

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :

Série :

MEMOIRE

Présenté pour obtenir du diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

THEME

*Analyse thermique des alliages d'aluminium
AlMgSi(Cu)*

Par

Boulemzaoud Khadidja

Soutenu le : 25 / 04 / 2012

Devant le jury :

Président :	A. Boubertakh	Prof. Université Mentouri-Constantine
Rapporteur :	S. Hamamda	Prof. Université Mentouri-Constantine
Examineurs :	A. Karaali	Prof. Université Mentouri-Constantine
	R. Bensaha	Prof. Université Mentouri-Constantine

DEDICACES

Au nom de Dieu le clément et le Miséricordieux et En termes d'amour et de fidélité, je dédie ce présent mémoire :

Aux deux êtres les plus précieux au monde

ma MERE et mon PERE

QUE DIEU LES PROTEGE

mes FRERES 'Mohamed, Hemza, Younes'

*A la mémoire de mon cher oncle Ahmed
que Dieu l'accueille dans son vaste paradis*

*Pour leur affection, leur soutien et leur compréhension qu'ils m'ont prodiguée
durant toutes ces années de dur labeur*

A mes TANTES et mes ONCLES

'Werida, Farida, Souad, Fatiha et Zahra'

'Daoud, Ahmed lekhdar, Abdelazize , saleh et Abdelfadel'

A mes chères cousines et cousins

'Sarra, Zineb, Sara, Bouchera, Meriem et Hinda'

'Youcef, Mohamed, Yacine, Abdelhakim, Khaled'

A mes chères amies 'Aicha, Anissa, Fatima, Sarah, Djenat'

Ainsi qu'à toute la famille : Boulemzaoud et Remita

*A tous mes amis (ies) et à tout ceux qui ont collaboré de près ou de loin au
bon déroulement de ce modeste travail.*

Khadija

Remerciements

Ce travail a été effectué au laboratoire de thermodynamique et des traitements de surface des matériaux de l'Université Mentouri de Constantine.

Mes premiers remerciements s'adressent à mon encadreur : Smail Hamamda, professeur au département de physique de l'Université de Constantine, qui a assuré la direction de mes travaux de recherche jusqu'à l'achèvement de mon mémoire.

J'exprime ma gratitude à Monsieur A. Boubertakh, professeur au département de physique de l'Université de Constantine, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à messieurs R. Bensaha, professeur au département de physique de l'Université de Constantine, A. Karaali, professeur au département de physique de l'Université de Constantine, qui ont accepté de participer à mon jury.

Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et l'élaboration de ce mémoire.



Sommaire

Sommaire

<i>Introduction Générale</i>	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Généralités sur les processus de précipitation

<i>I.1 Introduction</i>	3
<i>I.2 Définition de la précipitation</i>	3
<i>I.3 Description de la précipitation par la théorie classique</i>	4
<i>I.3.1 Germination</i>	4
<i>I.3.1.1 Germination homogène</i>	4
<i>I.3.1.2 Germination hétérogène</i>	6
<i>I.3.2 Croissance</i>	7
<i>I.3.2.1 Précipités cohérents</i>	8
<i>I.3.2.2 Précipités semi cohérents</i>	9
<i>I.3.2.3 Précipités incohérents</i>	9
<i>I.3.3 Coalescence</i>	9
<i>I.4 Description de la précipitation par la décomposition spinodale</i>	10
<i>I.4.1 Décomposition spinodale</i>	10
<i>I.4.2 La germination des précipités cohérents à l'extérieur de la spinodale</i>	13
<i>I.5 L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température</i>	14
<i>I.6 Les types de précipitations</i>	15
<i>I.6.1 La précipitation continue</i>	15
<i>I.6.2 La précipitation discontinue</i>	15
<i>I.7 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques</i>	16

Chapitre II : Aluminium et ses alliages

<i>II.1 Introduction</i>	18
<i>II.2 Propriétés physiques et chimiques de l'aluminium</i>	18
<i>II.3 Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium</i>	20
<i>II.4 Désignation des différents alliages d'aluminium</i>	21

II.5 Classification par type e transformation	23
II.6 Traitements thermiques des alliages d'aluminium	24
II.6.1 Durcissement structural	24
I .6.1.1 La mise en solution	24
I .6.1.2 La trempe	25
I .6.1.3 Vieillissement thermique	27
II.6.2 Durcissement par écrouissage	28
II.6.3 Durcissement par addition	29
II.7 Alliages de série 6000	29

Chapitre III : Précipitations dans les alliages d'aluminium

III.1 Introduction	31
III.2 Les différentes phases en présence	31
III.2.1 Les phases intermétalliques	31
III.2.2 Les dispersoïdes	31
III.2.3 Les précipités durcissant	32
III.3 La séquence de la précipitation dans les alliages d'aluminium	32
III.4 La précipitation dans les Al-Mg-Si	33
III.4.1 Sans excès de silicium	34
III .4.1.1 Les zones GP	35
III .4.1.2 La phase β''	36
III .4.1.3 La phase β'	37
III .4.1.4 Phase d'équilibre β-Mg₂Si	37
III.4.2 Avec excès de silicium	40
III .4.2.1 Phase de type A	40
III .4.2.2 Phase de type B	40
III .4.2.3 Phase de type C	40
III .4.2.4 La phase Q'	41
III .4.2.5 La phase d'équilibre Q-Al₅Mg₈Si₆Cu₂	41
III.5 Dilatation thermique	41

Chapitre IV : Matériaux étudiés et techniques expérimentales

IV.1 Matériaux étudiés	44
IV.1.1 Composition chimiques des alliages étudiés.....	44
IV.1.2 Traitements thermiques.....	44
IV.2 Préparation des échantillons et techniques d'analyse	44
IV.2.1 Préparations des échantillons.....	44
IV.2.2 Techniques d'analyse.....	45
IV .4.2.1 Microscope optique (MO).....	45
IV .4.2.2 Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	46
IV .4.2.3 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	47
IV .4.2.4 Dilatométrie	48
IV .4.2.4 Microdureté Vickers (Hv)	49

Chapitre V : Résultats et discussions

V.1 Microscopie optique	51
V.1.1 Etat brut	51
V.1.2 Etat homogénéisé.....	52
V.2 Diffraction des rayons X	53
V.3 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	58
V.3.1 Etat brut	58
V.3.2 Etat homogénéisé.....	59
V.4 Dilatométrie	61
V.5 Microdureté Vickers (Hv)	77

Conclusion Générale	79
----------------------------------	----

Références bibliographiques	81
--	----



Introduction Générale

Introduction générale

Les alliages d'aluminium continuent à être le centre d'intérêt de plusieurs travaux de recherche en sciences des matériaux. Leur grande utilisation dans l'industrie automobile et aéronautique dépend largement de leurs caractéristiques mécaniques et thermiques.

Le durcissement structural dans ces alliages permet d'obtenir des propriétés mécaniques requises. Toutefois, une température lente peut par des méthodes conventionnelles favoriser la précipitation de phases grossières qui appauvrissent la solution solide sursaturé et de ce fait réduit considérablement le potentiel de durcissement structural qui confère à ces matériaux d'intéressantes propriétés physiques.

Grâce aux possibilités offertes par des techniques d'investigations physiques, de plus en plus performantes, le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est à présent bien caractérisé du point de vue de la connaissance qualitative des séquences de précipitation et de son influence sur leurs propriétés mécaniques.

Malgré l'amélioration de leurs propriétés mécaniques suite à l'introduction d'éléments d'addition, leur coefficient de dilatation thermique reste toujours élevé.

L'un des objectifs de ce travail est l'étude de l'influence de traitement thermique sur le coefficient de dilatation thermique. Pour cela, nous avons pris deux séries de tôles contenant les mêmes éléments d'addition, mais avec des différentes concentrations.

A partir de chaque tôle, nous avons découpé trois échantillons selon X, Y et Z, avec X-direction parallèle à la direction de laminage, Y- direction perpendiculaire à la direction de laminage dans le plan de laminage et Z- direction perpendiculaire au plan de laminage.

Pour réaliser ce travail, plusieurs techniques expérimentales ont été nécessaires pour mener à bien cette étude. Le dilatomètre utilisé est du type DIL 402C NETTZSCH4. Les analyses par la DSC, ont été faites par un calorimètre SETARAM DSC-92. Les diffractogrammes ont été obtenus à l'aide du diffractomètre Siemens D8 ADVANCE. Les mesures de micro-dureté ont été faites à l'aide du Microduromètre du

type ZWICK à pénétration Vickers. Et enfin, nous avons utilisé le microscope optique Ziess.

Ce manuscrit est articulé autour de cinq chapitres :

Le premier chapitre est réservé à des généralités sur les processus de précipitation (description par la théorie classique, description par la décomposition spinodale). Il englobe aussi une étude des différents types de précipitation ainsi que l'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température et il se termine par l'étude de l'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques.

Le second chapitre est consacré à une étude bibliographique sur l'aluminium et ses alliages, et sa place importante dans beaucoup de domaines de la technique. Il occupe la deuxième place parmi les métaux utilisés, après les matériaux en acier. C'est dans le domaine de transport que se situe leur principale application, suivis de ceux du bâtiment et de la construction de machines. Depuis de nombreuses années également, l'aluminium est un matériau attrayant pour l'industrie de l'emballage. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'additions et sous l'effet des traitements thermiques.

Le troisième chapitre décrit les précipitations dans les alliages d'aluminium, dans un premier temps, nous allons brièvement présenter la forme de la transformation de phase dans les alliages à base d'aluminium ; ensuite, nous nous intéresserons à la précipitation dans les alliages des systèmes AlMgSi(Cu).

Le quatrième chapitre est réservé aux traitements thermiques aux les techniques expérimentales utilisées telles que l'analyse calorimétrique différentielles à balayage (DSC), l'analyse dilatométrique, la microscopie optique, la microdureté et la diffraction des rayons X.

Le cinquième chapitre expose les différents résultats obtenus par l'étude métallographique en utilisant la microscopie optique ainsi que l'analyse par diffraction des rayons X qui ont mis en évidence la présence d'une anisotropie. Cette anisotropie a été confirmée par l'étude dilatométrique. L'investigation par la DSC a pu confirmer la séquence de précipitation communément reconnue pour les alliages AlMgSi (Cu).



Chapitre I

Généralités sur les processus de précipitation

I.1. Introduction

La précipitation d'une solution solide sursaturée est un processus physico-chimique dont la cinétique est déterminée par plusieurs facteurs. Nous citons en particulier, la présence des défauts du réseau, leur répartition dans l'alliage et le type de transformation (décomposition spinodale, précipitation continue et précipitation discontinue). L'intérêt qui s'attache à l'étude des réactions de précipitation est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques des solutions solides dans lesquelles elles se produisent. Ces modifications consistent le plus souvent en une élévation de la limite élastique, de la charge de rupture et de la dureté. L'évolution de ces grandeurs au cours du vieillissement dépend dans une large mesure de la température et de l'état structural du matériau.

I.2 Définition de la précipitation

La précipitation peut être décrite par la succession de trois étapes : germination, croissance et coalescence.

Pendant la germination, une augmentation du nombre de précipités a lieu du fait d'une sursaturation importante de la solution solide. Lorsque la barrière de germination devient élevée, la germination s'arrête et les précipités existants vont croître. Pendant cette étape de croissance, le rayon des particules formées lors de la germination augmente, alors que le nombre de précipités reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche de zéro, la seule force motrice qui permet au système d'évoluer est la diminution de la surface totale des précipités. Ce mécanisme se traduit par la croissance des plus gros précipités aux dépens des plus petits : c'est la coalescence. Elle se traduit par une diminution du nombre de précipités.

En réalité, ces trois étapes peuvent intervenir simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation. Pour cela, il existe plusieurs méthodes qui permettent de simuler ces cinétiques, à différentes échelles.

Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut passer par les trois étapes suivantes:

- ✓ Premièrement : un traitement d'homogénéisation pour éliminer toute ségrégation dans l'alliage et arriver à un système monophasé homogène. La température d'homogénéisation est choisie au-dessus de celle de la limite de solubilité, dans le domaine monophasé et au-dessous de celle de l'eutectique pour éviter les fusions partielles dues à une hétérogénéité de concentration .
- ✓ Deuxièmement : une trempe rapide pour obtenir une seule phase hors équilibre. Elle est dite solution solide sursaturée, puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre à cette température ; en plus une autre sursaturation en lacunes peut être provoquée.
- ✓ Troisièmement : un vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases.

Il existe deux approches qui permettent de décrire la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée : la décomposition spinodale, la théorie classique de la germination et de la croissance.

I.3 Description de la précipitation par la théorie classique

I.3.1 Germination

I.3.1.1 Germination homogène

La germination se manifeste par l'apparition de germes due à la diffusion des atomes du soluté qui se regroupent afin de former une nouvelle phase [1].

Pour qu'il y ait germination homogène, il faudrait qu'un élément de petit volume de la phase mère soit structurellement, chimiquement et énergétiquement identique à n'importe quel autre élément de cette phase.

Le processus de germination homogène implique la formation d'une interface. Celui-ci s'accompagne d'une variation d'enthalpie libre donnée par l'expression :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S + \Delta G_d \dots \dots \dots (I.1)$$

Où :

ΔG_V : La variation d'enthalpie libre volumique.

ΔG_S : La variation d'enthalpie libre superficielle.

ΔG_d : La variation d'enthalpie de déformation.

Le terme ΔG_d est généralement négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination. A ce stade le germe est de très petite dimension. Les deux autres termes de variations d'enthalpie libre sont étroitement liés aux dimensions du germe.

Si on suppose que les germes ont une forme sphérique [2,3], de rayon r on a :

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

$$\Delta G_S = 4\pi r^2\delta \dots \dots \dots (I.3)$$

Où G_β et G_α sont respectivement les enthalpies libres volumiques spécifiques des phases β et α et δ l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface α/β .

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

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

Elle englobe deux termes, l'un négatif ΔG_V et l'autre positif ΔG_S . Une valeur critique du rayon r_c du germe est déterminée par la condition suivante : $\frac{d(\Delta G)}{dr} = 0$

$$r_c = -2\delta/(G_\beta - G_\alpha) \dots \dots \dots (I.5)$$

Toute croissance du germe de rayon r inférieur au rayon critique r_c ($r < r_c$) entraîne un accroissement de l'enthalpie libre de l'alliage, ce qui est impossible car $d\Delta G/dr > 0$.

Dans le cas où $r > r_c$, on a $d\Delta G/dr < 0$, 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 du germe, ceci est schématisé dans la figure (I.1) [4].

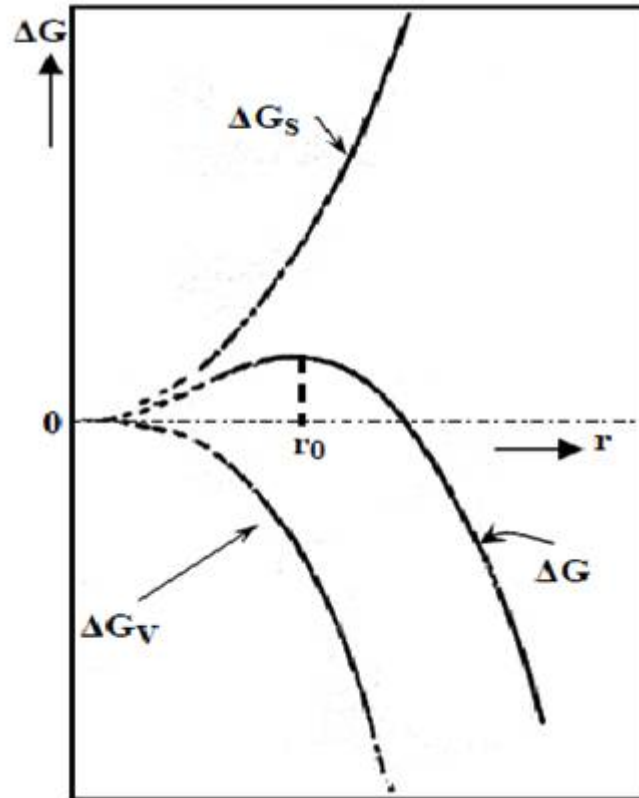


Figure I.1 Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r du germe [4]

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.

1.3.1.2 Germination hétérogène

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, ΔG_j , est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice, ΔG_m , par la relation :

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - \cos \theta + \cos 3\theta) \dots \dots \dots (1.6)$$

Où θ est l'angle d'équilibre de tension superficielle, représenté schématiquement dans la figure (I.2) [4].

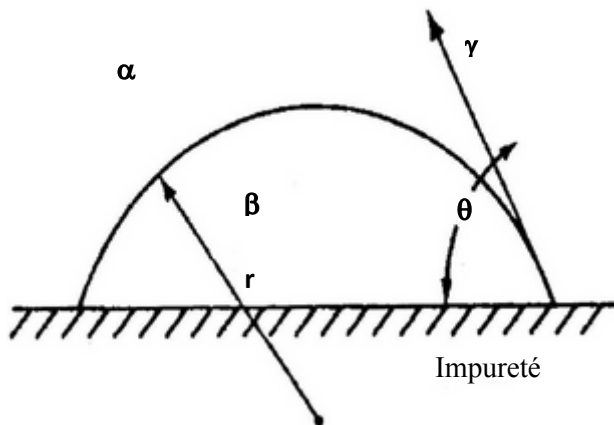


Figure I.2 La forme d'un germe sur un joint de grain

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 la germination homogène.

1.3.2 Croissance

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules au niveau de l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité provoque un changement de volume qui

a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases. En plus, elle fait apparaître une interface entre le précipité et la matrice, de telle sorte, que la différence entre les énergies de liaison atomique dans les deux milieux à cet endroit est appelée énergie d'interface. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur les différents types d'interfaces existantes entre la phase mère et le précipité. D'après Hornbogen et al.[5], il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la figure (I.3).

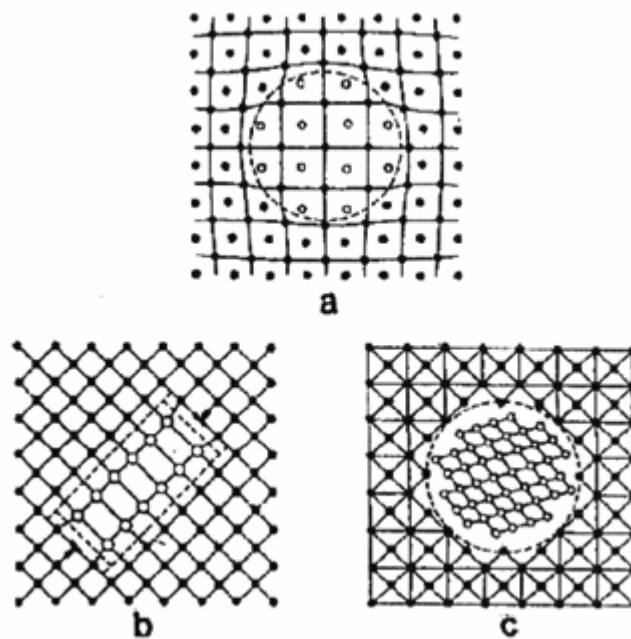


Figure I.3 Représentation schématique des trois types de précipitation [5]

- a. Précipités cohérents.
- b. Précipités semi cohérents.
- c. Précipités incohérents.

1.3.2.1 Précipités cohérents

Ces précipités forment une interface cohérente avec la phase mère c'est-à-dire que le plan d'atomes constituant l'interface, indépendamment de la nature chimique de ces précipités, est commun aux deux phases (figure I.3.a). Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient

identiques ou presque identiques. Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté sont d'une manière générale complètement cohérente avec la matrice.

1.3.2.2 Précipités semi cohérents

Lorsque le germe atteint une dimension critique au-delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus importante que l'énergie inter-faciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans certains endroits de l'interface. Le précipité devient à ce stade semi cohérent (figure I.3.b).

1.3.2.3 Précipités incohérents

Ces précipités forment une interface avec la matrice à travers laquelle il n'existe aucune continuité du réseau cristallin. Au cours de la croissance du précipité les dislocations continuent leur introduction progressive jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque d'une structure à l'autre au niveau de cette interface (figure I.3.c).

1.3.3 Coalescence

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 ce processus de coalescence, les grandes particules continuent à se croître aux dépens des plus petites particules, car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. La coalescence des précipités prend place quand la concentration des atomes du soluté est plus importante aux voisinages des particules fines par rapport à celle du volume adhérent aux grandes particules. Cette différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent de la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

Les atomes du composant de base diffusent de la grande particule à la particule fine. Cette diffusion entraîne une sursaturation de la solution solide près de la seconde phase. Ce qui entraîne leur croissance [6].

I.4 Description de la précipitation par la décomposition spinodale

I.4.1 Décomposition spinodale

La décomposition spinodale constitue le second mode important de décomposition d'une phase homogène. Contrairement au mécanisme de germination et de croissance les hétérogénéités jouent un rôle beaucoup plus faible dans ce mécanisme de décomposition. Celle-ci est due aux fluctuations de grande longueur qui réussissent à moduler la composition d'une solution solide binaire rendant ainsi le système instable. La phase se forme par un processus continu. Elle doit posséder la même structure cristallographique que la phase mère. Elle n'en diffère que par sa composition.

A l'intérieur de la spinodale non seulement ΔG est négative pour n'importe quelle petite fluctuation mais on remarque aussi l'augmentation de la magnitude de ΔG avec l'augmentation de ΔC avec C est la concentration. L'augmentation de ΔC étant due à la diffusion des atomes de soluté à partir des régions de faible concentration vers les régions de forte concentration.

La figure (I.4) montre l'augmentation de l'amplitude de la fluctuation sinusoïdale de la composition qui résulte de la diffusion dans le sens contraire du gradient de concentration. Ceci est admissible dans les solutions où $G'' < 0$. Dans une solution stable G'' est toujours positive et le flux de diffusion se produit dans le sens du gradient de concentration puisque celui-ci diminue l'énergie libre du système. L'amplitude de fluctuation de composition augmente avec le temps et après un certain temps la matrice sera divisée en deux régions avec des compositions d'équilibre indiquées dans le diagramme d'équilibre. Cette distribution est représentée par la courbe t_3 .

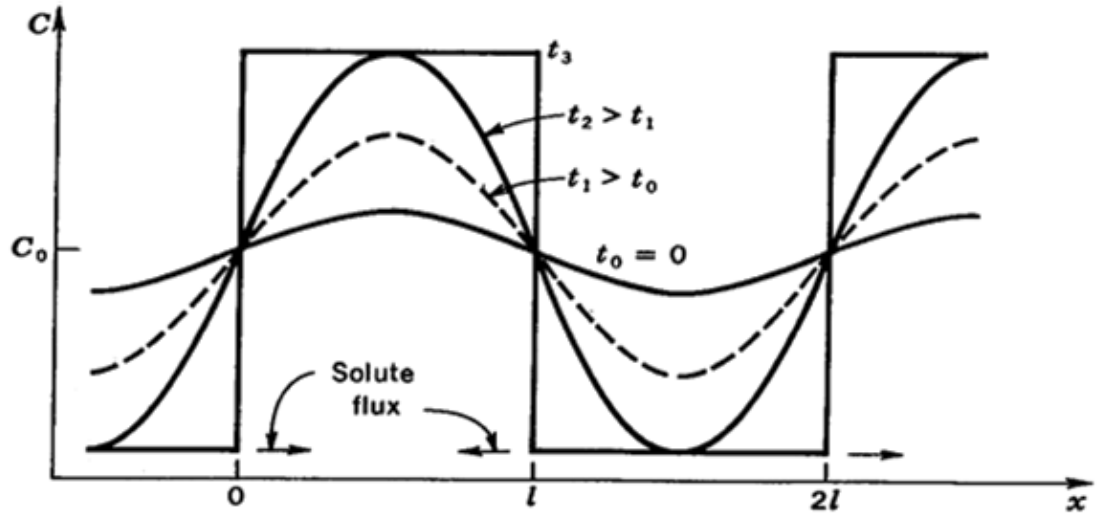


Figure I.4 Augmentation de l'amplitude de fluctuation avec le temps dans le cas où $G'' < 0$.

