

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE CONSTANTINE 1  
FACULTE DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :

Série :

**MEMOIRE**

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

**Spécialité : Sciences des Matériaux**

**Option : Métallurgie**

**THEME**

*Effet de vieillissement naturel et artificiel sur  
les propriétés mécaniques de deux tôles AlMgSi*

Par

**Filali Hichem**

Soutenu le / /

Devant le jury :

Président : HAMAMDA SMAIL

Prof. Université Constantine 1

Rapporteur : BOUBERTAKH ABDELHAMID

Prof. Université Constantine 1

Examineur : BENSABA RABAH

Prof. Université Constantine 1

## ***REMERCIEMENTS***

Ce travail a été réalisé au laboratoire de recherche des Propriétés Thermodynamiques et traitement des Surfaces des Matériaux sous la direction de monsieur Karaali Ahcène professeur au département de physique-l'université Constantine 1.

Je tiens à remercier vivement Monsieur Boubertakh Abdelhamid professeur au département de physique-université Constantine1, pour m'avoir accueilli, conseillé et encadré tout au long de ce travail.

Je tiens à remercier Monsieur Hamamda Smail professeur au département de physique-université Constantine 1, pour avoir accepté de faire partie de ce jury pour examiner ce travail.

Je tiens aussi à remercier Monsieur Bensaha Rabah, professeur au département de physique-université constantine1, d'avoir lui aussi bien voulu faire de ce partie de ce jury et accepté d'examiner ce travail.

J'exprime ma reconnaissance à monsieur Meziani Salim professeur ou département de Génie mécanique de l'université Constantine 1, pour l'utilisation du microduromètre et microscope optique de son laboratoire.

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

	page
Introduction générale .....	01
<b>Chapitre I :</b>	
<b>Généralités sur les processus de précipitation</b>	
I.1. Introduction .....	03
I.2. Précipitation.....	04
I.3.Type de la précipitation.....	04
I.3.1. La précipitation continue.....	04
I. 3. 2. La précipitation discontinue.....	05
I. 4. L'évolution des vitesses de transformation en fonction d la température.....	05
I. 5. Description de la précipitation par la théorie classique.....	06
I. 5. 1. Germination.....	06
I. 5. 1. 1. Germination homogène.....	06
I. 5. 1. 2. Germination hétérogène.....	08
I. 5. 2. Croissance.....	09
I. 5. 2. 1. Précipités cohérents .....	10
I. 5. 2. 2.Précipités semi cohérents.....	10
I. 5. 2. 3. Précipités incohérents .....	10
I. 5. 3. Coalescence.....	10
I. 6. Influence de la précipitation sur les propriétés mécanique .....	11
<b>Chapitre II :</b>	
<b>Aluminium et ses alliages</b>	
II. 1. Introduction .....	13
II. 2. Généralités.....	13
II. 3. Désignation des différents alliages d'aluminium .....	14
II. 4. Les changements d'état des alliages d'aluminium .....	15
II. 4. 1. Solidification .....	15
II. 4. 2. Les changements d'état à l'état solide des alliages d'aluminium.....	16
II. 4. 2. 1. Au refroidissement.....	16
II.4. 2. 2. Au cours d'un chauffage.....	16
II. 5. Propriétés physiques et chimiques de l'Aluminium.....	17
II. 6. Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	18

<b>II. 6. 1.</b> Durcissement structural .....	18
<b>II. 6. 1. 1.</b> La mise en solution.....	19
<b>II. 6. 1. 2.</b> La trempe .....	19
<b>II. 6. 1. 3.</b> Vieillissement thermique.....	21
<b>II. 6. 2.</b> Durcissement par écrouissage.....	21
<b>II. 6. 3.</b> Durcissement par addition.....	22
<b>II. 7.</b> Classification par type de transformation.....	22
<b>II. 8.</b> Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium .....	23
<b>II. 9.</b> Alliages de série 6XXX.....	24

### **Chapitre III :**

#### ***La précipitation dans les alliages Al-Mg-si***

<b>III. 1.</b> Introduction.....	26
<b>III. 2.</b> Précipitation dans les alliages AlMgSi.....	26
<b>III. 2. 1.</b> avec excès de Silicium.....	27
<b>III. 2. 2.</b> Sans excès de Silicium.....	28
<b>III. 2. 2. 1.</b> Les zones GP.....	29
<b>III. 2. 2. 2.</b> La phase $\beta''$ .....	29
<b>III. 2. 2. 3.</b> La phase $\beta'$ .....	30
<b>III. 2. 2. 4.</b> Phase d'équilibre $\beta$ -Mg <sub>2</sub> Si.....	31
<b>III. 2. 3.</b> Avec excès de silicium.....	32
<b>III. 2. 3. 1.</b> Phase de type A.....	32
<b>III. 2. 3. 2.</b> Phase de type B... ..	32
<b>III. 2. 3. 3.</b> Phase de type C .....	32
<b>III. 2. 3. 4.</b> La phase Q'.....	33
<b>III. 2. 3. 5.</b> La phase d'équilibre Q-Al <sub>5</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Cu <sub>2</sub> .....	34
<b>III. 3.</b> Influence de la composition de l'alliage .....	34
<b>III. 3. 1.</b> Effet de cuivre .....	34
<b>III. 3. 2.</b> Influence du rapport Mg/Si de l'alliage .....	35
<b>III. 4.</b> Effet du vieillissement naturel .....	36

## ***Chapitre IV :***

### ***Matériaux étudiés et Techniques expérimentales***

IV.1. Matériaux étudiés.....	38
IV.1.1. Compositions chimiques des alliages étudiés.....	38
IV.1.2. Traitement thermique Appliqués.....	38
IV.2. Préparation des échantillons et techniques d'analyse.....	38
IV.2.1. Préparation des échantillons.....	38
IV.2. 2.1. Technique de caractérisations .....	39
IV.2.2.1. Etude des échantillons par diffraction des rayons X(DRX).....	39
IV.2.2.2. Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	40
IV.2.2.3. Microdureté Vickers (Hv).....	41
IV.2.2.4. Microscope optique (MO).....	44

## ***Chapitre V***

### ***Résultats et discussions***

V.1. Microscopie optique.....	46
V.1.1. Etat brut.....	46
V.1.2. Etat homogénéisé.....	47
V.2. Etude par diffraction des rayons X.....	49
V.3. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	57
V.3.1. L'identification des pics à l'état brut.....	57
V.3.2. L'identification des pics à l'état homogénéisé.....	58
V.4. Microdureté.....	60
V.4.1. Effet de l'homogénéisation sur la dureté des deux tôles.....	60
V.4.2. Effet du vieillissement artificiel des échantillons maturés.....	62
V.4.2.1 effet du vieillissement artificiel de la tôle 01 mûré.....	63
V.4.2.2 Effet du vieillissement artificiel sur la tôle 03 mûrée .....	69
V.4.3. L'effet de la composition chimique des deux tôles sur la microdureté .....	76
Conclusion générale.....	95
Références Bibliographiques.....	96

## Introduction Générale

Les matériaux et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences industriels, plusieurs programmes de recherches sont en cours pour développer d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc., mais les alliages métalliques restent toujours très demandés, parce que ses caractéristiques s'améliorent au fur et à mesure grâce aux travaux de recherche.

La compréhension des divers aspects de transformations de phases est indispensable. Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressants et qui ont longtemps attirés un nombre important de chercheurs, c'est la précipitation qui se produit lors des traitements thermiques et représentant une transformation à l'état solide d'une solution sursaturée, ainsi que la dissolution des précipités ainsi formés. Certains précipités affectent les propriétés mécaniques des matériaux métalliques de façon le plus souvent non négligeable.

L'aluminium à l'état pur présente de mauvaises caractéristiques mécaniques rendant impossibles son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Alors que, l'ajout d'éléments d'addition avec des traitements thermiques adéquats provoquent la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice  $\alpha$ -aluminium. Les propriétés de l'alliage sont améliorées résistance par comparaison à l'aluminium pur. Notons qu'il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium corroyés qui diffèrent par leurs principaux éléments d'addition; Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000). La faible masse volumique des alliages d'aluminium avec une bonne tenue mécanique intéresse l'industrie du transport (ferroviaire, navale, routière, aéronautique). Actuellement, les alliages Al-Mg-Si filés (série 6000) sont très utilisés en vue de réduire le poids du véhicule et par conséquent de faire des économies d'énergie.

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural sont des exemples types d'une problématique scientifique où l'innovation industrielle, les travaux de recherche et les équipements de caractérisations progressent avec le temps. Les mécanismes de durcissement structural impliquent un blocage des dislocations par des objets fins. La précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages. Le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est caractérisé par la connaissance qualitative de la séquence de précipitation et son influence sur leurs propriétés mécaniques.

## INTRODUCTION GENERALE

---

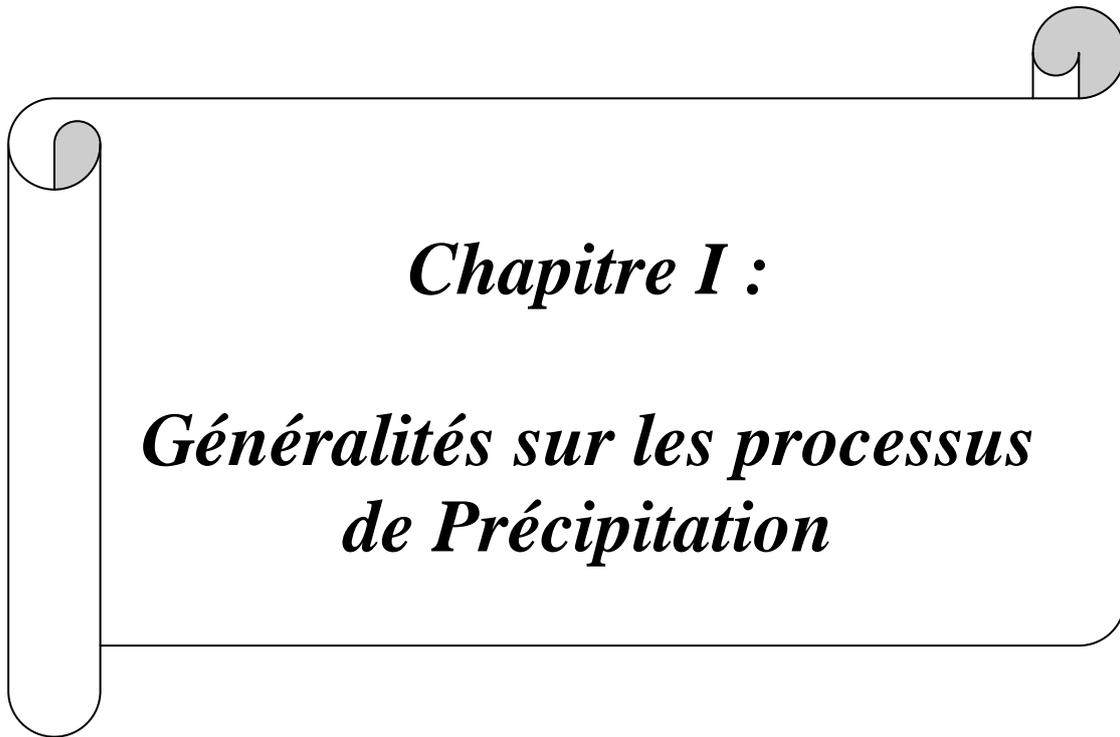
La décomposition de solutions solides sursaturées dans les alliages Al-Mg-Si en différentes phases dépend du rapport de Mg : Si, de la concentration de Cu, de la température et de temps de maintien.

Ce mémoire a été réalisé pour le but d'étudier les réactions de transformation de phase (précipitation et dissolution) dans les alliages d'aluminium, précisément dans les alliages de la série 6XXX (Al-Mg-Si) sous forme de tôles. Il comprend deux essentiellement grandes parties : la première partie est réservée à une étude bibliographique tandis que la deuxième partie est réservée aux résultats expérimentaux.

Dans ce travail nous nous occupons des alliages Al-Mg-Si qui font partie à la série 6XXX. Nous nous intéressons de l'effet aussi du Si sur les propriétés mécaniques de ces alliages sous forme de tôles sans Cu. Pour étudier l'évolution microstructurale dans ces tôles, nous avons utilisé différentes techniques de caractérisation telle que l'analyse colorimétrique différentielle à balayage (DSC), la micro- dureté, l'observation métallographique et la diffraction des rayons X pour étudier les différents échantillons.

Le présent mémoire comporte une introduction et cinq chapitres : en plus d'une introduction et une conclusion leurs :

- ❖ Le premier chapitre s'intéresse des notions générales sur les alliages d'aluminium et Les domaines leurs applications.
- ❖ Le second chapitre est un bref rappel sur le mécanisme de précipitations d'une solution solide sursaturée ainsi que la cinétique de transformation, suivi d'une étude sur la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si et avec et sans silicium.
- ❖ Le troisième chapitre est présente par les alliages Al-Mg-Si contenant du cuivre c'est à-dire une étude bibliographique sur l'influence de la présence du cuivre dans ces alliages sur la séquence de précipitation et donc sur, leurs propriétés mécaniques.
- ❖ Le quatrième chapitre décrit les traitements thermiques et les techniques expérimentales utilisées.
- ❖ Le dernier chapitre englobe les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques et leurs interprétations.



***Chapitre I :***  
***Généralités sur les processus  
de Précipitation***

## I.1. Introduction

Ce chapitre est un rappel sur quelques notions générales sur les alliages d'aluminium, ses propriétés mécaniques, les traitements thermiques et l'utilisation de ces alliages dans l'industrie.

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

L'aluminium commercial contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe et Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique avec un degré de pureté à l'ordre (Al > 99.99%). Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques et mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'additions tels que le Mg, Si, Mn, Cu,.....etc.

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche d'oxyde épaisse et adhérente Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, qui protège ce métal. Par contre, ce film d'alumine n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation: il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse de l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) mais poreuse.

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. L'intérêt qui s'attache à l'étude des réactions de précipitation est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques des alliages où elles se manifestent. 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 de la température et de l'état structural du matériau.

## I.2. 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:

- 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 .
- 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.
- Vieillissement à l'ambiante ou artificiel 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. Types de précipitation

On distingue en général deux grand types de précipitation.

### I.3.1. La précipitation continue

Au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue et homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont

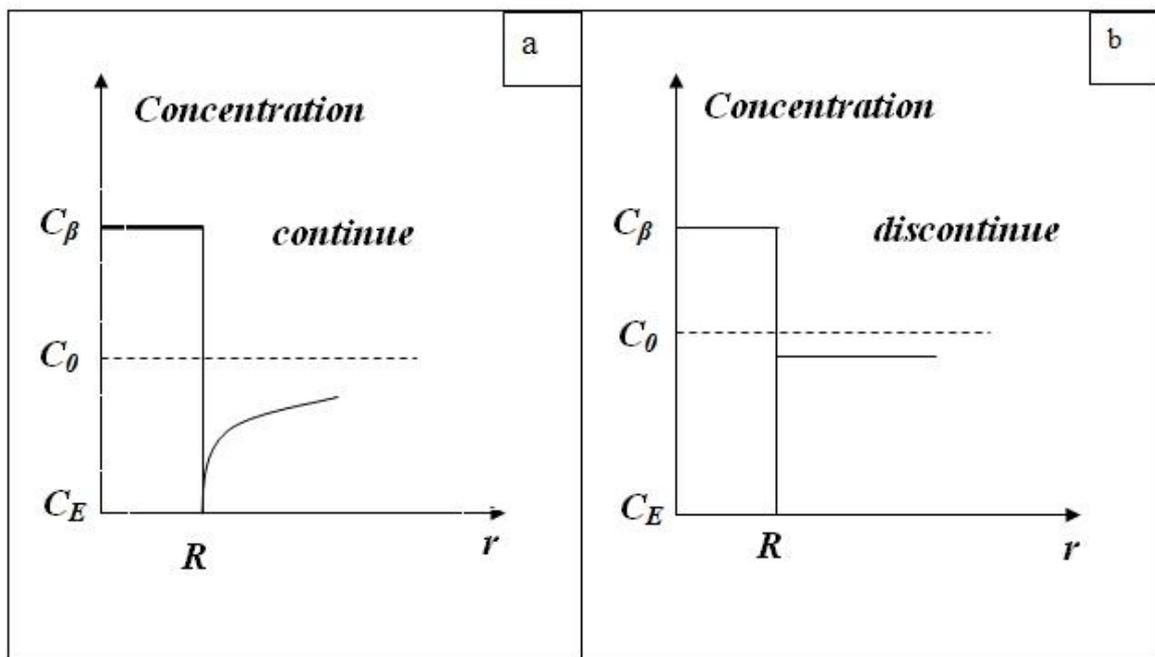
l'évolution sera continue figure(I.1.a). Parfois, la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement. Elle est alors appelée précipitation hétérogène.

### I.3.2. Précipitation discontinue

La précipitation discontinue était une réaction inconnue. Ce type de précipitation est dite discontinu lorsqu'au cours de la transformation, on observe deux régions :

- ✓ Une où la transformation est complète
- ✓ L'autre où la solution solide reste encore sursaturée.

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules. Lors de cette précipitation, le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes figure(I.1.a).

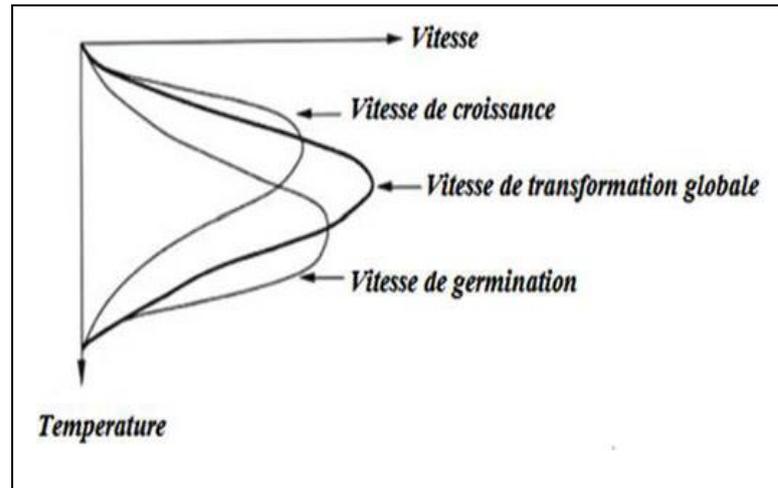


**Figure I.1** Illustration schématique des deux types de précipitation.

### I.4. L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température

Les cinétiques globales, (l'évolution temporelle du volume de phase transformée) peuvent être obtenues par des méthodes expérimentales différentes (calorimétrie, dilatomètre,.....).

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.2).



**Figure I.2** 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, dans ce cas, 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 est liée à la faible vitesse de croissance.

## I.5. Description de la précipitation par la théorie classique

### I.5.1. Germination

#### I.5.1.1. 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 :

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

Où :

$\Delta G_v$  : La variation d'enthalpie libre volumique.

$\Delta G_s$  : La variation d'enthalpie libre superficielle.

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

Le terme  $\Delta G_d$  est généralement négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination. 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:

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

$$\Delta G_s = 4\pi r^2\delta \quad (I.3)$$

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

L'équation (I.1) s'écrit :

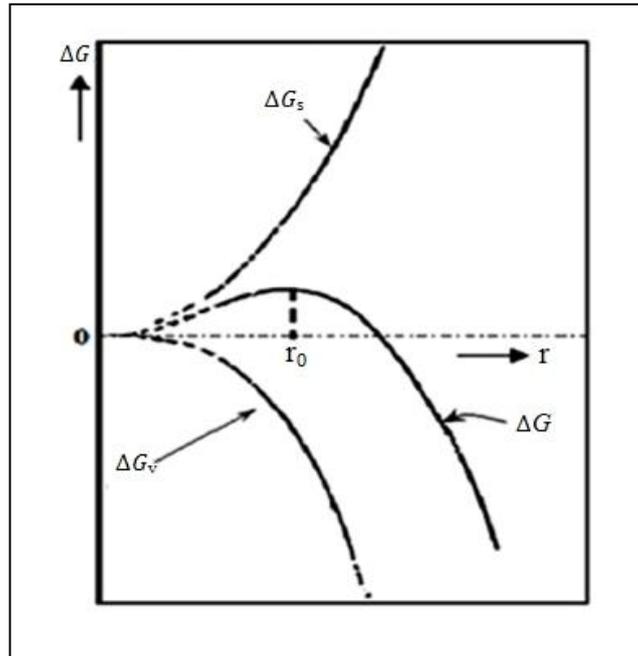
$$\Delta G = 4\pi r^3/3(G_\beta - G_\alpha) + 4\pi r^2\delta \quad (I.4)$$

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

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

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

Dans le cas où  $r$  est supérieur au rayon  $r_c$ , 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.3) [4].



**Figure I.3** Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique  $\Delta G$  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.

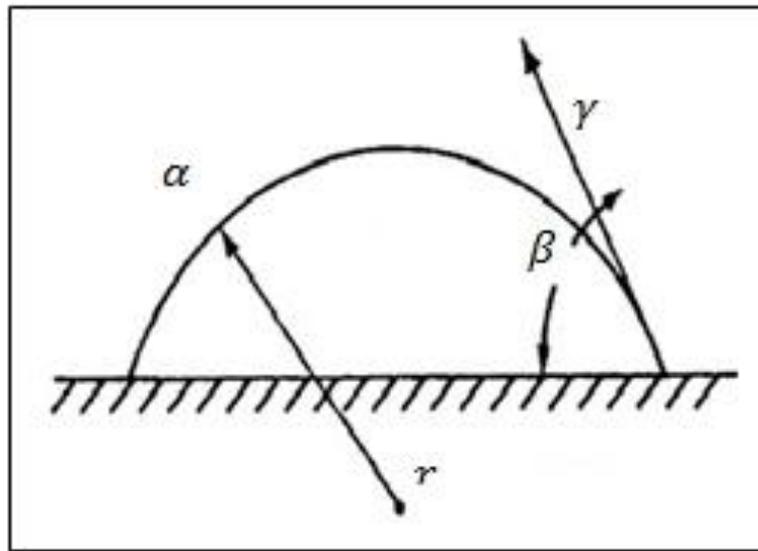
### I.5.1.2. Germination hétérogène

La transformation hétérogène, implique la présence de deux régions distinctes dont l'une est transformée et l'autre non. En effet, la germination s'opère de préférence sur les hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation du germe en réduisant 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, est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice,  $\Delta G_m$  par la relation :

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - \cos\theta + \cos 3\theta) \quad (I.6)$$

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

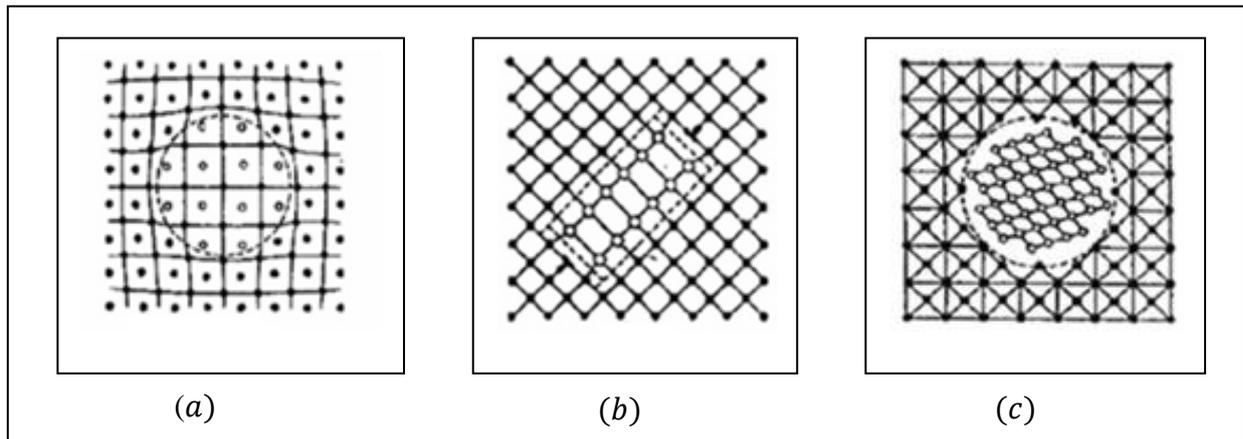


**Figure I.4** La forme d'un germe sur un joint de grain.

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 de grain 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.

### I.5.2. 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. Les deux termes de l'énergie de déformation et celui de l'énergie d'interface jouent un rôle important sur les différentes interfaces existantes entre la phase mère et le précipité. D'après certains auteurs. [5], il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la figure (I.5).



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

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

### I.5.2.1. Précipités cohérents

Ces précipités forment une interface cohérente avec la matrice 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.5.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 complètement cohérent avec la matrice.

### I.5.2.2. Précipités semi cohérents

Lorsque le germe atteint une dimension critique au-delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus important que l'énergie inter-faciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans quelques endroits de l'interface et ce précipité devient semi cohérent (figure I.5.b).

### I.5.2.3. 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 on passant d'une structure à l'autre au niveau de cette interface (figure I.5.c).

