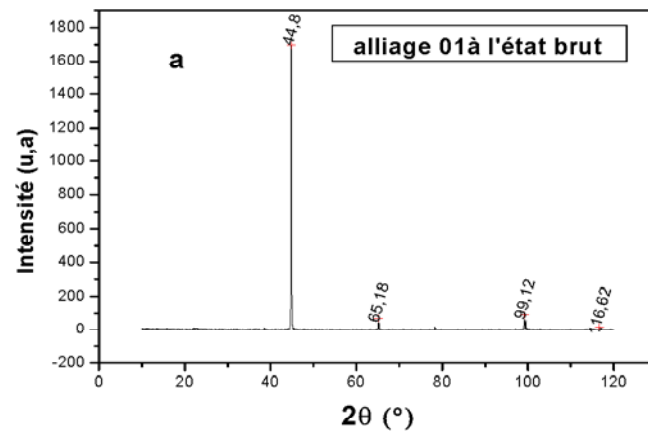


Figure V.27 : Diagramme de diffraction des rayons X des trois alliages d'aluminium à l'état brut  
**(a)** l'alliage 01, **(b)** l'alliage 12 et **(c)** l'alliage 13

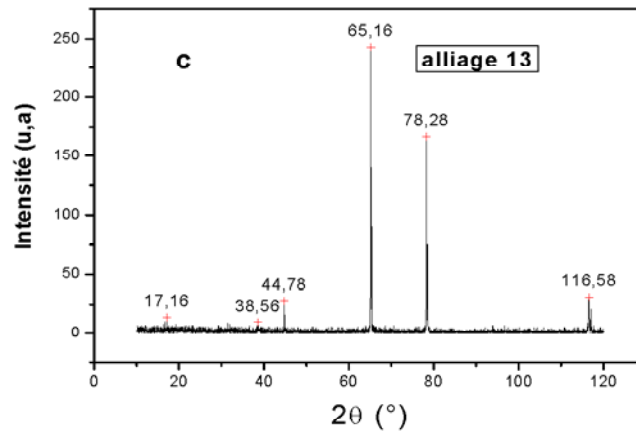
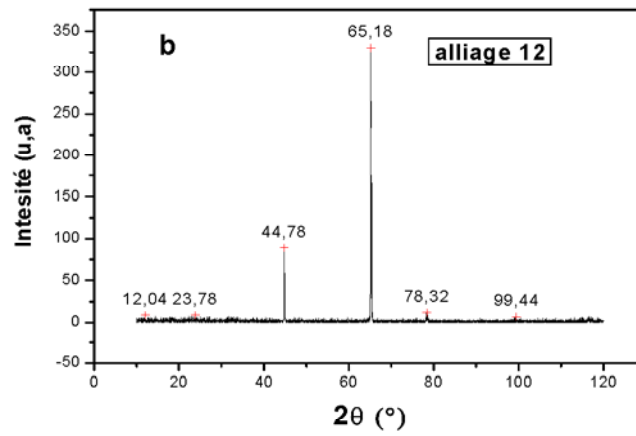
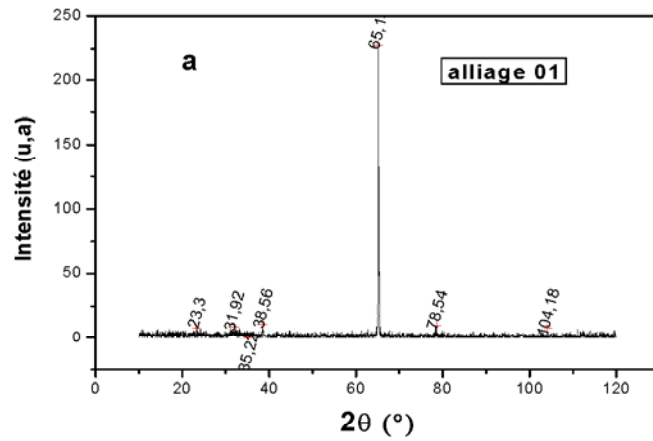


Figure V.28: Diagramme de diffraction des rayons X des trois alliages d'aluminium homogénéisés à 530°C pendant 15 min  
**(a)** l'alliage 01, **(b)** l'alliage 12 et **(c)** l'alliage 13