On parle souvent de coefficient de diffusion négatif dans le cas de $G'' < 0$, ce qui est tout à fait conforme à l'équation :

$$J = -D \frac{dC}{dx} = -MC \frac{d\mu}{dx} \dots \dots \dots (I.7)$$

Où M est la mobilité et μ est le potentiel chimique du composant indiqué :

$$D = MC \frac{d\mu}{dC} = MC(1 - C)G'' \dots \dots \dots (I.8)$$

D'où la relation thermodynamique $\frac{d\mu}{dC} = (1 - C)G'' \dots (I.9)$. Cette dernière relation a été employée.

La vitesse du développement de ces fluctuations est déterminée par la vitesse de diffusion des atomes de soluté, ce qui nous donne :

$$C(x, t) = C(x, 0) \exp \frac{-\pi D t}{\lambda^2} \dots \dots \dots (I.10)$$

Où λ est la longueur d'onde.

Comme $D < 0$, $G'' < 0$, l'équation indique le temps t qui varie comme λ^{-2} de sorte que les fluctuations de longueur d'onde plus faible se développent beaucoup plus rapidement que les fluctuations de longueur d'onde plus grande.

Ce modèle de décomposition spinodale expliquerait la formation rapide des petits clusters cohérents. Cependant, il omet deux facteurs importants qui affectent les limites de compositions et de température à partir desquelles la solution homogène est stable. Dans la solution solide sursaturée, l'énergie des paires de même espèce est inférieure à celle des paires différentes ; ainsi les régions contenant un gradient de concentration ont une énergie plus élevée que les régions homogènes puisque le nombre des proches voisins d'espèces différentes augmente avec le gradient de concentration. Cette énergie correspond à l'énergie de surface entre les clusters et la matrice. La concentration de ces interfaces par unité de volume est proportionnelle à λ^{-1} et le gradient est proportionnel à $\frac{\Delta C}{\lambda}$. Cependant ΔC peut être positive ou négative alors que l'énergie des proches voisins différents est toujours positive et l'énergie interfaciale est égale à $\alpha \left(\frac{\Delta C}{\lambda} \right)^2$, avec α est une constante positive proportionnelle à la différence entre l'énergie des paires les plus proches voisins de même espèce et celle des différentes espèces. La variation d'énergie libre pour la formation des petites fluctuations devient :

$$\Delta G = (\Delta C)^2 \left(G'' + \frac{\alpha}{\lambda^2} \right) \dots \dots \dots (I. 11)$$

Ce qui indique que même si $G'' < 0$ à une température donnée, les fluctuations peuvent diminuer l'énergie libre du système sauf si $\lambda^2 > \frac{-G''}{\alpha}$ [7].

L'approche de la spinodale développée par Hillert [8] montre que cette longueur critique tend vers l'infini et les tensions superficielles empêchent que la décomposition ne s'effectue à une très petite échelle. Les fluctuations vont donc croître suivant une longueur d'onde privilégiée.

I.4.2 La germination des précipités cohérents à l'extérieur de la spinodale

La nouveauté de la décomposition spinodale est que l'énergie diminue pour n'importe quelle fluctuation. Considérons maintenant la précipitation dans les compositions en dehors de la spinodale, puisque ΔG dans ce domaine est positive pour des petites fluctuations. Une barrière d'énergie finie existe et la plupart des petites fluctuations s'amortissent avec le temps. Néanmoins, la germination peut se produire avec une vitesse finie. La figure (I.5) indique la barrière d'énergie qui doit être surmontée pour la formation d'une fluctuation supercritique de composition dans un alliage initialement homogène de composition C_1 .

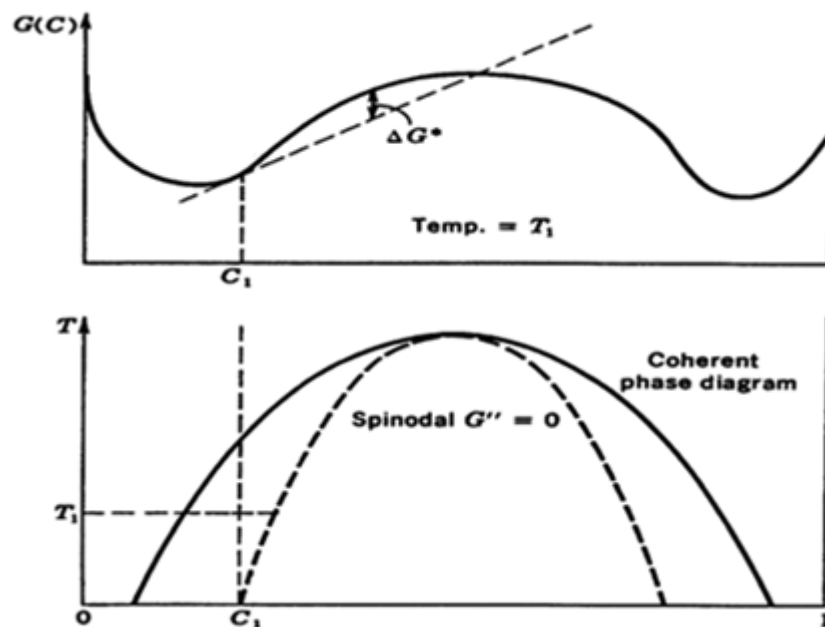


Figure I.5 La barrière d'énergie qui doit être surmontée pour former un germe supercritique dans un alliage de composition C_1 .

Il faut noter que la discussion concernant la germination et la décomposition spinodale s'applique seulement à des systèmes dans lesquelles la précipitation est totalement cohérente. Ceci n'est pas toujours le cas. Des précipités aux différentes structures cristallines et/ou une appréciable différente densité de la matrice peuvent probablement germer sur les hétérogénéités telles que les joints de grains ou les dislocations [7].

I.5 L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température

Les cinétiques globales, c'est à dire l'évolution temporelle du volume de phase transformée (aspect caractérisé par un taux de transformation) peuvent être obtenues par des méthodes expérimentales différentes (calorimétrie, dilatométrie,.....).

Chaque mécanisme de transformation est caractérisé par une courbe. Les courbes trouvent leur explication dans le fait que les vitesses de germination et de croissance varient en fonction de la température en passant par un maximum figure(I.6).

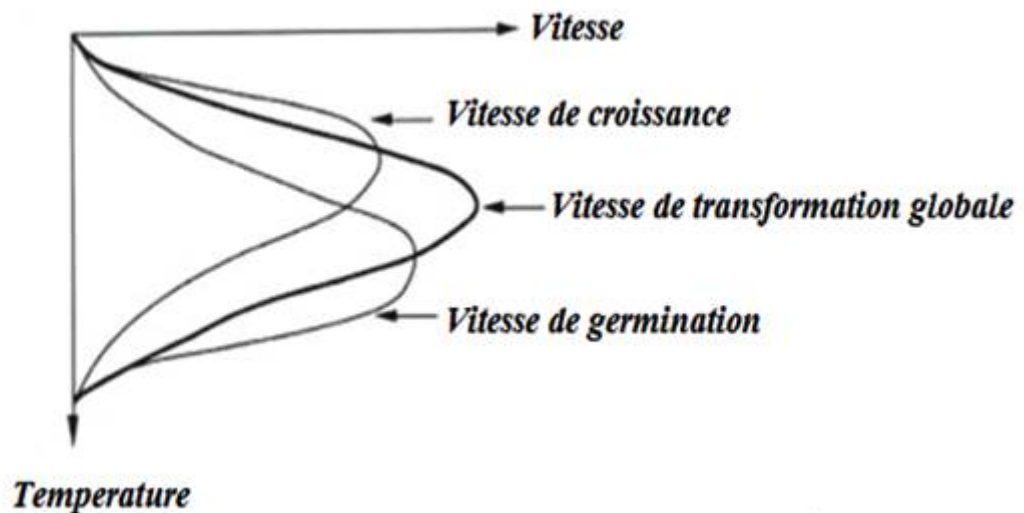


Figure I.6 Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température.

A haute température, la vitesse de germination est faible par rapport à la vitesse de croissance. Un nombre réduit de germe apparaît et ces derniers croissent à une vitesse importante. Cela conduit généralement à une structure finale à gros grains. Au contraire, à basse température, la vitesse de croissance est relativement faible par rapport à la vitesse de germination et la structure finale sera donc formée cette fois-ci d'un nombre important de cristaux de petites tailles. Pour des températures intermédiaires, l'existence d'un compromis conduit à une vitesse

globale de transformation maximale. Ainsi, d'une manière générale, cette forme de compétition entre germination et croissance se trouve à l'origine des courbes en C.

Dans la partie supérieure de ces courbes en C, la réaction est contrôlée par la faible vitesse de germination tandis que dans la partie inférieure, elle sera liée à la faible vitesse de croissance.

1.6 Les types de précipitation

On distingue en général deux grands types de précipitation.

1.6.1 La précipitation continue

Au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue figure(I.7.a).

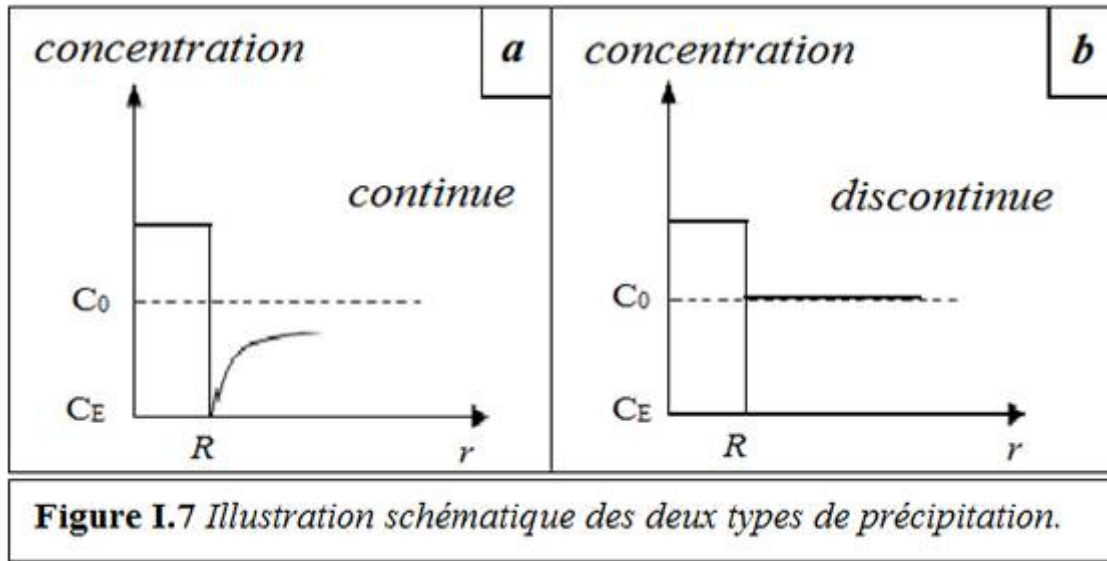
Parfois, la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement. Elle est alors appelée précipitation localisée ou hétérogène.

1.6.2 La précipitation discontinue

Auparavant, la précipitation discontinue était connue sous l'appellation « le phénomène énigme », car elle était une réaction inconnue. La précipitation est dite discontinue lorsqu'au cours de la transformation il y a l'apparition de deux régions :

- une où la transformation est complète,
- et l'autre où la solution solide est encore sursaturée.

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules (d'où l'appellation précipitation cellulaire). Lors de cette précipitation, le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes figure (I.7.b).



I.7 L'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques

Une fois que l'on connaît l'évolution de la précipitation au cours du revenu d'un alliage, il est nécessaire de relier l'état de cette précipitation aux propriétés qui nous intéressent, c'est-à-dire et principalement, les propriétés mécaniques.

Le retour à l'état d'équilibre normal des solutions solides sursaturées, se fait par précipitation fine des constituants sursaturés, ce qui augmente leur résistance à la déformation.

La vitesse de précipitation est naturellement très faible, mais elle augmente avec la température. Elle varie selon la composition chimique. On distingue les alliages qui durcissent à froid et ceux qui durcissent à chaud. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec le prolongement du temps de vieillissement. Ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité des atomes de soluté dans le solvant augmente avec la température. Ce caractère est attaché surtout aux alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le fait d'avoir un matériau léger et doté d'importantes propriétés mécaniques, surtout la dureté. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement toujours conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure. Ces trois états successifs sont l'état sous-vieilli,

bien vieilli et sur-vieilli. Cette séquence provoque une augmentation puis une diminution des caractéristiques de résistance mécanique. Les propriétés de ductilité varient en sens inverse, figure (I.8).

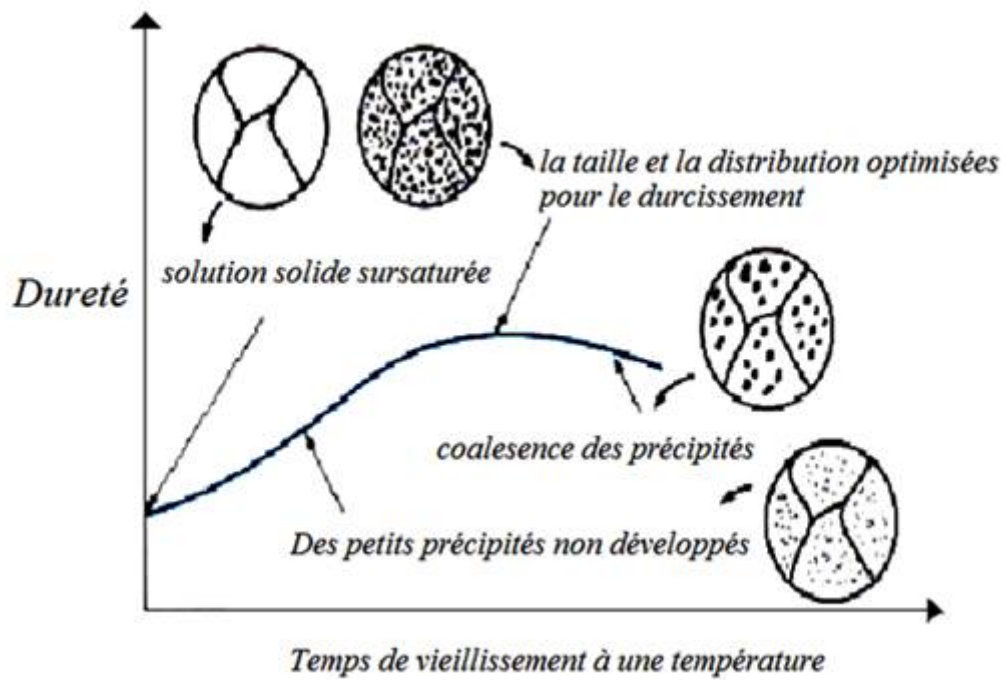


Figure I.9 Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage à durcissement structural pendant le vieillissement [9].



Chapitre II

Aluminium et ses alliages

II.1 Introduction

L'aluminium est un matériau qui a connu beaucoup de changements ces dernières années. En effet, l'essor et le développement de la recherche a fait apparaître de nouveaux alliages d'aluminium adaptés à de très nombreuses applications spéciales. C'est la raison pour laquelle ce métal léger trouve son application dans des domaines où il semblait encore inadapté, il y a quelques années.

L'aluminium et ses alliages sont présents sous les formes les plus variées, pratiquement sur tous les marchés ou domaines d'application.

L'aluminium non allié (pur) possède des propriétés mécaniques très réduites, et insuffisantes pour son utilisation dans bon nombre d'applications structurales.

Depuis longtemps, les métallurgistes ont montré qu'en ajoutant certains éléments à l'aluminium, ses propriétés changent et que certaines additions ont l'intérêt d'augmenter par différents processus leurs propriétés mécaniques, électriques et thermodynamiques.

On peut considérer qu'aujourd'hui, les chercheurs disposent d'éléments suffisants pour obtenir une microstructure optimale répondant à des exigences précises. Cela dépend essentiellement de l'addition dans la matrice d'aluminium.

II.2 Propriétés physiques et chimiques de l'Aluminium

Les alliages d'aluminium ont pris, au cours des 60 dernières années, une place importante dans beaucoup de domaines et occupent la deuxième place parmi les métaux utilisés, après les matériaux en acier et en Ti. C'est dans le domaine de transport que se situe leur principale application, suivis de ceux du bâtiment et de la construction de machines. Depuis de nombreuses années également, l'aluminium est un matériau attrayant pour l'industrie de l'emballage.

L'essor économique et technique de l'aluminium est dû à une combinaison intéressante de propriétés, dont:

- La faible densité.

- La conductibilité thermique et électrique élevées.
- La grande ductilité même à basses températures.
- La stabilité chimique.
- La conformité avec les prescriptions d'hygiène.

Souvent aussi, on choisit l'aluminium en raison d'autres propriétés, comme l'absence d'étincelles, la neutralité magnétique ou l'incombustibilité. On distingue entre l'aluminium de grande pureté, l'aluminium pur et les alliages d'aluminium à base de manganèse, de silicium, de cuivre ou de zinc, dont la principale fonction est d'augmenter la résistance mécanique.

L'augmentation de la résistance mécanique ne s'obtient pas seulement par solidification de cristaux mixtes, mais également par écrouissage ou par durcissement structurale.

On note la densité nettement plus faible, le point de fusion très bas, mais également la chaleur de fusion élevée et le point de fusion très élevée de l'oxyde d'aluminium. L'aluminium ne présente pas de couleur incandescente au point de fusion.

Ces caractéristiques conjuguées avec un coefficient de dilatation élevé et une bonne conductibilité thermique font que le soudage de matériaux en aluminium est plus compliqué que celui du fer (tableau II.1).

A température ambiante, les cristaux d'aluminium sont à mailles cubiques à faces centrées et ne sont pas sujet à transformation, si bien que l'aluminium ne peut pas développer de structure de trempe comme la martensite. Une fragilisation à froid ne se produit pas sur l'aluminium.

Propriétés	Unité	Aluminium	Fer
Masse atomique.	g/mol	29.98	55.84
Masse volumique.	g/cm ³	2.70	7.87
Module d'élasticité.	N/mm ²	71.10 ³	210.10 ³
Coefficient de dilatation.	1/°K	24.10 ⁻⁶	12.10 ⁻⁶
Chaleur de fusion.	KJ/kg	396	270
Limite élastique.	N/mm ²	Env.10	Env.100
Résistance à la traction.	N/mm ²	Env.50	Env.200
Oxydes.		Al ₂ O ₃	FeO, Fe ₂ O ₃ , Fe ₃ O ₄
Point de fusion des oxydes.	°C	2046	1400, 1455, 1600.
Point de fusion de métal.	°C	658	1536

Tableau II.1: Comparaison entre les propriétés Aluminium – Fer.

II.3 Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium

Les éléments d'addition et, en particulier, les éléments de transitions, jouent un rôle très important dans la métallurgie de l'aluminium [10].

La teneur des éléments d'addition est limitée par le facteur de solubilité. Les éléments d'addition les plus répandus dans les alliages d'aluminium 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 de l'AlMgSi. Ils peuvent en même temps améliorer ou détériorer les propriétés physiques, chimiques et technologiques de l'aluminium pur [11]. Un certain nombre d'éléments d'addition sont rajoutés dans certains alliages pour donner une propriété particulière [12].

Les alliages à base d'aluminium contiennent habituellement une certaine quantité de cuivre, de manganèse. 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. Les éléments d'alliages peuvent entrer partiellement dans la solution solide α et former en partie les particules intermétalliques. La

composition des composés intermétalliques dépend du procédé de solidification lors de l'élaboration de l'alliage.

Parmi tous les éléments présents, 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 lors du procédé de fabrication tels que $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}_2$ et $\beta\text{-Al}_3\text{FeSi}$. Ces composés intermétalliques sont nuisibles aux propriétés mécaniques des alliages lorsque leur taille excède $3\ \mu\text{m}$ [10]. 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 générale la forme, éventuellement la taille des grains [13], 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 dans les alliages d'aluminium facilite la précipitation dans les joints de grains. L'introduction de Mn réduit la proportion de Si en solution dans les alliages Al-Mg-Si par la formation des précipités de type AlMnSi et réduit ainsi la précipitation de Si et de Mg_2Si dans les joints de grains [14].

II.4 Désignation des différents alliages d'Aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres [15]. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence et les chiffres subséquents indiquent la composition (voir tableau (II.2)).

Nous désignerons les alliages d'aluminium corroyés suivant les normes de l'association d'aluminium. Ces normes affectent à chaque type d'alliage un nombre de quatre chiffres qui permet de les classer en séries.

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
1000	1XXX	99% d'Al au minimum	-
2000	2XXX	Cuivre (Cu).	Al_2Cu , Al_2Cu/Mg
3000	3XXX	Manganèse (Mn).	Al_6Mn
4000	4XXX	Silicium (Si).	-
5000	5XXX	Magnésium (Mg).	Al_3Mg_2
6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si).	Mg_2Si
7000	7XXX	Zinc (Zn).	$MgZn_2$
8000	8XXX	Autres éléments.	-
9000	-	Non utilisé.	-

Tableau II.2: Désignation des séries principales des alliages d'Aluminium [16].

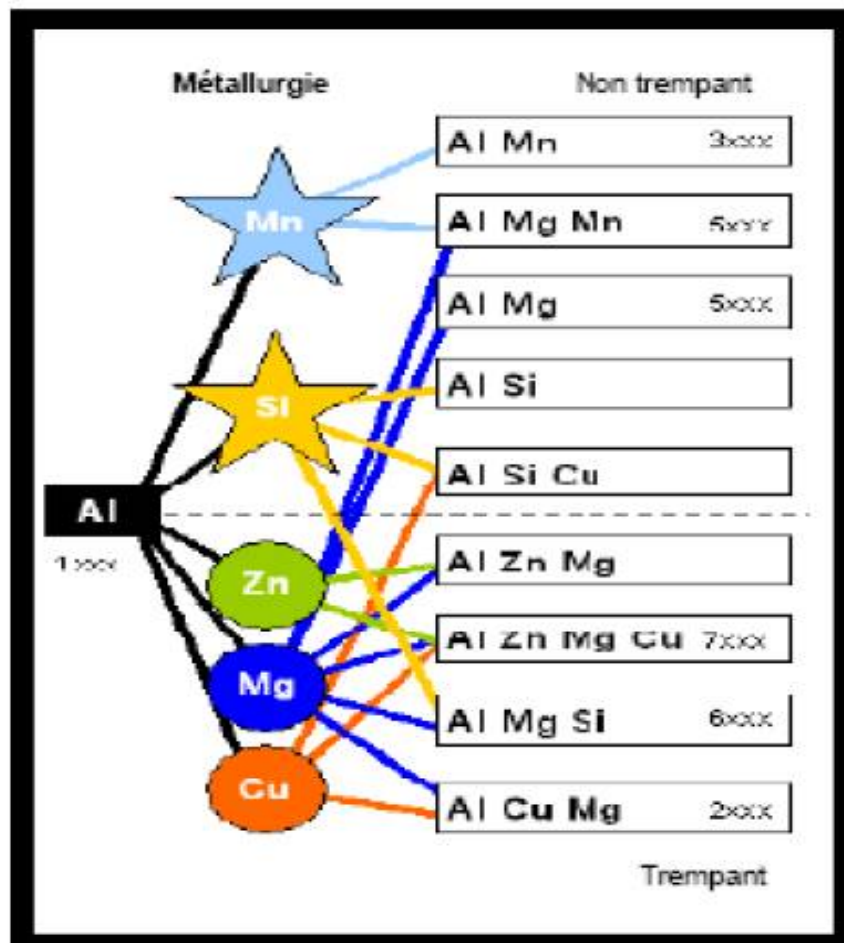


Figure II.1 Différentes classes d'alliages d'aluminium.