## I.5.3. 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.

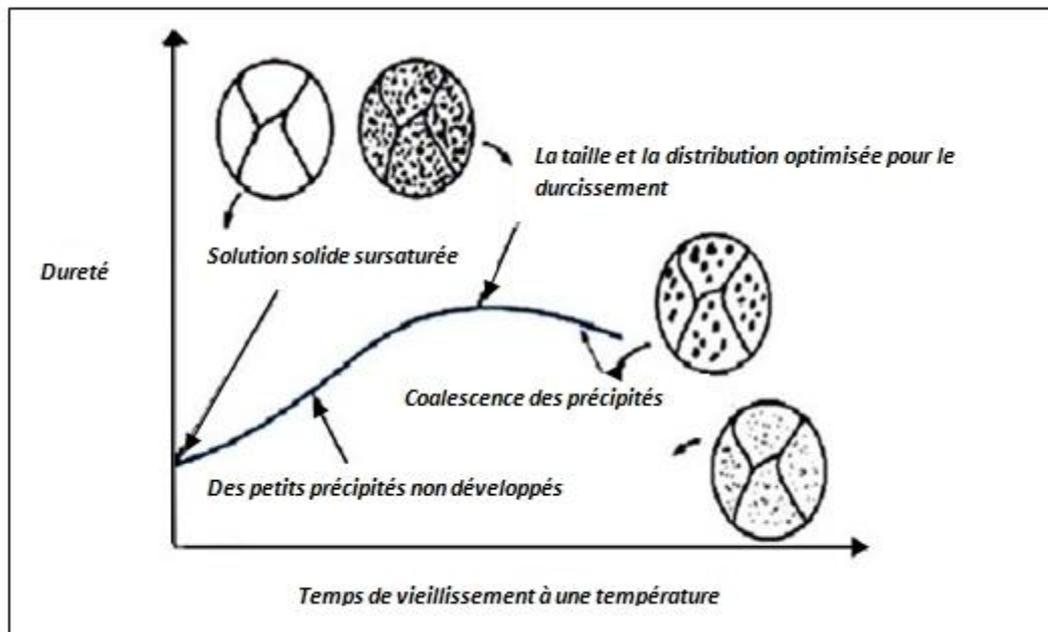
Les atomes du composant de base diffusent de la grande particule à la particule fine. Cette diffusion entraîne une sursaturation de la solution solide près de la seconde phase. Ce qui entraîne leur croissance [6].

### **I.6. Influence de la précipitation sur les propriétés mécanique**

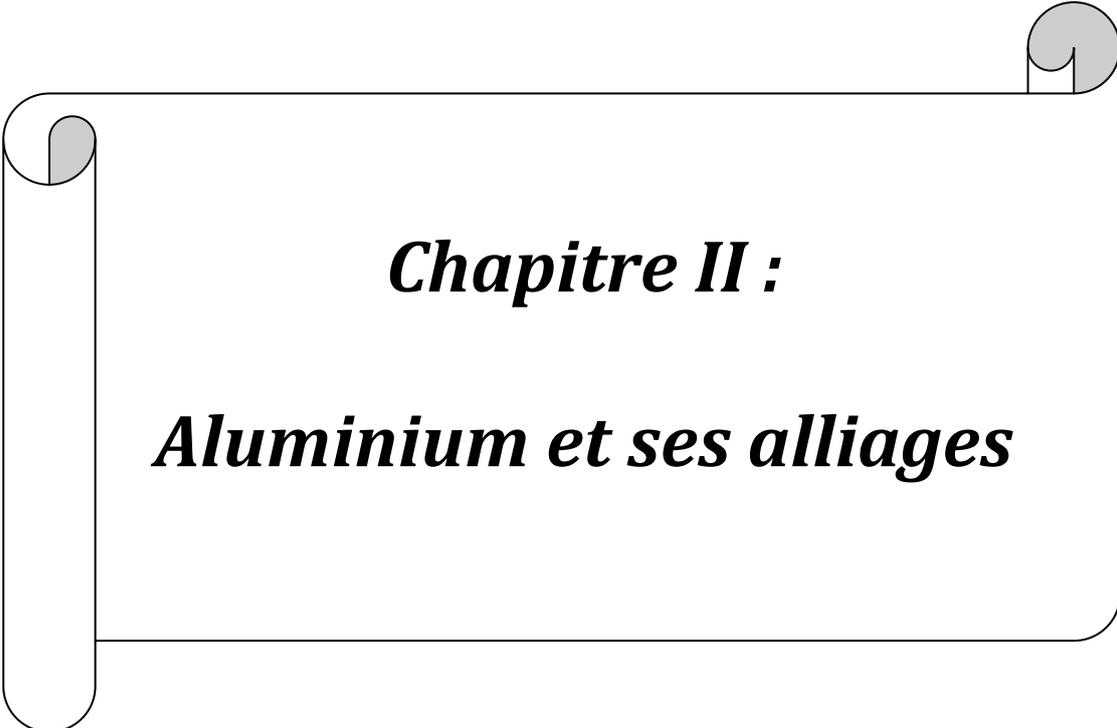
L'évolution de la précipitation au cours du revenu d'un alliage, il est nécessaire de relier aux propriétés mécaniques que présente le matériau en question.

L'obtention de l'état d'équilibre d'une solution solide sursaturée, se fait par la formation fine des précipités, ce qui augmente leur résistance à la déformation.

La vitesse de précipitation augmente, au fur et à mesure que la température augmente. Elle dépend aussi de la composition chimique. On distingue de types d'alliages ceux qui durcissent à froid et ceux qui durcissent à chaud. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec prolongement du temps de vieillissement. Ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité du soluté dans le solvant augmente avec la température. Ce caractère est observé surtout dans certains alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le fait d'avoir un matériau léger et possède d'importantes propriétés mécaniques améliorées. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure illustré dans la figure I.6 On observe trois états successifs qui sont : l'état sous-vieilli, bien vieilli et sur-vieilli. Cette séquence provoque une amélioration puis une diminution de la résistance mécanique, tandis que la ductilité varie en sens inverse.



**Figure I.6** Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement [7].



***Chapitre II :***

***Aluminium et ses alliages***

## II.1. Introduction

En général l'aluminium et ses alliages jouent un rôle dans l'industrie. L'aluminium commercial contient généralement 0.5% d'impuretés, dont les principales sont le fer et le silicium. L'Al obtenu par raffinage électrolytique ( $Al > 99.99\%$ ) [8].

Cet élément est classé en deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Cette importance est due sur tout à leur faible densité. Et Grâce aussi sa bonne conductivité électrique.

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. L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans la fabrication des conducteurs massifs du courant électrique (lignes d'alimentation et câbles de haute tension), ainsi que dans l'industrie automobile.

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'élément l'addition qu'en introduit dans la matrice d'aluminium.

## II.2. Généralités

L'aluminium est un métal dont la structure cristalline est cubique à face centrée à toute dans le domaine de température allant de l'ambiante jusqu'à  $660^\circ\text{C}$ . Il est particulièrement apprécié pour certaines de ses caractéristiques :

- Faible masse spécifique ;  $2,7 \text{ kg/dm}^3$ .
- Faible résistivité électrique ;  $0,0265 \mu\Omega \cdot \text{m}$  à  $20^\circ\text{C}$ .
- Forte conductivité thermique ;  $237 \text{ W/(m.k)}$ .
- Bonne résistance à la corrosion atmosphérique.

Ces propriétés font que l'aluminium est très utilisé à l'état pur ou plus exactement à l'état non allié (dans les pays développés plus de 40% de la consommation d'aluminium se fait à cet état) qui se définit selon les critères suivants :

- Cr, Mg, Mn, Ni et Zn ; teneur de chacun  $\leq 0,1\%$  [9].
- Cu  $\leq 0,1\%$  (on admet  $\leq 0,2\%$  si Cr  $\leq 0,05\%$  et Mn  $\leq 0,05\%$ ) [9].
- Fe + Si  $\leq 1\%$ . L'aluminium non allié ne possède pas des performances mécaniques très élevées; on voici les ordres de grandeur suivants :
- Limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  ; 20 à 35 N/mm<sup>2</sup>.

- Résistance à la traction ; 65 à 90 N/mm<sup>2</sup>.
- Allongement à la rupture ; 23 à 43%

Il est donc nécessaire de recourir à des alliages d'aluminium présentant des caractéristiques mécaniques plus élevées. Ces alliages sont, du point de vue leur composition chimique, définis par le critère suivant :

- L'aluminium prédomine (en poids) sur chacun des éléments d'addition.
- La teneur totale(en poids) des éléments d'alliage dépasse 1% pb.
- La teneur (en poids) de chaque élément satisfait aux conditions ci-dessous :
- Pour Cr, Cu, Mg, Ni et Zn ; teneur de chacun > 0,1% pb [9].
- Fe + Si > 1% [9].

### II.3. Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres [10]. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence et les chiffres subséquents indiquent la composition tableau II.1.

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'addition principal	Phases principale présent dans l'alliage
1000	1XXX	99% d'Aluminium.	-
2000	2XXX	Cuivre (Cu).	Al <sub>2</sub> Cu, Al <sub>2</sub> Cu/Mg
3000	3XXX	Manganèse(Mn).	Al <sub>6</sub> Mn
4000	4XXX	Silicium(Si).	-
5000	5XXX	Magnésium(Mg)	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
6000	6XXX	Magnésium(Mg) et Silicium(Si).	Mg <sub>2</sub> Si
7000	7XXX	Zinc(Zn).	MgZn <sub>2</sub>
8000	8XXX	Autre élément.	-
9000	-	Non utilisé.	-

**Tableau II.1** Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [11].

## II.4. Changements d'état des alliages d'aluminium

### II.4.1. Solidification

En présence du principal élément d'alliage, la solidification s'accompagne d'une réaction eutectique après formation de cristaux de solution des éléments d'alliage dans l'aluminium et enrichissement progressif du liquide restant. Ce fait a deux conséquences importantes :

La phase riche en élément d'alliage qui participe à la constitution de l'eutectique ne pourra pas être remise en solution à l'état solide et ne participera donc pas au durcissement optimum par re-précipitation. Celui-ci serait obtenu, dans ces conditions, en n'ajoutant que les quantités des éléments d'alliages susceptibles d'être remises en solution à l'état solide c'est -à - dire celles qui correspondent généralement à des réactions eutectiques. Le tableau II.2 résume certaines de ces données.

Elément d'alliage	T <sub>e</sub> température à l'eutectique	Solubilité de A dans la matrice à t <sub>e</sub>	Solubilité de A la matrice à 20°C	Précipité
Cuivre	548°C	5.65%	<0.1%	Al <sub>2</sub> Cu
Manganèse	659°C	1.82	<0.1	Al <sub>6</sub> Mn
Silicium	577°C	1.65%	<0.02%	Si (>99.8%)
Magnésium	541°C	14.9%	<0.4%	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
Zinc	382°C	82.8%	< 1%	Sol.sol.Al (< 1%) dans Zn

**Tableau II.2** Certaines données importantes pour la solidification [9].

Solen l'évolution de la solubilité des éléments d'alliage, les précipitées pourront se mettre en solution. Il faut noter ici que la phase riche en élément d'alliage qui participe à la constitution de l'eutectique ne peut pas être remise en solution à l'état solide ; elle ne concourt donc pas au durcissement optimum par re-précipitation. Celui-ci sera obtenu, dans ces conditions, en n'ajoutant que les quantités d'éléments d'alliage susceptibles d'être remises en solution à l'état solide c'est-à-dire celles qui correspondent généralement aux solubilités aux températures des réactions eutectiques. Encore sera -t-il nécessaire de limiter la température de mise en solution des précipités pour éviter un début de fusion dans les plages fusible du pseudo-eutectique (début de fusion dénommé (brulure) qui rend le métal quasiment inutilisable). Le tableau II.3 rappelle certaines de ces données.

## II.4.2. Les changements d'état à l'état solide des alliages d'aluminium

### II.4.2.1. Au refroidissement

Au cours d'un refroidissement, les éléments d'alliage en solution solide peuvent précipiter généralement sous forme de composé intermétalliques (ou de solution solide très pauvre en Al- cas de Si et Zn). Il faut que cette précipitation faisant intervenir la diffusion d'élément d'alliage en solution de substitution peut être gênée voire empêchées par un refroidissement rapide qui conduit alors à une structure métastable.

### II.4.2.2. Au cours d'un chauffage

- A partir d'un état proche de l'équilibre

Élément d'alliage	Te température de la réaction eutectique.	Solubilité de A dans M à Te	Solubilité de A dans M à T <sub>a</sub>
Cuivre	548 °C	5.65%	0.1%
Manganèse	659 °C	1.82%	0.1%
Silicium	577 °C	1.56%	0.02%
Magnésium	451 °C	14.9%	0.4%
Zinc	382 °C	82.8%	1%

**Tableau II.3** certaines données importantes pour la solidification [9].

Selon l'évolution de la solubilité des éléments d'alliage, les précipitées pourront se mettre en solution. Il faut noter ici que la phase riche en élément d'alliage qui participe à la constitution de l'eutectique ne peut pas être remise en solution à l'état solide ; elle ne concourt donc pas au durcissement optimum par re-précipitation. Celui-ci sera obtenu, dans ces conditions, en n'ajoutant que les quantités d'éléments d'alliage susceptibles d'être remises en solution à l'état solide c'est-à-dire celles qui correspondent généralement aux solubilités aux températures des réactions eutectiques. Encore sera-t-il nécessaire de limiter la température de mise en solution des précipités pour éviter un début de fusion dans les plages fusible du pseudo-eutectique (début de fusion dénommé (brulure) qui rend le métal quasiment inutilisable). Le tableau II.3 rappelle certaines de ces données.

- A partir d'un état métastable

L'état métastable de départ peut résulter ici d'un refroidissement rapide qui aurait empêché toute précipitation ; l'alliage est donc à l'état de solution solide sursaturé à la température ambiante. Cette solution peut évoluer, les éléments d'alliage en sursaturation diffusant vers les défauts du réseau, essentiellement vers les dislocations. En se rassemblant, ils

forment auteur de ces dernières des d'atomes de soluté (zones de Guinier-Preston) qui rendent leurs déplacement ultérieurs plus difficiles; il apparait ainsi un durcissement important en l'absence de toute précipitation ( on parle parfois de pré-précipitation ) Ce processus est plus ou moins rapide selon la température; des différences importantes apparaissent pour de faible variation de la température ambiante. Néanmoins ce durcissement s'établit assez lentement, comme il peut demander quelques jour avec certains alliages de la série 2XXX; quelques semaines avec certains alliages de la série 6XXX et quelques mois dans le cas des alliages de la série 7XXX. Un réchauffage à des températures variables selon les alliages mais généralement comprises entre 100 et 200°C pour des durées de l'ordre de 5 à 24 heures) provoque la précipitation de la phase durcissant (tableau II.4). A plus haute température les précipités coalescent.

Élément d'alliage	série	Précipité
Cuivre	2XXX	Al <sub>2</sub> Cu
Manganèse	3XXX	Al <sub>6</sub> Mn
Silicium	4XXX	Si (>99.8%)
Magnésium	5XXX	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
Zinc	7XXX	Sol. Al (<1%) dans Zn

**Tableau II.4** Phases durcissant, en fonction de la série [9].

## II.5. 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 surtout dans le domaine de transport que se situe.

Leur principale application est dans les domaines de bâtiment et de la construction de machines. Depuis de nombreuses années également, l'aluminium est utilisé dans l'industrie de l'emballage.

Souvent aussi, on choisit l'aluminium en raison de certaines 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. 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.5). 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 <sup>3</sup>	2.70	7.87
Module d'élasticité	N/mm <sup>2</sup>	71.10 <sup>3</sup>	210.10 <sup>3</sup>
Coefficient de fusion.	Kj/kg	369	270
Limite élastique.	N/mm <sup>2</sup>	Env.10	Env.10
Résistance à la traction.	N/mm <sup>2</sup>	Env.50	Env.200
Oxydes.	-	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
Point de fusion des oxydes.	°C	2046	1400 , 1455, 1600
Coefficient de dilatation	1/k	24.10 <sup>-6</sup>	12.10 <sup>-6</sup>
Point de fusion de métal	°C	658	1536

**Tableau II.5** Comparaison entre les propriétés de l'aluminium et Fer [9].

## 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 bien déterminé.

### II.6.1. Durcissement structural

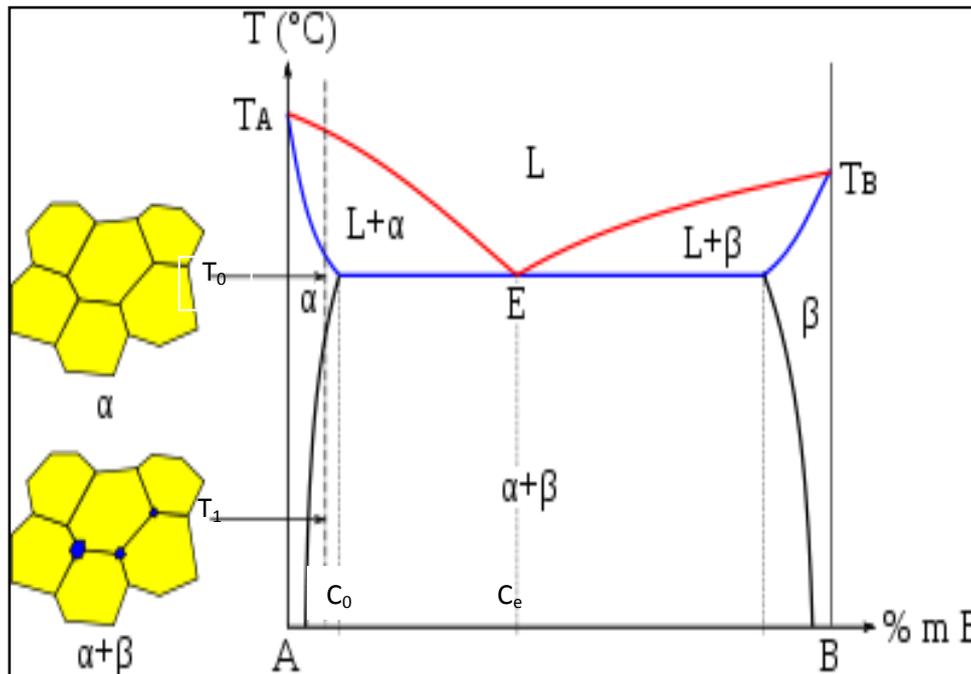
La résistance et la dureté de certains alliages d'aluminium peuvent être améliorées par une série de traitements thermiques. Cette série de traitements constitue un processus nommé «durcissement structural». Cette série provoque de très fines particules appelées particules, d'une deuxième phase répartie uniformément dans la matrice initiale [12].

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

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

### 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 monophasé (phase  $\alpha$ ) [12], et maintenir cette température jusqu'à ce que la phase  $\beta$  soit entièrement dissoute, on obtient ainsi un alliage constitué uniquement de la phase  $\alpha$  de composition  $C_0$  (figure II.3). Cette étape permet de dissoudre toutes les phases ayant pu précipiter antérieurement dans l'alliage, ce qui contribue aussi à diminuer la dureté.



**Figure II.3** Diagramme d'équilibre hypo-eutectique d'un alliage à durcissement structural de composition  $C_0$  [10].

### II.6.1.2. La trempe

La trempe est l'étape, d'une façon générale, la plus importante étape dans la séquence des opérations de traitements thermiques. L'objectif de la trempe est de préserver la solution solide formée à la température de traitement thermique de 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 aux régions désordonnées, sont irrécupérables et perdus et ne contribuent pas à la consolidation [12].

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 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 justifiées:

- 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 rapide a lieu. Des erreurs importantes peuvent résulter de l'hypothèse que la précipitation est négligeable en dehors de l'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 [10].

- **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 critique 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 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 [13].

- **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 6XXX, 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  $100^{\circ}\text{C}$  jusqu'à  $240^{\circ}\text{C}$  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 ( $T_{\text{déf}} > T_f/3$ ) [13]. 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 (exemple, la direction de filage). Ainsi, la

microstructure acquiert une orientation préférentielle (texture) de plus importante à mesure que la déformation augmente. L'écroutissage 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 peut distinguer deux stades.

- La restauration 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. Ce phénomène donne lieu à une évolution rapide et profonde de la structure et contrôle en grande partie la taille des grains du matériau. En général, elle dépend des mêmes paramètres que l'écroutissage 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 (cas de l'atome du cuivre) ou plus gros (magnésium) 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 plus de 5% de magnésium), mauvaise résistance à la corrosion (alliage en teneur sélevées de Zinc – Cuivre).

### II.7. Classification par type de transformation

Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant [10].

Les alliages non trempant correspondant aux séries 1XXX, 3XXX et 5XXX sont des alliages sans durcissement structural. Les alliages trempant à durcissement structural correspondent aux séries 2XXX, 4XXX, 6XXX et 7XXX. Tableau III.5

Selon la classe d’alliage 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 par écrouissage.

	Alliages trempant Ou à durcissement structural Ou à traitement thermique	Alliages non trempant Ou à durcissement structural Ou sans traitement thermique
Série	2XXX 4XXX 6XXX 7XXX	1XXX 3XXX 5XXX

**Tableau II.6** Classement des alliages d’aluminium corroyés [10].

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

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 termes de compromis entre bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion acceptable.

**II.8. Eléments 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. 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 améliorée ou détériorée les propriétés physiques, chimiques et technologiques de l'aluminium. Un certain nombre d'éléments d'addition sont rajoutés dans certains alliages pour donner une propriété particulière [13].

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  $\alpha$ -aluminium et former en partie les phases 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  $\alpha$ -Al<sub>15</sub>(Mn, Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> et  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi. Ces composés intermétalliques sont nuisibles aux propriétés mécaniques des alliages lorsque leur taille excède 3  $\mu\text{m}$  [14]. En revanche, ils présentent l'avantage de la résistance au fluage à hautes températures.

Les éléments Mn et Cr substituent le fer dans les composés intermétalliques contenant du fer. 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 [15], 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 [16]. L'introduction de Mn réduit la proportion de Si en solution dans les alliages Al-Mg-Si par la formation des précipités de type Al-Mn-Si et réduit ainsi la précipitation de Si et de Mg<sub>2</sub>Si dans les joints de grains [16].

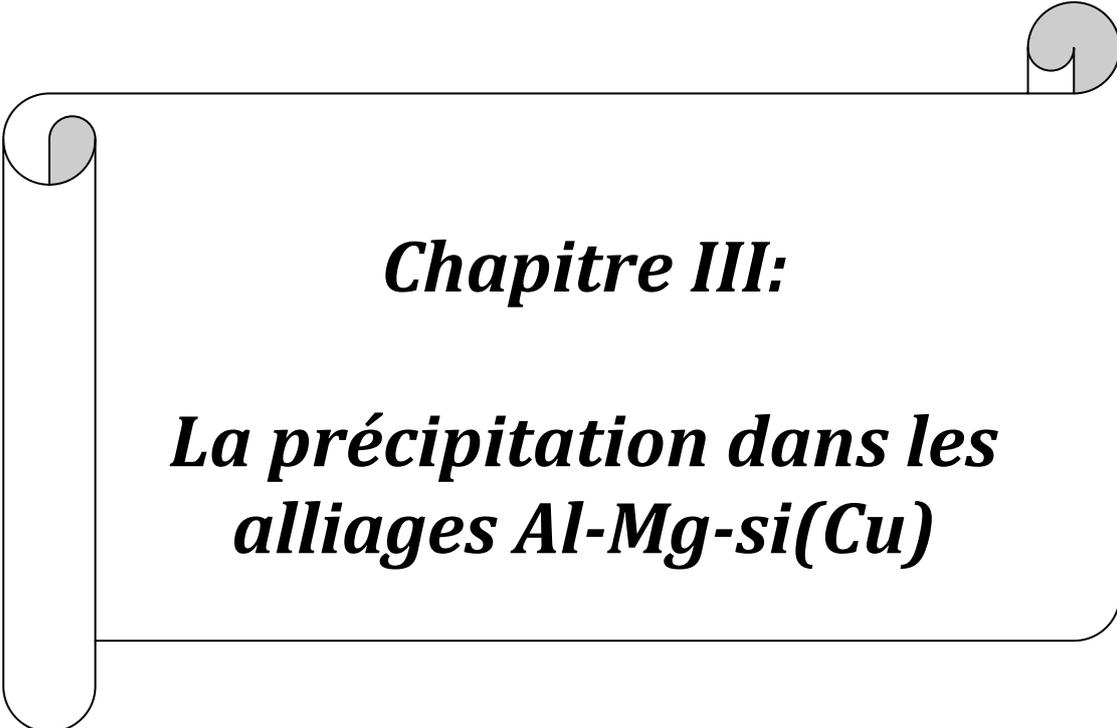
## II.9. Alliages de série 6XXX

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 [17]. Les éléments d'alliage de cette série

sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si) [18]. Cette famille d'alliage à 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 2XXX et 7XXX. Ces caractéristiques peuvent être améliorées par l'addition de silicium qui formera avec Mg, le précipité métastable durcissant  $\beta''$ . 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 [19].

- 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 [19].



***Chapitre III:***

***La précipitation dans les  
alliages Al-Mg-si(Cu)***

### III.1. Introduction

La précipitation consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée (matrice) en une nouvelle phase (précipité) et une nouvelle solution solide (matrice appauvrie). La précipitation peut se produire à température ambiante ou à une température plus élevée. Ce processus donne différents états avec diverses propriétés physiques et un grand intérêt pour le processus de durcissement. En effet, il existe deux types de précipitation qui sont distinguées par l'évolution du paramètre du réseau cristallin, précipitation continue et précipitation discontinue.

La précipitation continue consiste en une décomposition de la solution solide sursaturée qui commence à s'appauvrir d'une manière continue, aléatoire et homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau avec une évolution continue. Parfois, la précipitation continue apparaît dans les joints de grains et les plans de glissement.