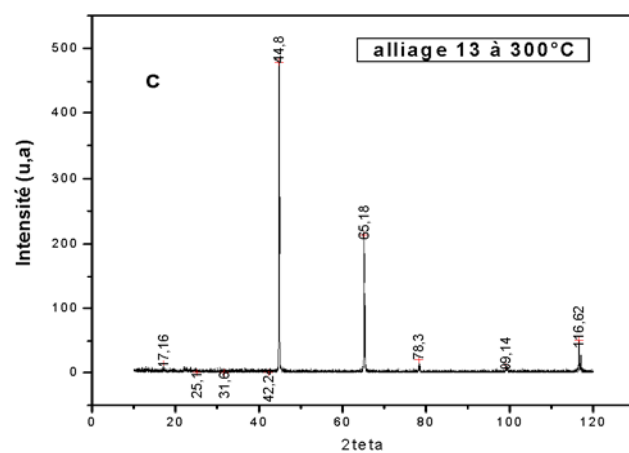
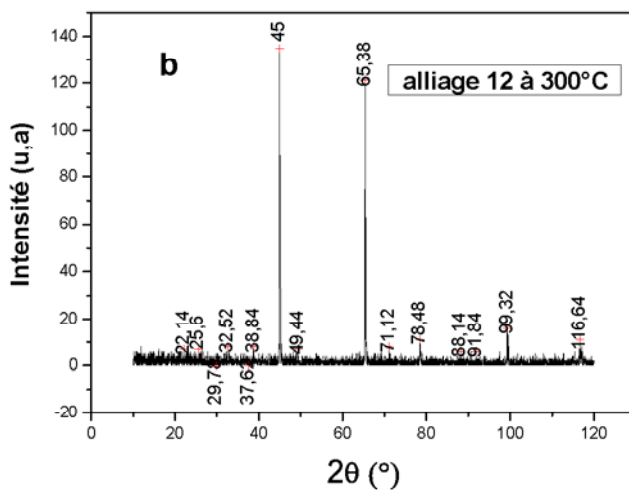
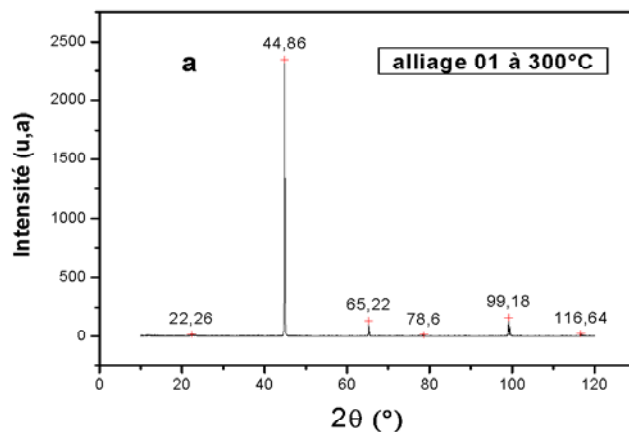


Figure V.29: Diagramme de diffraction des rayons X des trois alliages d'aluminium homogénéisés à 530°C pendant 15 min puis vieillis à 300°C pendant 1 heure .(a) l'alliage 01, (b) l'alliage 12 et (c) l'alliage 13

## Conclusion

Notre travail consiste à faire une étude calorimétrique et microstructurale des alliages Al-Mg-Si. Différentes techniques expérimentales telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, l'analyse calorimétrique, l'analyse chimique par EDAX et les mesures de micro-dureté ont été utilisées.

Parmi les résultats obtenus on peut citer :

- ✓ L'addition combinée de cuivre et de l'excès de silicium est le plus bénéfique dans l'amélioration des propriétés mécaniques dû à l'accélération de la précipitation.
- ✓ L'énergie d'activation est plus élevée dans le cas de l'alliage contenant le cuivre en plus de l'excès de silicium.
- ✓ La plupart des phases intermétalliques tels que (AlSiCuMgFe), (AlMnFeSi), (AlFeSi) et (AlCuMgSi) observées à l'état brut restent insolubles après le traitement d'homogénéisation.
- ✓ L'addition du cuivre conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques après le traitement du vieillissement artificiel. En effet la présence de cuivre dans les alliages Al-Mg-Si affine la taille des grains.
- ✓ Le temps de maintien suffisant pour la précipitation de la phase  $\beta''$  a été estimé de 10 et 8 heures pour les alliages Al-Mg-Si vieillis à 150°C et 200°C, respectivement.
- ✓ Le vieillissement naturel a un effet néfaste sur le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si. Cet effet néfaste est dû à la dissolution des zones G.P formées lors du vieillissement naturel.
- ✓ La dureté des alliages Al-Mg-Si vieillis à 175°C augmente avec le temps de vieillissement.
- ✓ Les résultats de la diffraction des rayons X montre l'existence d'une anisotropie dans la direction de laminage des alliages étudiés.