II.5 Classification par type de transformation

Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant [17].

Les alliages non trempant correspondant aux séries 1000, 3000 et 5000 sont des alliages sans durcissement structural. Les alliages trempant à durcissement structural correspondent aux séries 2000, 4000, 6000 et 7000.

Selon la classe d'alliages envisagée, différentes méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être adoptées.

En effet, en ce qui concerne les alliages non trempant, trois méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques existent. Le durcissement par précipités et dispersoïdes ou le durcissement par écrouissage.

	Alliages trempant Ou à durcissement structural Ou à traitement thermique	Alliages non trempant Ou à durcissement par écrouissage Ou à sans traitement thermique
Série	2000 4000 6000 7000	1000 3000 5000

Tableau II.3 Classement des alliages d'aluminium corroyés [17].

Pour les alliages trempant, la principale méthode de durcissement correspond à un traitement thermique, appelé traitement à durcissement structural. Le processus de durcissement structural permet d'améliorer nettement les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium en conduisant à la formation de précipités durcissants.

Cette modification de la microstructure du matériau s'accompagne souvent d'une chute de la résistance à la corrosion ce qui amène dans la plupart du temps à travailler, en

terme de compromis entre bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion intéressante.

II.6 Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les traitements thermiques n'ont pas comme seul but d'agir sur le niveau de résistance mécanique, ils sont susceptibles d'influencer un grand nombre d'autres propriétés parfois très importantes pour les utilisateurs.

Dans la métallurgie des alliages d'aluminium, la tendance est de mettre au point ou de définir des traitements thermiques vraiment spécifiques en vue d'améliorer une propriété donnée d'un alliage déterminé.

II.6.1 Durcissement structural

La résistance et la dureté de certains alliages d'aluminium peuvent être améliorées par une série de traitements thermiques. Cette série de traitements constitue un processus nommé «durcissement structural».

La série provoque de très fines particules appelées «précipités», d'une deuxième phase répartie uniformément dans la matrice initiale.

Le durcissement structural se réalise à l'aide de trois traitements thermiques :

- La mise en solution.
- La trempe.
- Le revenu (vieillissement).

II.6.1.1 La mise en solution

La mise en solution consiste à chauffer l'alliage jusqu'à une température T_0 située dans le domaine de la phase α , et maintenir cette température jusqu'à ce que la phase β soit entièrement dissoute, on obtient ainsi un alliage constitué uniquement de la phase α et de composition C_0 (figure II.2).

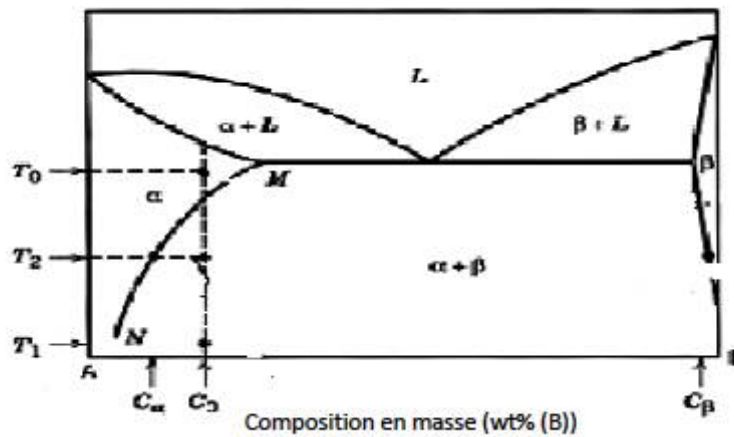


Figure II.2 Diagramme d'équilibre hypo- euthétique d'un alliage à durcissement structural de composition C_0 [18].

Cette étape permet de dissoudre toutes les phases ayant pu précipiter antérieurement dans l'alliage, ce qui contribue aussi à diminuer la dureté.

II.6.1.2 La trempe

La trempe est, d'une façon générale, la plus importante étape dans la séquence des opérations de traitement thermique. L'objectif de la trempe est de préserver la solution solide formée à la température de traitement thermique de la solution, par refroidissement rapide à des basses températures, généralement à la proximité de la température ambiante. Cette énonciation ne s'applique pas seulement à maintenir les atomes de soluté dans la solution, mais également pour maintenir un certain nombre de sites vacants dans le réseau. Les atomes de soluté précipités sur les joints de grains, les dispersoïdes, ou d'autres particules, ainsi que les sites vacants qui migrent (avec une rapidité maximale) aux régions désordonnées, sont irrécupérables et perdus et ne contribuent pas à la consolidation.

Dans la plupart des cas, pour éviter ces types de précipitation qui sont préjudiciables aux propriétés mécaniques ou à la résistance à la corrosion, la solution solide formée durant le traitement thermique de la solution doit être trempée assez rapidement (et sans interruption) pour produire une solution sursaturée à température ambiante avec les conditions optimales pour les précipitations de durcissement.

Ainsi, pour éviter la précipitation préjudiciable au cours du refroidissement, deux conditions doivent être satisfaites :

- Tout d'abord, le temps requis pour le transfert de la charge à partir du four au milieu de trempe doit être assez court pour exclure le pré-refroidissement lent dans l'intervalle de température où la précipitation très rapide a lieu. Des erreurs importantes peuvent résulter de l'hypothèse que la précipitation est négligeable en dehors de ce qu'on appelle «intervalle critique».
- La deuxième condition est que le volume, la capacité d'absorption de la chaleur, et le taux d'écoulement du milieu de la trempe doivent être tel qu'aucune précipitation ne se produise au cours du refroidissement.

➤ *Influence du temps de transition entre mise en solution et trempe*

Lorsqu'on trempe des produits de faible épaisseur, il y a lieu de tenir compte du temps de transition qui s'écoule entre la sortie du four de mise en solution et l'immersion dans le fluide de trempe. Pendant ce temps de transition, les produits refroidissent généralement à faible vitesse. Si le temps de transition est assez long pour que la température des produits pénètre dans l'intervalle critique, une partie au moins de cet intervalle est parcouru à faible vitesse. Les effets du temps de transition sont similaires à ceux déjà indiqués concernant la diminution de la vitesse de refroidissement.

Certaines spécifications stipulent que le temps de transition doit être inférieur à une durée variant de 5 à 15 s dans le cas de tôles dont l'épaisseur varie de 0,4 à 2,3 mm

➤ *l'effet de la vitesse de trempe sur les propriétés mécaniques*

Les effets relatifs des méthodes de trempe peuvent être comparés en termes de vitesse moyenne de trempe.

Les vitesses moyennes de trempe sont utiles pour comparer les résultats expérimentaux des différentes méthodes de trempe. Cependant, les vitesses moyennes de trempe comparent seulement les résultats dans un intervalle de température «critique». Cette méthode n'est pas entièrement précise, car une importante précipitation

significative peut également se produire en dehors de l'intervalle de la température critique. D'ailleurs, pour les alliages à haute résistance, la dureté et la résistance à la corrosion peuvent être altérées sans perte significative de résistance à la traction.

La vitesse de trempe, suivant la mise en solution, détermine le point auquel les solutés diffusent aux joints de grains, le degré de précipitation au joint de grains. Il est donc un paramètre critique dans le choix du traitement.

II.6.1.3 Vieillessement thermique

Le terme vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant.

L'évolution des propriétés mécaniques d'un métal écroui soumis à une température supérieure ou égale à environ $0.5 T_{\text{fusion}}$ par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [19].

➤ *Vieillessement naturel*

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage. Certains alliages de la série 6000 en durcissant, peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante.

➤ *Vieillessement artificiel*

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en a maintien selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité. La précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant de 100°C jusqu'à 240°C dans le cas de la série 6000. Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné.

II.6.2 Durcissement par écrouissage

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation).

En particulier, on distingue la déformation à froid (température de déformation inférieure à environ 1/3 de la température absolue de fusion T_f) et la déformation à chaud ($T_{\text{dér}} > T_f/3$). Schématiquement, on peut dire que l'augmentation de la température facilite la déformation. Les relations entre la déformation appliquée et la contrainte s'appellent les lois de l'écrouissage, de l'écoulement ou du comportement.

Elles dépendent étroitement des mécanismes fondamentaux de la déformation plastique en relation avec les évolutions de la microstructure à l'intérieur des grains.

Les procédés de mise en forme sont très largement directionnels : les propriétés évoluent différemment suivant la direction de sollicitation (par exemple en filage : la direction de filage). Ainsi, la microstructure acquiert une orientation préférentielle, appelée texture, de plus importante à mesure que la déformation augmente.

L'écrouissage crée de nombreux défauts cristallins, sources d'une énergie interne stockée hors d'équilibre, et qui peuvent éventuellement être annihilés par des traitements thermiques à température élevée afin de restaurer les propriétés initiales.

On désigne habituellement deux stades dans ce processus :

- ✓ La restauration proprement dite qui permet un adoucissement du matériau par le réarrangement et l'annihilation, en général partielle, des défauts cristallins ;
- ✓ La recristallisation au cours de laquelle les défauts sont éliminés par migration des joints de grains sur des distances relativement importantes. La recristallisation donne lieu à une évolution rapide et profonde de la structure granulaire et contrôle en grande partie la taille des grains du matériau. En général, elle dépend des mêmes paramètres que l'écrouissage qui la précède car elle est gouvernée par les mêmes microstructures de déformations.

Dans le cas des alliages d'aluminium, la restauration dynamique peut commencer à la température ambiante mais la recristallisation dynamique est peu fréquente, même à des températures proches de la température de fusion.

II.6.3 Durcissement par addition

Les atomes étrangers, ou éléments d'addition peuvent être en solution solide de substitution et prennent la place d'un atome d'aluminium dans le réseau. Comme cet atome étranger est plus petit ou plus gros que l'atome d'aluminium, il perturbe le réseau qui devient ainsi plus difficile à déformer.

Si l'élément étranger n'est pas en solution solide, il forme aussi des perturbations dans le réseau comme les précipités qui ont le même effet de difficulté de déformation. Cette dernière est plus importante en cas de précipités incohérents. La résistance mécanique du métal sera d'autant plus grande que le nombre et l'importance de ces perturbations seront plus grands. Cependant il faut noter que la teneur en élément d'addition est le plus souvent limitée par d'autres considérations que la résistance mécanique : difficultés de transformations (alliage à plus de 5% de magnésium), mauvaise résistance à la corrosion (alliage à haute teneur en Zinc – Cuivre).

II.7 Alliages de série 6000

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

Les alliages Al-Mg-Si(Cu) sont largement utilisés comme des alliages structuraux de moyenne résistance qui allient les avantages suivants : une bonne formabilité, une bonne soudabilité et une résistance remarquable à la corrosion (passivation à la corrosion sous tension) [20]. Les éléments d'alliage de cette série sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si) [21]. Cette famille d'alliage a une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ils ont une bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit. Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2000

et 7000. Ces caractéristiques peuvent être améliorées par l'addition de silicium qui formera avec Mg, le précipité métastable durcissant Mg_2Si . Ils présentent une bonne résistance à la corrosion notamment atmosphérique. Ils se soudent très bien (soudure à l'arc ou brasage). On peut les classer en deux groupes [22]:

- Un groupe dont les compositions sont plus riches en magnésium et silicium tel que les alliages 6061 et 6082, qui sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...).
- Une deuxième catégorie renferme une faible teneur en silicium qui par conséquent aura des caractéristiques mécaniques plus faibles tel que le cas du 6060 qui permet de grandes vitesses de filage mais qui a des caractéristiques mécaniques plus faibles.

Il faut également noter l'existence du 6101 anciennement appelé Amelec. Cet alliage a été énormément utilisé pour ces aptitudes de conducteur électrique.



Chapitre III
Précipitations dans
les alliages d'aluminium

III.1 Introduction

Nous avons reporté dans ce chapitre, quelques-uns des aspects généraux des alliages d'aluminium et leurs propriétés métallurgiques.

Les différentes phases en présence ont été brièvement recensées ainsi que les différents types d'alliages classés selon la nature des microstructures qu'ils peuvent engendrer.

Ce chapitre est consacré à la présentation des connaissances disponibles sur les trois systèmes étudiés. Dans un premier temps, nous allons brièvement présenter la forme de la transformation de phase dans les alliages à base d'aluminium ; ensuite, nous nous intéresserons à la précipitation dans les alliages des systèmes AlMgSi(Cu).

III.2 Les différentes phases

III.2.1 Les Phases intermétalliques

Durant la solidification, il y a formation des composés intermétalliques. Les particules ont une influence non négligeable sur la recristallisation et donc sur la taille des grains. Elles contiennent souvent les éléments Al, Fe, Mn. Les intermétalliques peuvent aussi jouer le rôle des sites pour la précipitation hétérogène et donc induire la formation d'une zone appauvrie en soluté autour d'eux, appelée PFZ (precipitate free zone).

III.2.2 Les dispersoïdes

Les alliages peuvent contenir une fine distribution de dispersoïdes. Ces particules sont incohérentes avec la matrice et contiennent les éléments Mn, Fe, Cr, et Zr. Elles se forment durant la déformation à chaud et mesurent entre 10 et 100 nm. Elles retardent la recristallisation et la croissance des grains en ancrant les joints de grains et peuvent aussi jouer le rôle des sites de précipitation hétérogène.

III.2.3 Les précipités durcissant

Les précipités durcissant améliorent les propriétés mécaniques de l'alliage. Ils se forment à partir des éléments d'alliages (ici Cu, Si et Mg) et à assez basse température. Ils peuvent être remis en solution par un traitement thermique.

III.3 La séquence de la précipitation dans les alliages d'aluminium

Dans de nombreux systèmes de précipitations et dans pratiquement tous les alliages à durcissement par vieillissement, la matrice sursaturée se transforme en plusieurs étapes, produisant un ou plusieurs précipités de transition métastable avant l'apparition de la phase d'équilibre. L'approche à l'équilibre est contrôlée par l'activation (nucléation) des barrières séparant l'état initial des états de plus basse énergie libre.

Les précipités de transition sont cristallographiquement semblables à la matrice, permettant la formation d'une interface cohérente à faible énergie au cours du processus de nucléation.

Souvent, la séquence de précipitation commence par la nucléation de petites phases entièrement cohérentes connues sous le nom de zones Guinier et Preston (découvertes indépendamment par Guinier et Preston par l'étude de diffraction des rayons X). Les zones de Guinier- Preston (GP) sont des grappes riches en soluté résultant de la séparation de phases ou de précipitations dans l'espace à miscibilité métastable de l'alliage. Elles peuvent se former par la nucléation homogène et se développer par des petites surfusions ou par décomposition spinodale à grandes surfusions ou sursaturations.

Les zones GP sont les premières nucléées en raison de leur petite taille et de leur cohérence avec la matrice. Le terme d'énergie interfaciale est extrêmement faible, offrant une faible barrière à la nucléation bien que la force motrice pour la nucléation ne puisse pas être aussi élevée que celle de la formation de la phase finale. Les zones GP prennent généralement la forme de petites particules sphériques ou des particules sous forme de disque. Leur épaisseur est de l'ordre de deux couches atomiques et leur diamètre est de plusieurs nanomètres. Elles sont alignées perpendiculairement à la direction élastique dans la structure de la matrice du matériau cristallin.

Les phases qui nucléent et croissent à partir des zones GP sont nommées «phases de transitions». Elles ont une structure cristalline intermédiaire entre la matrice et la phase d'équilibre.

III.4 La précipitation dans alliages AlMgSi

Concernant la séquence de précipitation, une tentative est faite ici pour systématiser les résultats, prêtant l'attention seulement à ces phases métastables qui se produisent près des pics dans des conditions moyennes et maximales. Il est important de définir les phases QP, QC, L et Q :

Les deux phases QP a une structure de paramètres hexagonal $a = 0,395$ nm, $c = 0,405$ nm [23] et la phase QC a aussi une structure de paramètres hexagonal $a=0,67$ nm, $c = 0,405$ nm [23]. Elles ont été également rapportés au précipité comme des phases précurseurs de la phase d'équilibre Q dans les alliages Al-Mg-Si contenant une teneur importante de cuivre. Les deux phases QP et L (de forme lamellaire) sont rapportées dans le cas du pic vieilli, alors que la phase Q' est habituellement observée à la fin du vieillissement dans ce type d'alliage.

- La phase L se produit également dans l'alliage Al-Mg-Si (Al-0.65%Si, 0.87%Mg) contenant une importante teneur de Cu. La présence de Cu augmente la proportion relative de β'' [24]. La précipitation dans les alliages ternaires avec excès de Si fournit un contraste notable à celui dans l'alliage ternaire équilibré. Chakrabarti et al. [25] ont observé la phase β'' au maximum du pic ainsi qu'une phase métastable de forme lamellaire (β_d'') sur les dislocations.

La dernière phase était remplacée, dans le cas sur-vieilli, par une autre phase M de morphologie lamellaire et de structure hexagonale de paramètres de maille semblable à celle de la phase Q'. L'existence d'une phase ternaire métastable M [25] avec une autre phase C [26], qui ont une structure semblable à la phase Q' est un résultat intéressant.

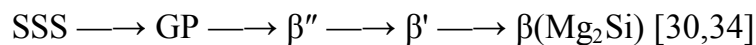
- La phase Q a une structure similaire à celle de la phase Th_7S_{12} dans laquelle les atomes de silicium remplacent les atomes de Th et les atomes d'aluminium et de magnésium sont aléatoirement placés sur les sites occupés par S. En outre, les atomes Cu sont placés dans les sites occupés de Th_7S_{12} [27]. Une explication de la

similarité entre la phase Q, M et C est que les sites de Cu ne sont pas occupés dans la structure ternaire. La structure a la même désignation de groupe d'espace que la phase Q.

III.4.1 Sans excès de Silicium

La cinétique de précipitation dans un alliage commercial a été étudiée pendant le cycle de chauffage depuis l'état brut de coulée, jusqu'à la température d'homogénéisation par différentes techniques de caractérisation [28, 29].

Les analyses effectuées en mode isotherme [30, 31] et anisotherme [32, 33] ont permis de caractériser les séquences de transformations mises en jeu lors du cycle de chauffage avant homogénéisation, ainsi que l'influence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de transformation. La séquence de précipitation générale de ces alliages est la suivante:



ou Al sss \rightarrow clusters de Si et Mg \rightarrow Dissolution des clusters de Mg \rightarrow formations des co-clusters Mg/Si \rightarrow GP \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ [35, 36].

- ✓ (SSS) : solution solide sursaturée de la matrice α -aluminium
- ✓ GP : zones Guiner Preston apparemment de formes sphériques avec des structures inconnues
- ✓ β'' : Précipités sous forme d'aiguilles allongés le long des directions $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ ayant des structures monocliniques, différentes valeurs de paramètres de réseau cristallin ont été rapportés [37,38].
- ✓ β' : Précipités sous forme de bâtonnets allongés le long de la direction $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ ayant une structure cristalline hexagonale ($a=0.705\text{nm}$ et $c=0.405\text{nm}$) [39].
- ✓ β : Phase d'équilibre $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ sous forme de petites plaquettes sur les plans $\{100\}$ de la matrice α -aluminium et ayant une structure CFC du type CaF_2 ($a=0.636\text{nm}$) [26].

III.4.1.1 Les zones GP

Travaux récents utilisant la sonde atomique ont été menés par différents auteurs [40, 42]. Ils ont montré que les amas d'atomes sont toujours situés aux nœuds du réseau cristallin de la matrice α -aluminium et sont constitués de faibles portions de plans cristallographiques du réseau de α -aluminium enrichis en atomes de soluté. Tes constatent que les amas d'atomes d'atomes sont plus ou moins sphériques et qui contiennent en majorité des atomes d'aluminium en plus des atomes de Mg et/ou Si. Elles sont orientés selon les directions $[100]_{Al}$. Cayron [23, 28] rapporte que les amas homo-atomiques, il s'agit d'amas enrichis en un seul type de soluté en plus des atomes de solvants, et non pas d'objets contenant 100% du soluté en question.

Edwards et al. [42] ont observés des amas de Mg et de Si et des hétéroamas contenant Mg et Si après l'apparition d'un large pic sur les courbes de (DSC) [43, 44]. Ils affirment que leur profil de concentration ne laisse apparaître que des homo-amas de Mg dans l'état brut de trempe. Ils suggèrent qu'une maturation à température ambiante et/ou un prérevenu à température inférieure à 100°C verraient la formation d'amas de Si et ensuite les co-amas Mg-Si. Ces deux équipes sont cependant d'accord pour le cas des co-amas formés pendant le prérevenu servent très probablement de sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β ."

Vaumousse et al. [45], en étudiant des alliages de la série 6000, sont arrivés à la même conclusion à l'aide d'une technique d'identification d'amas. Ils affirment qu'un alliage brut trempé contient déjà des amas de solutés, mais ne précisent pas s'il s'agit d'homo- ou d'hétéroamas. Mais, l'efficacité de détection d'un amas paraît cependant limitée.

III.4.1.2 La phase β''

La phase β'' est métastable cohérente avec la matrice α -aluminium. Elle présente une morphologie similaire à celle des amas de soluté [33]. Elle a une forme d'aiguilles qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$. Il y a longtemps que cette phase a été considérée dans la littérature comme zone GP-II et ce en se basant sur un cliché de diffraction électronique qui montre des traînées diffuses perpendiculaires aux directions [001] du réseau réciproque de la matrice α -aluminium [46]. La dénomination de cette phase par β'' et sa structure cristalline ont été initialement présentées par Wang [47], suite à une étude de cette phase par rayon X d'un alliage Al-Mg-Si. L'auteur a pu déterminer la structure de la phase β'' qui est du type monoclinique, avec les paramètres suivantes $a = b = 0.616$ nm, $c = 0.71$ nm et $\gamma = 82^\circ$. Selon les travaux menés par les auteurs [37, 38 et 48], cette phase est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans les alliages AlMgSi(Cu) à faible teneur de cuivre.

Andersen et al. [43] qui ont beaucoup travaillé surtout sur l'extraction du motif complet des précipités et ils ont publié une étude résolvant entièrement la structure de β'' et de paramètres de maille $a = 1,516$ nm, $b = 0,405$ nm, $c = 0,674$ nm, $\gamma = 105,3^\circ$. Selon ces chercheurs, le rapport Mg/Si des précipités est donc égale à 5/6. L'argument principal de l'exclusion des atomes d'aluminium est la distance interatomique calculée dans la structure difficilement acceptable pour des atomes d'aluminium. Alors que d'autres travaux de recherche [46, 49] affirment l'existence d'une certaine quantité d'aluminium était probablement présente dans les précipités aux premiers stades de développement, en substitution des atomes de Mg. Donc le rapport Mg/Si devient inférieur à la valeur théorique ($Mg/Si = 5/6$), mais ce rapport tendrait vers la dernière valeur au cours du revenu et que ces rapports sont compris entre 1 et 1,7. Le résultat des études de ces précipités par la sonde atomique ont montré que le rapport Mg/Si des précipités est inférieur à 2 et qui est le rapport stoechiométrique correspondant à la phase stable Mg_2Si [50]. Matsuda et al. [51] ont trouvé ce rapport égale à 0,17. Ces rapports sont étroitement liés à la composition nominale de l'alliage. Il est de l'ordre de 1,7 pour des alliages Al- Mg_2Si autour de 1 dans des alliages contenant un excès de Si.