### III.2. Précipitation dans les 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 :

La phase QP a une structure hexagonal de paramètres  $a = 0,395$  nm et  $c = 0,405$  nm [20]. Les paramètres de la phase QC, de structure hexagonal, sont,  $a=0,67$  nm et  $c =0,405$  nm [20]. Ces deux phase sont été rapportés comme des phases précurseurs de la phase d'équilibre Q dans les alliages Al-Mg-Si contenant une teneur important de cuivre [20]. 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 [20].

- La phase L et observée également dans l'alliage Al-Mg-Si (Al-0.65%Si, 0.87%Mg) contenant une teneur importante de Cu. La présence de Cu augmente la proportion relative de  $\beta''$  [21]. La précipitation dans les alliages ternaires avec excès de Si fournit un contraste notable à celui dans l'alliage ternaire équilibré. Chakrabarti et al. [22] ont observé la phase  $\beta''$  au maximum du pic ainsi qu'une phase métastable de forme lamellaire ( $\beta_d''$ ) sur les dislocations. cette 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 [22] avec une autre phase C [23], qui ont une structure semblable à la phase Q' représente un résultat qui semble intéressant.
- La phase Q a une structure similaire à celle de la phase  $\text{Th}_7\text{S}_{12}$  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  $\text{Th}_7\text{S}_{12}$  [24]. 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.2.1 avec excès de Silicium

Les alliages à excès de silicium, ont un rapport Mg/Si inférieure à 2. concernant les premiers stades de précipitation, il semble que l'on puisse considérer que le silicium en excès joue un rôle similaire à celui du cuivre. En effet, les alliages à excès de silicium ont un pic de dureté supérieur aux alliages dit stœchiométriques [25]. Un excès de silicium augmente également le durcissement par maturation à l'ambiante. Il semble cependant que, dans ce cas, le silicium n'influe pas sur la cinétique, mais uniquement sur la dureté de départ [25].

En ce qui concerne la stœchiométrie de la phase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , l'excès du silicium peut considérablement changer la cinétique de la précipitation et la composition de la phase. Comme a été déjà mentionné, la phase semi-cohérente  $\beta'$  a plusieurs modifications. Ces modifications sont typiques pour les alliages Al-Mg-Si avec un excès du silicium.

La composition des phases métastables, c.-à-d. le rapport Mg/Si est différent de celui du  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (Mg/Si=2 [at. %]). Le rapport Mg/Si augment sans interruption dans la série zones GP,  $\beta''$ ,  $\beta'$ , et  $\beta$ , particulièrement dans les alliages avec un excès de silicium. Autrement dit, les phases métastables sont enrichies de silicium. Ceci signifie que le silicium excessif doit par la suite former des précipités Si comme on l'a observé. Les précipités Si n'ont aucun effet durcissant mais leur formation devrait toujours être prise en considération quand on vu la composition de la solution solide sursaturé, la séquence de précipitation et masse d'équilibre.

Selon les études les plus récentes par Andersen et al. [25], Young et al. [25] et Matsuda et al. La décomposition de la solution solide sursaturée dans les alliages Al-Mg-Si avec un excès de silicium se produit comme suit :

Cluster de Si et clusters de Mg, la dissolution des cluster de Mg, formation des clusters Mg/Si, formation des précipités aléatoire et parallélogramme cohérent zones GP, précipité aiguilles cohérent  $\beta''$  ; particules fines de Si, précipité bâtonnets semi cohérent  $\beta'$  ; bâtonnet  $\beta'_B$  ;  $\beta'_A$  ; et lamellaire  $\beta'_C$  , particules plaquettes sous forme cubique  $\beta$  [26].

Cependant, selon les conditions de la température et de temps (recuit isotherme, la température du recuit, précipitation au cours du chauffage, etc...) la précipitation passez par cet ordre ou commencez à une certaine étape. La décomposition commence directement par la formation des particules  $\beta'_C$  et  $\beta'_A$  aux température au-dessus de 300°C, et la phase d'équilibre  $\beta$  précipité directement au cours du recuit au-dessus de 400°C. Il convient de noter que pendant le

recuit à haute températures (300-350°C), les phases  $\beta'$  et  $\beta$  d'équilibres peuvent coexister, de gros précipités incohérent de structure identique à celle de la phase  $\beta'$  existent dans la matrice  $\alpha$  –aluminium.

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

La résistance maximum est réalisée aux alliages avec un excès de silicium et dans l'étape de la précipitation  $\beta''$ . Selon la plupart des références, il n'y a aucun durcissement considérable lié à la précipitation de  $\beta'$  [26].

### III.2.2 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 [27, 28].

Les analyses effectuées en mode isotherme [29, 11] et anisotherme [30, 31] 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 :

Al sss  $\rightarrow$  clusters de Si et Mg  $\rightarrow$  Dissolution des clusters de Mg  $\rightarrow$  formations des  
Co-clusters Mg/Si  $\rightarrow$  GP  $\rightarrow$   $\beta''$   $\rightarrow$   $\beta'$   $\rightarrow$   $\beta$  ( $Mg_2Si$ ) [32, 33].

Où:

- (SSS) : est la solution solide sursaturée de la matrice  $\alpha$ -aluminium.
- GP : représente les zones Guiner Preston apparemment de formes sphériques avec des structures inconnues.
- $\beta''$  : représente les Précipités sous forme d'aiguilles allongés le long des directions  $\langle 100 \rangle_{Al}$  ayant des structures monocliniques, différentes valeurs de paramètres de réseau cristallin ont été rapportés [34, 35].
- $\beta'$  : Précipités sous forme de bâtonnets allongés le long de la direction  $\langle 100 \rangle_{Al}$  ayant une structure cristalline hexagonale ( $a=0.705nm$  et  $c=0.405nm$ ) [34].
- $\beta$  : Phase d'équilibre  $\beta(Mg_2Si)$  sous forme de petites plaquettes sur les plans  $\{100\}$  de la matrice  $\alpha$ -aluminium et ayant une structure CFC du type  $CaF_2$  ( $a=0.636nm$ ) [23].

### III.2.2.1. Les zones GP

Récents travaux sur les alliages, AlMgSi par la sonde atomique donnée des résultats intéressants. [34, 38]. Ils ont montré que les amas d'atomes sont toujours situés aux nœuds du réseau cristallin de la matrice  $\alpha$ -aluminium et sont constitués de faibles portions de plans cristallographiques du réseau de  $\alpha$ -aluminium enrichis en atomes de soluté. Ils constatent que les amas 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  $[100]_{Al}$  [39]. Cayron [20, 27] 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. [38] ont observés des amas de Mg et de Si et des hétéro amas contenant Mg et Si après l'apparition d'un large pic endothermique sur les courbes de (DSC) [40, 41]. 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  $\beta''$ .

Vaumousse et al. [42], 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'hétéro amas. Mais, l'efficacité de détection d'un amas paraît cependant limitée.

### III.2.2.2 Phase $\beta''$

La phase  $\beta''$  est métastable cohérente avec la matrice  $\alpha$ -aluminium. Elle présente une morphologie similaire à celle des amas de soluté [31]. Elle a une forme d'aiguilles qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions  $\langle 100 \rangle_{Al}$  [39]. 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  $\alpha$ -aluminium [43]. La dénomination de cette phase par  $\beta''$  et sa structure cristallins ont été initialement présentées par Wang [44], 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  $\beta''$  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 [34, 35 et 45], 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. [40] qui ont beaucoup travaillé surtout sur l'extraction du motif complet des précipités et ils ont publié une étude résolvant entièrement la structure de  $\beta''$  et de paramètres de maille  $a = 1,516\text{nm}$ ,  $b = 0,405\text{nm}$ ,  $c = 0,674\text{nm}$ ,  $\gamma=105,3^\circ$ . 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, 47] 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 ( $\text{Mg/Si} = 5/6$ ), mais ce rapport tendrait vers la dernière valeur au cours du revenu euq te 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 stœchiométrique correspondant à la phase stable  $\text{Mg}_2\text{Si}$  [48]. Matsuda et al. [49] ont trouvé ce rapport égal 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<sub>2</sub>Si autour de 1 dans des alliages contenant un excès de Si.

Les taillés des précipités observés sont peut être responsables des écarts à la stœchiométrie. En effet, la microstructure correspondante au pic de dureté montre des précipités de tailles de l'ordre de 2 nm [36, 40]. Donc, les structures proposées pour la phase  $\beta''$  sont :

- Monoclinique (P2/m)  $a = 0,770\text{ nm}$ ,  $b = 0,670$ ,  $c = 0,203\text{ nm}$ ,  $\gamma=75^\circ$  [20].
- Monoclinique C2/m  $a=1.516\text{nm}$ ,  $b=0.405\text{nm}$ ,  $c=0.674\text{ nm}$ ,  $\gamma:105.3^\circ$  [40].
- Monoclinique  $a = 0.30\text{ nm}$ ,  $b = 0.40\text{ nm}$ ,  $c = 0.33\text{ nm}$ ,  $\gamma=71^\circ$  [50]
- Monoclinique bc,  $a=1.534\text{ nm}$ ,  $b=0.405\text{nm}$ ,  $c=0.689\text{ nm}$ ,  $\gamma= 106^\circ$  [38].

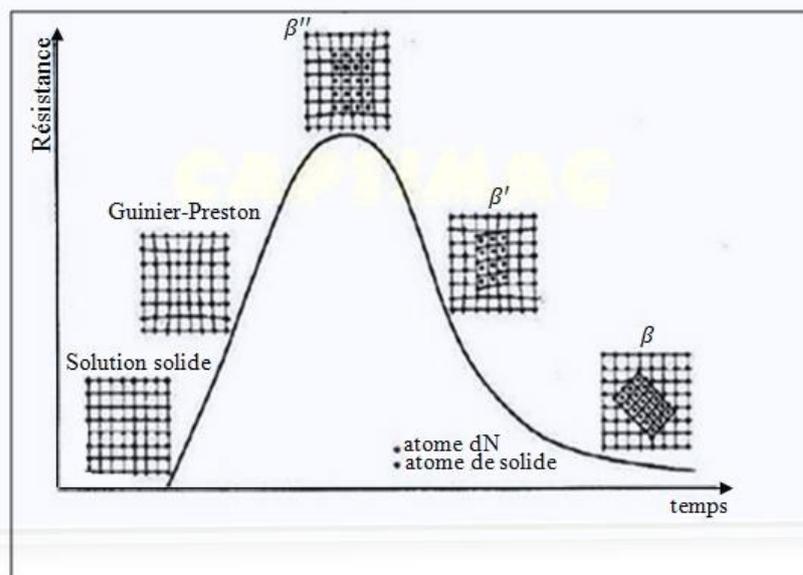
### III.2.2.3. Phase $\beta'$

• 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  $\beta'$  (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase de précipité sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Les bâtonnets  $\beta'$  sont semi cohérents avec la matrice  $\alpha$ -aluminium le long des grands axes. sa structure a été bien déterminée par la diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres [30]:

- $a = 0,705\text{ nm}$ ,  $c = 0,405\text{ nm}$ , rapport Mg/Si : 1.73 [30].
- $a = b = 0,407\text{ nm}$ ,  $c = 0,405\text{ nm}$ , rapport Mg/Si : 1.54 [30].

### III.2.2.4. Phase d'équilibre $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si

- La nucléation de cette phase se fait après dissolution de la phase intermédiaire  $\beta'$  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 [51]. 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  $a = 0,639\text{nm}$  [52].
- la phase  $\beta$  est incohérente avec la matrice  $\alpha$ -aluminium, mais conserve toutefois les relations d'orientations :  $(001)_{\beta} \parallel (001)_{\text{Al}}$  et  $[110]_{\beta} \parallel [100]_{\text{Al}}$  [52].
- 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  $\alpha$ -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 [41] 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 trempé. Les résultats obtenus sont représentés dans la figure II.1 et résumés dans le tableau II.1.



**Figure III.1** Evolution de la résistance avec la morphologie des propriétés durcissant en fonction du temps de revenu pour la série 6XXX [53].

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 $\beta''$
III(3)	Exothermique	250-260	Formation de la phase $\beta'$
IV(4)	Exothermique	380-400	Formation de la phase $\beta$
V(5)	Endothermique	440-530	Dissolution de la phase et des particules de Si

**Tableau III.1** Résumé des différents points significatifs des courbes des alliages (a) et (b) de la figure II.1 [54].

### III.2.3. 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 [49]. Ont observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase  $\beta$  :

#### III.2.3.1. Phase de type A

Mastuda et al. [49], ont étudié un précipité par Met après extraction d'un précipité de la matrice  $\alpha$ -aluminium, a montré que sa structure est hexagonale avec les paramètres suivant :  $a=0.405nm$  et  $c=0.67 nm$ . Néanmoins la direction d'orientation est  $(200)_A // (001)_{Al}$  et  $([001]_A, [001]_{Al})=20^\circ$ . La composition chimique de ce type est  $Al:Mg:Si = 5:4:1$ .

#### III.2.3.2. Phase de type B

Mastuda et al. [49] ont observé une structure orthorhombique avec les paramètres suivants :  $a=0.684 nm$ ,  $b=0.793 nm$  et  $c=0.405 nm$ . La direction d'orientation est :

$$(001)_B // (001)_{Al} \text{ et } ([010]_B, [010]_{Al}) = 20^\circ.$$

La composition chimique de ce type est  $AlMgSi = 5:4:2$ .

Ce type de phase est en accord avec la phase L, rapportée par Esmaeili et al. [35, 55] dont les paramètres sont :  $a=0.72nm$ ,  $b=0.8 nm$ .

#### III.2.3.3. Phase de type C

La structure hexagonale de la phase C a été rapportée par Matsuda et al. [49], avec les paramètres du réseau suivants :  $a=1.04nm$  et  $c=0.405nm$ . La direction d'orientation est :

$$(001)_C // (001)_{Al} \text{ et } ([200]_C, [100]_{Al}) = 10^\circ$$

Ces résultats confirment ceux apportés par Livak [56] concernant la présence de la phase M.

De récents résultats indiquent que la séquence de précipitation est considérablement compliqués et que les précipités sont nombreux et dépendent des différentes quantités dissoutes y compris Cu et Si [11, 57].

#### III.2.3.4. La phase Q'

##### ➤ **Alliage du system Al-Mg-Si**

Les alliages Al-Mg-Si sont des alliages à solution solide type Al-Mg<sub>2</sub>Si, série 6000 faisant partie de la catégorie des alliages corroyés à durcissement structural. Ces alliages sont généralement livrés après homogénéisation, trempe et vieillissement naturel.

Les alliages Al-Mg-Si 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). Les éléments d'alliage de cette série sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si). Cette famille d'alliage à une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ils ont une de très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit. Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2XXX et 7XXX. Ces caractéristiques peuvent être améliorées par addition de silicium qui formera avec le Mg, le précipité durcissant Mg<sub>2</sub>Si. Il a été rapporté, que tous Les alliages de la série 6XXX sont principalement durcis par la phase β" pendant le vieillissement artificiel à la température de 175 à 180 °C. 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 :

- 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 permettra de grandes vitesses de filage mais qui aura des caractéristiques mécaniques plus faibles.

##### ➤ **Alliages du system Al-Mg-Si (cu)**

La famille des alliages Al-Mg-Si-Cu est formée lorsque le cuivre est ajouté à la série 6000, ou réciproquement, quand le silicium est ajouté aux alliages Al-Cu-Mg de la série 2000[13].

La conséquence principale de l'addition de cuivre aux alliages Al-Mg-Si est la formation de la phase quaternaire Al<sub>5</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>6</sub> (Q) . Cette phase est très stable et peut être distinguée dans les alliages Al-Mg-Si avec excès de silicium même en petites additions de cuivre 0.25 %. Cette

phase se forme lors de la solidification et est en équilibre avec l'aluminium. Dans les conditions suivantes:  $Mg/Si < 1.73$ ,  $(Mg) > 2(Cu)$ , et  $(Cu) > 1\%$ . Selon le rapport entre le cuivre, magnésium et silicium, cette phase peut coexister avec la phase  $Al_2Cu(\theta)$  (qui apparaît dans les alliages Al-Cu-Mg-Si avec une quantité suffisante de cuivre  $>4\%$ ), la phase  $Mg_2Si$ , et le silicium, la phase de Q est responsable sur le durcissement par vieillissement dans les alliages à excès de silicium et ayant une concentration de cuivre plus bas que celle du magnésium. Depuis cette époque, de nombreuses investigations ont été menées sur la composition de phase des alliages Al-Mg-Si-(Cu) après vieillissement. Il est clairement révélé que plusieurs phases peuvent simultanément se précipiter suite à la décomposition de la solution solide sursaturée, selon le rapport et la quantité d'éléments d'alliage. En effet, les alliages Al-Mg-Si-(Cu) ont des propriétés caractéristiques, dû à l'addition du cuivre, élément responsable de la formation des phases Q et Q'. Cette phase Q est seulement stable en composé quaternaire avec une stœchiométrie différemment rapportée. Plusieurs alliages commerciaux de la série 6XXX, largement répandus, contiennent du cuivre qui est ajoutée pour améliorer la résistance mécanique [13].

La présence de Cu améliore les propriétés mécaniques des alliages 6xxx. Certains auteurs [58] 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 -  $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$  appelée  $\lambda'$ . 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 :

$$(210)_{Q'} // (001)_{Al} \text{ et } [001]_{Q'} // [001]_{Al}.$$

### III.2.3.5. La phase d'équilibre Q- $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$

C'est la phase stable dans les alliages Al-Mg-Si-Cu. Elle est connue comme Q [59], W,  $\lambda$  ou h [23, 36]. Sa structure a été déterminée par rayons X. Elle est hexagonale P6 avec  $a=1.03932$  nm et  $c=0.40173$  nm.

## III.3. Influence de la composition de l'alliage

La composition de l'alliage Al-Mg-Si joue un rôle important, en particulier parce que la composition des phases métastable qui se forment n'est pas celle de la phase stable  $\beta-Mg_2Si$ . Les écarts à la stœchiométrie ainsi que la présence d'autres éléments d'addition vont favoriser l'apparition de certaines phases [10, 60-61].

### III.3.1. Effet de cuivre

Le cuivre est généralement présent dans les alliages Al-Mg-Si, au moins en tant qu'impureté. L'étude de la précipitation dans ces alliages a long temps considéré que le cuivre ne

changeait pas la séquence de précipitation s'il était présent dans l'alliage comme élément d'addition secondaire [62]. Il est admis que l'effet d'une faible teneur en cuivre ( $\leq 0.1\%$ ) est d'affiner la précipitation et d'augmenter le durcissement après revenu [63]. Certaines études ont montré que l'influence du cuivre sur la précipitation des phases durcissantes est surtout avérée sur les alliages qui n'ont pas subi de traitement de prérevenu [64]. Il semble que le cuivre améliore la cinétique de vieillissement à température ambiante faisant suite à la trempe [65]. Ceci pourrait provenir d'une forte interaction avec les lacunes [66].

Les phases apparaissant dans le système quaternaire Al-Mg-Si-(Cu) comme la phase Q et son précurseur métastable Q' apparaissent également dans les alliages contenant du cuivre [67, 58] et qu'elles influencent probablement les propriétés mécaniques de l'alliage [63, 69]. L'augmentation de la teneur en cuivre de l'alliage conduit à des modifications importantes de la séquence de précipitation. Ainsi, il a été montré la disparition de la phase  $\beta'$  au profit de la phase Q' dans un alliage 6061 [70].

En plus de la modification sur la séquence de la précipitation, le cuivre modifie également la composition chimique des précipités.

### III.3.2. Influence du rapport Mg/Si de l'alliage

- **Excès de silicium**

La stœchiométrie Mg/Si de la phase  $\beta'$  a été mesurée autour de 1,6 pour un alliage stœchiométrique et entre 1,1 et 1,4 pour des alliages à excès de silicium [71]. De même pour les précipitations  $\beta''$ , des études en sonde atomique ont proposé un rapport Mg/Si se situant autour de 1,7 pour des alliages stœchiométriques [71], alors que d'autres études sur des alliages à excès de silicium montrent que ce rapport se rapproche de 1 [72]. D'une manière générale, on peut dire qu'un excès de silicium favorise les phases à rapport Mg/Si inférieur à 2, autrement dit les phases métastables, au détriment de la phase stable.

La séquence de la précipitation est également modifiée par un excès de silicium. La phase quaternaire Q et son précurseur Q' sont présents [73] dans les alliages à excès de Si contenant également du cuivre, mais plus étonnant encore, une phase de structure identique à Q' est également présente dans les alliages sans cuivre.

- **Excès de magnésium**

Les alliages à excès de Mg ont un rapport Mg/Si > 2. L'excès de Mg a tendance à favoriser l'apparition de la phase stable au détriment des phases métastables plus intéressantes du point de vue des propriétés mécaniques [63]. Comme les phases métastables durcissantes ont

stichométrie  $Mg/Si > 2$ , la présence de Mg en excès a tendance à favoriser la phase stable  $Mg_2Si$  au dépend des phases de rapport Mg/Si inférieure à 2 [74].

#### III.4.Effet du vieillissement naturel

Après un traitement de mise en solution et une trempe, l'alliage contient de nombreuses lacunes en sursaturation. La sursaturation de lacunes est suffisante pour que les coefficients de diffusion des solutés permettent de former des clusters d'atomes qui conduisent à un durcissement de l'alliage. La nature chimique de ces clusters a été étudiée en sonde atomique. L'apparition des clusters est obtenue après la trempe sous la forme de cluster de Mg, de clusters de Si ou de Co-clusters contenant du Cu [74].

Les réactions de formation de clusters ont lieu dès les premières heures de vieillissement naturel, comme l'indiquent des mesures de résistivité électrique ou l'évolution de la dureté en cours de vieillissement naturel. Le vieillissement naturel retarde l'apparition du pic de durcissement [25].

Est présenté par la figure II.2 [63]. Les phases à l'équilibre dans l'alliage Al-Mg-Si (Cu) sont représentées grâce à trois tétraèdres de composition. Dans chacun d'entre eux, un équilibre à quatre phases peut être trouvé. A chaque fois, on retrouve la solution solide à base d'aluminium  $\alpha$  et la phase quaternaire Q. La composition de Q n'est pas encore connue parfaitement, plusieurs compositions sont proposées comme par exemple  $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$ . En plus de  $\alpha$  et Q, d'autres phases sont présentées comme  $\theta(Al_2Cu)$ ,  $\beta$  et (Si) [63].

Selon la composition de l'alliage, on peut se trouver dans l'un ou l'autre des tétraèdres. Le tétraèdre I est défini par les phases d'équilibre  $\alpha$ , Q,  $\theta$  et Si. Enfin les sommets du tétraèdre III sont constitués par  $\alpha$ , Q, Si et  $\beta$ .

On représente aussi le diagramme d'une manière plus simple en considérant le rapport Mg/Si en poids. Si celui-ci est supérieur à 1, la composition de l'alliage se trouve dans le tétraèdre I.

Si le rapport est inférieur à 1, on se déplace vers le tétraèdre II. Enfin si la concentration en Cu est faible (0,2-0,5), on se trouve dans le tétraèdre III. On peut donc projeter les tétraèdres sur une surface perpendiculaire à la droite reliant  $\alpha$  et Q [figure III.2].

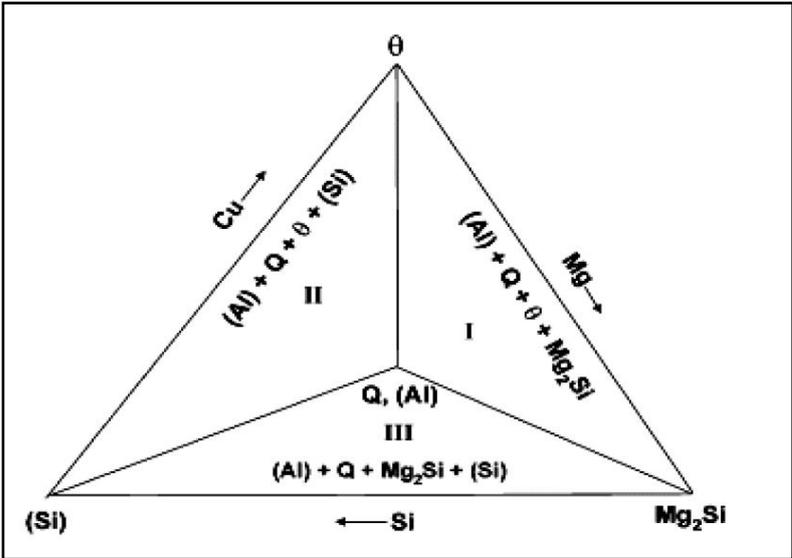
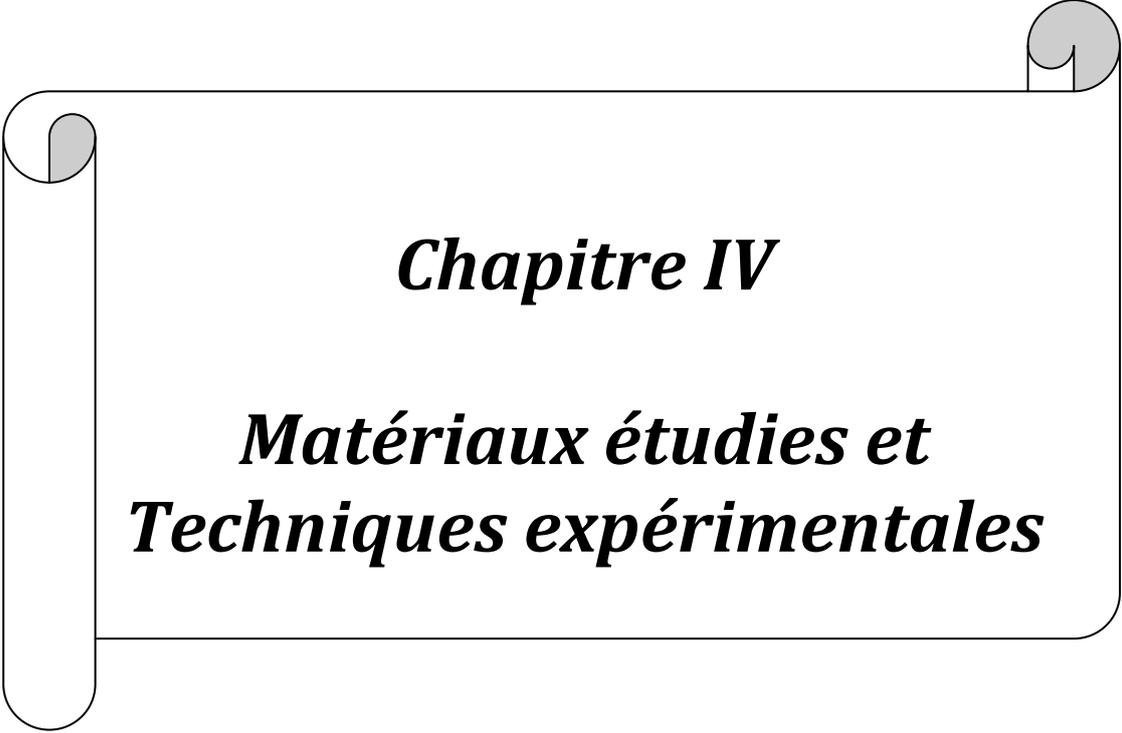


Figure III.2 Projection du diagramme de phases de l’alliage Al-Mg-Si-(Cu) à la température ambiante.