## REFERENCES:

- [1] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys, Structures and Properties, Butterworth, 1<sup>st</sup> edition, London. (1976).
- [2] R. Kaibyskov, F. Musin, D. Gromov, T. G. Nieh and D. R. Lesuer; *Metals Trans* 43-10 (2002) 2392- 2399.
- [3] C. Varel. Le comportement de l'aluminium et de ses alliages. Ed. Dunod technique, paris (1994) 25.
- [4] J. Lanthony, L'aluminium et les alliages légers. Ed. Presses universitaires de France, Paris (1984) 55.
- [5] D. M. Laughlin and W. F. Miao. *Journal of Materials Science Letters*: 21 (2001) 320-329.
- [6] I. R. Harris, P. C. Varley, Factors influencing driftness in Al–Mg–Si alloys. *J. I. Metals*. 82 (1953-1954) 379-393.
- [7] G. W. Lorimer., *FIZIKA* 2 Suppl. 2 (1970) 01-16.
- [8] I. Lakhtine. *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, 2<sup>eme</sup> édition revue. Edition Mir. Moscou (1986) 367-386.
- [9] A. Wilm. *Métallurgie*,. 8 (1911) 223-250.
- [10] A. Guinier, *Nature*, 142 (1938) 569.
- [11] G. D. Preston, *Nature*, 142 (1938) 570.
- [12] K. T. Kashyap and T. Chadrashkar, *Bull. Mater. Sci.*, 24 (2001) 345-353.
- [13] M. Volmer et A. Weber, *Z. Phys. Chim.*, 119 (1925) 277.
- [14] R. Becker et W. Doring, *Ann. Phys.* 2 (1935) 719.
- [15] V. Laaksonen , D. W. Talanquer;. *Oxtaby: Nucleation, measurements theory, and atomspheric applications. Annu. Rev. Phys. Chim* 46 (1995) 489.
- [16] J. W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, Pergamon press. 2<sup>nd</sup> Edition., (1975).
- [17] E. Hornbogen, *Nucleation*; M. Becker. Inc New - York, (1969) 309.
- [18] M. Avrami, *Journal. Chem. Phys.*,. 7 (1939) 1103-1112.
- [19] G. B. Gurger, A. K. Gupta, P. W. Jeffrey, and D. J. Lloyd, *Mater. Char.* 35 (1995) 23-39.
- [20] O. Beffort, C. Solenthaler and P. J. Uggowitzer. *Mat. Sci. Eng.*, 191 (1995) 121-130.
- [21] S. G. Shabestari. *Materials. Science and Engineering. A* 383 (2004) 289-298.