Les taillés des précipités observés sont peut être responsables des écarts à la stoechiométrie. En effet, la microstructure correspondante au pic de dureté montre des précipités de tailles de l'ordre de 2 nm [39, 43].

Donc, les structures proposées pour la phase β'' sont:

- Monoclinique (P2/m) $a = 0,770$ nm, $b = 0,670$, $c = 0,203$ nm, $\gamma = 75^\circ$ [23].
- Monoclinique C2/m $a = 1.516$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.674$ nm, $\gamma = 105.3^\circ$ [43].
- Monoclinique $a = 0.30$ nm, $b = 0.40$ nm, $c = 0.33$ nm, $\gamma = 71^\circ$ [41]
- Monoclinique bc, $a = 1.534$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.689$ nm, $\gamma = 106^\circ$ [42].

III.4.1.3 La phase β'

Cette phase a un rapport Mg/Si plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports Mg/Si trouvés dans la littérature sont pratiquement identiques à ceux mesurés de la phase β' (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase se forme sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Sa structure a été bien déterminée par diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres [32]:

$$a = 0,705 \text{ nm}, c = 0,405 \text{ nm}, \text{ rapport Mg/Si} : 1.73$$

$$a = b = 0,407 \text{ nm}, c = 0,405 \text{ nm}, \text{ rapport Mg/Si} : 1.54$$

Les bâtonnets β' est semi cohérents avec la matrice α -aluminium le long des grands axes.

III.4.1.4 Phase d'équilibre β - Mg_2Si

La nucléation de cette phase se fait après dissolution de la phase intermédiaire β' et ne correspond pas à la transformation de cette dernière. Ceci peut être argumenté par le fait que ces deux phases ont des structures cristallographiques entièrement différentes [52]. Elle précipite sous forme de plaquettes d'épaisseurs proche d'une dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille $a = 0,639$ nm [34].

Cette phase est incohérente avec la matrice α -aluminium, mais conserve toutefois les relations d'orientations : $(001)_\beta \parallel (001)_{Al}$ et $[110]_\beta \parallel [100]_{Al}$, [34].

Cayron [53] rapporte les diverses phases de précipités et les transitions de phases qui se produisent pendant la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si-(Cu) (figure III.1). Les structures sont schématisées sur une grille cartésienne conformément aux rapports d'orientation en vigueur. La normale au plan des réseaux cristallins est cohérente avec le réseau de la matrice α -aluminium ($a = 4.05 \text{ \AA}$). Des hexagones renfermant des atomes Mg peuvent être distingués presque dans toutes les structures. Chaque hexagone renferme un parallélogramme constitué de quatre atomes.

Miao et Louaghlin [49] ont étudié la formation des précipités et la dissolution dans deux alliages d'aluminium différents en utilisant la DSC. L'étude a été faite sur des échantillons immédiatement après homogénéisation et trempe. Les résultats obtenus sont représentés dans la figure III.2 et résumés dans le tableau II.1

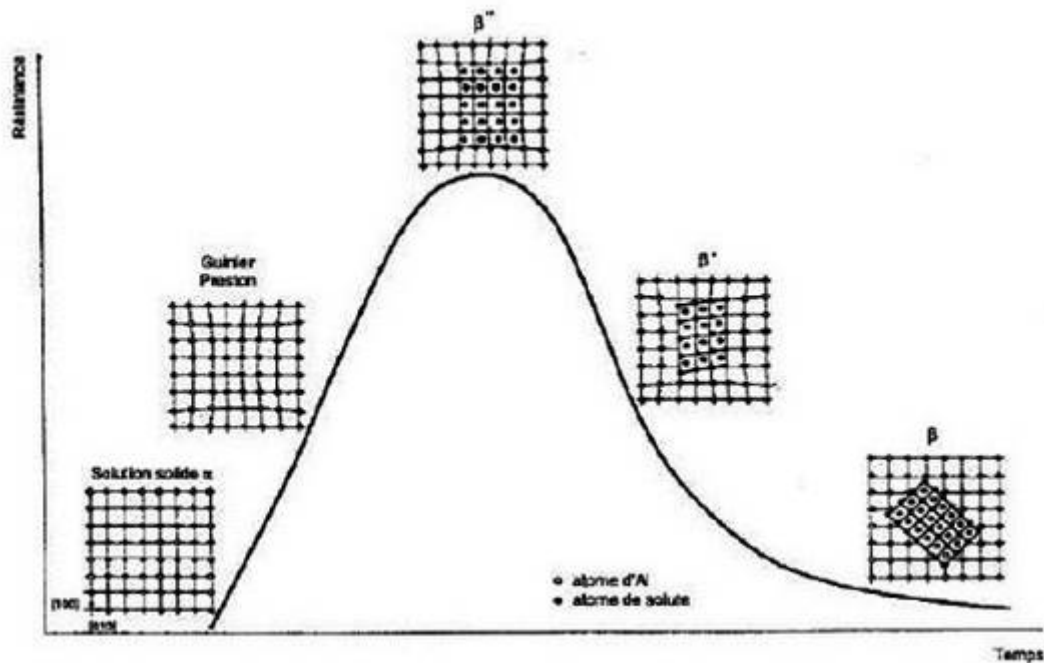


Figure III.1 Evolution de la résistance avec la morphologie des propriétés durcissantes en fonction du temps de revenu pour la série 6000 [53].

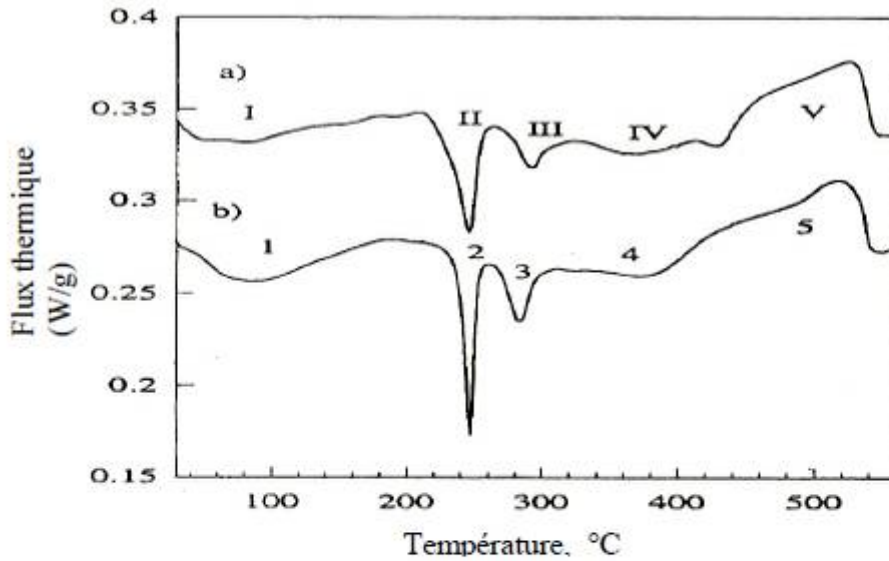


Figure III.2 Courbes de DSC des deux alliages obtenues avec une vitesse de chauffage de 10°C/min, juste après trempe [44].

A) Al-0.50%Mg-1.28%Si-0.07%Cu (% en poids).

B) Al-0.55%Mg-1.26%Si-0.9%Cu (% en poids).

Réaction	Genre de réaction	Domaine approximatif de température en °C	Identification de l'origine de l'effet
I (1)	Exothermique	80-100	Formation des Zones GP
	Endothermique	150	Dissolution des Zones GP
II (2)	Exothermique	250	Formation de la phase β''
III (3)	Exothermique	250-260	Formation de la phase β'
IV (4)	Exothermique	380-400	Formation de la phase β
V (5)	Endothermique	440-530	Dissolution de la phase et des particules de Si

Tableau II.1 Résumé des différents points significatifs des courbes des alliages (a) et (b) de la figure III.2

III.4.2 Avec excès de silicium

L'excès de silicium par rapport à la stœchiométrie de la phase Mg_2Si change considérablement les phases en présence dans les alliages Al-Mg-Si. Matsuda et al. [51] ont observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase β :

III.4.2.1 Phase de type A

Une étude par MET de cette phase par Mastuda et al. [51], après extraction d'un précipité de la matrice α -aluminium, a montré une structure hexagonale avec les paramètres suivant : $a=0.405\text{nm}$ et $c=0.67\text{ nm}$. Néanmoins la direction d'orientation est $(\bar{1}20)_A // (001)_{Al}$ et $([001]_A, [001]_{Al})=20^\circ$. La composition chimique de ce type est $Al:Mg:Si = 5:4:1$.

III.4.2.2 Phase de type B

Mastuda et al. [51] ont observé une structure orthorhombique avec les paramètres suivants : $a=0.684\text{ nm}$, $b=0.793\text{ nm}$ et $c=0.405\text{ nm}$. La direction d'orientation est : $(001)_B // (001)_{Al}$, $([010]_B, [010]_{Al})=20^\circ$.

La composition chimique de ce type est $Al:Mg:Si = 5:4:2$.

Ce type de phase est en accord avec la phase L, rapportée par Esmaili et al. [38,54] avec les paramètres suivants $a=0.72\text{nm}$, $b=0.8\text{ nm}$.

III.4.2.3 Phase de type C

La structure hexagonale de la phase C a été rapportée par Matsuda et al. [51], avec les paramètres du réseau suivants : $a=1.04\text{nm}$ et $c=0.405\text{nm}$. La direction d'orientation est:

$$(001)_C // (001)_{Al} \text{ et } ([2\bar{1}0]_C, [100]_{Al}) = 10^\circ$$

Ces résultats confirment ceux apportés par Livak [55] la présence de la phase M.

De récents résultats indiquent que la séquence de précipitation est considérablement compliquée et que les précipités sont nombreux et dépendent des différentes quantités dissoutes y compris Cu et Si [31-56].

III.4.2.4 La phase Q'

La présence de Cu améliore les propriétés mécaniques des alliages 6xxx. Certains auteurs [57] ont montré que Cu induit la formation de précipités lamellaires Q et de son précurseur appelé Q'. Actuellement, les précipités bâtonnets dans les alliages 6xxx contenant Cu sont les mêmes que ceux observés dans les alliages 2xxx contenant uniquement Si. Les phases métastables dans les alliages AlMgSi(Cu) sont les précurseurs de la phase stable Q - $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ appelée λ' . Sa structure est la même que celle de la phase stable Q. Cette dernière a une structure hexagonale de paramètres $a=1.03$ nm et $c=4.04$ nm. La relation d'orientation est $(210)_{Q'} // (001)_{\text{Al}}$ et $[001]_{Q'} // [001]_{\text{Al}}$.

III.4.2.5 La phase d'équilibre Q- $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$

C'est la phase stable dans les alliages Al-Mg-Si-Cu. Elle est connue comme Q[58], W, λ ou h [26, 39]. Sa structure a été déterminée par rayons X. Elle est hexagonale P6 avec $a=1.03932$ nm et $c=0.40173$ nm.

III.5 Dilatation thermique

Le phénomène physique de la dilatation thermique est bien connu. Fondamentalement, le phénomène est dû à l'anharmonicité du potentiel atomique autour de la position d'équilibre [59]. Cette anharmonicité donne lieu à un changement (durable dans le temps) des coordonnées spatiales des atomes si une excitation extérieure provoque une amplitude de vibration qui les déplace suffisamment loin de leurs positions d'équilibre pour qu'elles ne puissent y retourner. Le cumul des petits déplacements atomiques dans une direction donnée du matériau donne lieu à un changement mesurable de la longueur de l'échantillon dans la direction de mesure.

La figure III.3 illustre la forme du potentiel d'un atome dans un solide. Quand deux atomes se trouvent très proches l'un de l'autre, ils se repoussent mutuellement à partir d'une distance minimale. En deçà de cette distance, l'énergie potentielle croît très

rapidement, constituant une barrière efficace au rapprochement des deux atomes. Ceci est l'expression mathématique de la condition intuitive que deux atomes ne peuvent s'interpénétrer. Au-delà de la distance minimale, les deux atomes s'attirent de plus en plus fortement à mesure que la distance entre eux grandit. Sur la courbe, ceci se traduit par une énergie de plus en plus négative. Le minimum de l'énergie est atteint pour une séparation optimale qui met en équilibre les forces de répulsion, qui empêchent le solide de se confondre en un seul point de l'espace, et les forces d'attraction, qui retiennent les atomes du solide ensemble.

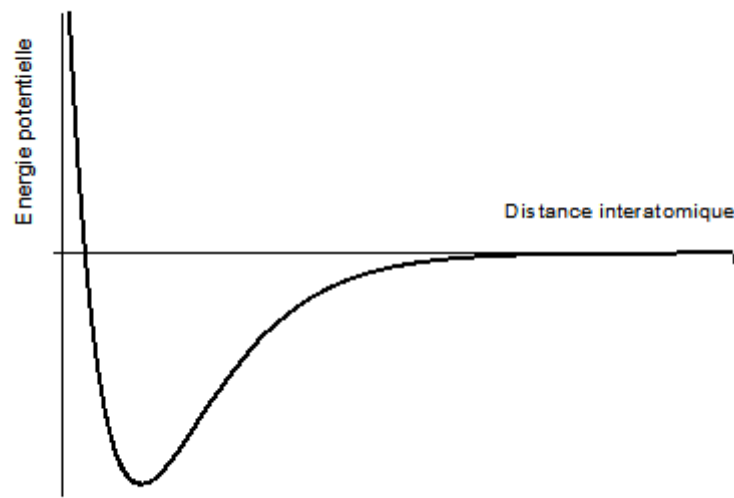


Figure III.3 Variation de l'énergie potentielle en fonction de la distance interatomique.

Cette distance est la séparation à l'équilibre des atomes «au repos», c'est-à-dire à 0°K. Au-delà de cette distance, les forces d'attraction faiblissent graduellement jusqu'à ce qu'elles deviennent nulles. Les atomes sont alors essentiellement «libres» et ne forment plus un «solide».

Au-delà de cette température, les atomes ont une énergie cinétique non-nulle qui leur permet de se «libérer» quelque peu du potentiel interatomique. Pour des températures faibles, l'énergie cinétique acquise est petite et les atomes vibrent essentiellement sur de petites distances autour de la position d'équilibre. Dans cette configuration, le potentiel est essentiellement harmonique, comme on peut le voir sur la figure III.3, sur laquelle le fond du potentiel est de forme parabolique.

L'approximation harmonique est de moins en moins valide à mesure que la température augmente. L'effet de l'anharmonicité du potentiel devient observable et les atomes s'éloignent les uns des autres. En examinant la courbe du potentiel sur la figure III.3, on peut observer qu'à partir d'un certain seuil au-dessus du puit de potentiel, il devient plus avantageux pour un atome, du point de vue énergétique, de se trouver «à droite» de la position d'équilibre à 0°K plutôt qu'à sa gauche, c'est-à-dire qu'il devient plus avantageux que la distance interatomique grandisse. Ainsi, à mesure que la température augmente, les atomes s'éloignent les uns des autres. C'est ce phénomène, par cumul des augmentations de distance entre les atomes individuels, qui donne lieu à la dilatation thermique observable.

Dans les monocristaux, la dilatation thermique dépend de la direction (cristalline) de mesure. En effet, la structure cristalline fait que l'environnement des atomes n'est pas le même dans toutes les directions et, par conséquent, les liaisons interatomiques n'ont pas les mêmes caractéristiques dans toutes les directions. Le comportement en dilatation thermique du monocristal est alors anisotrope. Cependant, cette anisotropie tend à «disparaître» à l'observation du polycristal, où l'orientation aléatoire des cristallites rend les directions potentielles de mesure macroscopiquement équivalentes.



Chapitre IV
Matériaux étudiés
et techniques
expérimentales

IV.1 Matériaux étudiés

IV.1.1 Compositions chimiques des alliages étudiés

Les alliages étudiés dans ce travail sont des alliages AlMgSi (Cu) sous forme de tôles.

La composition chimique initiale en éléments d'addition de ces alliages est donnée dans le tableau IV.1.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	B
Tôle 01	0.68	0.18	0.002	0.031	0.35	0.001	0.003	0.012	0.0010
Tôle 02	0.22	0.17	0.100	0.030	0.20	0.001	0.003	0.011	0.0012

Tableau IV.1: composition chimique des alliages étudiés (% en poids).

IV.1.2 Traitements thermiques

Pour provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, nous avons soumis les deux alliages Al-Mg-Si à un traitement thermique comportant les trois étapes suivantes:

- Maintien à la température d'homogénéisation 540°C pendant 90 min, la vitesse du chauffage utilisée est de 10°C/min.
- Trempe à l'eau afin d'obtenir une solution solide sursaturée.

IV.2 Préparation des échantillons et techniques d'analyse

IV.2.1 Préparation des échantillons

Pour l'étude de la microstructure par microscopie optique, les alliages traités ont subi un polissage mécanique sur papiers abrasifs (de 600 au 1000) puis un polissage fin à l'alumine: 3, 12, 24, 48 heures. L'attaque chimique est faite à l'aide du réactif de Keller dont la composition est:

Eau distillée (H₂O): 78 ml

Acide fluorhydrique (HF): 5ml

Acide nitrique (HNO₃): 17ml

Acide chlorhydrique (HCl): 9ml

IV.2.2 Techniques d'analyse

Pour la caractérisation de nos échantillons, nous avons utilisé les techniques expérimentales suivantes :

- Microscope optique (MO).
- Diffraction des rayons X (DRX).
- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
- Dilatométrie.
- Microdureté Vickers (Hv).

IV.2.2.1 Microscope optique (MO)

L'étude métallographique permet une idée sur la structure de l'échantillon étudié. La structure peut être modifiée par les traitements thermiques et chimiques que subit le métal indépendamment des transformations physico-chimiques qui peuvent résulter de ces traitements.

On a utilisé dans ce travail un microscope métallographique à grand champ du type Ziess relié à un système d'acquisition numérique (figure IV.1). Le microscope optique sert à déterminer ou observer la microstructure de l'échantillon (taille et forme des grains,...), ainsi que l'évolution microstructurale des échantillons ayant subi des traitements thermiques.



Figure IV.1 *Microscope optique de type ZIESS.*

IV.2.2.2 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

L'étude de nos échantillons par DRX a été faite en utilisant un diffractomètre D8. Nous avons utilisé un courant d'une intensité de 20 mA et une tension égale à 30 kV. Le diffractomètre utilisé est un diffractomètre à poudre automatisé (Siemens D8 ADVANCE), muni d'une anticathode en cuivre ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$) et un filtre de Ni. Les fentes sont : de divergence 1° et de réception 0,1 mm. Les rayons X diffractés sont détectés par un compteur proportionnel à gaz (Xe) et les impulsions électriques sont traitées par une chaîne électronique de comptage.

Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour 2θ compris entre 10 à 120° . Les fiches ASTM nous a permis de comparer le spectre de chaque matériau avec celui enregistré.



Figure IV.2 *Diffractomètre de type Simens D8 ADVANCE.*

IV.2.2.3 Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Nous avons utilisé un analyseur SETARAM équipé d'un programme de traitement, d'une cellule de mesure DSC 92 (figure IV.3). Chaque essai de DSC a été fait à partir de la température ambiante jusqu'à la température de 550°C avec une vitesse de chauffage 10°C/min et un temps de maintien de 5min, puis un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec la même vitesse de chauffage et sous air.

Le diagramme de DSC comporte deux types de pics : réaction exothermique et réaction endothermique. Le premier type se situe au-dessus et le second en-dessous de la ligne de base.

L'analyse calorimétrique nous a permis d'apprécier quantitativement les flux de chaleur mis en jeu lors de l'évolution des alliages dans les conditions de chauffage prédéfinie.



Figure IV.3 Appareil de DSC type SETARAM DSC92.

IV.2.2.4 Dilatométrie

Cette méthode physique est largement utilisée pour caractériser le comportement thermique des matériaux.

Nous avons utilisé un dilatomètre du type DIL 402C NETT ZSCH4 (figure IV.4). Le DIL 402C fonctionne avec le logiciel protes sous MS Windows. Le logiciel inclut toutes les données nécessaires pour effectuer une mesure.

Le cycle thermique de nos essais consiste en un chauffage dans l'intervalle de température de 25°C à 550°C, avec une vitesse de 10°C/min, suivi d'un refroidissement à la température ambiante.

Nous avons effectué les mesures du coefficient de dilatation thermique $\alpha(T)$ selon les trois directions X, Y et Z.

Ces matériaux sont susceptibles d'être le siège de transformation de phase soit en condition isotherme soit l'inverse, soit les deux en même temps.



Figure IV.4 Dilatomètre de type DIL 420C NETT ZSCH4.

IV.2.2.5 Microdureté Vickers (H_v)

La microdureté Vickers est utilisée pour mesurer la microdureté de nos échantillons. Elle consiste à faire une empreinte sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une pyramide en diamant à base carrée. L'angle au sommet est de 136° , sous une charge $P=300g$

La dureté Vickers (H_v) est déterminée à partir de la formule :

$$H_v = \frac{2P \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

Où :

P : est la charge appliquée à la pyramide

α : l'angle entre les faces opposées de la pyramide ($\alpha = 136^\circ$)

d : la moyenne arithmétique des deux diagonales de l'empreinte (en mm) mesurées après suppression de la charge.

Dans notre cas, les mesures de microdureté ont été effectuées sur un microduromètre semi-automatique de type ZWICK (figure IV.5).



Figure IV.5 *Microduromètre de type Zwick.*



Chapitre V
Résultats
et discussions

V.1 Microscopie optique

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

V.1.1 *Etat brut*

La microstructure à l'état brut des échantillons prélevés à partir de deux tôles laminées est présentée sur la figure V.1. Cette dernière montre qu'il y a une distribution non-uniforme des tailles des grains. Elle met aussi en évidence la présence de quelques précipités à l'intérieur des grains.

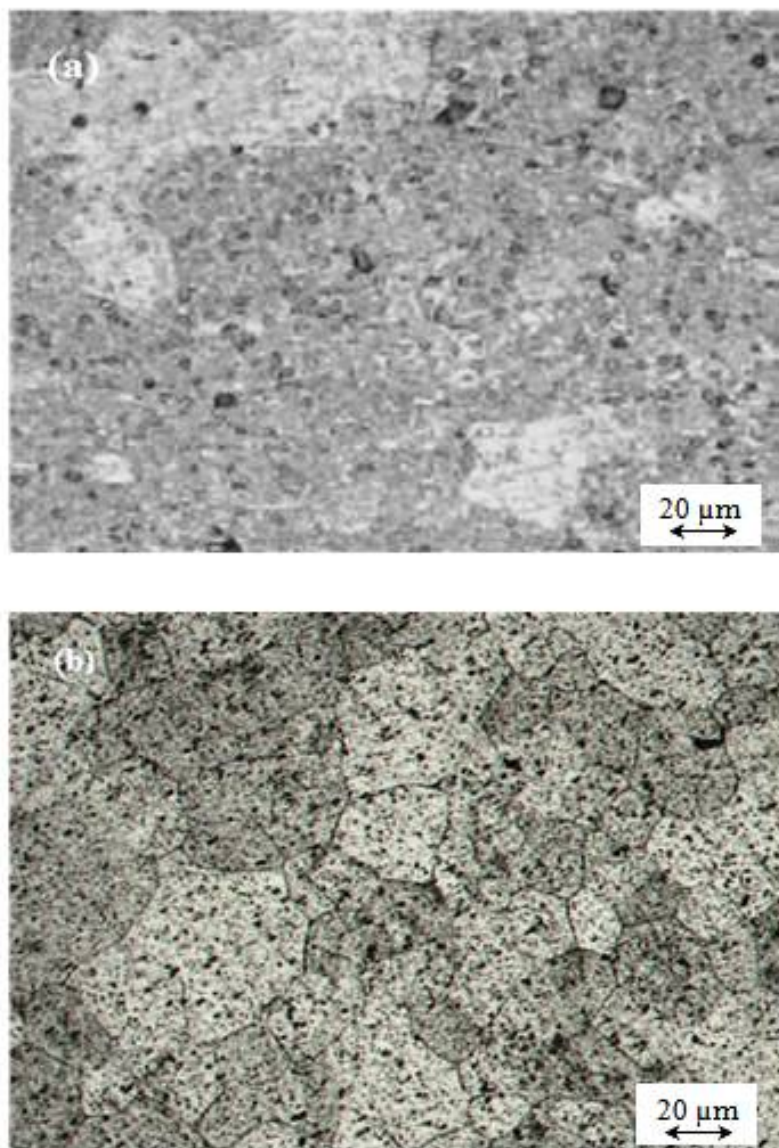


Figure V.1 Microstructure des deux Tôles à l'état brut

a) tôle 01. b) tôle 02.