***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 Al-Mg-Si sous forme de tôle.

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

tôles	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	B
01	0.37	0.170	0.001	0.030	0.50	0.001	0.003	0.011	0.0014
03	0.76	0.170	0.002	0.030	0.50	0.001	0.003	0.010	0.0012

**Tableau IV.1** Composition chimique des alliages étudiés.

### IV.1.2. Traitement thermique Appliqués

Les alliages du système Al-Mg-Si. Constituent une catégorie importante d'alliages industriels à caractéristiques moyennes, qui sont obtenues par application des traitements thermiques proposés. Ces traitements thermique jouent un rôle primordiale dans l'amélioration des propriétés mécanique des nos alliages étudiés. Afin de provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, nous avons soumis les échantillons des deux alliages Al-Mg-Si à un traitement thermique comportant les trois étapes suivantes :

- ✓ Traitement d'homogénéisation à la température 540°C avec un temps de maintien de 90min, la vitesse de chauffage utilisée états de 10°C/min.
- ✓ Trempe à l'eau afin d'obtenir une solide sursaturée.
- ✓ Vieillisements naturels à la température ambiante pour des périodes allant de 1, 5, 10, 15,21, 30 jours suivis d'un traitement thermique artificiel de chaque échantillon à 180°C pour différentes périodes de temps allant de 0.5 à 24 heures.

## 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 échantillons à l'état brut et traités ont subi un polissage mécanique sur papiers abrasifs (400 au 1200) suivi d'un polissage fin à l'alumine 1, 3, 12, 24, 48 heures. L'attaque chimique des échantillons à été est faite à l'aide du réactif de Keller dont la composition est :

- Eau distillée ( $H_2O$ ) : 78 ml
- Acide fluorhydrique(HF) : 5ml
- Acide nitrique( $HNO_3$ ) :17 ml
- Acide chlorhydrique(HCl) :9m

### IV.2.2. Technique de caractérisations

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

- Diffraction des rayons x(DRX).
- Microdureté vickers (Hv).
- Microscope optique(MO).
- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

#### IV.2.2.1. Etude des échantillons par diffraction des rayons X(DRX)

L'étude de nos échantillons par DRX a été faite en utilisant un diffractomètre de poudre automatisé Philips X Pert pro. Nous avons utilisé un courant d'une intensité de 40 mA et une tension de l'ordre de 45 kV. On utilise une anticathode de cuivre ( $\lambda_{K\alpha} = 1.542 \text{ \AA}$ ) avec un filtre de Ni

Les divergences des fentes sont :  $1^\circ$  et 0.1 mm et les rayonnements 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  $2\theta$  compris entre  $20^\circ$  à  $120^\circ$ .

Le fichier A.S.T.M nous a permis de faire le dépouillement des spectres obtenus.



**Figure IV.1** Diffractomètre de type Philips X Pert Pro.

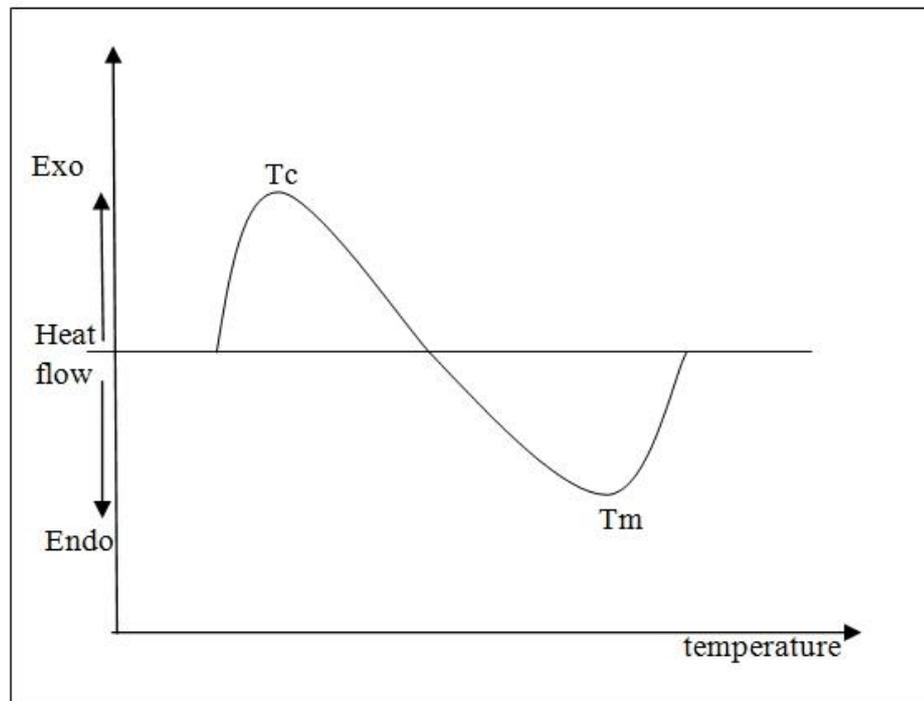
#### IV.2.2.2. Analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Nous avons utilisé un analyseur Jupiter Netzsch équipé d'une station de pilotage qui utilise un programme et, d'une cellule de mesure DSC STA 449 F3 (figure IV.2). Les essais de DSC ont été faits à partir de la température jusqu'à la température ambiante de 580°C en utilisant une vitesse de chauffage 10°C/min avec un temps de maintien de 10 min, suivi d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec une vitesse de refroidissement de 10°C/min.

Les réactions de précipitation et de dissolution ainsi que les séquences de transformations dans les Alliages ont été principalement étudiées par la technique d'analyse calorimétrique. Différentielle à balayage (DSC). En effet, cette méthode d'analyse thermique consiste à mesurer la différence balayée du flux de chaleur entre l'échantillon et la substance inerte (référence) alors qu'ils sont soumis à un même programme thermique. Le flux de chaleur obtenu en fonction de la température  $T$  ou de temps  $t$  (programmes de chauffage et/ou refroidissement continu).

Cet appareil est piloté par un ordinateur sur lequel est installé un logiciel, permettant l'accès à toutes les fonctions de l'appareil et permettant l'affichage des résultats ainsi que leur analyse.

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.



**Figure IV.2** Courbe de DSC représente les pics endothermiques et exothermiques



**Figure IV.3** Appareil de DSC Jupiter du type NETZSCH STA 499 F3.

### IV.2.2.3. Microdureté Vickers (Hv)

#### 1. Introduction

La microdureté est une grandeur et utile pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux. Elle est définie aux sciences des matériaux comme la résistance d'un spécimen à la pénétration par un autre matériau. La dureté d'un matériau est reliée à sa force, sa ductilité, sa résistance à l'usure et à la fatigue, ce lien entre la dureté et les propriétés mécaniques rend elle un moyen commun pour le contrôle de la qualité industrielle et la sélection des matériaux. Par conséquent, la dureté est une caractéristique, non une propriété fondamentale. Les données de la dureté mesurée sont des valeurs dépendant du système de test. Pour cela, le test de la dureté nécessite une combinaison des matériaux références certifiés ainsi que des machines de calibration certifiées afin d'établir et de maintenir des échelles internationales uniformes.

Les tests statiques de la dureté sont Brinell et Rockwell pour la macro-dureté, Vickers et Knoop pour la micro-dureté et Berkovich pour la nano-dureté. Les pénétrateurs sont en général des balles, des cônes et des pyramides fabriquées d'un matériau qui est plus dur que l'échantillon. Le terme de la micro-dureté réfère à la mesure de la dureté dans des régions très locales d'un matériau comme les phases microstructurales ou les couches de la surface. Donc, le pénétrateur joue un rôle d'une microsonde mécanique, il est suggéré que l'extension de la

formation des fissures à une micro-échancrure soit minimale, cette empreinte est moins de  $19 \mu m$  en profondeur chez les tests de Vickers et Knoop. Nous allons décrire la méthode Vickers qui est destinée à la mesure de la micro-dureté.

## 2. Méthode de Vickers

Un pénétrateur du diamant en forme d'une pyramide droite à une base carrée et un angle de  $136^\circ$  entre les faces opposées est forcé dans la surface d'un spécimen à être examiné pendant une durée généralement de 10 à 15 secondes [Figure IV.3], il résulte une échancrure qu'est considérée similaire à la forme du pénétrateur. Les poids utilisés varient de 1 à 100 kg à des mesures de la macro-dureté à l'envers de la micro-dureté où l'intervalle des poids est de 1 à  $10^3 g$ , l'angle entre l'axe de la pyramide et l'axe du porte-pénétrateur n'excède pas  $0.5^\circ$  et le rayon de la pointe doit être inférieur de  $500 nm$  pour les micro-mesures. Après l'enlèvement du poids appliqué, la mesure de la longueur des diagonaux,  $d_1$  et  $d_2$ , de l'aire projetée de l'empreinte produite est réalisée par un microscope spécifique, l'utilisation de la longueur moyenne du diagonal à la formule générale de la dureté permet de minimiser l'erreur au calcul. La profondeur de l'échancrure de Vickers est à l'environ de  $1/7$  de la dimension du diagonal, celui-ci est typiquement moins de  $0.5 mm$ . Sa mesure est prise en millimètre pour une macro-échancrure tandis qu'elle est prise en micromètre pour les essais de la micro-dureté.

Il est recommandé, d'une part, que l'épaisseur d'une surface dont sa micro-dureté est visée soit égale au minimum 1.5 de la longueur du diagonal de l'impression et d'autre part le poids appliqué ne doit pas dépasser  $50 kg$  pour des matériaux où la dureté de Vickers dépasse 500 afin de ne pas endommager la pointe de la pyramide.

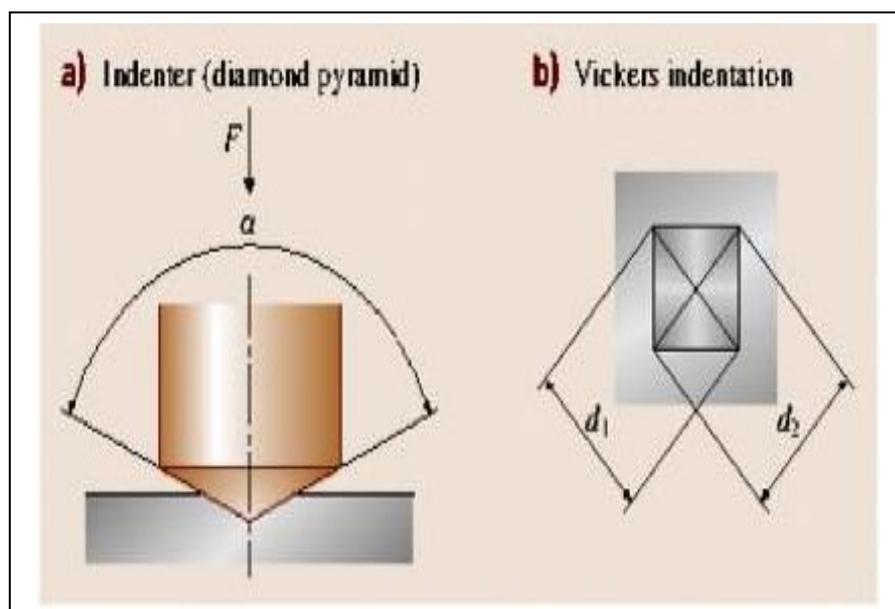


Figure IV.4 Le principe du test de la dureté de Vickers.

La formule de Vickers est le quotient obtenu par la division du poids appliqué sur l'aire projetée de l'impression, elle est applicable en macro-dureté autant qu'en micro-dureté

$$H_v = P/A \quad (1)$$

L'aire projetée de l'impression  $A$  est exprimée en fonction de la longueur moyenne du diagonal  $d$  et l'angle du pénétrateur, donc:

$$H_v = 2P \sin (136/2) d^2 \quad (2)$$

$$H_v = 1.854 P/d^2 \quad (3)$$

Ou:

$H_v$  : La dureté de Vickers.

$P$  : Le poids du pénétrateur exprimé en kilogrammes.

$d$  : La longueur du diagonal de L'aire projetée de l'impression.

La formule de Vickers en fonction de la profondeur de la pénétration,  $P_n$ , s'écrit :

$$H_v = 37.83 \cdot 10^{-3} P/P_n^2 \quad (4)$$

Cette dernière peut être réécrite en fonction de la force,  $F$ , exprimée en Newton,  $N$ , où la longueur,  $d$ , est prise en mètre, nous avons :

$$F = P \cdot g \quad (5)$$

Avec

$g = 9.80665 \text{ ms}^{-2}$ : L'accélération de la gravitation terrestre.

$$H_v = 0.189 F/d^2 \quad (6)$$



**Figure IV.5** Appareil de la microdureté de Vickers.

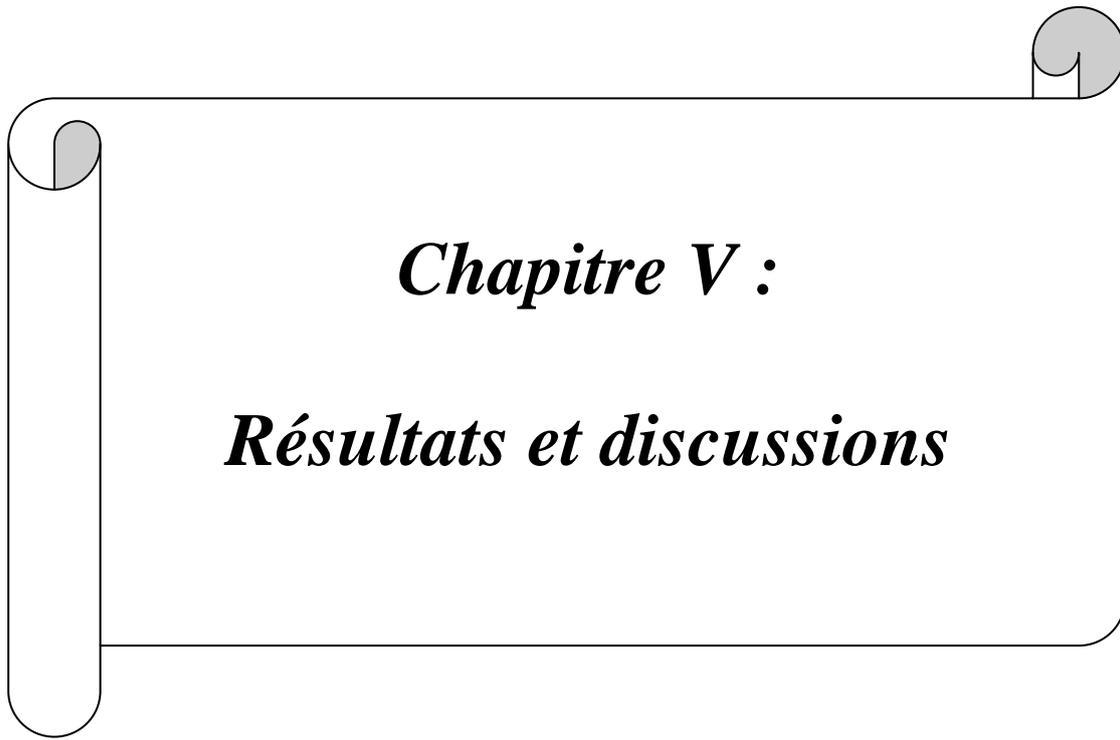
#### **IV.2.2.4. Microscope optique (MO)**

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

Pour faire l'étude métallographique des échantillons, nous avons utilisé dans ce travail un microscope métallographique à grand champ du type Zeiss relié à un système d'acquisition numérique (figure IV.5). Le microscope optique sert à observer les échantillons la taille et forme des grains, ..., ainsi que l'évolution microstructurale des échantillons ayant subi des traitements thermiques.



**Figure IV.6** Photographie du microscope optique G-120A.



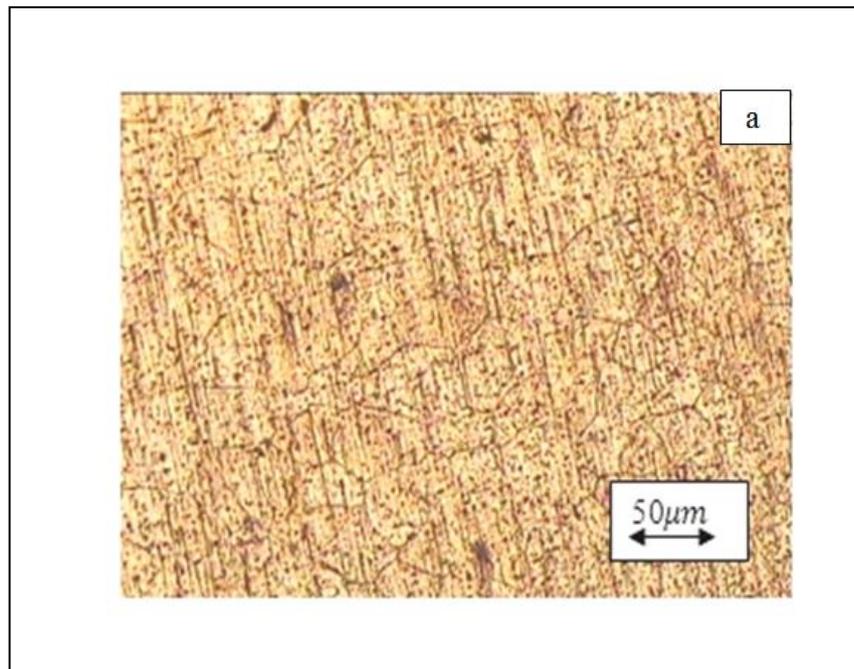
## V.1. Microscopie optique

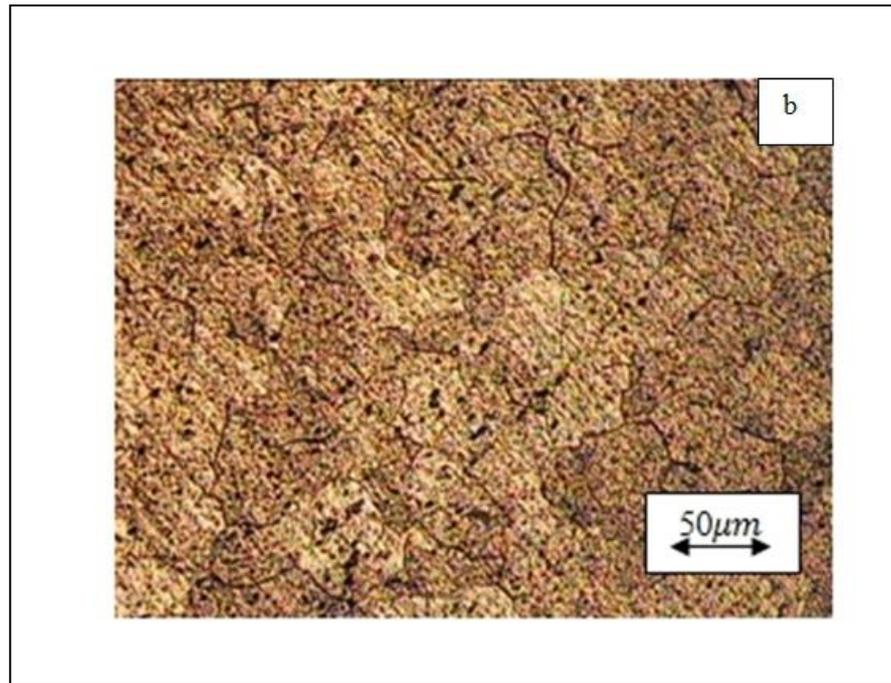
Cette partie concerne plus particulièrement l'observation métallographique des deux tôles étudiées à l'état de réception (état brute) suite au traitement d'homogénéisation. Cette observation permet d'avoir principalement une idée sur la taille des grains et la présence des particules.

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 figure V.1 présente la microstructure optique des deux tôles alliages Al-Mg-Si étudiés à l'état de réception. On observe des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. On observe des grains de tailles différentes dans les deux alliages. Aussi cette figure, montre que la taille des grains est non uniforme [71].

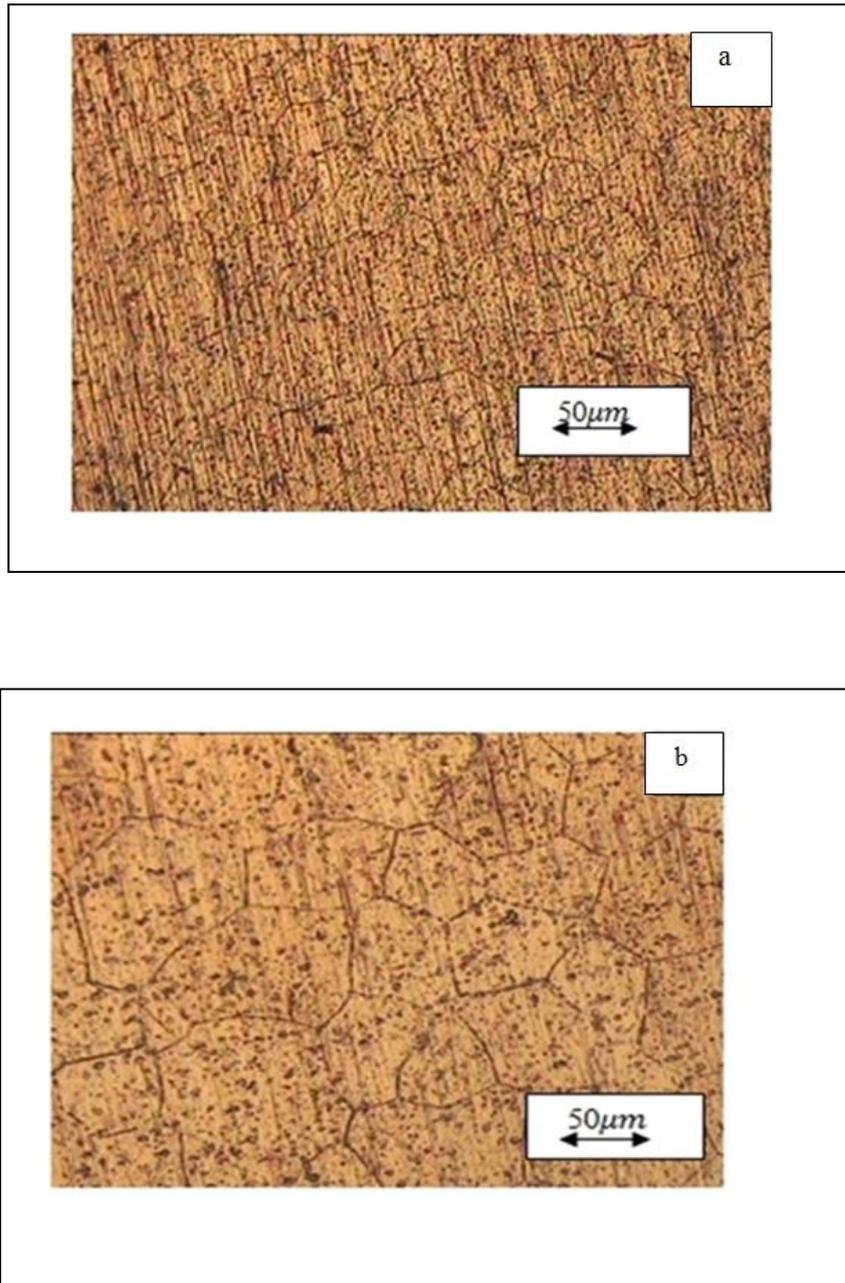




**Figure V.1.** Micrographes optiques des tôles étudiées à l'état brut :  
a-tôle 01  
b-tôle 03

### V.1.2. Etat homogénéisé

Le traitement d'homogénéisation d'une solution solide est considéré comme une étape importante de la séquence de précipitation dans les alliages. En effet, ce traitement détermine la cinétique et le mécanisme de leur transformation de phases de la plus part des cas. Les figures V.2.a et V.2.b, illustrent la microstructure obtenue par la microscopie optique des deux tôles étudiées après un traitement d'homogénéisation à 540°C pendant 90 minutes, la vitesse de montée de la température du four a été de l'ordre 10°C/minutes. Ces deux figures montrent que la structure est devenue plus au moins homogène avec une distribution uniforme des taches sombres qui peuvent être attribuées à la formation des phases intermétalliques  $\alpha$ -AlFeSi,  $\alpha$ -AlFe(Mn)Si et/ou AlSiCuMgFe. figure V.2 [71].