- [22] S. Hamamda, A. Boubertakh and R. Guemini, Eur. Phys. J. AP. 13 (2001) 167-170.
- [23] D. E. Laughlin and W. F. Miao, Automotive Alloys II. Edited by S. K. Das. The Minerals, Metals and Materials Society. (1998) 63-80.
- [24] M. Murayama, K. Hono, W. F. Miao and D. E. Laughlin, Metallurgical and Materials Transactions, 32A (2001) 239- 246.
- [25] G. W. Lorimer, Precipitation in aluminum alloys in Precipitation processes in Solids, TMS-AIME Warrendale, P. A, (1978) 87-119.
- [26] A. H. Geisler and J. K. Hill, Acta Cryst., 1 (1948) 238.
- [27] A. Guinier and H. G. Lambot, Cr. Acad. Sci., 227 (1948) 74.
- [28] A. Lutts, Acta Met., 9 (1961) 577.
- [29] G. Thomas, J. Inst. Metals, 90 (1961-1962) 57.
- [30] D. W. Pashley, M. H. Jacobs, and J. T. Viertz, Phil. Mag., 16 (1967) 51.
- [31] M. H. Jacobs, Phil. Mag., 26 (1972), 1-7.
- [32] C. Panseri and T. Federighi, J. Inst Met., 94 (1966) 99.
- [33] S. Ceresara, E. O. Russo, P. Fiorini and A. Giarda, Mater. Sci. Eng., 5 (1969-1970) 220.
- [34] G. A. Edwards, G. L. Dunlop and A. Couper. The 4<sup>th</sup> Inter. Conf. on Al alloys, Atlanta, Georgia, USA September 11-16, (1994) 620.
- [35] J. P. Lynch, L. M. Brown and M. H. Jacobs, Acta Met., 30 (1982) 1389.
- [36] K. Matsuda, S. Tada, T. Sato and A. Kamio, Mater Sci Forum, 598 (1996) 217-222.
- [37] K. Matsuda, S. Taniduchi, K. Kido, Y. Uetani and S. Ikino, Materials Trans. 43-11 (2002) 2789 – 2795.
- [38] K. Matsuda, S., Tada, Ikino, and A. Kamio, Scripta. Metall. Mater., 32 (1995) 1175.
- [39] K. Matsuda, S. Tada et S. Ikeno ; J. Electron Microscopy., 42 (1993) 8-14.
- [40] G. Thomas, J. Inst. Metals, 89 (1960-1961) 287.
- [41] H. Westengen and N. R. Ryum. Z. Metallikde, 8 (1979) 528.
- [42] G. Burger, A. k. Gupta. L. Sutak and D. J. Liloyd, Mater Sci Forum, 217-222 (1996) 461.
- [43] G.A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop and M. J. Couper. Acta Mater : 46-11 (1998) 3893-3904.
- [44] L. Zhen, W. D. Fei, S. B. Kang and H. W. Kim ; J. Mater. Sci., 32 (1997) 1895- 1902.
- [45] C. Cayron, Thèse No 2264, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. EPFL. (2000).
- [46] C. Cayron and P. A. Buffat, Materials Science Forum. 331- 337 (2000) 1001- 1006.
- [47] C. Cayron and P. A. Buffat, Acta Mater. 48 (2000) 2639- 2653.
- [48] D. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin, Progress in Materials Science 49 (2004) 389 – 410

- [49] K. Mutsuda, Y. Uetani, T. Sato et S. Ikino., *Metall and Metal Trans*, 32 (2001) 1293.
- [50] M. Murayama and K. Hono ., *Acta Mater*. Vol. 47- 5 (1999) 1537-1548.
- [51] H. Jones, R. E. Smallman and J. E. Harris, in “Vacancies”, eds., the Metals Society, London, (1977) 175.
- [52] N. Saunders and V. G. Rivlin, *Mater. Sci & Tech.*, 2 (1986) 52.
- [53] R. Ichikawa, T. Ohashi and T. Ikeda, *Tans. JIM.*, 12 (1971) 280.
- [54] T. Ohashi and R. Ichikawa, *Z. Metallkunde*, 64 (1973)517.
- [55] G. M. Hood et R. J. Schultz, *Phil. Mag.*, 33 (1971) 1479- 1482.
- [56] T. S. Lundy et J. F. Murdock., *J. Appl. Phys.*, 33 (1962) 1671- 1675.
- [57] W. F. Miao, D. E. Laughlin, *Scripta Mater*. 40- 7 (1999) 873- 878.
- [58] W. F. Miao, D. E. Laughlin. *Journal of Materials Science Letters* : 19 (2000) 201-203.
- [59] Y. Ohmori, L. C. Doan, Y. Matsuura, S. Kobayashi and K. Nakai. *Mater. Transactions*, 42-12 (2001) 2576-2583.
- [60] L. C. Doan, Y. Ohmori, and K. Nakai. *Mater. Trans, JIM*, 42-2 (2000) 300 – 305.
- [61] W. F. Miao, D. E. Laughlin. *Metall and Mater. Transactions A*, 31A (2000) 361- 371.
- [62] S. Esmaleili, X. Wang, D. J. Lloyd and W. J. Pool., *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34A (2003) 751 – 763.
- [63] A. F. Gaber, N. Afify, A. Gadalla and A. Mossad., *High Temperatures – High Pressures*,. 31 (1999) 613 – 625.
- [64] T. Ozawa, *polymer*. 12 (1971) 150 - 158
- [65] W. A. Johnson, R. F. Mehle., *Trans AIME*. 135 (1939) 416.
- [66] N. Afify., *J. Non - Cryst. Solids*,. 142 (1992) 257 – 259.
- [67] H. Yinnon, D. R. Uhlmann., *J. Non - Cryst. Solids*,. 54 (1983) 253 – 273.
- [68] S. B. Kang, L. Zhen, H. W. Kim and S. T. Lee., *Mater. Sci. Forum*. 827 (1996) 217 – 222.
- [69] D. W. Pashley, J. W. Rhodes and A. Sendorfs, *J. Inst. Metals*. 41 (1966) 94.