V.1.2 Etat homogénéisé

l'homogénéisation des échantillons à 540°C pendant 90 minutes montre que la structure est devenue homogène avec une distribution uniforme des tâches sombres qui peuvent être attribuées à la formation de précipités du type $[\alpha\text{-AlFeSi}, \alpha\text{-AlFe(Mn)Si}]$ ou AlSiCuMgFe stable à haute température, figure V.2.

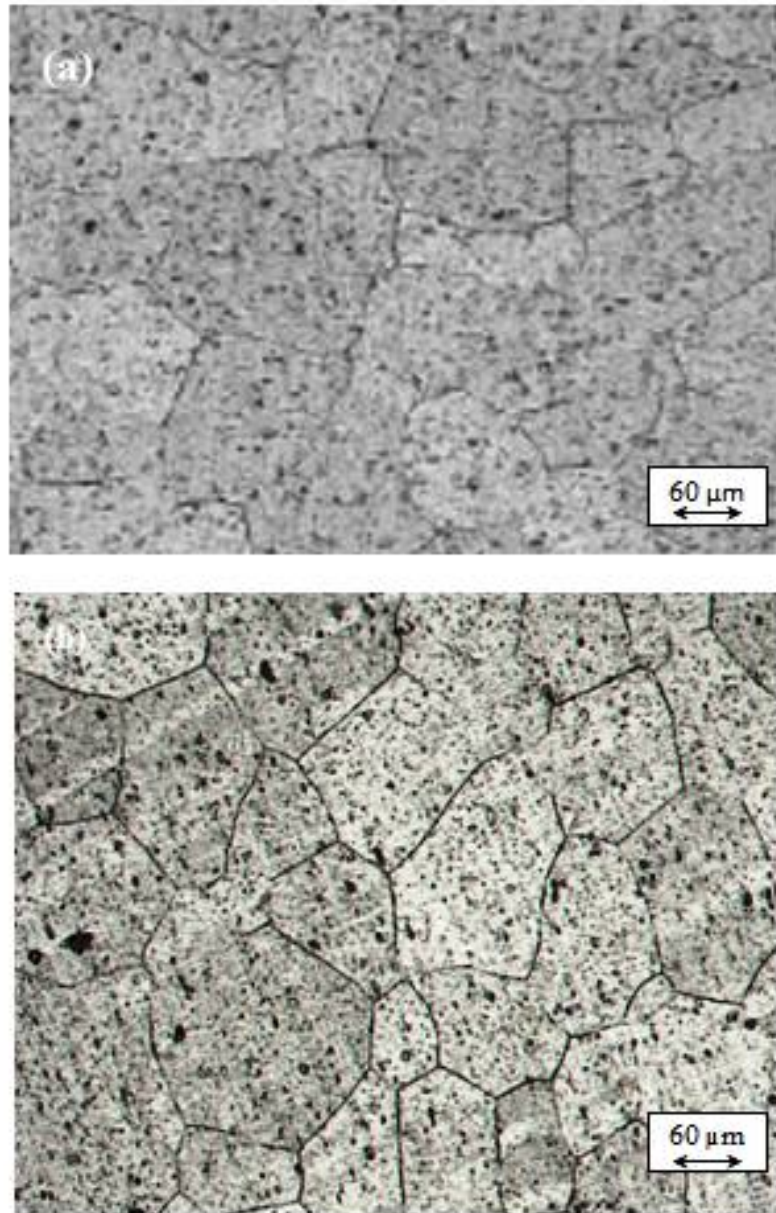


Figure V.2 Microstructure des alliages homogénéisés pendant 90 minutes à 540°C

a) tôle 01. b) tôle 02.

V.2 Diffraction des rayons X

Les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons prélevés des deux alliages étudiés à l'état brut sont représentés sur la figure V.3. Les raies présentes correspondent à la structure CFC de la matrice α -aluminium. Il est clair que le pic le plus intense est (200) au lieu du pic (111) de l'aluminium (fiches ASTM). Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont subi un laminage durant le procédé de mis en forme.

On remarque l'existence de certaines raies de faibles intensités et surtout celle située à $2\theta = 16.86^\circ$ (tôle 01). Probablement, la technique peut détecter la présence d'une nouvelle phase. Cette particularité n'a pas été détectée dans la tôle 02.

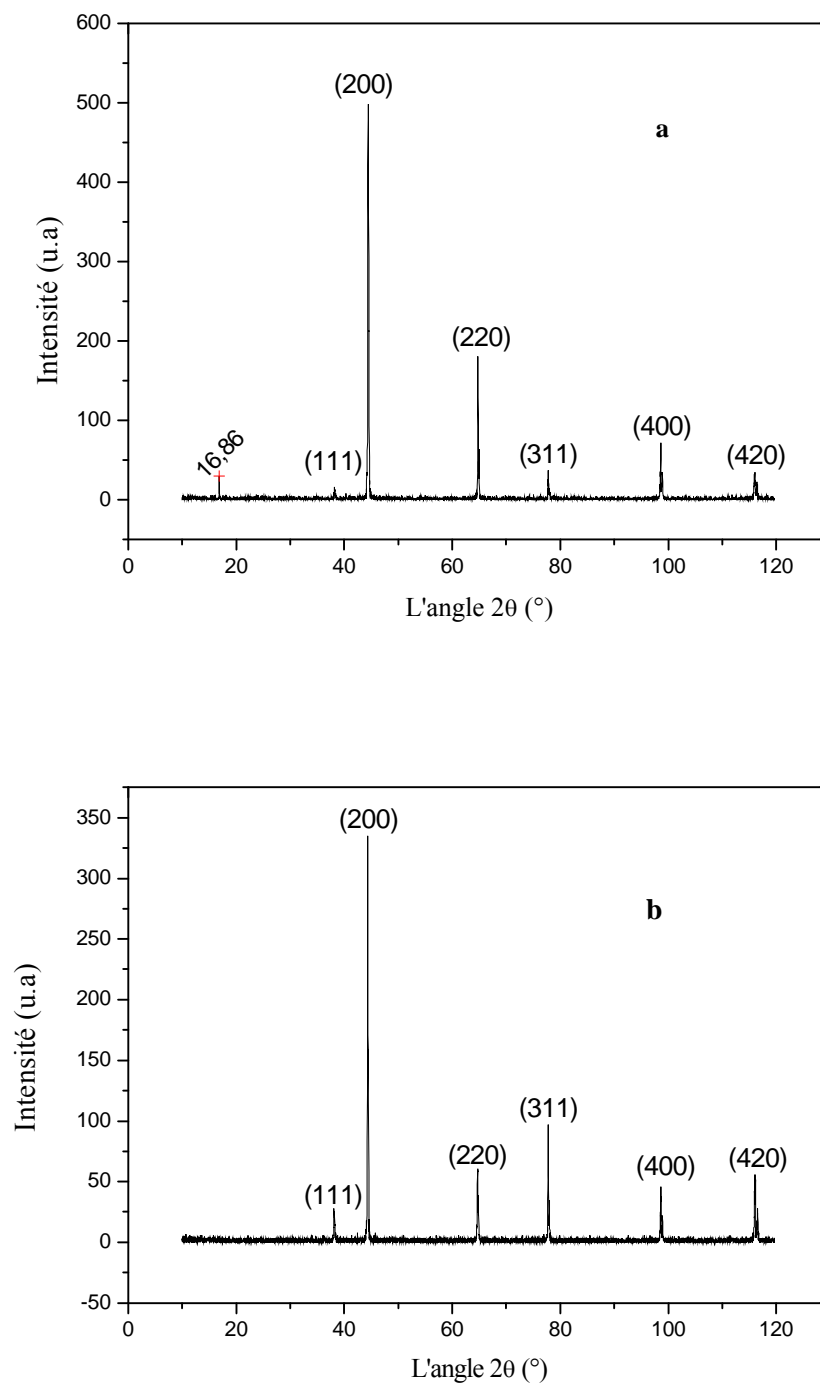


Figure V.3 Diagramme de diffraction des rayons X des deux tôles d'aluminium à l'état brut :

(a) : tôle 01. (b) : tôle 02.

La figure V.4 représente les diagrammes de diffractions des rayons X des deux tôles homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes puis trempées. On peut voir que toutes les raies correspondent toujours à la structure CFC de la matrice α -aluminium.

L'absence d'autres raies est probablement due à la faible concentration de la fraction transformée des phases précipitées et la variation de l'intensité des pics est liée à l'anisotropie.

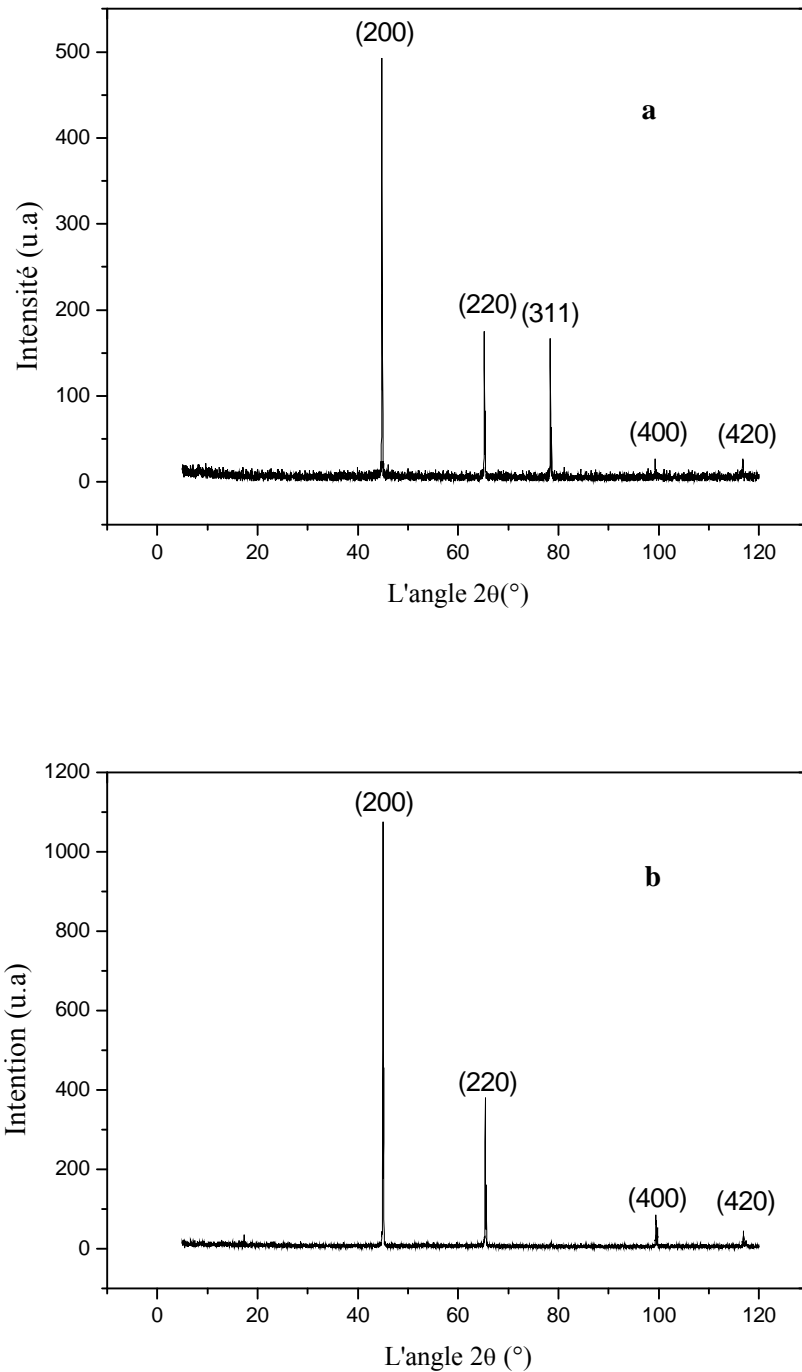


Figure V.4 Diagramme de diffraction des rayons X des deux tôles d'aluminium homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes: (a) : tôle 01. (b) : tôle 02.

Remarquant de la figure V.5 que les pics sont dédoublés à cause de l'existence de deux longueurs d'ondes K_{α_1} et K_{α_2} du Cu. Le pic (200) de la tôle 02 est plus large que celui de la tôle 01 à l'état homogénéisé.

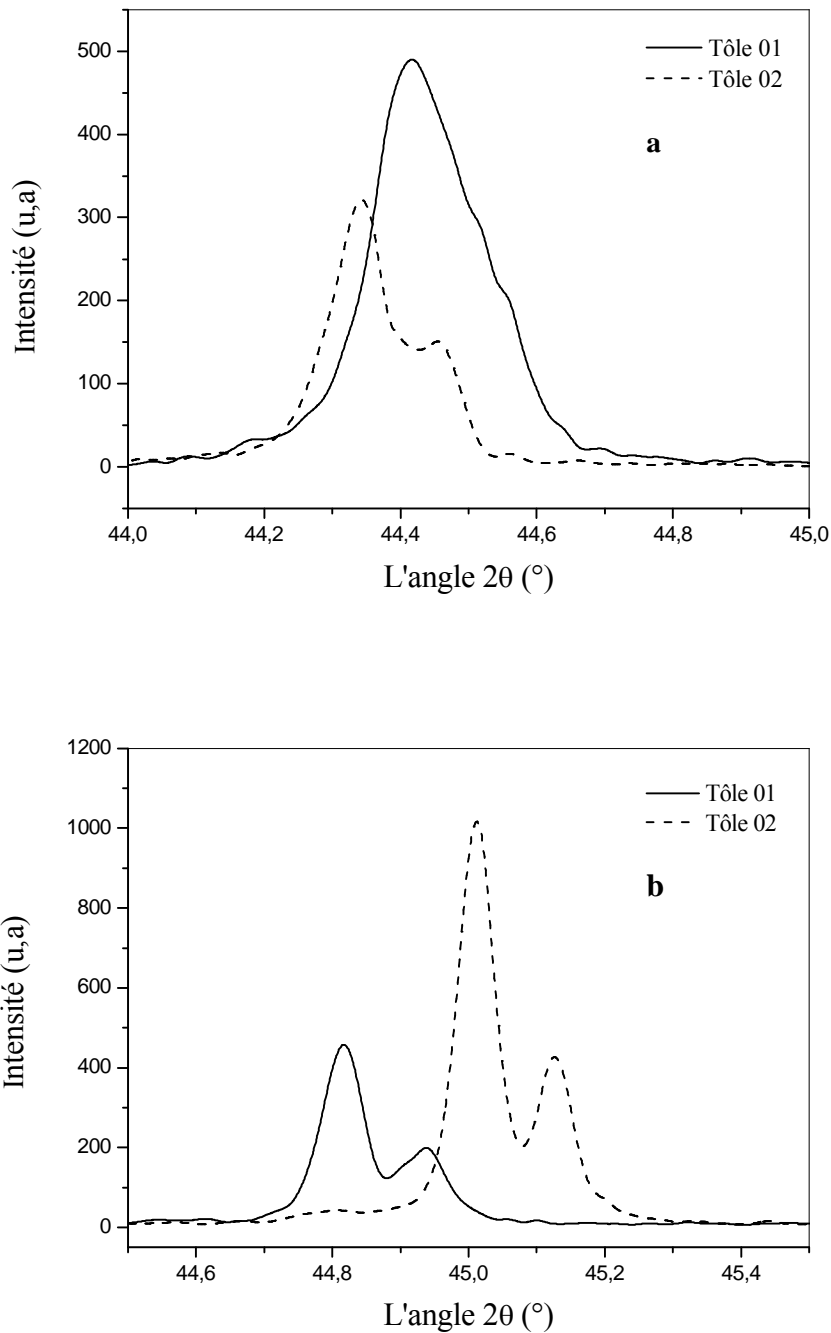


Figure V.5 Agrandissement de la raie (200) des deux tôles:

(a) Etat brut. (b) Etat homogénéisé.

On remarque à partir de la figure V.6 un déplacement des raies vers les grands angles, ce qui est probablement dû à une variation du paramètre de réseau de la matrice α -aluminium, provoquée par la présence des éléments d'additions. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats obtenus par d'autres travaux de recherche [60,61 et 62].

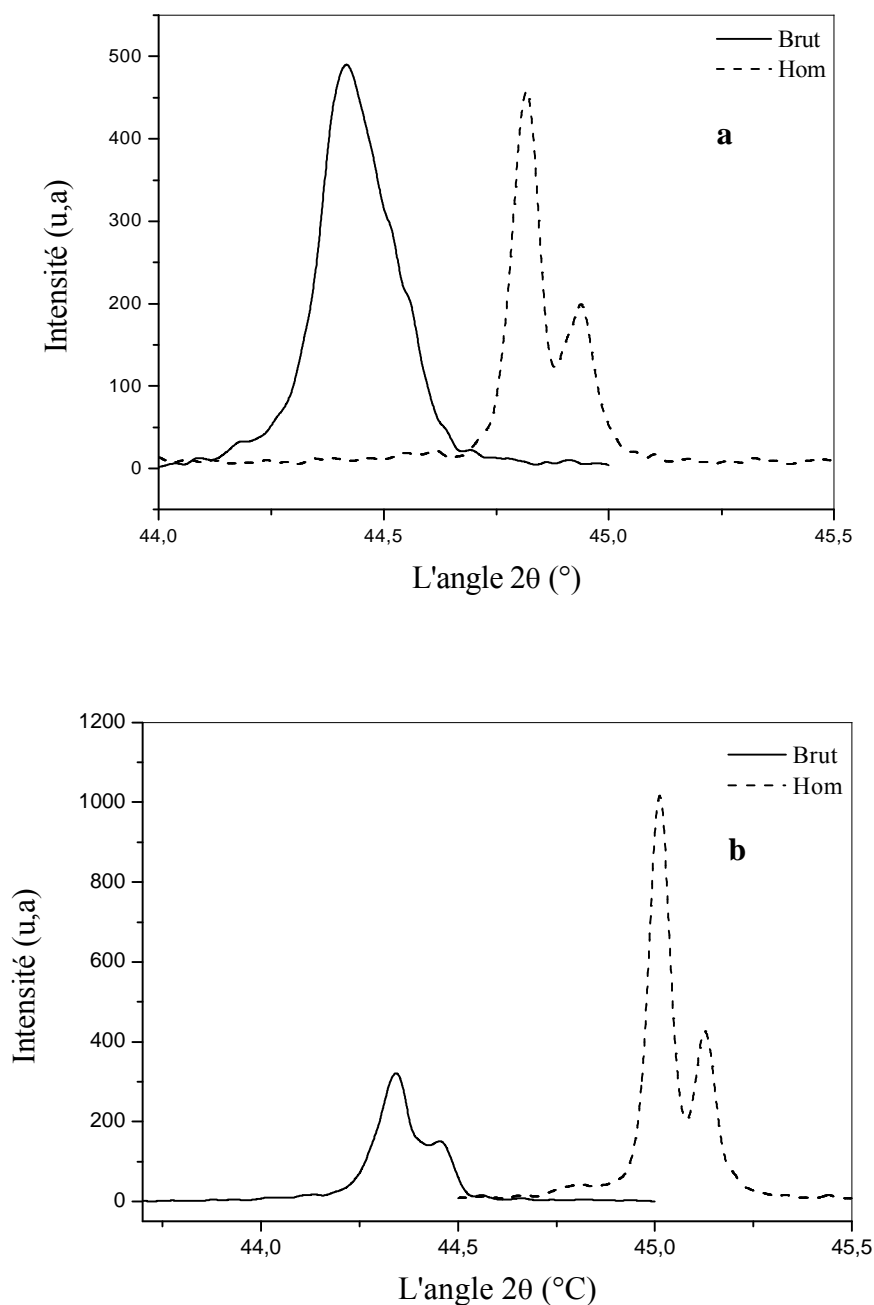


Figure V.6 Agrandissement de la raie (200) des deux tôles aux états brut et homogénéisé :

(a) Tôle 01. (b) Tôle 02.

V.3 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) a permis de suivre l'évolution de la microstructure des deux alliages étudiés à l'état brut et après le traitement d'homogénéisation à 540°C pendant 90 minutes.

V.3.1 *Etat brut*

Les figures V.7 et V.8 montrent les courbes de DSC des échantillons des deux alliages 01 et 02 à l'état brut, obtenus pour une vitesse de chauffage de 10°C/min.

Dans le cas de la tôle 01 (figure V.7), la courbe de DSC montre quatre pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 110°C (I), 269°C (II), 313°C (III) et 473°C (IV). Le premier pic exothermique (I) est attribué à la formation des clusters et co-clusters de Mg et Si [63]. Le deuxième pic exothermique (II) est attribué à la précipitation de la phase β'' . Le troisième pic exothermique (III) est associé à la précipitation de la phase β' . Le dernier pic exothermique (IV) est lié à la formation de β et Si. Concernant les pics endothermiques, ils apparaissent respectivement à 230°C (a), 348°C (b) et 520°C (c) et qui correspondent respectivement à la dissolution des phases sont déjà existantes.

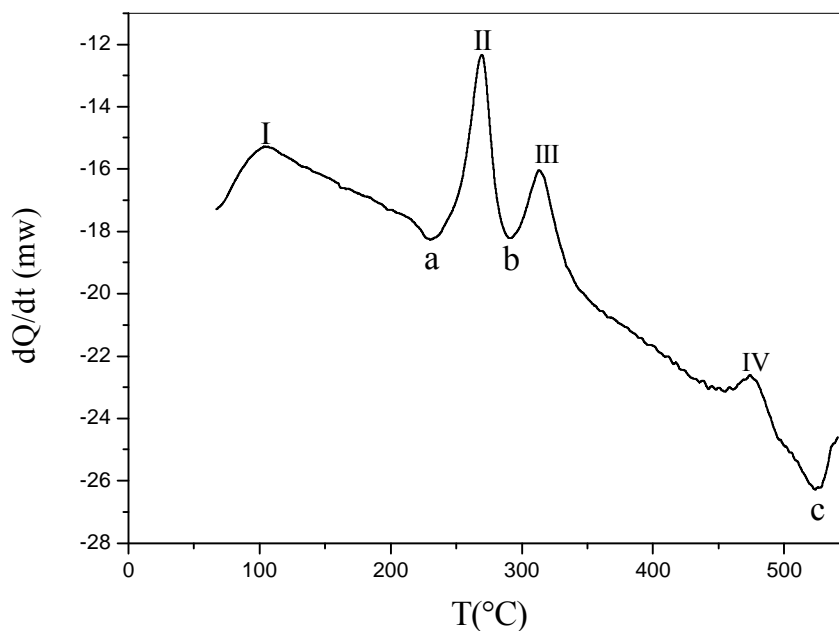


Figure V.7 Courbe de DSC de la tôle 01 à l'état brut.