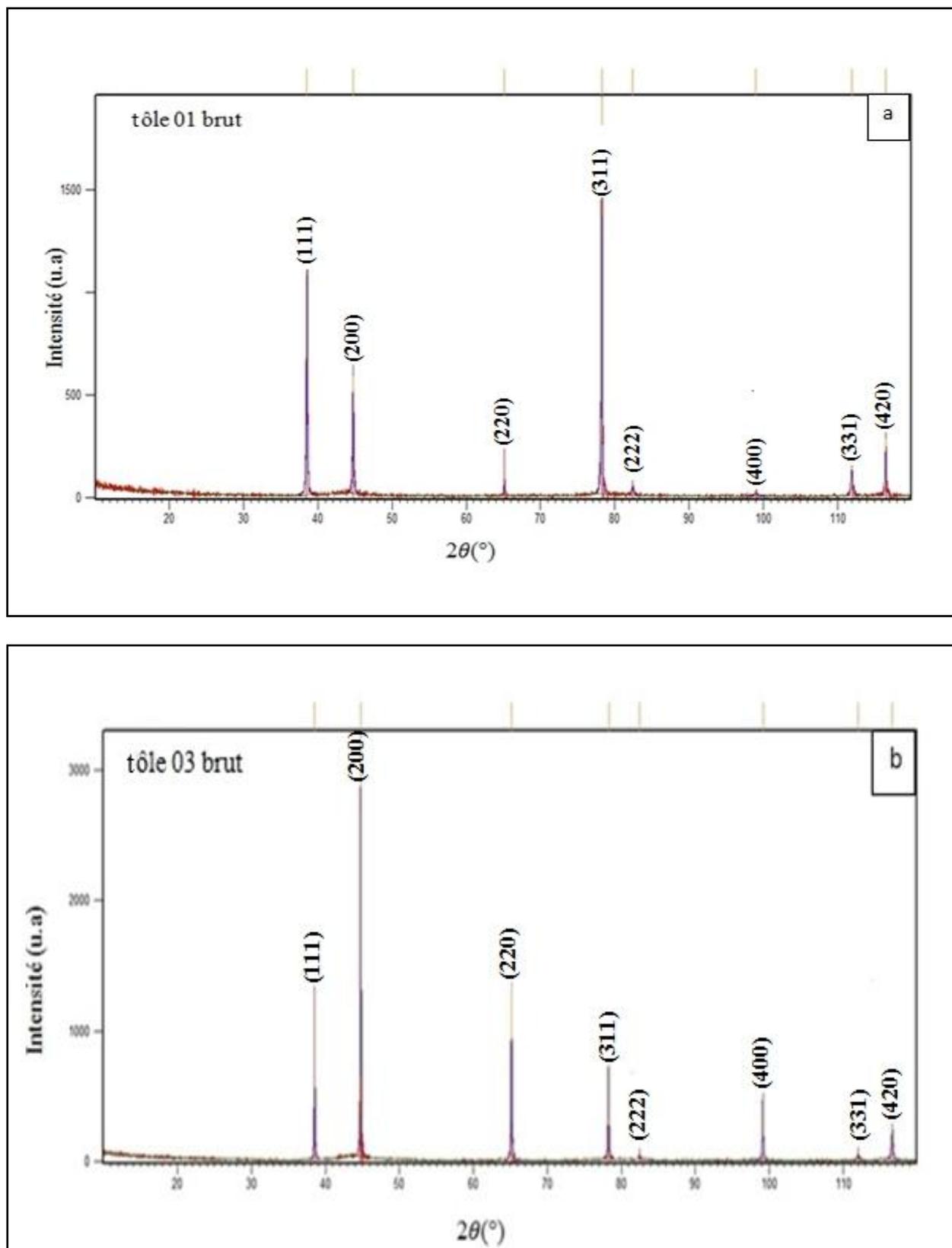
**Figure V.2** Micrographes optiques des tôles étudiées à l'état homogénéisé :  
a-tôle 01  
b-tôle 03

## V.2. Etude par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes expérimentales qui peut nous renseigner sur la précipitation dans des solutions solides sursaturées.

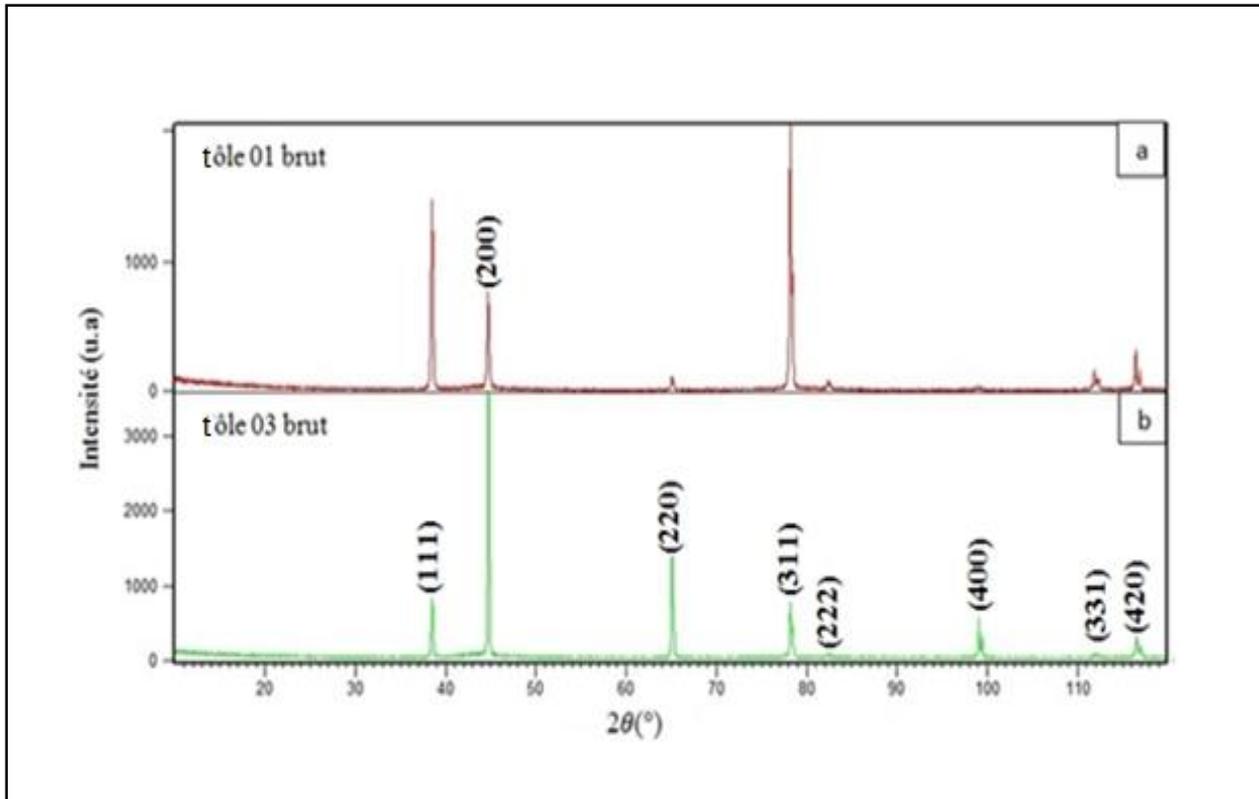
### a. Etat brut

Les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons prélevés des deux tôles étudiés à l'état brut sont représentés sur la figure V.3. Sur la base des fichiers ASTM, on constate que les raies présentes correspondent à la structure CFC de la matrice  $\alpha$ -aluminium. Mais avec le pic le plus intense est (200) dans le cas de la tôle 03 mais (311) dans le cas de la tôle 01 au lieu du pic (111) de  $\alpha$ -l'aluminium. Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont été laminées au cours du procédé de mise en forme. La non détection d'autres raies appartenant à une autre phase est probablement dû à la fraction volumique des phases intermétalliques présentes. En effet, on remarque de ces deux figures, l'existence de certaines raies de faibles intensités [13].



**Figure V.3** Diagramme de diffraction des rayons X des deux tôles étudiées à l'état brut :  
(a)- tôle 01  
(b)- tôle 03

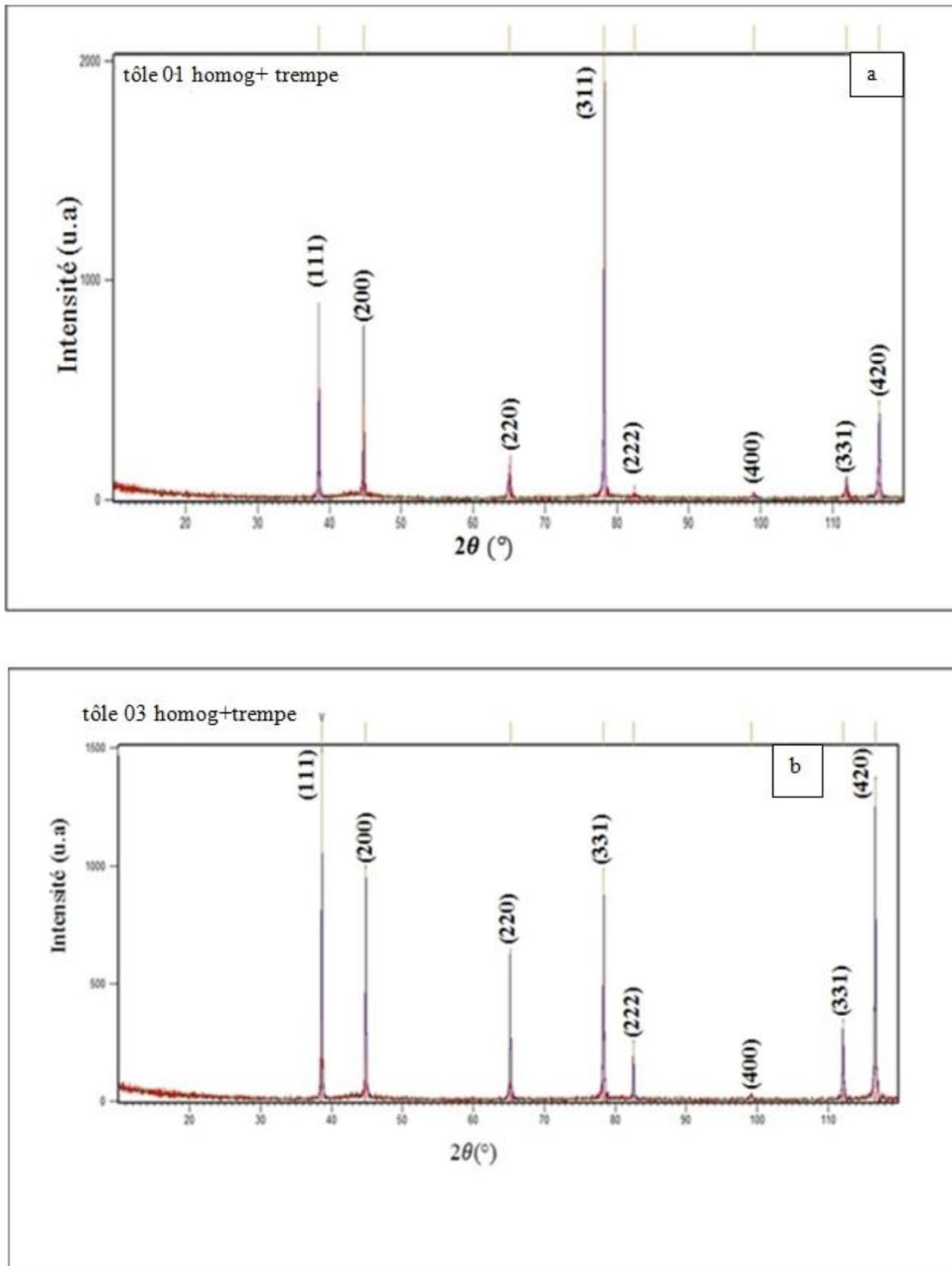
La figure V.4 regroupe les diagrammes de diffraction des rayons X obtenus à partir des échantillons prélevés des deux tôles étudiées à l'état brut. Cette figure montre les variations de l'intensité des pics de la tôle 01 et aussi celle de la tôle 03. Cette différence est expliquée par l'effet des différents teneurs éléments d'addition dans les tôles.



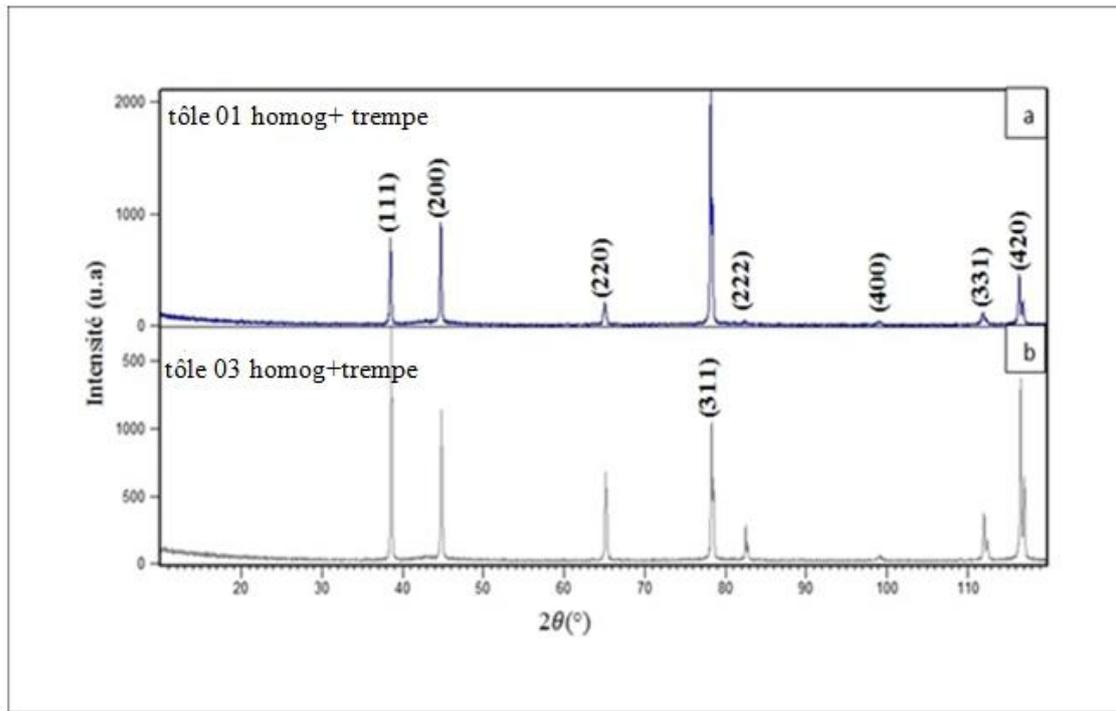
**Figure V.4** Diagrammes de diffraction des rayons X des deux tôles (état brut) regroupés :  
 (a) tôle 01  
 (b) tôle 03

### b- Etat homogénéisé

La figure V.5 représente les diagrammes de diffractions des rayons X des deux tôles homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes et puis trempés. On peut voir que toutes les raies correspondent à la structure CFC de la matrice  $\alpha$ -aluminium. L'absence d'autres raies est probablement dû aux faibles fractions transformées des précipités présents. On obtient la distribution relativement uniforme des éléments d'addition dans la matrice mère qui est obtenue par le traitement d'homogénéisation. On remarque que la raie la plus intense dans le cas de la tôle 01 est la raie (311), alors que celle de la tôle 03 est la raie (111).



**Figure V.5** Diagrammes de diffraction des rayons X des deux tôles étudiées homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes et puis trempées à l'eau :  
a): tôle 01.  
b): tôle 03.



**Figure V.6** Diagrammes de diffraction des rayons X des deux tôles (état homogénéisé à 540°C pendant 90 minutes et suivi d'une trempe) regroupés :

- a): tôle 01
- b): tôle 03

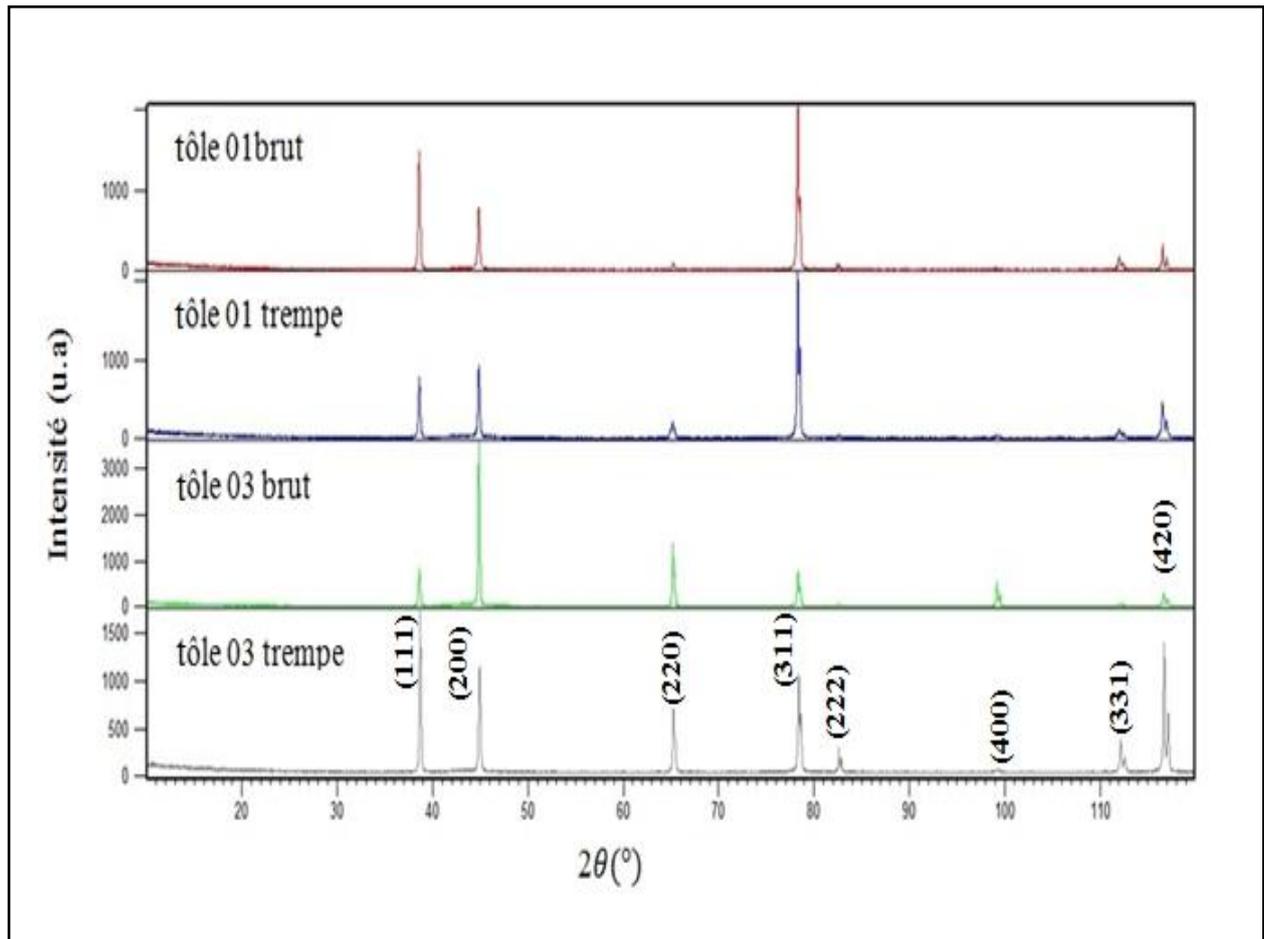
La figure V. 6 regroupe les diagrammes de diffraction de rayon X des deux tôles 01 et 03 à l'état homogénéisé suivi d'une trempe.

On remarque que l'apparition des réflexions de la structure C.F.C. de la matrice  $\alpha$ -aluminium et l'absence d'autres raies appartenant à d'autres phases. Cela est probablement dû à la faible concentration de la fraction transformée des phases présentes.

On remarque aussi qu'il y'a une différence entre les pics les plus intenses dans le cas des tôles étudiées (homogénéisées et trempées) par comparaison à la matrice  $\alpha$ -aluminium. Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les tôles ont été laminées à chaud et puis à froid lors de leurs fabrications [13, 54].

La figure V.7 regroupe les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons de deux tôles étudiées à l'état brut ainsi qu'à l'état homogénéisé et puis trempé.

On remarque que toutes les raies appartenant à la matrice  $\alpha$ -aluminium. Il y'a aussi une différence entre les pics les plus intenses de l'aluminium pur et cela les deux tôles (état brut ou état homogénéisé et trempé). Cette différence suggère la présence d'une anisotropie dans les tôles étudiée, car ces dernières ont été laminées lors de leurs fabrications.



**Figure V.7** Diagramme de diffraction des rayons X des deux tôles étudiés à l'état brut et à l'état homogénéisé 540°C pendant 90 minutes et puis trempé.

Le tableau I englobe les résultats de la diffraction des rayons X ainsi que leur exploitation dans le but de connaître la taille des grains, les microcontraints et le paramètre du réseau cristallin dans le cas des deux tôles à l'état brut et à l'état homogénéisé.

Etat des échantillons Étudié	structure	Pic	(hkl) Indies De maille	I(%) Intensité	D (µm) taille de grain	ε (%)	d <sub>hkl</sub> (Å°)	$\sqrt{h^2+k^2+l}$	a (Å°) paramètre de la maille
tôle 01 à l'état Brut	Cubique à face centrée	1	111	60.06	54.6	0.223	2.33525	$\sqrt{3}$	4.04477
		2	200	29.85	55.4	0.191	2.02320	2	4.04640
		3	220	4.09	57.8	0.128	1.43104	$2\sqrt{2}$	4.04759
		4	311	100	74.7	0.087	1.22077	$\sqrt{11}$	4.04883
		5	222	2.27	34.6	0.165	1.16922	$2\sqrt{3}$	4.05030
		6	400	0.65	15.7	0.300	1.01304	4	4.05216
		7	331	7.23	56.8	0.081	0.92944	$\sqrt{19}$	4.05133
		8	420	14.54	95.0	0.050	0.90579	$2\sqrt{5}$	4.05082
tôle 01 état homogénéisés et trempés	Cubique à face centrée	1	111	31.55	61.9	0.201	2.33444	$\sqrt{3}$	4.04337
		2	200	38.37	67.1	0.162	2.02300	2	4.04600
		3	220	7.09	31.5	0.222	1.43203	$2\sqrt{2}$	4.05039
		4	311	100	77.0	0.085	1.22089	$\sqrt{11}$	4.04923
		5	222	0.82	23.6	0.236	1.16874	$2\sqrt{3}$	4.04863
		6	400	1.07	31.2	0.156	1.01280	4	4.05120
		7	331	4.56	42.1	0.107	0.92931	$\sqrt{19}$	4.05077
		8	420	21.30	72.6	0.063	0.90585	$2\sqrt{5}$	4.05108
tôle 03 à l'état Brut	Cubique à face centrée	1	111	20.73	67.9	0.185	2.33393	$\sqrt{3}$	4.04248
		2	200	100	87.7	0.129	2.02212	2	4.04424
		3	220	41.71	82.0	0.095	1.43072	$2\sqrt{2}$	4.04669
		4	311	22.34	69.7	0.092	1.22048	$\sqrt{11}$	4.04787
		5	222	1.13	50.5	0.117	1.16872	$2\sqrt{3}$	4.04856
		6	400	14.81	87.5	0.061	1.01196	4	4.04784
		7	331	1.22	42.8	0.105	0.92919	$\sqrt{19}$	4.05024
		8	420	7.87	63.8	0.071	0.90532	$2\sqrt{5}$	4.04871
tôle 03 états homogénéisés et puis trempés	Cubique à face centrée	1	111	100	84.2	0.154	2.32837	$\sqrt{3}$	4.03285
		2	200	60.07	67.7	0.160	2.01949	2	4.03898
		3	220	44.88	70.9	0.108	1.42958	$2\sqrt{2}$	4.04346
		4	311	65.90	67.0	0.095	1.21942	$\sqrt{11}$	4.04436
		5	222	16.37	93.6	0.068	1.16752	$2\sqrt{3}$	4.04441
		6	400	1.66	30.2	0.161	1.01182	4	4.04728
		7	331	22.26	76.5	0.062	0.92844	$\sqrt{19}$	4.04698
		8	420	91.77	105.8	0.045	0.90505	$2\sqrt{5}$	4.04751

**Tableau I.** Calcul de la taille des grains, les microcontraintes et le paramètre de maille des tôles.

Tableau II récapitule les résultats obtenus à partir des diagrammes de diffraction des rayons X à savoir la taille moyenne des grains, microcontraintes moyennes et le paramètre moyen du réseau cristallin des deux tôles étudiées à l'état brut ainsi qu'à l'état homogénéisé et puis trempé.