## ***Abstract:***

The present study is performed on aluminium alloys, in particular Al-Mg-Si alloys. These alloys arouse great interest for their privileged use in the automotive and aeronautical industries.

The object of this work is the study of the influence of addition elements, in particular copper and excess silicon, on the microstructure and the mechanical properties of the Al-Mg-Si alloys.

The use of various experimental techniques allowed us to characterize the age-hardening behaviour of the Al-Mg-Si alloys. The precipitation kinetics of these alloys is followed mainly by differential scanning calorimetry study (DSC).

The effect of age hardening on the different sequences of the precipitation in Al-Mg-Si alloys and on the mechanical properties was studied, too.

The combined effect of the addition of copper and excess silicon in Al-Mg-Si alloys was found to have a great effect on the mechanical properties and led to the improvement of these properties during artificial ageing by decreasing the negative effect of natural ageing.

***Keywords:*** Al-Mg-Si alloys, precipitation, DSC, excess silicon, kinetics of transformation, natural and artificial ageing and precipitation hardening.

## ملخص:

أنجزنا هذا العمل على سبائك الألمنيوم ، وبالتحديد سبائك الألمنيوم- المغنيزيوم- السيليسيوم .  
لهذه السبائك دور و فائدة كبيرة في عدة مجالات أهمها صناعة السيارات، الطائرات و المركبات الفضائية.الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير العناصر المضافة إلى الألمنيوم ، خاصة تأثير النحاس و السيليسيوم على البنية المجهرية و على الخصائص الميكانيكية لسبائك الألمنيوم - المغنيزيوم - السيليسيوم . إن استعمال عدة تقنيات ووسائل تجريبية سمح لنا بدراسة الصلادة البنيوية لسبائك الألمنيوم- المغنيزيوم- السيليسيوم. إن دراسة حركية الترسيبات لهذه السبائك تمت بصفة رئيسية بواسطة الماسح الحراري التفاضلي (DSC). درسنا أيضا تأثير الصلادة البنيوية على مختلف التحولات لسبائك الألمنيوم- المغنيزيوم- السيليسيوم وكذلك تأثيرها على الخصائص الميكانيكية .

إن التأثير المزدوج للنحاس و السيليسيوم على سبائك الألمنيوم- المغنيزيوم- السيليسيوم هو تأثير جد مهم على الخصائص الميكانيكية. إن إضافة النحاس بالخصوص إلى هذه السبائك يعمل على تحسين خصائصها الميكانيكية بعد المعالجة بواسطة التقادم الاصطناعي و ينقص من التأثير السلبي للمعالجة بواسطة التقادم الطبيعي.

الكلمات المفتاحية : سبائك الألمنيوم- المغنيزيوم- السيليسيوم ، الترسيبات ، الماسح الحراري التفاضلي ، الإفراط في السيليسيوم ، حركية التحول ، التقادم الطبيعي و التقادم الاصطناعي ، الصلادة بواسطة الترسيبات.

## **Résumé :**

La présente étude est faite sur les alliages d'aluminium et en particulier les alliages Al-Mg-Si. Ces derniers alliages ont un grand intérêt vu leur utilisation privilégiée dans les industries automobile et aéronautique.

Ce travail a pour objectif l'étude de l'influence des éléments d'addition, en particulier le cuivre et l'excès de silicium, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si.

L'utilisation des différentes techniques expérimentales a permis de caractériser le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si. La cinétique de précipitation dans ces alliages est suivie principalement par l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).

L'effet du durcissement structural sur les différentes séquences de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si ainsi que sur les propriétés mécaniques a été étudié. L'effet combiné de la présence du cuivre et de l'excès de silicium dans les alliages Al-Mg-Si a un effet très important sur les propriétés mécaniques. L'addition du cuivre aux alliages Al-Mg-Si conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques après le traitement de vieillissement artificiel en diminuant l'effet négatif du vieillissement naturel.

**Mots clés :** Alliages Al-Mg-Si, précipitation, DSC, excès de silicium, cinétique de transformation, vieillissement naturel et artificiel, durcissement par précipitation.