Dans le cas de la tôle 02 (figure V.8), la courbe DSC présente trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 130°C (I), 300°C (II), 490°C (III). Le pic (I) est attribué à la formation des clusters et co-clusters de Mg et Si. Le pic (II) apparaît non symétrique, est attribué à la formation de phase β'' . On remarque un palier qui est associé à la formation de la phase β' et/ou la phase Q'. Ceci est en bon accord avec les résultats de Chakrabarti *et al.* [64]. Le dernier pic exothermique (III) est dû à la formation de la phase stable β .

Passons aux pics endothermiques qui apparaissent aux températures: 195°C (a), 350°C (b) et 450°C (c). Le premier pic endothermique (a) correspond à la dissolution des zones GP et/ou les clusters de Mg et Si. Le pic (b) est attribué à la dissolution partielle de la phase β'' . Le dernier pic endothermique est lié à la dissolution des phases sont déjà formées [65].

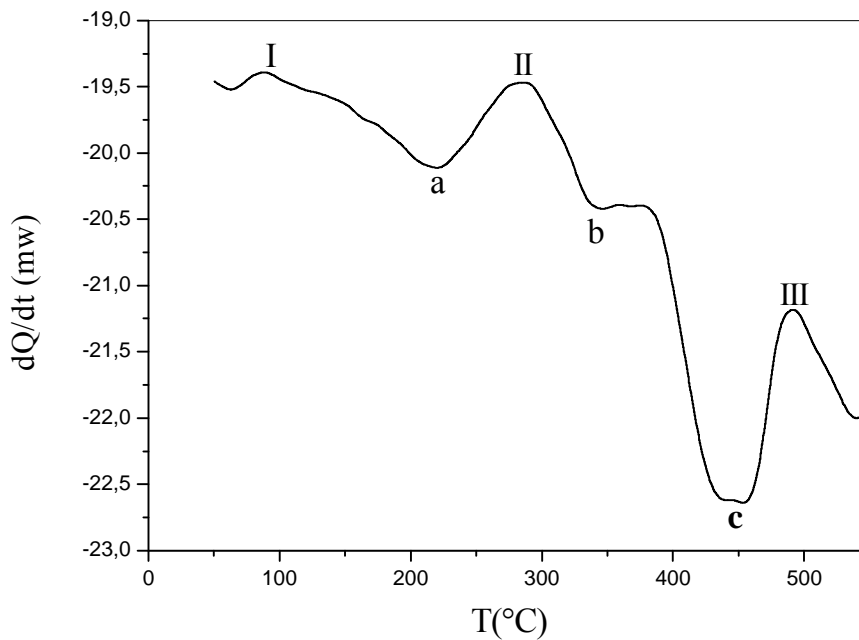


Figure V.8 Courbe de DSC de la tôle 02 à l'état brut.

V.3.1 Etat homogénéisé

Les figures (V.9) et (V.10) montrent les courbes de DSC des échantillons des alliages 01 et 02 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes puis trempés.

Dans le cas de la tôle 01 (figure V.9), on observe quatre pics exothermiques situés aux températures 112°C, 260°C, 310°C et 460°C, et trois pics endothermiques

situés aux températures 210°C, 289°C, 449°C. Le premier pic exothermique est attribué à la formation des zones G.P et clusters, le deuxième pic est dû à la précipitation des phases β'' . Le troisième pic exothermique est liée à la précipitation de la phase β' et le dernier pic exothermique est associé à la formation de la phase β et Si [66, 67]. Enfin, les pics endothermiques correspondent la dissolution de phases déjà existantes.

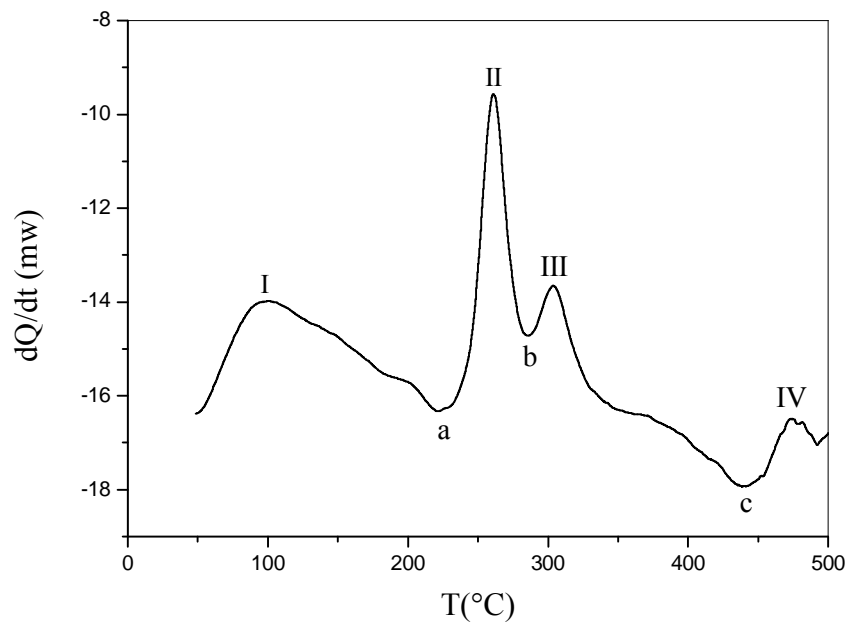


Figure V.9 Courbe de DSC de la tôle 01 à l'état homogénéisé.

Dans le cas de l'alliage 02, la courbe DSC montre trois pics exothermique (I, II et III) situés respectivement aux températures 110°C, 300°C et 390°C et trois pics endothermiques (a, b et c) situés respectivement aux températures 250°C, 350°C et 452°C. Le premier pic exothermique correspond à la formation des zones G.P, le seconde pic est attribué à la précipitation des phases β'' , β' et Q' [69,70]. Le dernier pic est associé à la formation de phase stable β . Enfin, les pics endothermiques correspondent respectivement à la dissolution des phases qui les précèdent.

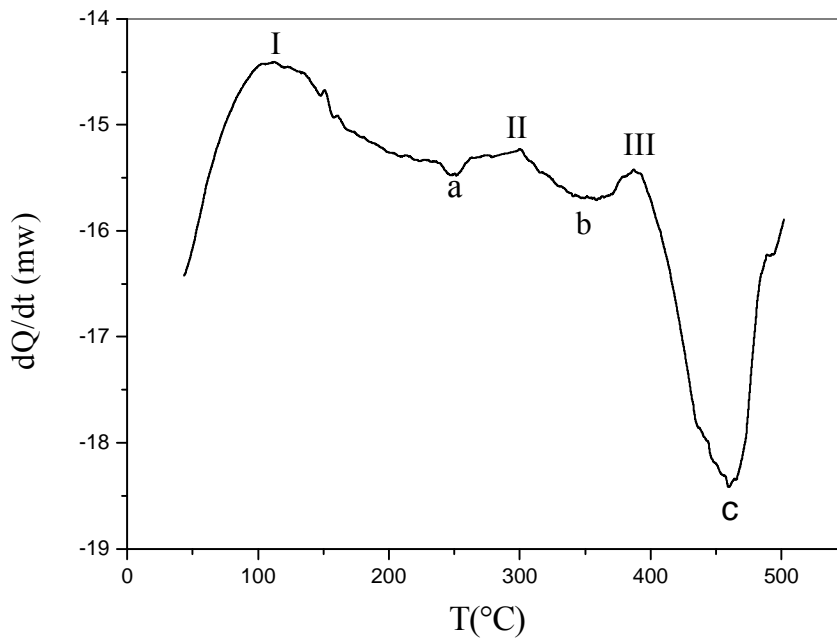


Figure V.10 Courbe de DSC de la tôle 02 à l'état homogénéisé.

V.4 Dilatométrie

L'analyse des différents dilatomogrammes représentés sur les figures ci-dessous nous ont permis de mettre en évidence les séquences de précipitations observées par plusieurs auteurs et par différentes techniques d'analyse, de voir le rôle des différents éléments d'addition sur la dilatabilité des deux matériaux, de déterminer l'anisotropie entre les coefficients de dilatation thermique du même échantillon mesurés suivant les directions X,Y et Z alors que les alliages d'aluminium conventionnels sont isotropes, de comparer le degré d'anisotropie entre les deux matériaux, de mettre en relief l'origine de cette anisotropie et le rôle de chaque facteur intervenant dans les changements dilatométriques des deux matériaux. On n'a pas pu voir l'impact du traitement d'homogénéisation des deux tôles. On a montré, quelque soit la direction, l'échantillon à l'état homogénéisé, a un coefficient de dilatation thermique supérieur à celui de l'échantillon à l'état brut. Cette situation est valable pour les deux matériaux.

On a vu que le coefficient de dilatation thermique de l'un ou de l'autre matériau à l'état brut contenait plus d'anomalies que $\alpha(T)$ des deux tôles homogénéisées quelque soit la direction de mesure.

Comme le montre la figure V.11, les coefficients de dilatation thermique de la tôle 01 à l'état brut suivant les trois directions X, Y et Z sont différents. Les courbes contiennent plusieurs anomalies dilatométriques.

Nous constatons que $\alpha_x(T)$ est inférieur à $\alpha_y(T)$ et à $\alpha_z(T)$ sur l'ensemble du domaine de température étudié. A partir de 100°C, $\alpha_y(T)$ est situé entre les deux autres. Aux hautes températures les trois coefficients se rejoignent. Probablement, la coalescence et/ou la dissolution des précipités sont responsables de ce comportement.

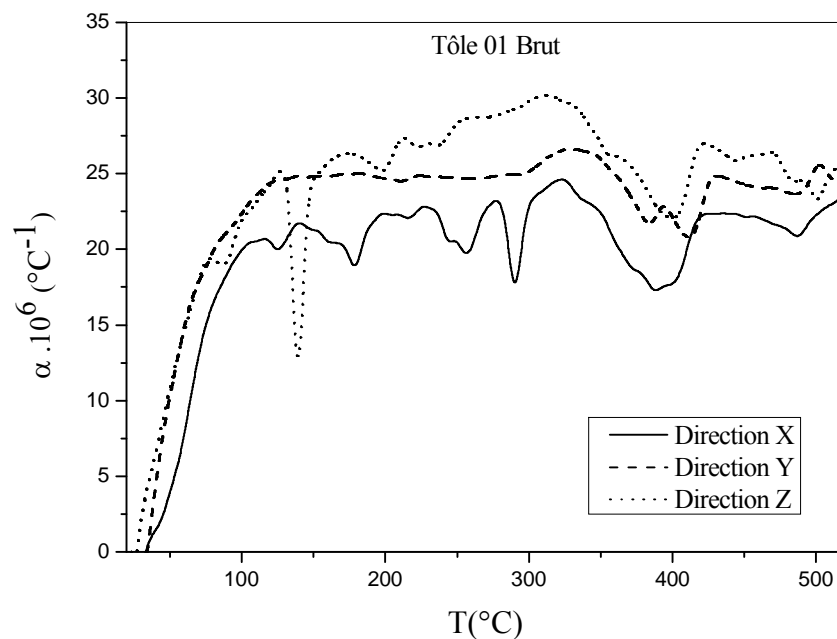


Figure V.11 Variation de $\alpha(T)$ de la tôle 01 à l'état brut en fonction de la température suivant les directions X, Y et Z.

Le comportement dilatométrique de la tôle 02 à l'état brut dans l'intervalle de température 25°C – 525°C est représenté sur la figure V.12.

Les coefficients de dilatation thermique mesurés selon les trois directions ne sont pas les mêmes. $\alpha_x(T)$ contient une anomalie dilatométrique aux environs de 100°C, qui n'existe pas dans $\alpha_y(T)$ et $\alpha_z(T)$.

A partir de la température ambiante jusqu'à 150°C, $\alpha_Y(T)$ est supérieur à $\alpha_Z(T)$ et à $\alpha_X(T)$. $\alpha_X(T)$ devient intermédiaire entre $\alpha_Z(T)$ et $\alpha_Y(T)$ dans le reste du domaine de température.

Aux très hautes températures, le matériau 02 se comporte de la même manière que le matériau 01.

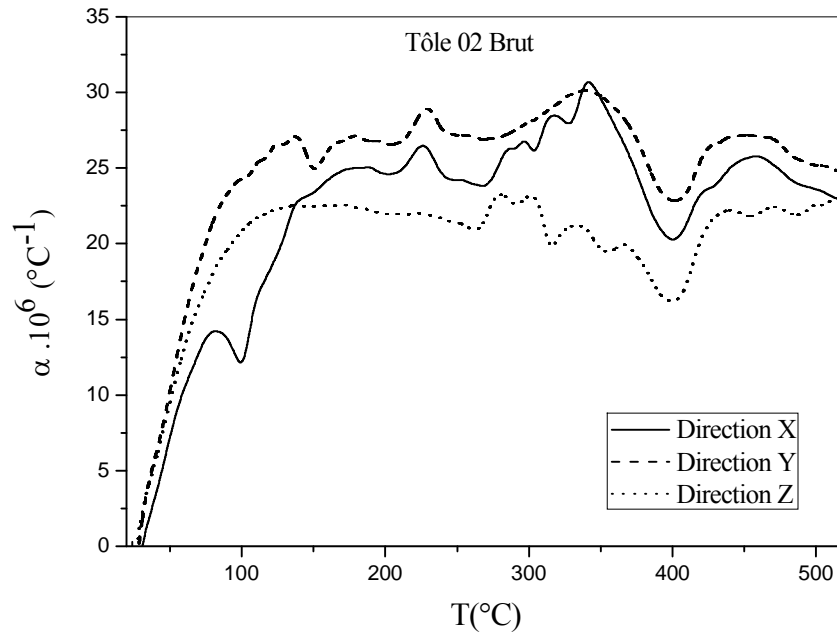


Figure V.12 Variation de $\alpha(T)$ de la tôle 02 à l'état brut en fonction de la température suivant les directions X, Y et Z.

La figure V.13 représente les coefficients de dilatation thermique $\alpha_X(T)$, $\alpha_Y(T)$ et $\alpha_Z(T)$ de l'échantillon 01 homogénéisé. Nous remarquons que l'écart entre les coefficients de dilatation thermique du même échantillon à l'état brut et homogénéisé est devenu très faible. Les allures des trois courbes sont presque confondues. Il y a un chevauchement entre les trois coefficients. Plusieurs anomalies dilatométrique de l'état brut ont disparues. Probablement, le traitement d'homogénéisation a permis une distribution et un réarrangement des sites.

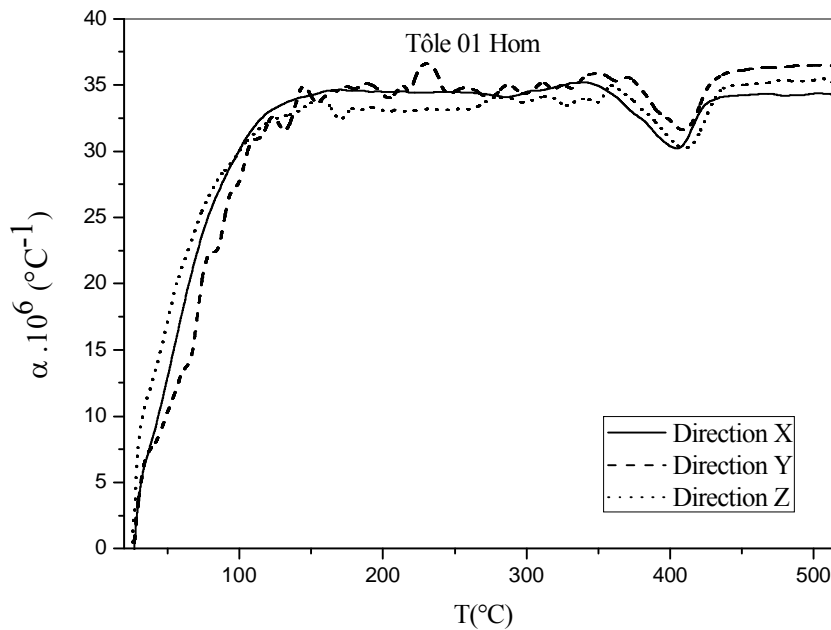


Figure V.13 Variation de $\alpha(T)$ de la tôle 01 à l'état homogénéisé en fonction de la température suivant les directions X, Y et Z.

Le comportement dilatométrique du matériau 02 homogénéisé (figure V.14) laisse apparaître une anisotropie. $\alpha_Z(T)$ est inférieur à $\alpha_Y(T)$ et à $\alpha_X(T)$ sur l'ensemble de l'intervalle de température. $\alpha_X(T)$ et $\alpha_Y(T)$ sont sensiblement égaux et se chevauchent pratiquement de l'ambiante à 220°C.

A partir de cette dernière température, $\alpha_X(T)$ tend à se décoller de $\alpha_Y(T)$ et devient inférieur à celui-ci jusqu'à la température 525°C. Aux hautes températures, l'anisotropie devient importante et son intensité s'est amplifiée. Nous signalons que les trois courbes contiennent les mêmes anomalies avec des intensités différentes et des positions en température légèrement décalées les unes des autres.

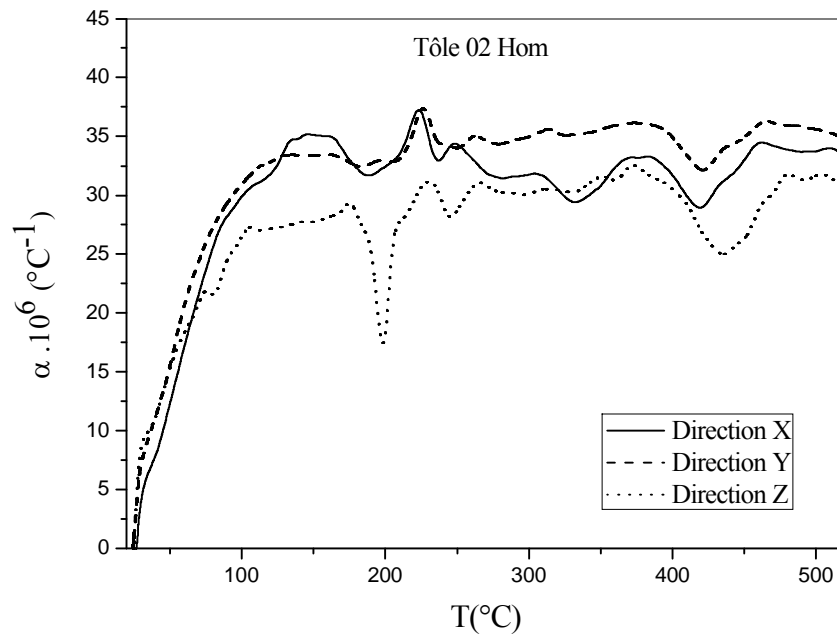


Figure V.14 Variation de $\alpha(T)$ de la tôle 02 à l'état homogénéisé en fonction de la température suivant les directions X, Y et Z.

La seconde partie est consacrée à l'influence de traitement d'homogénéisation sur le comportement dilatométrique des deux matériaux. Pour comparer les deux états (brut, homogénéisé), nous avons prélevé les échantillons selon les mêmes directions.

Pour commencer, nous prenons la direction X (figure V.15), le coefficient de dilatation thermique de l'échantillon homogénéisé mesuré selon X et prélevé du matériau 01 est nettement supérieur à celui de l'échantillon à l'état brut dans tout l'intervalle de température. L'échantillon à l'état brut contient plusieurs anomalies dilatométrique. La courbe dilatométrique de l'échantillon homogénéisé contient un pic intense à 400°C légèrement décalé vers les hautes températures par rapport à celui d'échantillon à l'état brut. Il est probablement lié à la phase β . De 100°C à 300°C, la variation de $\alpha(T)$ de l'échantillon homogénéisé est presque linéaire et on retrouve ce comportement à partir 430°C jusqu'à 525°C.

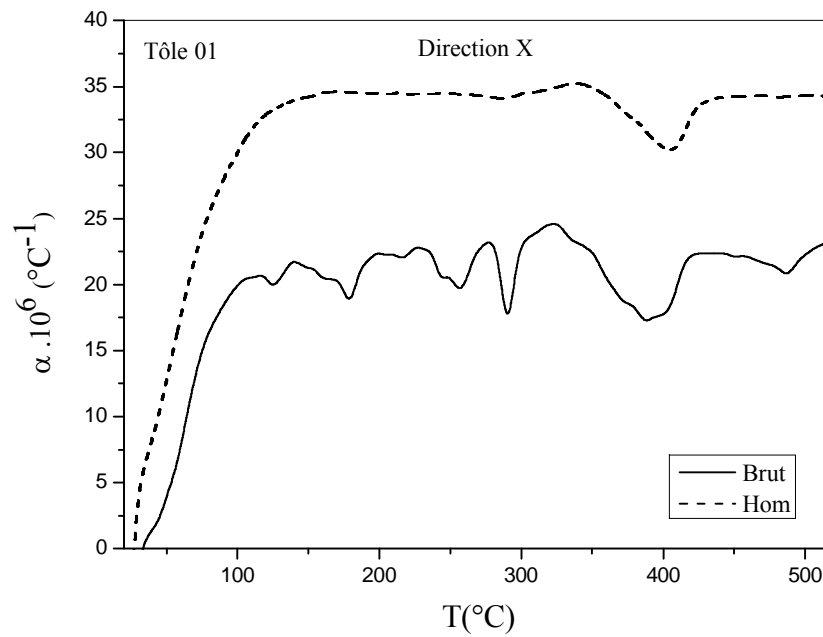


Figure V.15 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction X des échantillons prélevés de la tôle 01: l'état brut et l'état homogénéisé.

On revient à la direction Y (figure V.16), le coefficient de dilatation thermique de l'échantillon prélevé du matériau 01 et homogénéisé et mesuré selon la direction Y est largement supérieur à $\alpha(T)$ de l'échantillon brut mesuré selon la direction Y à partir de 75°C jusqu'à 525°C. A 525°C, le ratio α_Y^H / α_Y^B dépasse 150%.

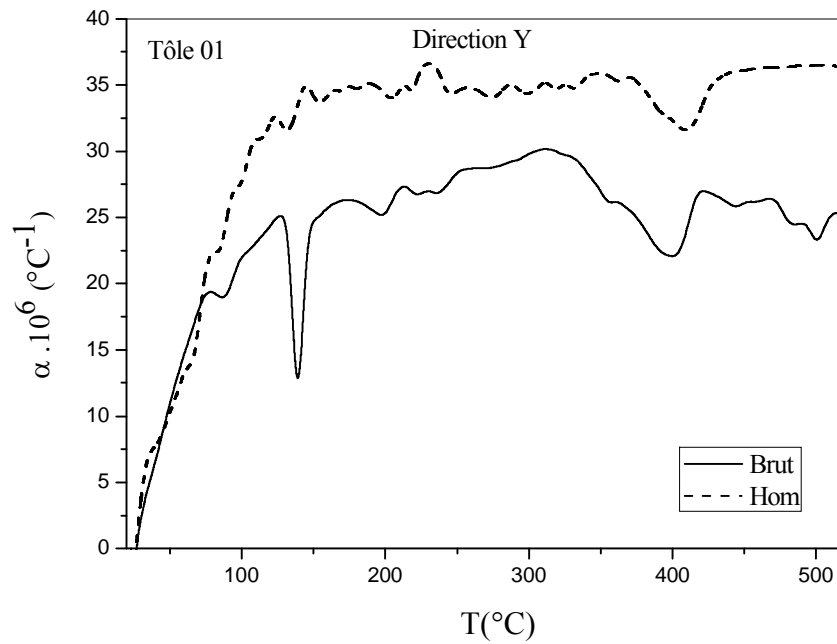


Figure V.16 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Y des échantillons prélevés de la tôle 01: l'état brut et l'état homogénéisé.