Etat des échantillons	Phases	Structures	$D_{\text{moy}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\varepsilon_{\text{moy}}$ (%)	$a_{\text{moy}}$ ( $\text{\AA}^\circ$ )
tôle 01 Brut	$\alpha$ - Al	Cubique à face centrée	55.6	0.153	4.04903
tôle 01 trempé			50.9	0.154	4.04883
tôle 03 Brut			69.0	0.107	4.04708
tôle 03 trempé			74.5	0.107	4.04323

**Tableau II.** Représente un résumé de Calcul de la taille moyenne des grains, les microcontraintes moyennes et le paramètre de maille moyen des tôles étudiées.

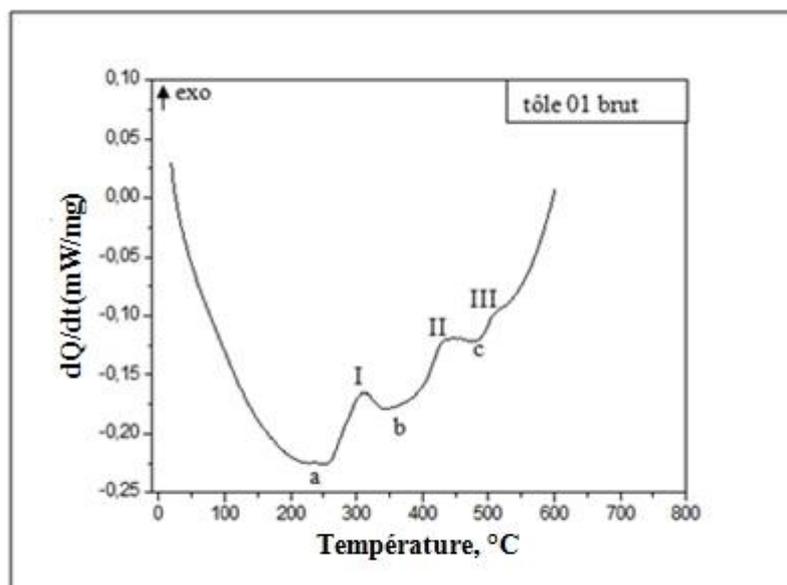
### V.3. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

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

#### V.3.1. L'identification des pics à l'état brut

La figure V.8 représente la courbe de DSC obtenue à partir d'un échantillon de la tôle 01 à l'état brut, en utilisant une vitesse de chauffage de 10°C/min.

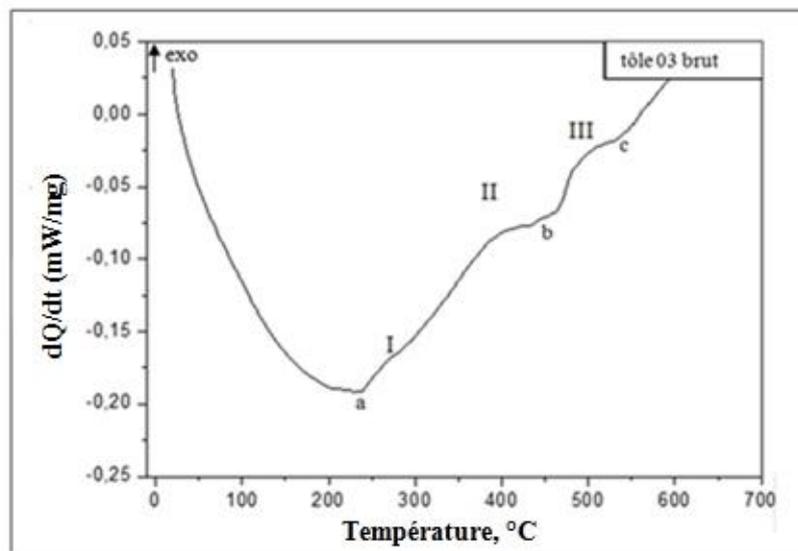
Cette courbe de DSC montre trois pics exothermiques situés aux températures : 309°C (I), 429°C (II) et 510°C (III). Le premier pic exothermique (I), est attribué à la réaction de la précipitation de la phase métastables  $\beta''$ . Le second pic exothermique (II) est attribué à la réaction de précipitation de la phase  $\beta'$ . Le dernier pic exothermique (III) est lié probablement à la formation de la phase  $\beta$ . Concernant les pics endothermiques, un large pic endothermique (a) situé environ de 240°C est attribué à la dissolution des zone GP et / ou les co-clusters de Mg et Si. Les deux autres pics endothermiques qui apparaissent respectivement à 363°C (b) et 490°C (c) correspondent respectivement à la dissolution de la phase  $\beta''$  et la phase  $\beta'$  [39, 54, 74].



**Figure V.8** Courbe de DSC de la tôle 01 à l'état brut obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

La figure V.9 représente la courbe de DSC obtenue à partir d'un échantillon de la tôle 03 à l'état brut, en utilisant une vitesse de chauffage de 10°C/min.

Cette courbe de DSC présente trois pics exothermiques et quatre pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures : 245°C (I), 390°C (II), 500°C (III). Le premier pic exothermique (I) est attribué à la formation des clusters et co-cluster de Mg et Si [ ]. Le deuxième large pic exothermique (II) est probablement dû à la formation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$ . Le dernier pic exothermique (III) est lié à la formation de la phase  $\beta$  et de particules de Si. Concernant les pics endothermiques, un large pic endothermique qui apparaît à 240°C (a), correspond à la dissolution des zones GP et /ou clusters. Les autres pics endothermiques situés aux 310°C (b), 450°C (c), 530°C (d) et qui correspondent respectivement à la dissolution des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  et la phase d'équilibre  $\beta'+\text{Si}$  [13, 39, 54, 74].

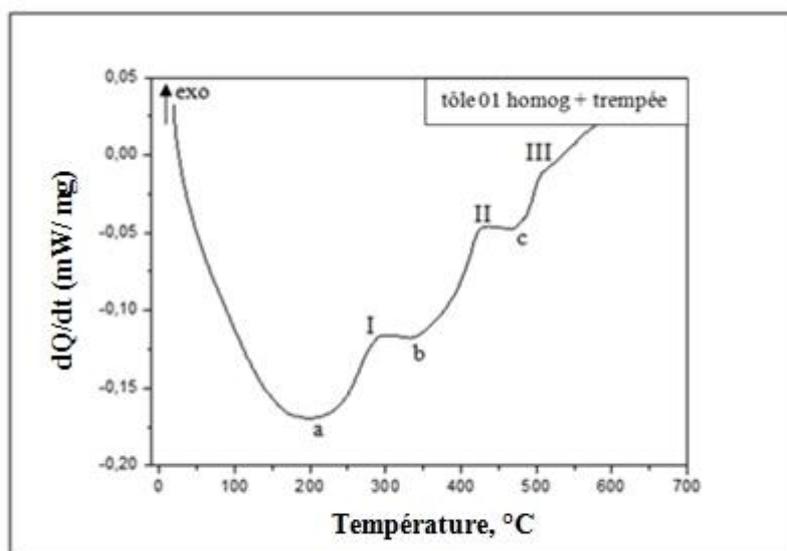


**Figure V.9** Courbe de DSC de la tôle 03 à l'état brut obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

### V.3.2. L'identification des pics à l'état homogénéisé

La figure V.10 représente la courbe de DSC obtenue à partir d'un échantillon de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes et puis trempée. On observe trois pics exothermiques situés aux températures 390°C (I), 432°C (II), 510°C (III), et trois pic endothermique situés aux 200°C (a), 350°C (b), 470°C (c). Le premier pic exothermique (I), est attribué à la réaction de précipitation la phase métastable  $\beta''$ . Le second pic exothermique (II), est attribué à la formation

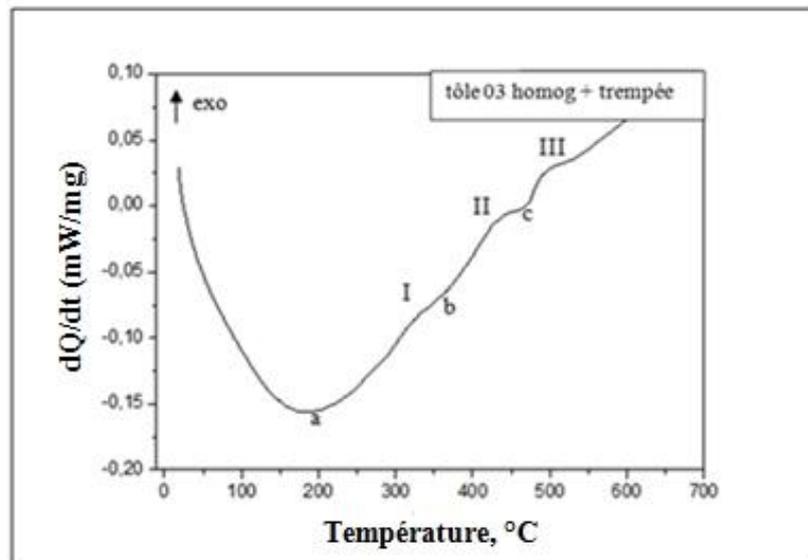
de la phase  $\beta'$ . Le dernier pic exothermique est probablement lié à la formation de la phase d'équilibre  $\beta$ . Concernant les pics endothermiques, le premier pic endothermique (a) est lié à la dissolution des zones GP et / ou les clusters. Le second pic endothermique (b) est attribué à la dissolution de la phase  $\beta''$  et le dernier pic endothermique (c) est lié à la dissolution de la phase  $\beta'$  [54].



**Figure V.10** Courbe de DSC de la tôle 01 à l'état homogénéisée et puis trempée obtenue avec une vitesse de chauffage de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

La figure V.11 montre la courbe de DSC obtenue à partir d'un échantillon de la tôle 03 homogénéisée à  $540^{\circ}\text{C}$  pendant 90 minutes et puis trempée. Cette figure présente aussi trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures,  $310^{\circ}\text{C}$ (I),  $440^{\circ}\text{C}$ (II),  $500^{\circ}\text{C}$ (III). Le premier pic exothermique (I), est attribué à la formation de la phase  $\beta''$ . Le second pic exothermique (II), est probablement lié à la formation de la phase  $\beta'$ . Le troisième pic est attribué à la formation de la phase d'équilibre  $\beta$  ainsi que les particules de Si.

Concernant les pics endothermiques, le premier large pic endothermique (a) situé aux environs de  $200^{\circ}\text{C}$  correspond à la dissolution des zones GP et /ou des clusters. Les autres pics endothermiques (b et c), qui apparaissent respectivement à  $360^{\circ}\text{C}$ ,  $475^{\circ}\text{C}$ , sont attribués à la dissolution des phases formées auparavant [39].



**Figure V.11** Courbe de DSC de la tôle 03 à l'état homogénéisé et puis trempée obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

#### V.4. Microdureté

##### V.4.1. Effet de l'homogénéisation sur la dureté des deux tôles

Les mesures de la microdureté ont été faites sur des échantillons des deux tôles à l'état brut et à l'état homogénéisé à 540°C pendant 90 minutes et puis trempé à l'eau et la charge utilisée dans ces mesures est 200 Kg/mm<sup>2</sup>. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau V.III.

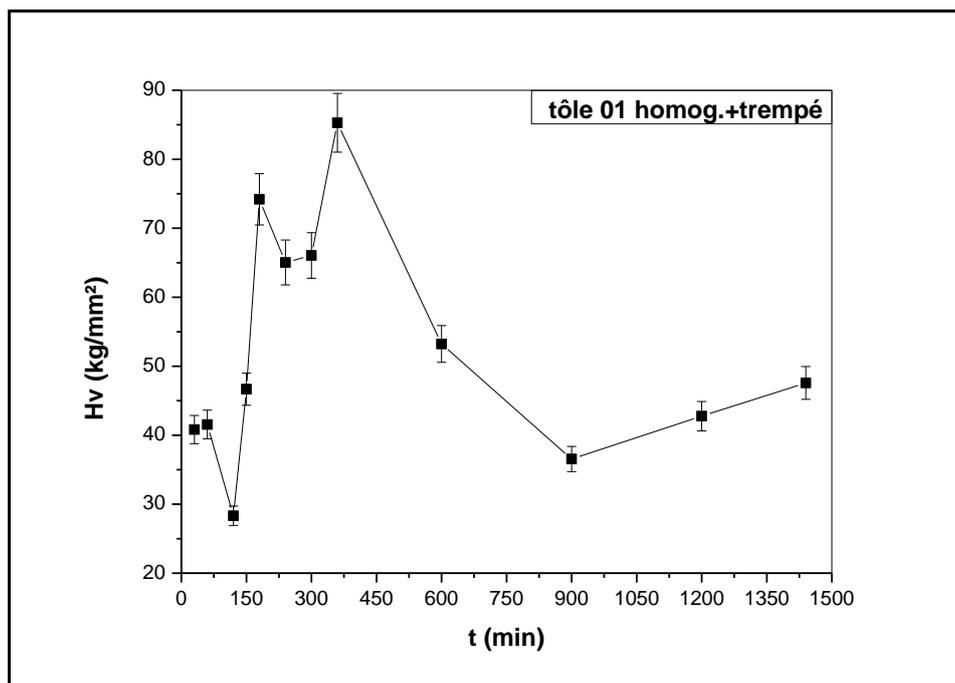
Tôles	Etat brut (kg/mm <sup>2</sup> )	Hv (kg/mm <sup>2</sup> ) Etats homogénéisé et puis trempé
01	62.13	40.16
03	52.19	33.56

**Tableau III.** Représente les valeurs de la microdureté des deux tôles à l'état brut et à l'état homogénéisé et puis trempé.

D'après ces résultats, on remarque que la valeur de microdureté des deux tôles à l'état brut est plus grande que celle à l'état homogénéisé. Ceci peut être expliqué par l'effet néfaste de la trempe structurale sur la dureté. La haute concentration des défauts dans l'échantillon à l'état brut aussi à la présence des agrégats formés à basse température avant les traitements thermiques. Autrement dit que l'effet de la température lors de l'homogénéisation suivi d'une

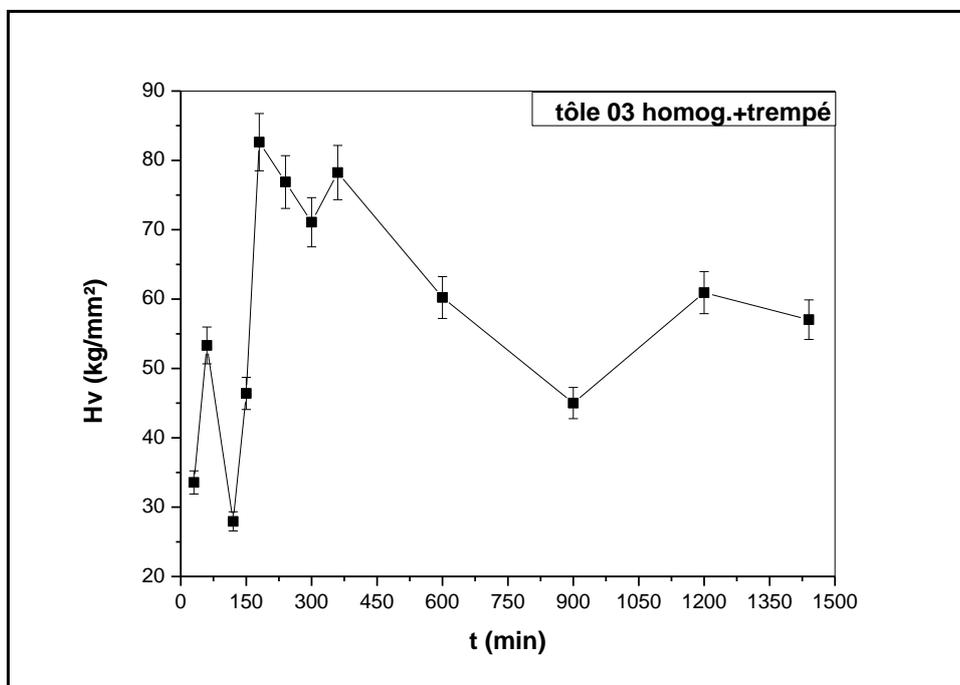
trempe est d'annihiler les défauts et par conséquent la diminution de la haute concentration de ces derniers (la montée des dislocations, concentration plus élevée des lacunes ....etc.) et la dissolution des agrégats.

Figure V.12 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes et puis trempée. On observe de la courbe la présence d'un pic au environ de 60 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters. La diminution observée juste après est attribué à la dissolution partielle de ces derniers. Le pic observé aux environs de 170 minutes probablement dû à la formation de nouveaux clusters et/ ou co-clusters. Le pic situé aux environs de 350 minutes est attribué à la formation de la phase durcissant (cohérente)  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution qui est attribué a la coalescence des précipités fins déjà formés.



**Figure V.12** Effet du vieillissement artificiel à 180°C sur la microdureté de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes et puis trempée à l'eau.

Figure V.13 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes et puis trempée. On observe de la courbe la présence d'un pic au environ de 60 minutes qui est dû à la formation des clusters. La légère diminution observée juste après est probablement dû à la dissolution partielle de ces derniers. Un autre pic au voisinage de 240 minutes qui est attribué à la formation de co-cluster et/ ou à la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une légère diminution qui attribué a la dissolution partielle des ces dernières. Le pic situé aux environs de 360°C est attribué à la formation de la phase cohérente  $\beta''$  [71]. On observe ensuite une tendance à la stabilisation qui dû à la coalescence des particules fines déjà formées.



**Figure V.13** Effet du vieillissement artificiel à 180°C sur la microdureté de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant à 90 minutes et puis trempée à l'eau.

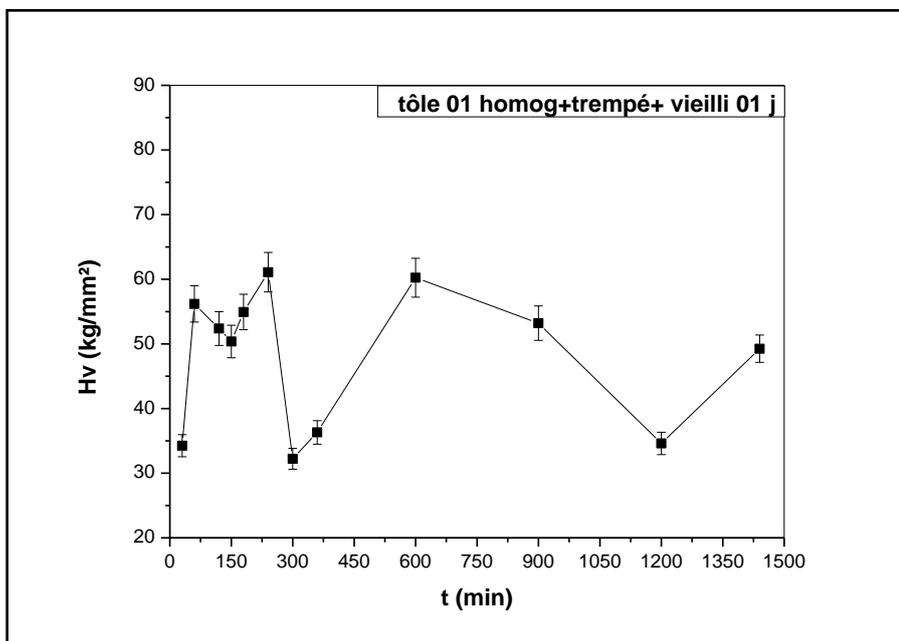
#### V.4.2. Effet du vieillissement artificiel sur des échantillons maturés

Après l'homogénéisation des alliages à 540°C pendant 90 minutes, suivies d'une trempée à l'eau, les échantillons ont subis un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées qui varie d'une 1 heure à 24 heures et cela juste après maturation pendant différentes durées allant d'une (01) journée jusqu'à 30 jours.

### V.4.2.1 Effet du vieillissement artificiel sur la tôle 01 maturée.

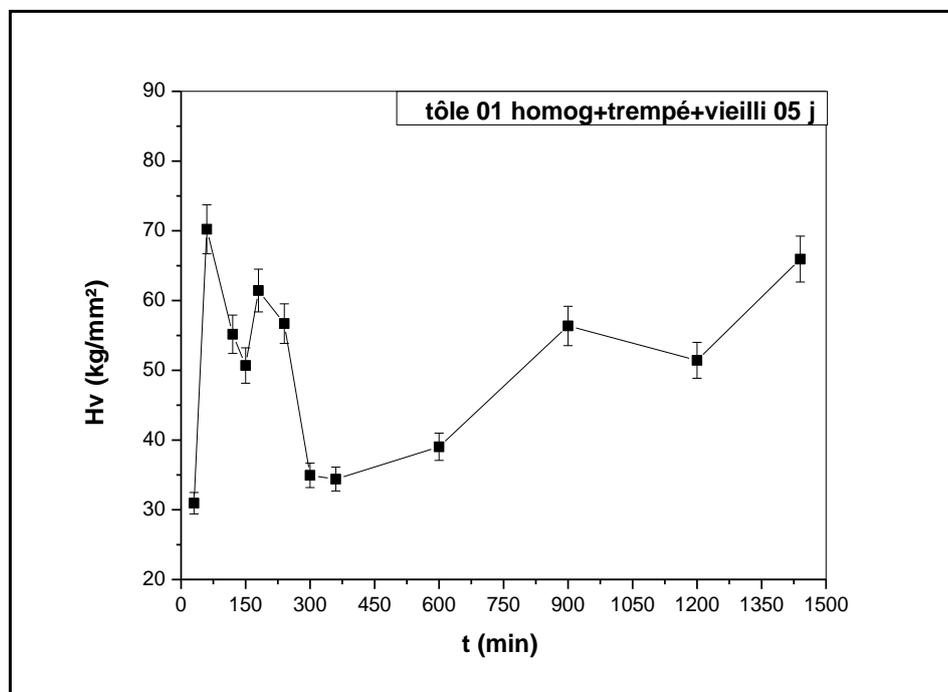
Les figures V.14, V.15, V.16, V.17, V.18, et V.19, représentent la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien des échantillons de la tôle 01 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et puis trempés à l'eau. Il est important de noter que les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant différentes durées (1, 5, 10, 15, 21, et 30 jours) suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une (01) heure jusqu'à 24 heures.

Figure V.14, représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, trempée et maturée pendant 1 journée. On observe de la courbe la présence d'un pic de dureté aux environs de 60 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters, co-clusters et zones GP. La légère diminution observée juste après est probablement due à la formation partielle des clusters. Un autre pic au voisinage de 240 minutes qui est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une autre augmentation de la dureté qui est attribuée à la formation d'autres précipités dans d'autres sites.



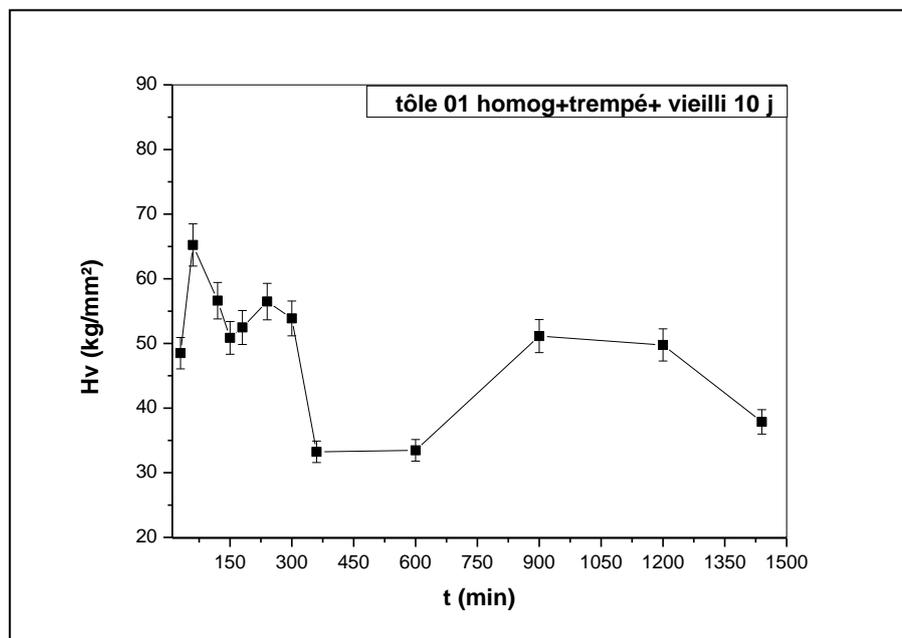
**Figure V.14** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée et ensuite vieillie naturellement pendant une journée et puis traitée à 180°C pour différents temps.

Figure V.15 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempé et maturée pendant 5 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic de dureté aux environs de 60 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters, co-clusters et zones GP. La diminution juste après est attribuée à la dissolution partielle de ces clusters. Un pic au voisinage de 160 minutes qui est attribué à la formation des co-clusters et/ ou la phase  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution qui est attribuée à la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . Enfin on observe une autre augmentation de la dureté qui est attribuée à la formation d'autres précipités dans d'autres sites.