Etudions maintenant la troisième direction Z qui correspond à la direction perpendiculaire au plan de laminage (figure V.17). Dans l'ensemble, les courbes des coefficients de dilatation thermique $\alpha(T)$ des échantillons homogénéisé et trempé et à l'état brut présentent des comportements qui diffèrent l'un de l'autre. Ils présentent tous les deux des paliers entre 100°C et 300°C. Les deux courbes sont presque superposables. Le coefficient de l'échantillon homogénéisé est très supérieur à celui dans l'état brut dans tout l'intervalle de température. Entre 400 et 525°C, $\alpha_z(T)$ de l'échantillon 01 présente un palier. Le pic présent dans la courbe $\alpha_z^B(T)$ de l'échantillon à l'état brut a pratiquement disparu dans $\alpha_z^H(T)$ à l'état homogénéisé. Probablement dû à la coalescence et/ou la dissolution des précipités responsables de ce phénomène.

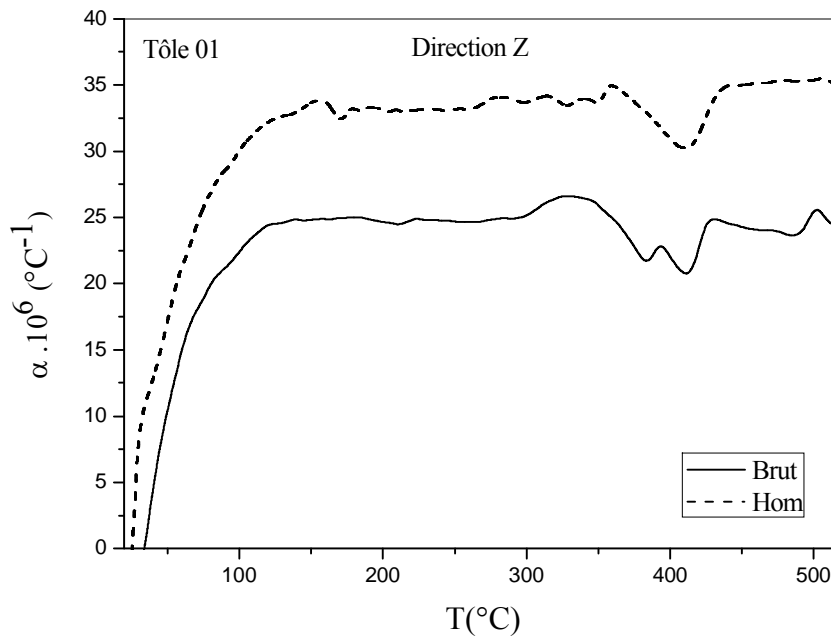


Figure V.17 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Z des échantillons prélevés de la tôle 01: l'état brut et l'état homogénéisé.

Maintenant, nous allons faire la même étude que précédemment. Cette fois – ci, nous allons analyser le comportement dilatométrique de la tôle 02 homogénéisé et trempé et faire la comparaison avec le coefficient de dilatation thermique du même échantillon à l'état brut. Nous rappelons que l'étude comparative est faite sur des échantillons prélevés selon la même direction.

Selon la direction X (figure V.18), l'échantillon prélevé du matériau 02 à l'état homogénéisé et trempé présente moins d'anomalies que l'échantillon à l'état brut. Globalement les pics présents dans $\alpha_X(T)$ de l'échantillon homogénéisé existent dans $\alpha_X(T)$ à l'échantillon brut. Mais, leur intensité varie d'un pic à un autre et sont légèrement décalés en température. Le coefficient dilatation thermique de l'échantillon homogénéisé et trempé est nettement supérieur que $\alpha_X(T)$ du matériau à l'état brut sur l'ensemble du domaine de température.

A 525°C, le ratio $\alpha_X^H / \alpha_X^B > 150\%$

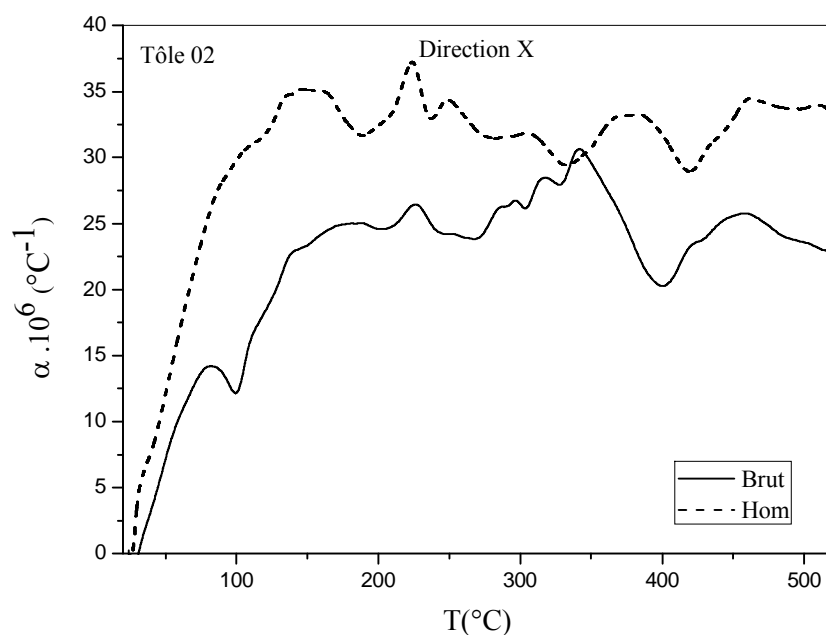


Figure V.18 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction X des échantillons prélevés de la tôle 02: l'état brut et l'état homogénéisé.

Selon la direction Y (figure V.19), nous remarquons que les coefficients $\alpha_Y^H(T)$ et $\alpha_Y^B(T)$ ont la même allure. Nous relevons que la phase β de $\alpha_Y^H(T)$ apparaît en retard par rapport à celle de $\alpha_Y^B(T)$. Probablement, la dissolution des précipités instables à hautes température est responsable de ce décalage. $\alpha_Y^B(T)$ est inférieur à $\alpha_Y^H(T)$ de 20-525°C.

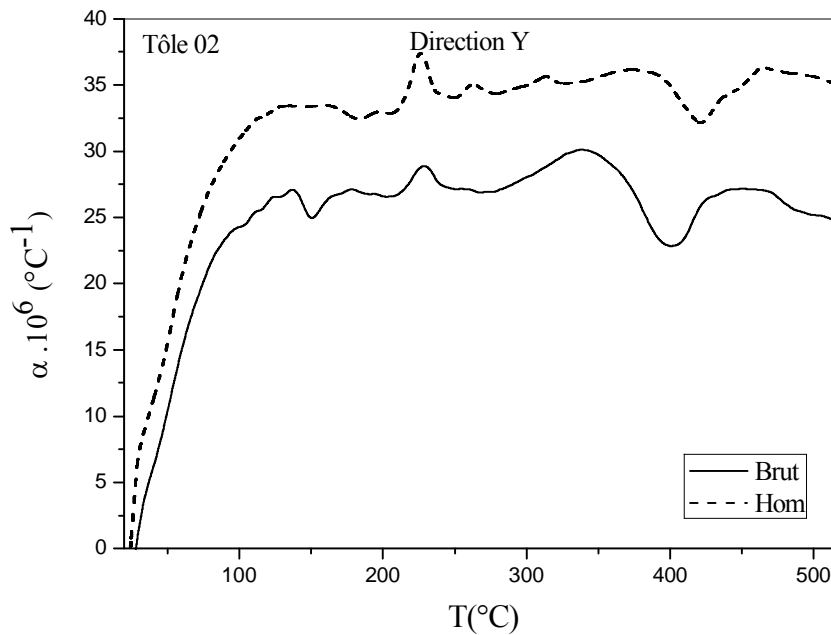


Figure V.19 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Y des échantillons prélevés de la tôle 02: l'état brut et l'état homogénéisé.

Suivant la direction Z (figure V.20), le coefficient $\alpha_Z^H(T)$ contient un intense pic aux environs de 200°C, qui n'existe pas sur la courbe $\alpha_Z^B(T)$. Il est probablement lié à la phase β'' . $\alpha_Z^B(T)$ contient plusieurs dédoublement de pics qui disparaissent dans la courbe $\alpha_Z^H(T)$. Nous attirons l'attention que le ratio α_Z^H/α_Z^B est inférieur au même rapport déterminé selon les directions X et Y. Cette diminution est liée à une présence importante de précipités selon la direction Z que suivant les deux autres directions[71,72].

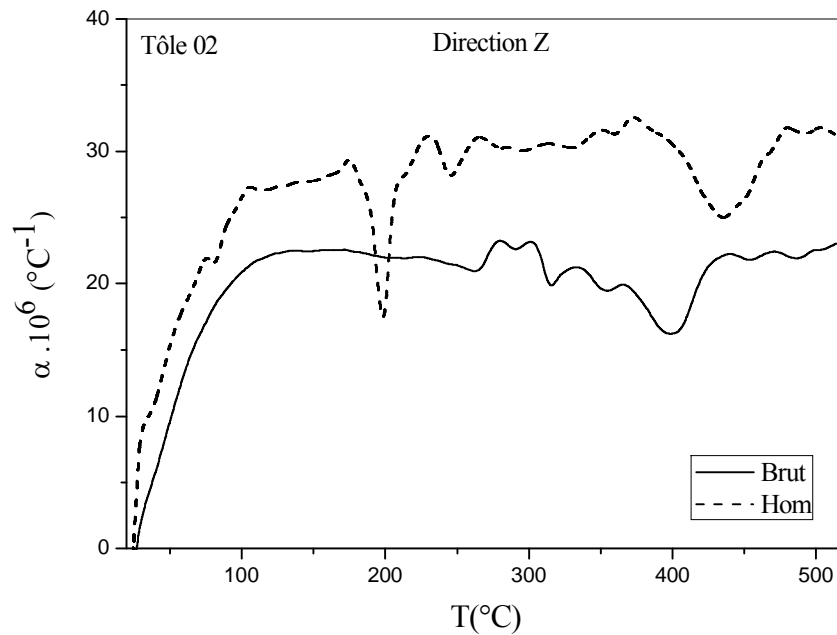


Figure V.20 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Z des échantillons prélevés de la tôle 02: l'état brut et l'état homogénéisé.

La dernière partie de ce chapitre concerne l'étude du rôle des différents éléments d'additions dans les deux matériaux.

Nous avons procédé de la même manière que précédemment. Nous allons comparer les coefficients de dilatation thermique de deux échantillons mesurés selon la même direction mais chacun est prélevé d'un matériau.

La figure V.21 représente les variations des coefficients de dilatation thermique de deux échantillons à l'état brut selon la direction X. Chaque échantillon est prélevé d'un matériau.

Les deux courbes contiennent plusieurs anomalies dilatométriques. A partir de 50°C, $\alpha_X^{02}(T)$ est supérieur à $\alpha_X^{01}(T)$. Aux hautes températures, l'écart se rétrécit pour devenir nul aux environs de 500°C.

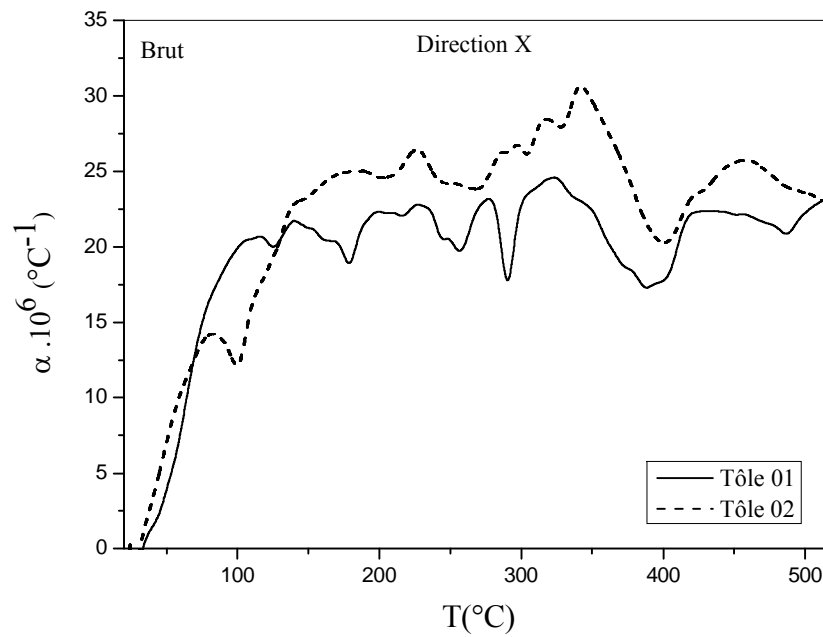


Figure V.21 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction X de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état brut

Selon la direction Y (figure V.22), nous constatons que $\alpha_Y^{01}(T)$ et $\alpha_Y^{02}(T)$ se chevauchent. L'écart entre les deux courbes n'est pas important pour devenir négligeable aux hautes températures et le coefficient dilatation thermique ne dépasse pas $22 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

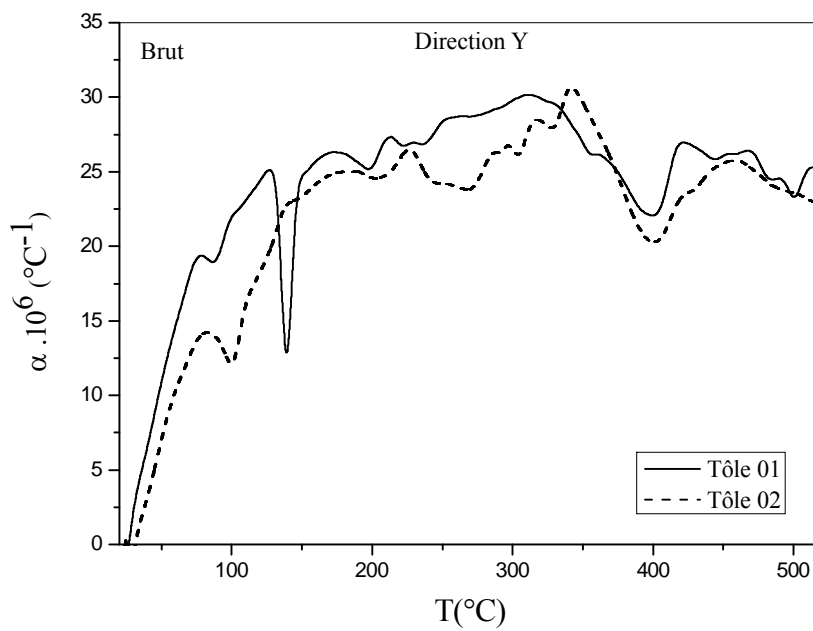


Figure V.22 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Y de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état brut

Selon La direction perpendiculaire au plan de laminage Z (figure V.23), le coefficient de dilatation thermique de l'échantillon prélevé du matériau 01 est inférieur à celui du matériau 02 pour que cette différence s'annule à partir de 480°C.

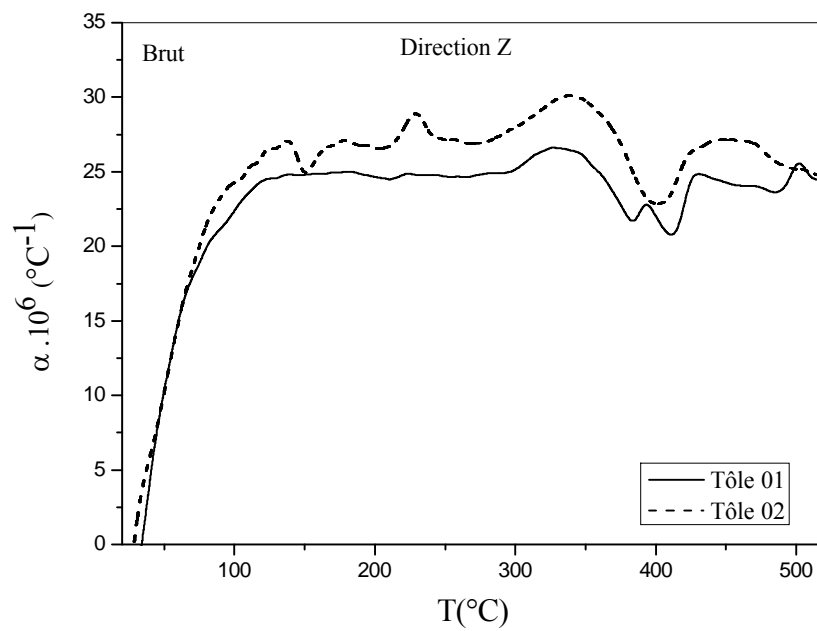


Figure V.23 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Z de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état brut

La situation a complètement changé lorsqu'on passe à l'état homogénéisé des échantillons.

Suivant la direction X (figure V.24), les deux coefficients sont confondus jusqu'à 100°C, puis ils commencent à se chevaucher. $\alpha_X^H(T)$ de l'échantillon homogénéisé contient un palier jusqu'à 330°C.

Aux hautes températures, les deux courbes se confondent pour donner un coefficient de dilatation thermique sensiblement égale à $34 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

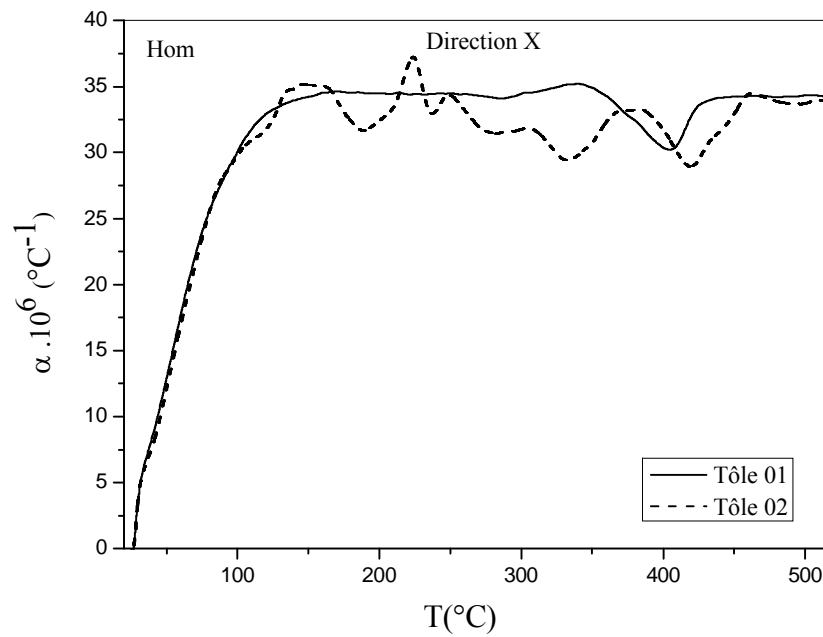


Figure V.24 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction X de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état homogénéisé.

Les deux échantillons prélevés des deux tôles mais ayant la même orientation donne une figure différente des autres.

A partir de 100°C (figure V.25), les deux courbes sont pratiquement confondues en se chevauchant. Elles contiennent les mêmes anomalies dilatométriques mais les positions des pics sont légèrement décalées en températures avec pratiquement les mêmes intensités.

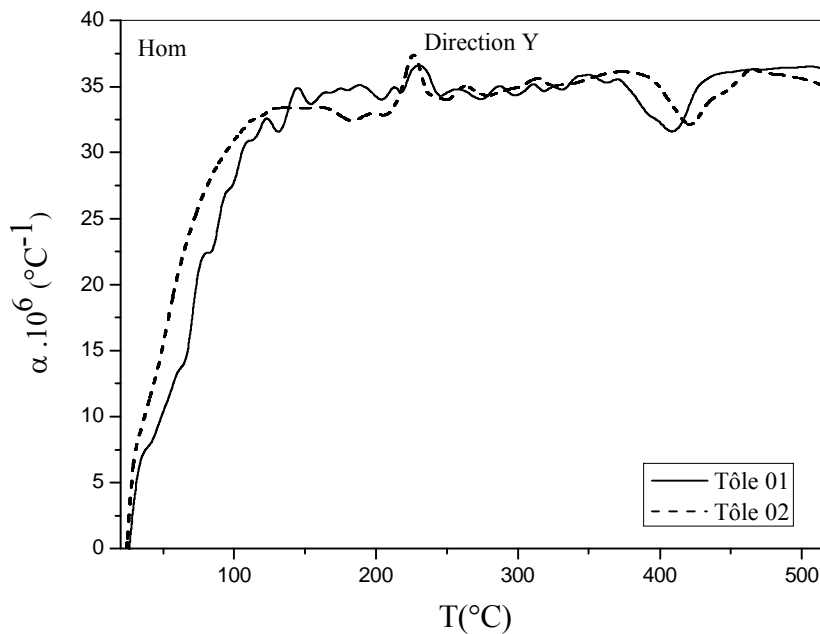


Figure V.25 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Y de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état homogénéisé.

Selon la direction Z (figure V.26), la situation change totalement. La courbe de l'échantillon prélevé de la tôle 02 ne ressemble pas à celle de l'échantillon 01.

A basse température, elle présente un pic intense situé à $T=200^{\circ}\text{C}$, inexistant dans la courbe dilatométrique $\alpha(T)$ de l'échantillon 01.

Les autres anomalies de $\alpha_z^{02}(T)$ sont intenses devant celles de $\alpha_z^{01}(T)$. $\alpha_z^{02}(T)$ a un coefficient supérieur à celui de $\alpha_z^{01}(T)$ sur l'ensemble du domaine de température. Par contre $\alpha_z^{01}(T)$ contient deux paliers où $\alpha(T)$ est sensiblement constant, l'un situé entre $160 - 340^{\circ}\text{C}$ et l'autre à partir de 440°C .

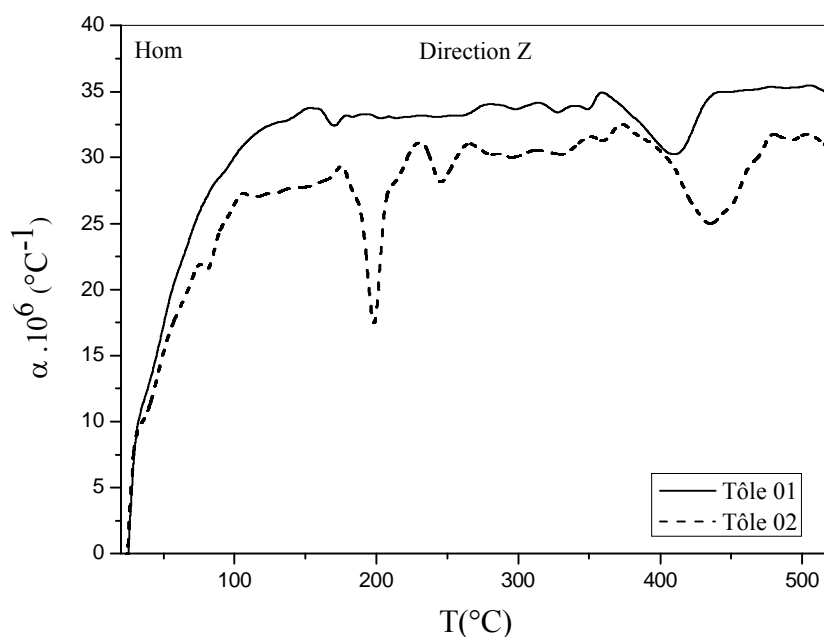


Figure V.26 Coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Z de deux échantillons prélevés chacun d'une tôle à l'état homogénéisé.

L'étude dilatométrique a été d'un apport important. Elle a montré que la tôle 01 homogénéisé et trempée est moins anisotrope que la tôle 02 homogénéisé et trempée.

V.5 Microdureté Hv

Les mesures de microdureté ont été prises au moyen d'un microduromètre du type Zwick. Les tests se font avec un pénétrateur pyramidal en diamant sous une charge de 300g.

Nous avons effectués des mesures à l'état brut, et à l'état homogénéisé suivi d'une trempée, où nous avons remarqué une légère diminution de la microdureté après mise en solution et trempée.

	<i>Hv brut (kg/mm²)</i>	<i>Hv homogénéisé (kg/mm²)</i>
<i>Tôle 01</i>	77.49	41.33
<i>Tôle 02</i>	56.57	31.84

Ceci peut être expliqué par l'effet néfaste de la trempe structurale sur la dureté, du fait que la trempe après mise en solution ne modifie pas la structure cristalline de l'alliage [73].

Les résultats expérimentaux des mesures de microdureté montrent que la dureté de la tôle 01 dépasse largement celle de la tôle 02. Ce résultat est en bon accord avec ceux de la dilatométrie. Ce comportement rend la tôle 01 intéressante et compétitive devant la tôle 02. Donc, son utilisation et son impact dans le domaine industriel présentent un grand intérêt. Il est important de noter que le silicium a un bon effet sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Sachant que l'excès de Si améliore les propriétés mécaniques de matériau [74].



Conclusion Générale

Conclusion générale

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif l'analyse thermique des alliages AlMgSi(Cu). Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques, telles que : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microscopie optique, la mesure de la micro-duromètre, la diffraction des rayons X et la dilatométrie. Dans ce travail, notre étude de caractérisation est basée essentiellement sur les mesures de la dilatométrie.

Sur la base des résultats obtenus qui sont appréciables, on peut conclure :

☞ les traitements d'homogénéisation montrent une distribution uniforme des taches sombres pouvant être des précipités stables à haute température observés au microscope optique.

☞ L'analyse des échantillons par la diffraction des rayons X a mis en évidence la présence des pics correspondant à la structure C.F.C. de la matrice α -aluminium. Cette technique a permis aussi de mettre en évidence l'existence d'une anisotropie, à cause du procédé de laminage qu'ont subi les tôles étudiées.

☞ L'étude calorimétrique des échantillons des deux tôles à l'état brut est nettement différente de celle des tôles à l'état homogénéisé et trempé.

☞ L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) nous a permis de suivre les transformations des différentes phases de la séquence de précipitation dans les alliages étudiés :

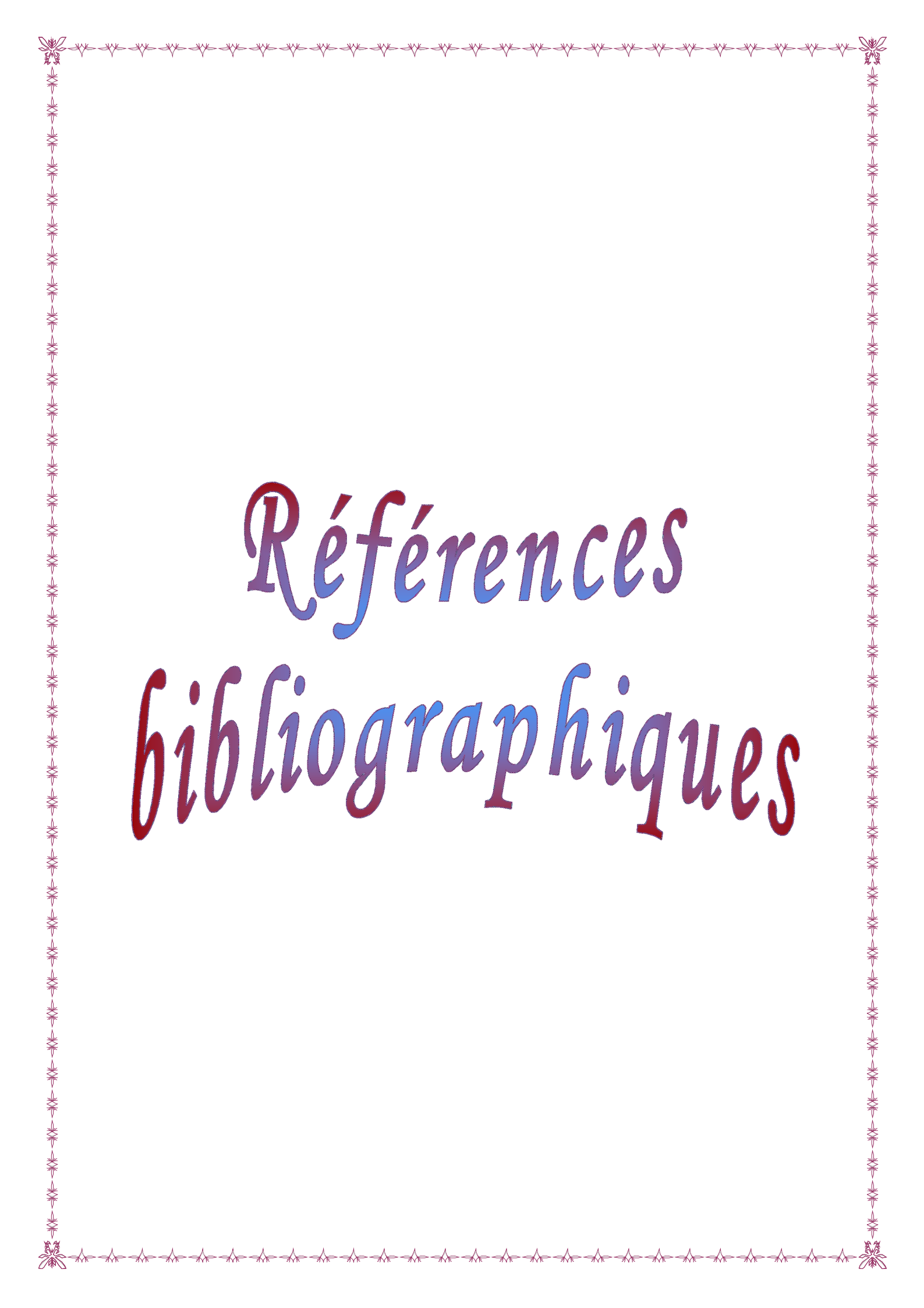
☞ Tôle 01: $SSS \rightarrow GP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta (Mg_2Si) + Si$.

☞ Tôle 02: $SSS \rightarrow GP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' + Q' \rightarrow \beta (Mg_2Si)$.

☞ Les résultats de l'analyse dilatométrique des alliages étudiés montrent que les différentes transformations de phase enregistrées lors du chauffage des matériaux sont dues à des phénomènes de précipitation et /ou dissolution des phases. La technique dilatométrique nous a permis d'analyser les variations

dimensionnelles en fonction de la température des deux matériaux selon les différentes directions et de mettre en relief le rôle de l'anisotropie dilatométrique qui change en fonction des traitements thermiques et de la composition.

- ☞ Le degré d'anisotropie change radicalement de l'état brut à l'état homogénéisé de la tôle 01. Pour ce qui est de la tôle 02, le traitement d'homogénéisation diminue l'anisotropie.
- ☞ Nous avons remarqué que le nombre d'anomalies dilatométriques n'est pas le même dans les deux tôles brut et homogénéisé.
- ☞ Nous soulignons que le coefficient de dilatation thermique selon la direction Z de l'échantillon 01 contient un large palier s'étendant sur plus de 200°C où $\alpha(T)$ reste sensiblement constant. Cette particularité rend ce matériau intéressant dans le domaine industriel.
- ☞ Les valeurs de microdureté de la tôle 01 sont supérieures à celles de la tôle 02.
- ☞ Les résultats de la microdureté confirment ceux obtenus par la dilatométrie.



Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1]. K. T. Kashyapand, T. Chadrahekar, Bull. Mater. Sci, 24-4 (2001) 345-350.
- [2]. S. Bourahlan, mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie (2007).
- [3]. R. Kaidyshov, F. Musin, D. Gromov, T.G. Nieh and D.R. Lesuer, Metals.Trans, 43-10 (2002) 2392-2395.
- [4]. V. Laaksonen, D. W.talanquer; osctaby: Nucleation, measurements theory, and tomspharic application, Annu. Rev. Phys. Chim, 46 (1995) 489-494.
- [5]. E. Hornbgen, Nucleation; M. Becker, Inc New-york, (1969) 309.
- [6]. J. Barralis, G. Maeder, Métallurgie Tome 1, ed communication actives. (1982) 242.
- [7]. H. Bensouyad, mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie (2006).
- [8]. M. Hillet, Acta Metall, 9, (1961) 525-530.
- [9]. A. Azizi, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie
- [10]. F. Serradj, mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie (2005).
- [11]. C.Varel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Ed. Dunod technique, Paris (2004) 25.
- [12]. J. Lanthony, l'aluminium et les alliages légers. Ed. Presses Universitaires de France, Paris (1984) 55.
- [13].D. M. Laughlin and W. F. Miao, Journal of Materials Science Letters, 21 (2001) 320-329.
- [14]. I. R. Harris, P. C. Varley, Factors influencing drittleness in AlMgSi alloys, J. I. Metals 82 (1953-1954) 379-393.
- [15]. The Aluminum Association, 1525 Wilson Boulevard, Arlington, VA 2220
www.aluminum.org . Revised: April 2006.
- [16]. W. F. Miao, D. E. Laughlin, Met. Mater. Trans, 31(A) (2000) 361-371.
- [17]. www.alu.menzeken.com « Alliages d'aluminium » 2004.
- [18]. S. Taabache, mémoire de Magister, Université de Batna, Algérie (2010).
- [19]. M. Dupeux, Aide-mémoire science des matériaux. Dunod, Paris (2004) 105-148.
- [20]. T. Abid, mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie (2007).
- [21]. H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fonts, Tome II, Masson et c^{ie} editeurs (1971)71-92.
- [22]. R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Doc. M 1290, les techniques de l'ingénieur (1991).

- [23]. C. Cayron, Thèse de Doctorat, Ecole polytechniques, Lausanne (2000).
- [24]. L. C. Doan, K. Nakai, Y. Mastuura, S. Kobayashi, Y. Ohmori, *Mater. Trans*, 34(6) (2002) 1371-1380.
- [25]. D. J. Chakrabarti, B-K. Cheong, D. E. Laughlin, " Automotive Alloys II ", *Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, TX, Feb. 1998*, ed. Subodh K. Das, TMS, Warrendale, (1998) 27-44.
- [26]. C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat, *Phil. Mag.*, 79 (11) (1999) 2833- 2851.
- [27]. M. Murayama, K. Hono, D. E. Laughlin, *Met. Mater. Trans*, 32 (A) (2001) 239-246.
- [28]. C. Cayron, P. A. Buffat, *Acta. Mater*, 48 (2000) 2639-2653.
- [29]. D. J. Chakrabarti, Y. Peng, D. E. Laughlin, *Mater. Sci. Forum*, 396-402 (2002) 857-862.
- [30]. S. M. Hirth, G. J. Marshall, S. A. Court, D. J. Lloyd, *Mater. Sci. Eng. A*, 329-321 (2001) 452-456.
- [31]. Y. Ohmori, L. C. Doan, Y. Matsuda, S. Kobayashi, K. Naki, *Mater. Trans.*, 42(12) (2001) 2476-2583.
- [32]. A. Fattah, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temp - High Press*, 31 (1999) 613- 625.
- [33]. Q. Lou, D. G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, *Acta. Metall. Mater*, 41(3) (1993) 769-797.
- [34]. Y. Ohmori, L. C. Doan, K. Nakai, *Mater. Trans.*, 43(2) (2002) 246-255.
- [35]. R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans JIM*, 39(3) (1998) 353-364.
- [36]. X. Wang, W. J. Poole, S. Esmaeili, D. J. Lloyd, J. D. Embury, *Met. Mater. Trans*, 34(A) (2003) 2913-2918.
- [37]. Y. Aoubdia, mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie (2005).
- [38]. S. Esmaeili, D. J. Lloyd, W. J. Poole, *Acta. Mater.*, 51 (2003) 3467-3481.
- [39]. F. Dimier, Thèse doctorat, L'école nationale supérieure Des Mines. Paris, (2003).
- [40]. D. E. Laughlin, W. F. Miao, L. M. Karabin, D. J. Chakrabarti, *Automotive Alloys II*, *Proc.TMS Annual Meeting in San Antonio, TX, Feb. 1998*, ed. Subodh K. Das, TMS, Wrendale, (1998) 63-80.
- [41]. Y. Murakami, Aluminium-Base Alloys, In *Materials Science and Technology*, Vol.8: Structure and Proprieties of Nanoferrous Alloys. Fds .R.w.Cahn, P.Haasen, E.J.Karem. Weinheim:VCH, (1996).
- [42]. G. A. Edwards, K. Stillep, G. L. Dunlop, M. J. Couper, *Acta. Mater.*, 46(11) (1998) 3893-3940.
- [43]. S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, *Mater. Sci. Engi. A*, 390 (2005) 127-138.
- [44]. W. F. Miao, D. E. Laughlin, *J. Mater. Sci. Lett.*, 19 (2000) 201-203.

- [45]. D. Vaumousse, A. Cerezo, P. J. Warren, S. A. Court, *Mater. Sci. Forum*, 396- 402 (2002) 693-998.
- [46]. R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans JIM*, 39(3) (1998) 353-364.
- [47]. X. Wang, W. J. Poole, S. Esmaeili, D. J. Lloyd, J. D. Embury, *Met. Mater. Trans*, 34(A) (2003) 2913-2918.
- [48]. P. M. Derlet, S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, *J. Phys. Condensed Matter*, 14 (2002) 4011-4024.
- [49]. A. K. Jena, A. K. Gupta, M. C. Chaturvedi, *Acta Metall*, 37(3) (1989) 885- 895.
- [50]. S. Young, P. Sang B. L. Nack J. Kim, *Mater. Trans.*, 44 (12) (2003) 2617-2624.
- [51]. K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum*, 396-402 (2002) 941-946.
- [52]. J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Tlbot, *Métallurgie générale*, Masson et Cie, Paris (1969), 325-332.
- [53]. J. P. Lynch, L. M. Brown, M. H. Jacobs, *Acta Metall.*, 30 (1982) 1389-1395.
- [54]. S. Esmaeili, X. Wang, D. J. Lloyd, W. J. Poole, *Met. Mater. Trans.*, 34(A) (2003) 751-762.
- [55]. R. J. Livak, *Mater. Trans.*, 13(A) (1982) 1318-1321.
- [56]. K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, Y. Uetani, S. Ikeno, *Mater. Trans.*, 43(11) (2002) 2789-2795.
- [57]. A. K. Gupta, A. K. Jean, M. C. Chaturvedi, *Scripta Metall.*, 221(1988) 369-371.
- [58]. Y. Aoubdia, Thèse de Doctorat, Université de Constantine, Algérie (2011).
- [59]. R. Guemini, A. Boubertakh, S. Hamamda, *Eur. Phys. J. AP*. 2001; 13:167-70.
- [60]. A. Boushaba, Mémoire de magister, Université de Constantine, Algérie (2005).
- [61]. W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Introduction à la science des matériaux*, 2^{ème} édition, Press Polytechnique et Universitaires Romandes, Suisse (Lausanne1995), 191-203.
- [62]. M. Murayam, K. Hono, *Acta Mater*, 47 (5) (1999) 1537-1548.
- [63]. E. Sjolander, S. Seifeddine, *Mater. Sci. Engi.*, A528 (2011) 7402-7409.
- [64]. D. J. Chakrabarti, D. E. Langhlin, *Progress Mater Sci*, 49 (2004) 389-410.
- [65]. E. Sjolander, S. Seifeddine, *Mater. Sci. Engi.*, A528 (2011) 7402-7409.
- [66]. A. Cuniberti, A. Tolley, M. V. Castro Riglos, R. Giovachini, *Mater. Sci. Engi.*, A527 (2010) 5307-5311.
- [67]. A. Simar, Y. Bréchet, B. de Meeter, A. Denquin, C. Gallais, T. Pardoën, *Progress in Materials Science*, 57 (2012) 95-183.
- [68]. S. Pogatscher, H. Antrekowitsch, H. Leitner, T. Ebner, P.J. Uggowitzzer, *Act Mater*, 59 (2011) 3352-3363.
- [69]. T. Abid, A. Boubertakh, S. Hamamda, *J. Alloys and Compounds*, 490 (2010) 166-169.

- [70]. Y. Aouabdia, A. Boubertakh, S. Hamamda, *Materials Letters*, 64 (2010) 353–356.
- [71]. K. Boulemzaoud, A. Chahdane, S. Saadallah, A. Boubertakh et S. Hamamda, 12th International Young Scientists Conference Optics and High Technology Material Science, Kyiv, Ukraine, October 27-30, (2011) P. 235.
- [72]. A. Chahdane, K. Boulemzaoud, S. Saadallah, A. Boubertakh et S. Hamamda, 12th International Young Scientists Conference Optics and High Technology Material Science, Kyiv, Ukraine, October 27-30, (2011) P. 236.
- [73]. J. P. Bailon et J. M. Dorlot, *Des Matériaux*, par presses internationales Polytechniques, réimpression, Canada, automne (2004) 227-242 et 512-520.
- [74]. S. Tomovic- Petrovic, O. Jensrud, *J. Mate. Processing Technologie*, B 163 (2012) 2831-2851.

Analyse thermique des alliages d'aluminium AlMgSi(Cu)

Dans le cadre de ce travail, nous avons entrepris d'étudier un alliage AlMgSi à excès de silicium de la série 6000, faisant partie de la catégorie des alliages à durcissement structural. Ces alliages ont un grand intérêt vu leur utilisation privilégiée dans les industries automobile et aéronautique.

Ce mémoire a pour objectif d'étudier le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température de deux catégories de tôles à base d'aluminium dans lesquelles nous avons introduit une large gamme d'éléments des transitions. A partir de chaque tôle, nous avons prélevé trois échantillons suivant trois directions : X-direction parallèle à la direction de laminage, Y-direction perpendiculaire à la direction de laminage dans le plan de laminage et Z- direction perpendiculaire au plan de laminage. Les résultats de l'analyse dilatométrique révèlent l'existence d'une anisotropie dans les tôles étudiées. Les valeurs du coefficient de dilatation thermique diffèrent d'une direction à une autre et d'un alliage à l'autre.

Nous soulignons que le coefficient de dilatation thermique selon la direction Z de l'échantillon 01 contient un large palier s'étendant sur plus de 200°C où $\alpha(T)$ reste sensiblement constant. Cette particularité rend ce matériau intéressant dans le domaine industriel.

L'étude calorimétrique différentielle à balayage, nous a permis de suivre les transformations de phase de la séquence de précipitation dans ces alliages. La microstructure des alliages a été caractérisée par la microscopie optique qui a confirmé une présence importante de précipité thermiquement stable.

La microdureté montre que l'excès de Si accroît les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si.

Nous estimons que les résultats obtenus dans ce travail qui ont nécessité l'utilisation de plusieurs techniques complémentaires sont d'un apport très important du point industriel et recherche fondamentale.

Mots clés : Alliages Al-Mg-Si, DSC, Dilatometrie, Excès de Silicium, Coefficient de dilatation thermique.

Thermal analysis of aluminum alloys AlMgSi (Cu)

In this work, we have undertaken the study of an Al-Mg-Si alloy of 6000 series with excess silicon of the series 6000, belongs to the category of heat treatable alloys. These alloys arouse great interest for their privilege use in the automotive and aeronautical industries.

The aim of the present work is the study of the thermal expansion coefficient as a function of temperature for two categories of aluminum-based sheet in which we have introduced a wide range of components of transitions. From each sheet, we collected three samples following three directions: X-direction parallel to the rolling direction, Y-direction perpendicular to the rolling direction in the rolling plan and Z-direction perpendicular to the plane rolling. The dilatometric results revealed the presence of anisotropy. The thermal expansion coefficient measurements differ from one direction to another and from one alloy to another.

We emphasize that the thermal expansion coefficient along Z direction of the sheet 01 contains a large landing extending over 200 ° C where α (T) remains substantially constant. This feature makes the material suitable in the industrial field.

DSC studies enabled us to follow the transformation of the various phases of the sequence of precipitation in these alloys. The microstructure of the alloys was characterized by optical microscopy, which confirmed a significant presence of thermally stable precipitate at high temperature in the two sheets.

X-ray diffraction study confirms the positive role of the addition of copper, which improves the mechanical properties of the material. Microhardness measurements show that the excess Si improves the mechanical properties of alloys Al-Mg-Si.

We believe that the results obtained in this work that required the use of additional complementary techniques.

Key words: Al-Mg-Si alloys, DSC, Dilatometry, Excess silicon, Thermal expansion coefficient.

التحليل الحراري لسبائك الألمنيوم

في إطار هذا العمل المنجز، اعتمدنا دراسة سبيكة ألمنيوم - مغنيزيوم - سيليسيوم (Al-Mg-Si) المحتواة على فائض من السليسيوم، و التي تنتمي إلى السبائك ذات التصليد البنيوي (فصيلة 6000). لهذه السبائك دور و فائدة كبيرة في عدة مجالات أهمها صناعة السيارات، الطائرات و المركبات الفضائية.

الهدف من هذا العمل دراسة معامل التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة لفئتين من صفائح الألمونيوم الصناعية التي تنتمي الى السبائك ذات التصليد البنيوي و التي تحتوي على عدد هام من العناصر الانتقالية و غيرها من الشوائب. مع العلم أننا اخذنا من كل صفيحة 3 عينات وفق اتجاهات مختلفة (X Y Z) حيث: X هو الاتجاه الموازي لاتجاه التصفيح، Y هو الاتجاه العمودي لاتجاه التصفيح في مستوى التصفيح و Z هو الاتجاه العمودي على مستوى التصفيح. نتائج التمدد الحراري تؤكد بان السبيكة غير متماثلة المناحي، حيث أن معامل التمدد الحراري يختلف من اتجاه إلى آخر.

نحن نؤكد على أن معامل التمدد الحراري في اتجاه Z من العينة 01 يحتوي على ثبوت هام يمتد ابتداء من 200 درجة مئوية حيث تبقى $\alpha(T)$ ثابت إلى حد كبير. هذه الميزة تجعل من هذه المادة مهمة في المجال الصناعي.

إن الدراسة بواسطة التحليل الحراري التفاضلي، سمحت لنا بمعرفة التحولات الطورية أثناء عملية التسخين. كما استطعنا مشاهدة البنية الحبيبية بواسطة المجهر الضوئي و التي تؤكد وجود ترسيبات تتحمل الحرارة.

حيود الأشعة السينية يؤكد الدور الإيجابي لإضافة النحاس و الذي يحسن الخواص الميكانيكية للعينة. و اعتمادا على قياس الصلادة نستنتج بأن فائض السليسيوم يحسن من الخواص الميكانيكية للسبيكة.

نتوقع اعتمادا على النتائج المحصل عليها ضرورة استعمال تقنيات مكملة لهذه الدراسة الهامة.

الكلمات الدالة: سبائك الألمنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم ، التحليل الحراري التفاضلي، التمدد الحراري،

فائض السليسيوم ، معامل التمدد الحراري.