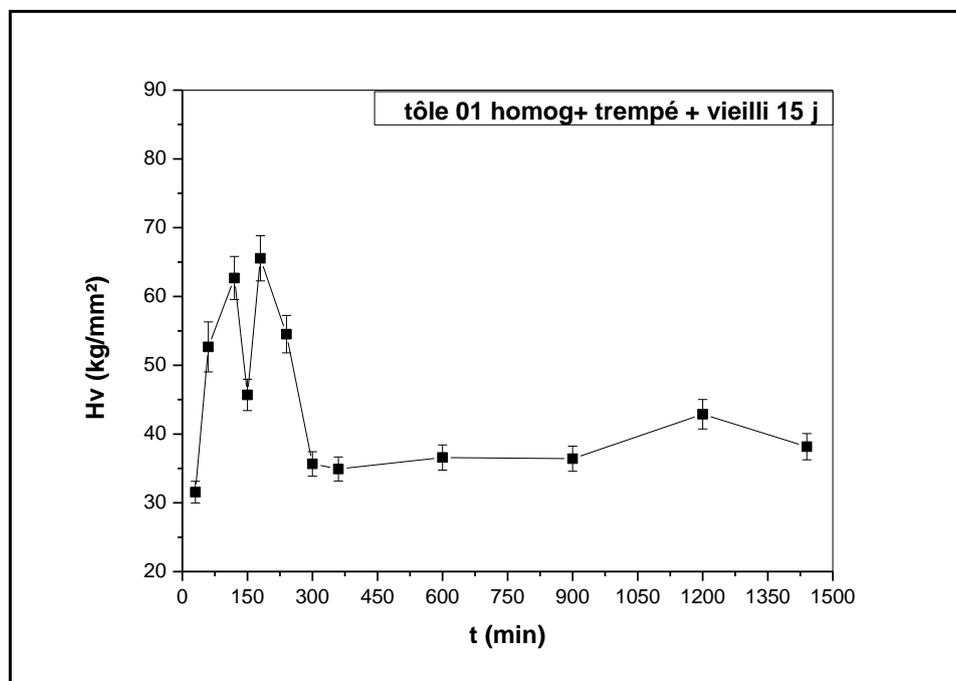
**Figure V.15** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillies naturellement pendant 5 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.16 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 10 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic au environ de 60 minutes qui est attribué à la formation des clusters et /ou co-clusters. La diminution juste après est probablement dû à la dissolution de des ces derniers. Le pic situé aux environs de 200 minutes est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution qui attribué à la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . Enfin on observe une autre augmentation de la dureté qui attribué à la formation d'autre précipités dans d'autre sites [74].



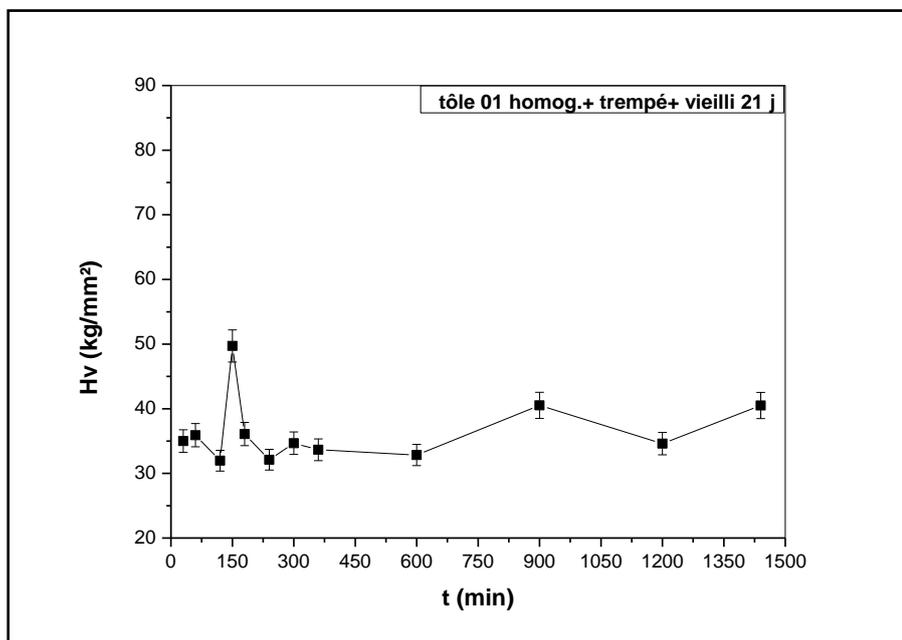
**Figure V.16** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieilles naturellement pendant 10 jours et enfin traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.17 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 15 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 120 minutes qui est attribué à la formation des clusters et /ou co-clusters. La diminution juste après est probablement dû à la dissolution des ces derniers. Le pic situé aux environs de 180 minutes est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution qui attribué à la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . Enfin, on observe une tendance à la stabilisation de la microdureté, qui est attribuée à la coalescence des précipités déjà formés.



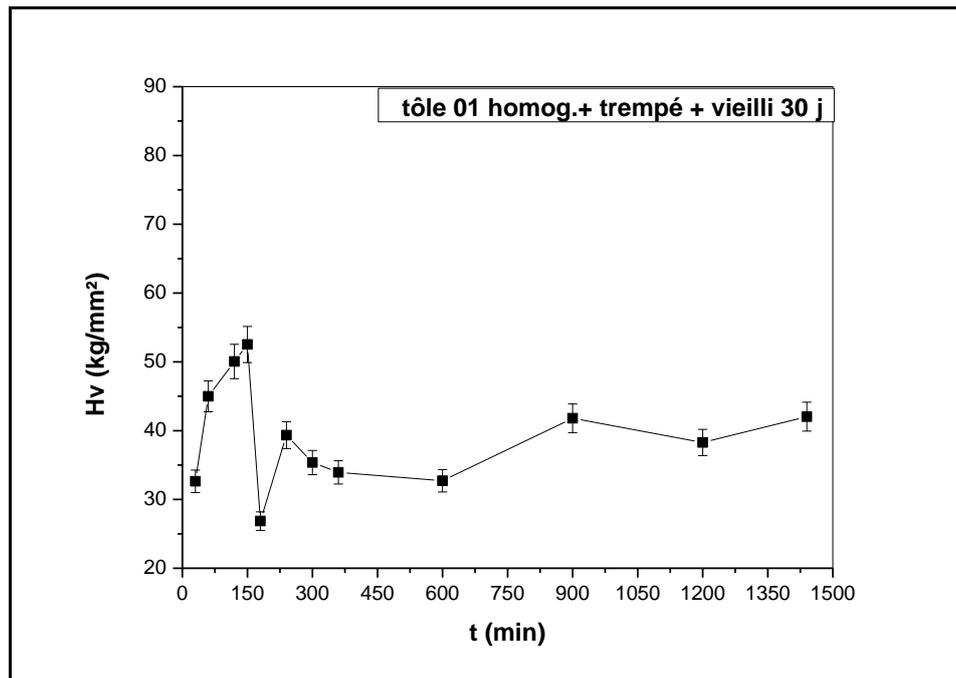
**Figure V.17** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 15 jours et enfin traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.18 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et puis vieillis naturellement. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 150 minutes qui est probablement attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution qui attribué a la dissolution progressive da la phase durcissant  $\beta''$ . On remarque ensuite une stabilisation de la dureté qui est dû à la coalescence des particules déjà formés [71].



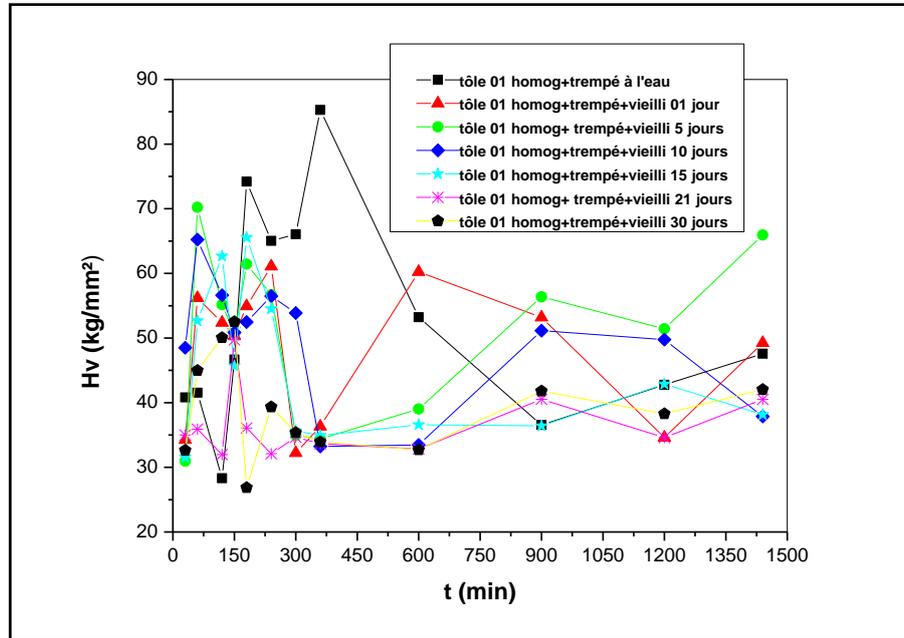
**Figure V.18** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée et ensuite vieilli naturellement pendant 21 jours et traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.19 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 01 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 30 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 150 minutes qui est probablement attribué à la formation des co-clusters et/ou la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, une diminution de la dureté suivie d'une augmentation avec la tendance de se stabiliser. Ceci, est probablement dû à la coalescence des précipités déjà présents [74].



**Figure V.19** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 01 et homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivie d'une trempe et vieillissement naturel pendant 30 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.20 montre les courbes de la microdureté des différents échantillons de la tôle 01 qui ont subi une maturation pendant différentes périodes.



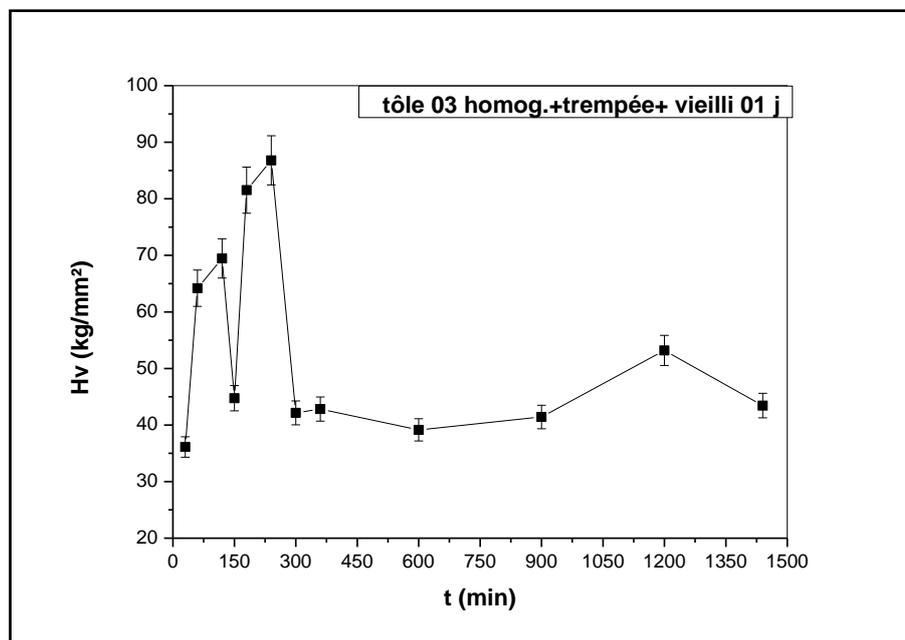
**Figure V.20** Superposition des courbes représentant la variation de microdureté de la tôle 01 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes, a puis trempée et enfin traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

La superposition de ces courbes illustre la différence qui existe entre ces courbes de microdureté (figure V.20). On remarque que les courbes de la microdureté des différents échantillons présentent une même allure sauf que les valeurs de microdureté varient d'un échantillon à autre vue l'historique thermique de chacun d'entre eux et aussi le temps de vieillissement naturel (le temps de maturation).

#### V.4.2.2 Effet du vieillissement artificiel sur la tôle 03 maturée

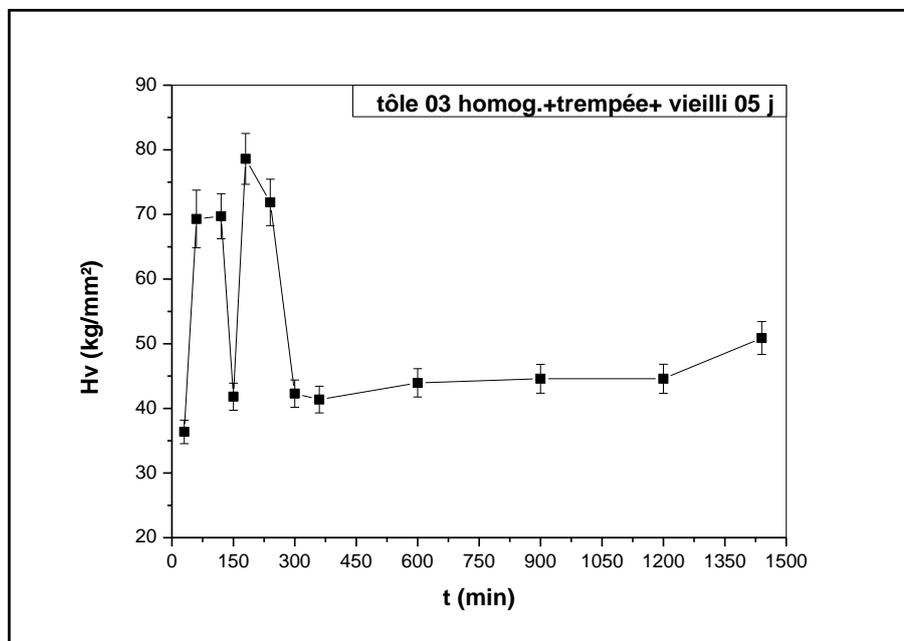
Les figures V.21, V.22, V.23, V.24, V.25, et V.26, représentent la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien des échantillons de la tôle 03 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et puis trempés à l'eau. Il est important de noter que les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant différentes durées (1, 5, 10, 15, 21, et 30 jours) suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une (01) heure jusqu'à 24 heures.

Figure V.21 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant une journée. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 120 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters et /ou co-clusters. La diminution juste après est attribuée à la formation partielle de ces derniers. Le pic observé au voisinage de 240 minutes est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ . Après cela, on observe une diminution de la dureté qui attribuée a la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . On remarque que la microdureté tend à se stabiliser, ceci est probablement dû à la coalescence des particules existantes.



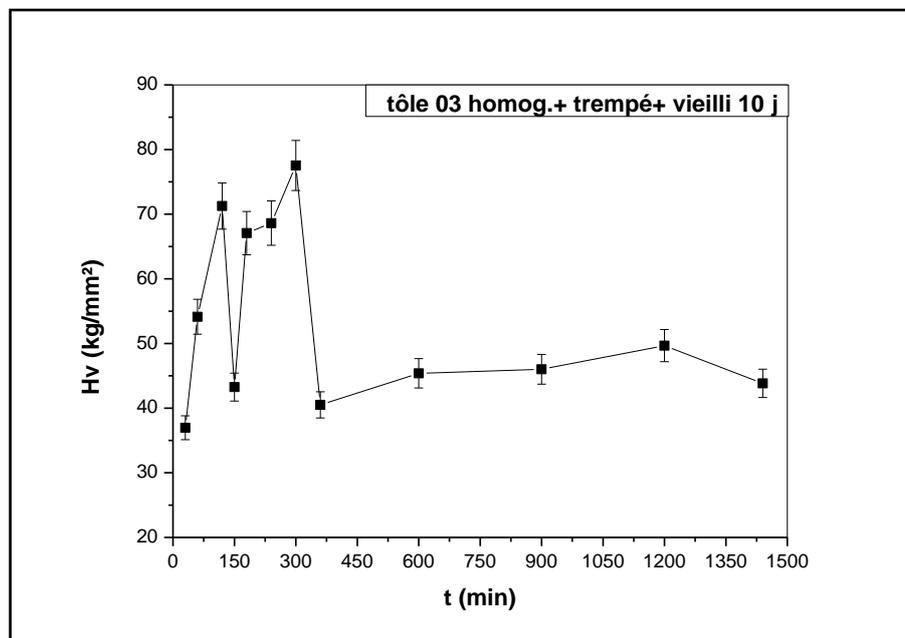
**Figure V.21** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant une journée et enfin traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.22 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 5 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 120 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters et /ou co-clusters. La diminution juste après est attribuée à la dissolution partielle de ces derniers. Un autre pic au voisinage de 240 minutes, est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$  [13, 71]. Après cela, on observe une diminution de la dureté qui attribuée a la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . Puis On constate une stabilisation de la microdureté, ceci est dû probablement à la coalescence des précipités présents [54, 74].



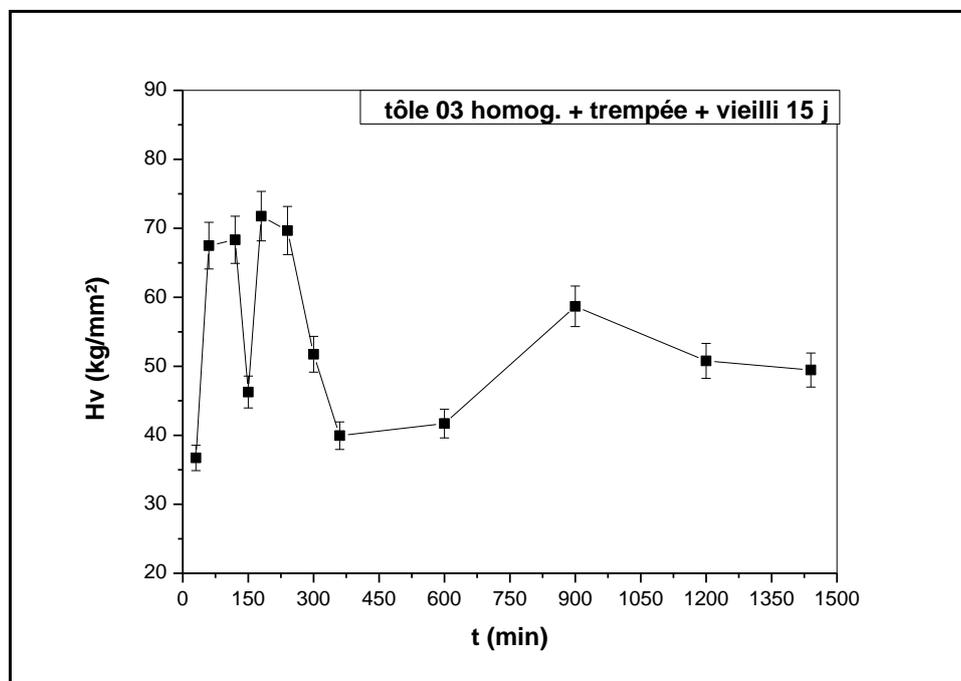
**Figure V.22** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée à l'eau et ensuite vieillis naturellement pendant 05 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.23 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 10 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic au environ de 120 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters et/ou co-clusters. La diminution juste après est attribuée à la dissolution partielle de ces derniers. Un lare pic est observé au voisinage de 300 minutes et qui est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$ [62]. Après cela, on observe une diminution de la dureté, qui est attribué à la dissolution partielle da la phase durcissant  $\beta''$ . On constate aussi une tendance à la stabilisation de la microdureté, ceci est probablement lié à la coalescence des précipités déjà formés [13, 54, 71, 74].



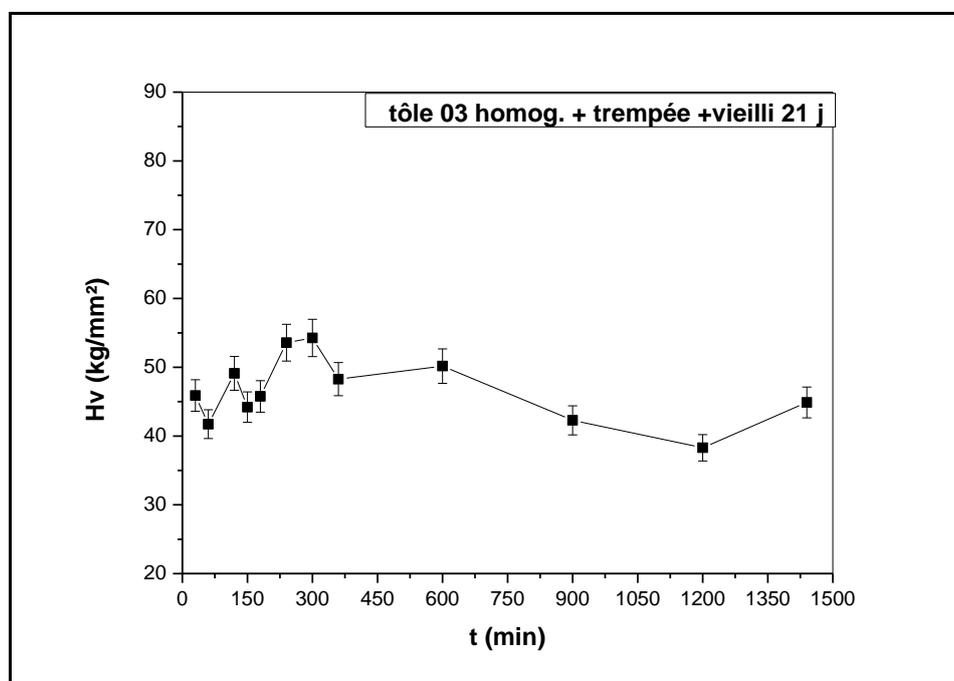
**Figure V.23** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau et ensuite vieillis naturellement pendant 10 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.24 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 15 jours. On observe de la courbe la présence d'un pic aux environs de 100 minutes qui est probablement dû à la formation des clusters et/ou co-clusters. La diminution juste après est attribuée à la dissolution partielle de ces derniers. Le pic aux environs de 200 minutes et qui est attribué à la formation de la phase durcissant  $\beta''$  [54, 62, 74]. Après cela, on observe une diminution de la dureté et qui attribué à la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . On constate une stabilisation de la microdureté, ceci est probablement lié à la coalescence des particules existantes [74].



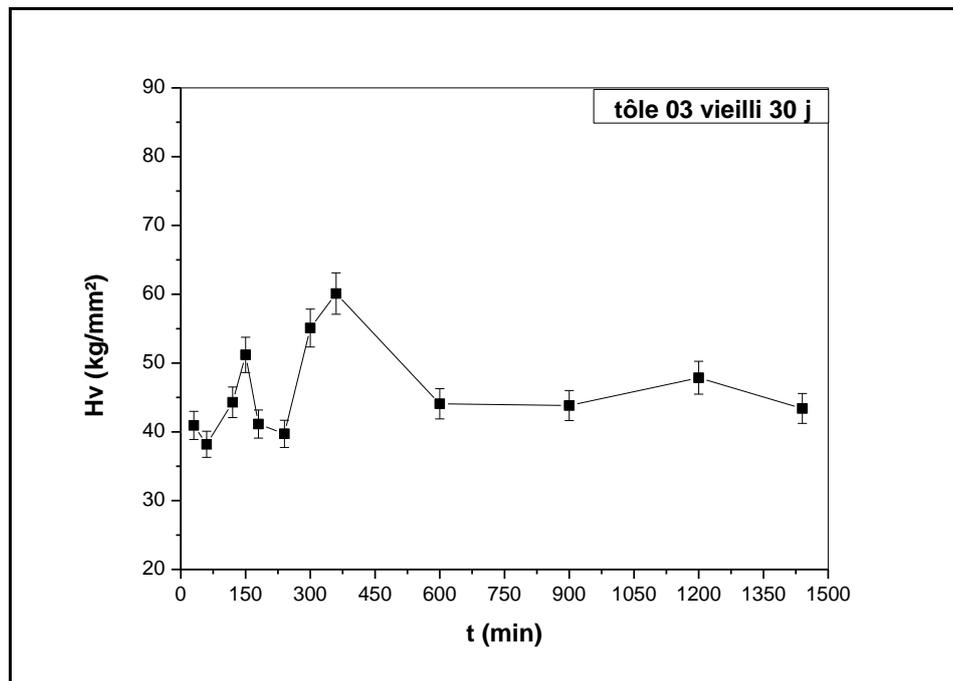
**Figure V.24** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau et ensuite vieillie naturellement pendant 15 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.25 montre la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 21 jours. On observe de la courbe la présence d'un faible pic de dureté aux environs de 120 minutes, cela est probablement dû à la formation des clusters et/ou co-clusters. La diminution observée après est probablement dû à la dissolution partielle de ces derniers. Un autre faible pic situé au voisinage de 300 minutes est lié à la formation de la phase cohérente  $\beta''$  [54, 62, 71]. Après cela, on observe une diminution qui est relié à la dissolution partielle de la phase durcissant  $\beta''$ . Ensuite, on remarque une tendance à la stabilisation de la microdureté, ce phénomène est probablement dû à la coalescence des particules présentes [74].



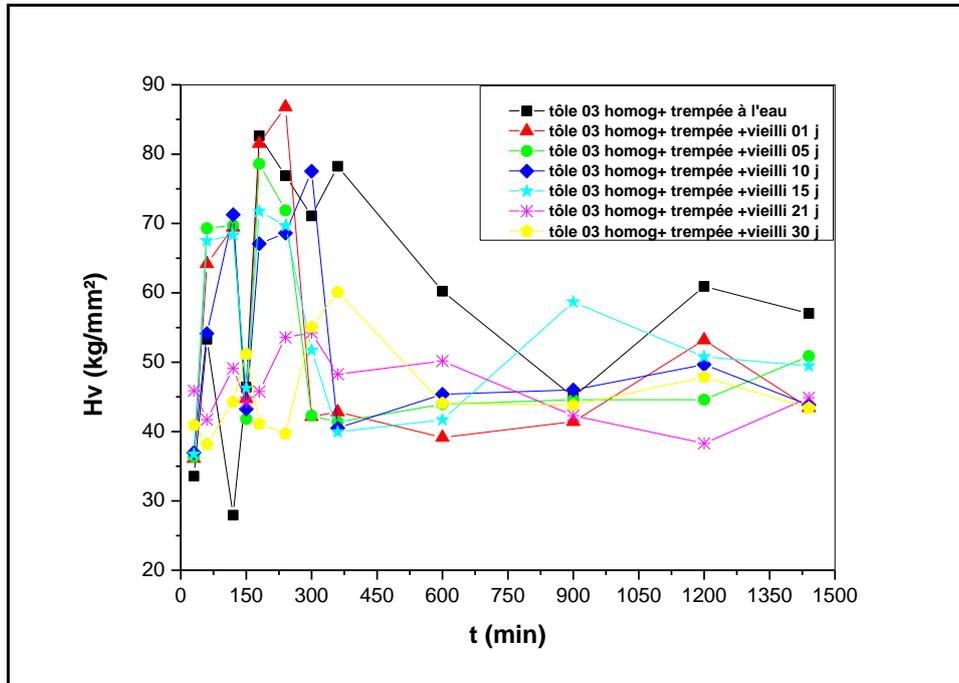
**Figure V.25** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau et ensuite vieillie naturellement pendant 21 jours et puis traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.26 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de maintien à 180°C des échantillons de la tôle 03 homogénéisée 540°C pendant 90 minutes, puis trempée et ensuite maturée pendant 30 jours. On observe de la courbe la présence d'un faible pic aux environs de 150 minutes et qui est probablement dû à la formation des clusters et/ou co-clusters. La diminution observée après est probablement dû à la dissolution partielle de ces derniers. Un autre pic est observé au voisinage de 360 et minutes qui est attribué à la formation de la phase cohérente  $\beta''$  [62, 71]. Après cela, on observe une diminution de la microdureté, ceci est qui attribué a la dissolution partielle da la phase durcissant  $\beta''$ . Ensuite, on remarque une tendance à la stabilisation de la microdureté, ce phénomène est probablement lié à la coalescence des précipités présents [74].



**Figure V.26** Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée à l'eau et ensuite vieillie naturellement pendant 30 jours et enfin traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.27 montre les courbes de la microdureté des différents échantillons de la tôle 03 qui ont subi une maturation pendant différents périodes.



**Figure V.27** Superposition des courbes représentant la variation de microdureté de la tôle 03 homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes, trempée à l'eau ensuite et enfin maturée, ensuite traitée à 180°C pour différents temps de maintien.

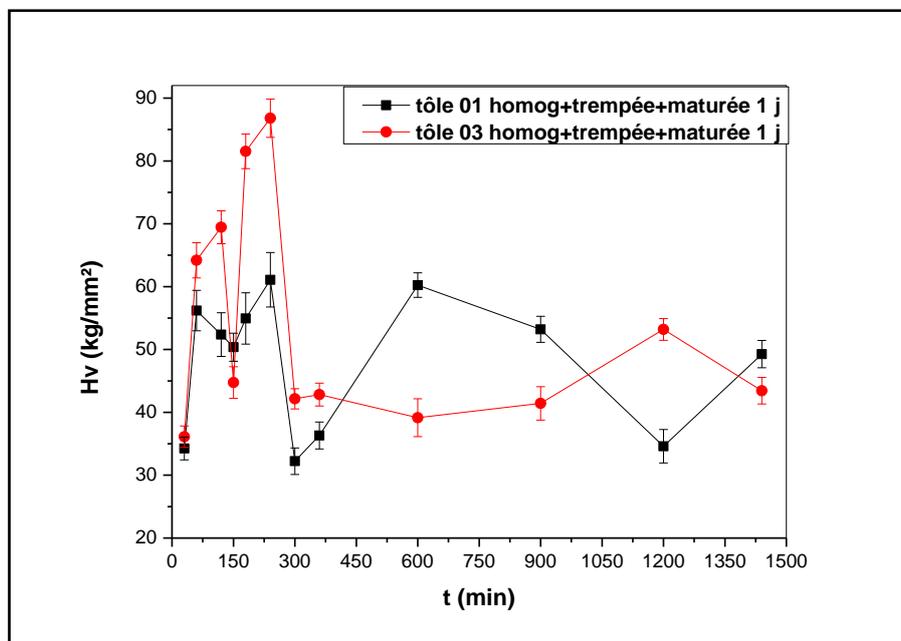
La superposition de ces courbes illustre la différence qui existe entre les courbes de microdureté (figure V.27). On remarque que les courbes de la microdureté des différents échantillons présentent en général une même allure sauf que les valeurs de la microdureté varient d'un échantillon à l'autre en fonction de l'historique thermique de chacun d'entre eux, et aussi au temps de vieillissement naturel (le temps de maturation).

#### V.4.3. Effet de la composition chimique des deux tôles sur la microdureté

Les figures V.28, V.29, V.30, V.31, V.32 et V.33 représentent la superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles 01 et 03, en fonction du temps, homogénéisée à 540°C pendant différentes durées (1, 5, 10, 15, 21 et 30 jours). Suivi d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant de 1 heure à 24 heures. On remarque qu'en général l'allure des courbes de microdureté est pratiquement la même. Les valeurs de microdureté de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01. Comme la tôle 03 contient une

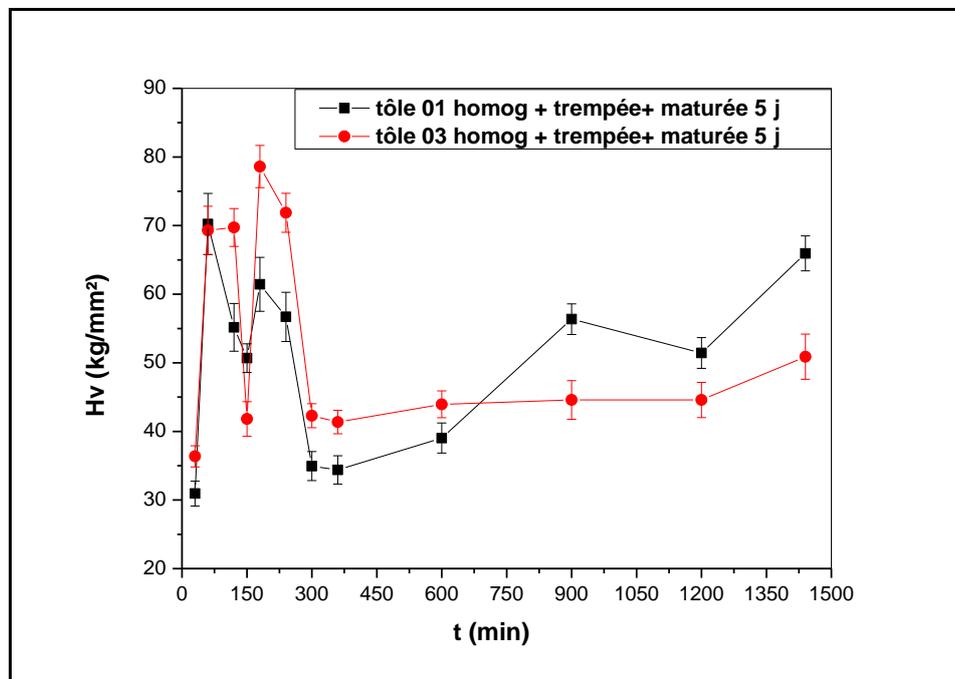
teneur relativement élevée de Si par comparaison à celle de la tôle 01. Il est important de noter que le Si accélère les réactions précipitation.

Figure V.28 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles étudiées en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite maturées pendant une journée. On remarque qu'en général l'allure des courbes de la microdureté est pratiquement la même sauf que les valeurs de la microdureté, d'une manière générale, de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01. Comme la tôle 03 contient un excès de Si par rapport à la tôle 01. Il est clair aussi que le premier pic de la microdureté est décalé vers les temps de maintien élevés, ceci est probablement liée à excès de Si dans la tôle 03.



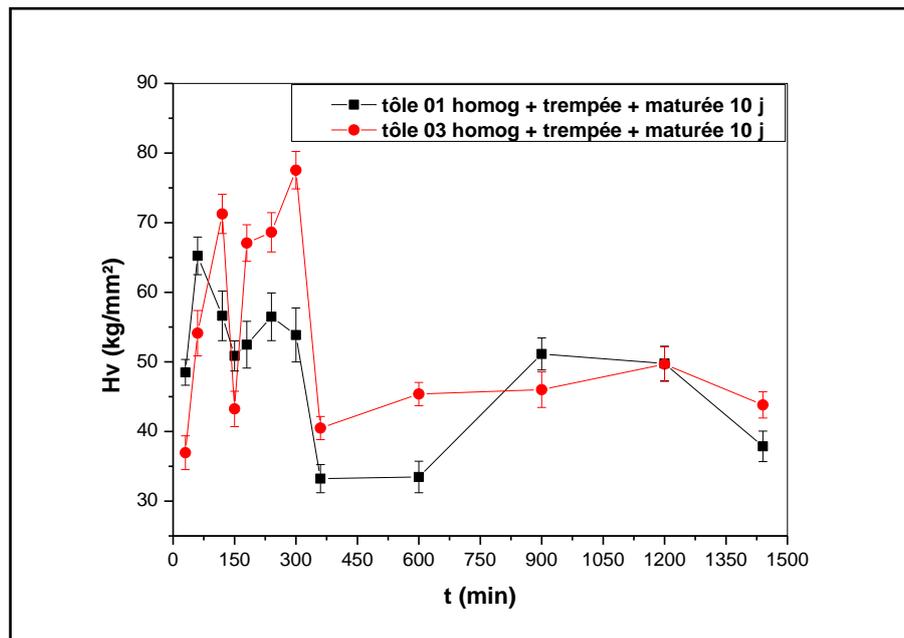
**Figure V.28** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 01 jour et enfin traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.29 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles étudiées en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite mûrées pendant 5 jours. On remarque que l'allure des courbes de microdureté, d'une manière générale, est la même. Les valeurs de la microdureté de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01. Ceci est probablement liée à la teneur élevée de Si dans la tôle 03 par comparaison à celle de la tôle 01. Il est important de noter que la présence de Si en excès accélère la cinétique de la précipitation, mais la formation des particules de Si a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques de l'alliage.



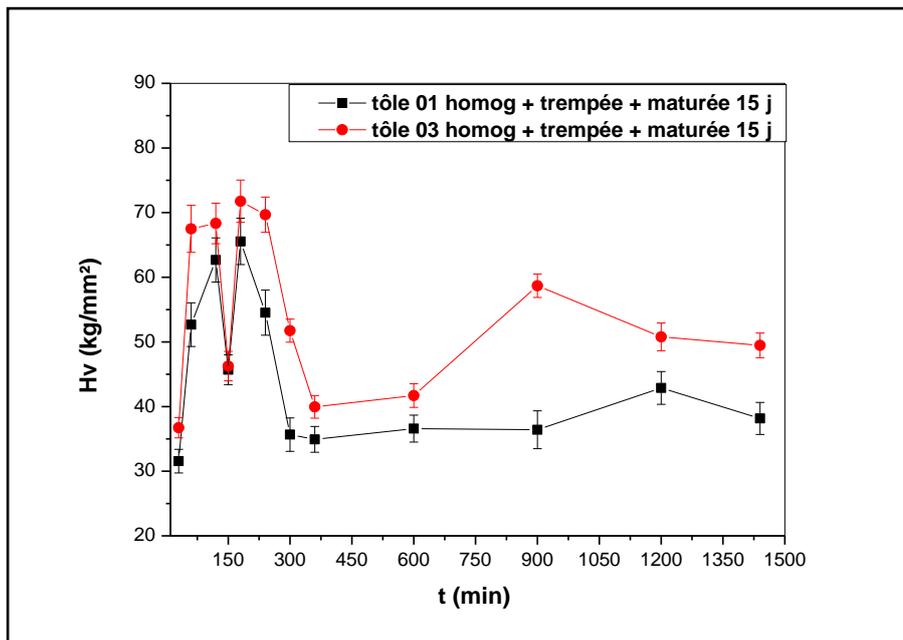
**Fig. V.29** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivies d'une trempe et ensuite vieillies naturellement pendant 05 jours et puis traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.30 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles étudiées en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite maturées, pendant 10 jours. On remarque qu'en général l'allure des courbes de la microdureté, d'une manière générale, reste pratiquement la même. Les valeurs de la microdureté de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01, ainsi que les deux pics de la microdureté sont décalés vers les temps de maintien élevés. Ceci est probablement liée à la teneur relativement élevée de Si dans la tôle 03 par comparaison à celle de la tôle 01.



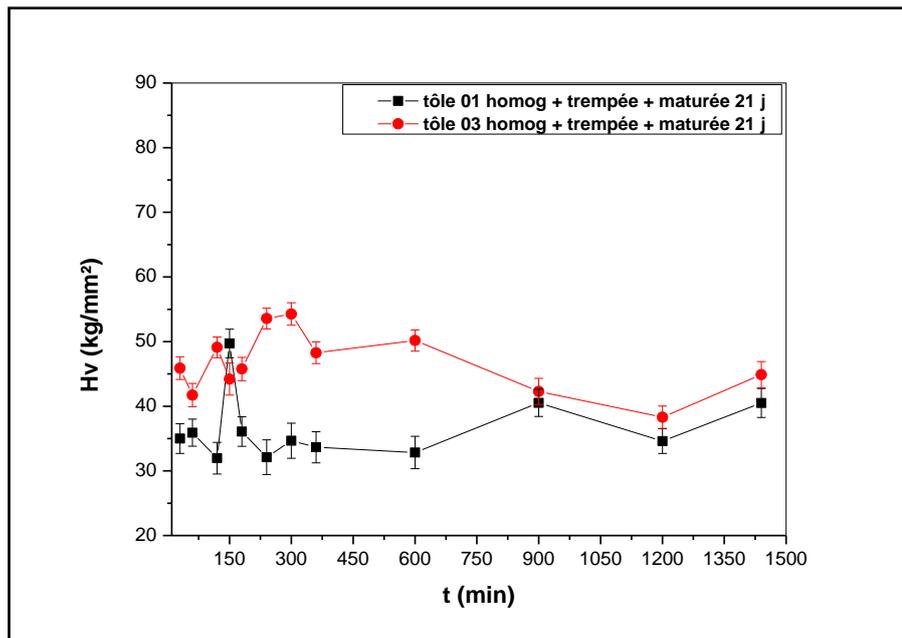
**Figure V.30** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 10 jours et enfin traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.31 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles étudiées, en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite maturées pendant 15 jours. On remarque que l'allure des courbes de la microdureté, d'une manière générale, est pratiquement la même. Les valeurs de la microdureté de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01. Ceci est probablement dû à la présence d'une teneur élevée de Si dans la tôle 03 par comparaison à celle de la tôle 01.



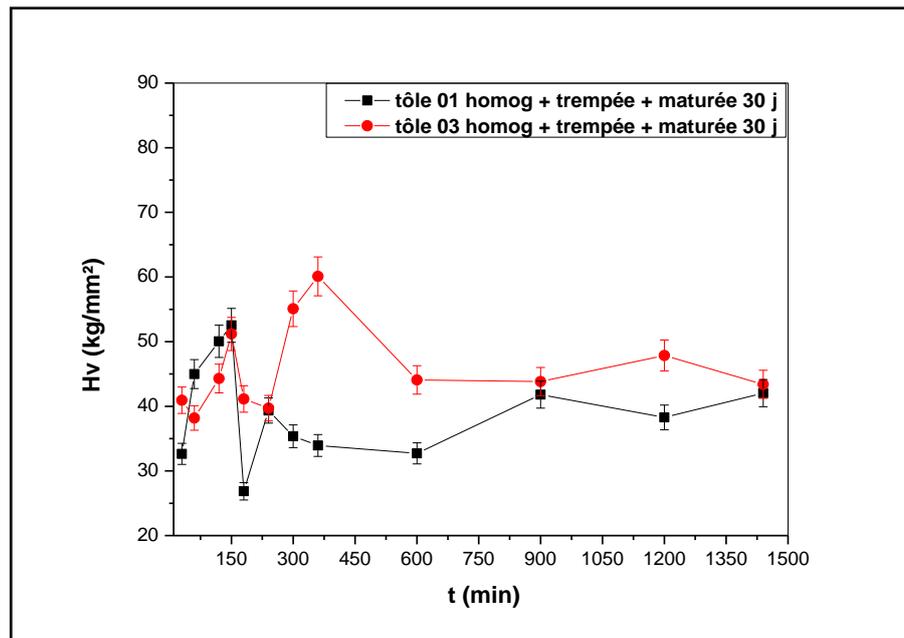
**Figure V.31** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 15 jours et enfin traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

Figure V.32 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles 01 et 03, en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite maturées pendant 21 jours. On remarque que l'allure des courbes de microdureté est pratiquement la même. Les valeurs de la microdureté de la tôle 03 restent toujours supérieures à celles de la tôle 01. Ceci est lié à l'excès de Si dans la tôle 03 par comparaison à la tôle 01.



**Figure V.32** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 21 jours et enfin traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

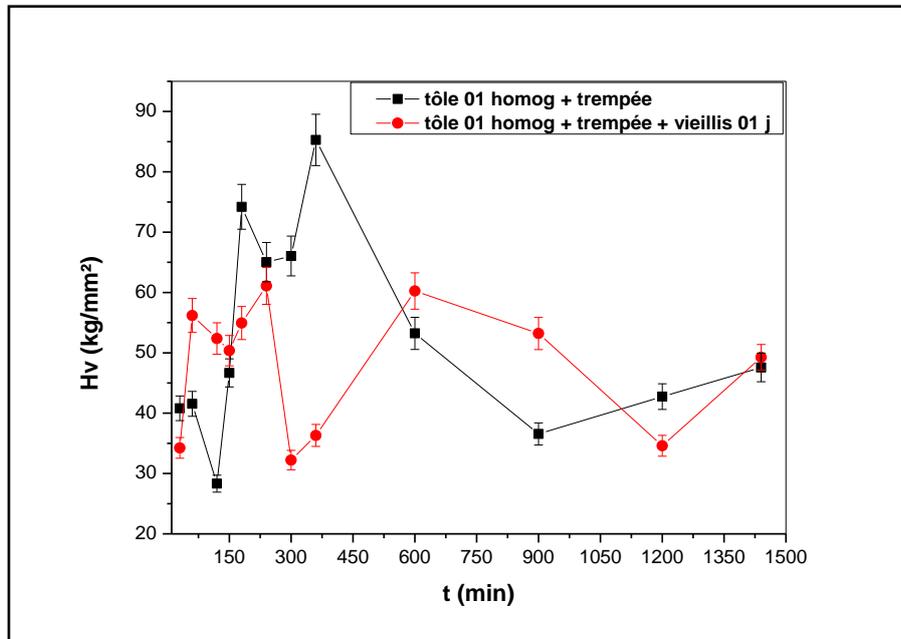
Figure V.33 représente la variation de la microdureté des échantillons des tôles 01 et 03 en fonction du temps de maintien à 180°C, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, puis trempées et ensuite mûrées pendant 30 jours. On remarque que l'allure des courbes de la microdureté apparaît pratiquement la même. Les valeurs de la microdureté de la tôle 03 sont supérieures à celles de la tôle 01, ceci est que la tôle 03 contient une teneur relativement élevée de Si par comparaison à celle de la tôle 01.



**Figure V.33** Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe et ensuite vieillis naturellement pendant 30 jours et puis traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

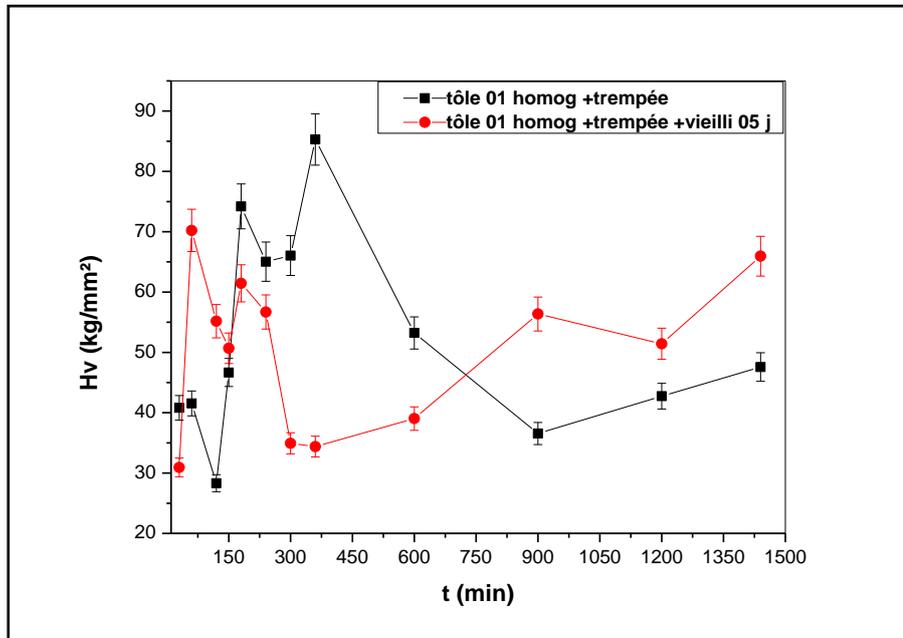
#### V.4.4 Effet du temps de maintien pendant la maturation

La figure V.34, représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 en fonction du temps de maintien lors du traitement artificiel à 180°C. On observe les pics observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage vers les faibles temps de maintien des échantillons vieillis naturellement. Ce phénomène est attribué à l'effet indésirable du vieillissement naturel.



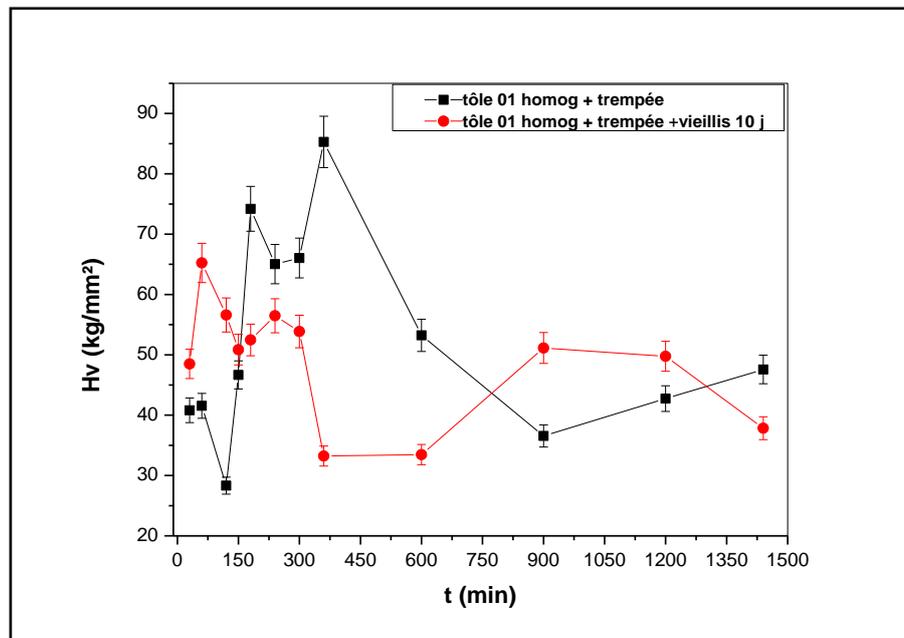
**Figure V.34** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 1 jour et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.35, représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 en fonction du temps de maintien lors du traitement artificiel à 180°C. On observe les pics observés au paravent, sauf qu'il ya un décalage vers les faibles temps de maintien des échantillons vieillis naturellement. Ce phénomène est attribué à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



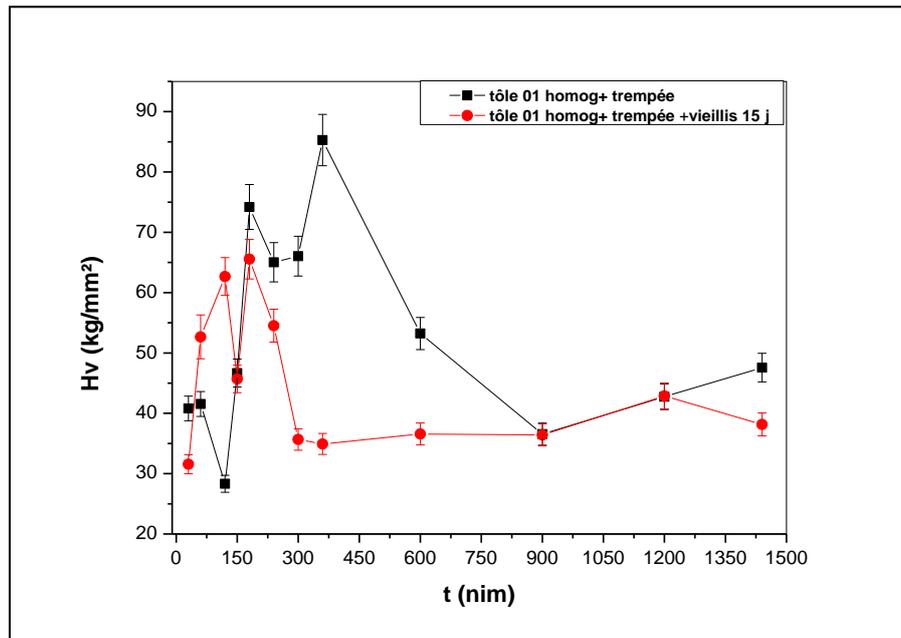
**Figure V.35** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 5 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.36 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage de ces derniers vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est attribué à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques initiales de l'alliage.



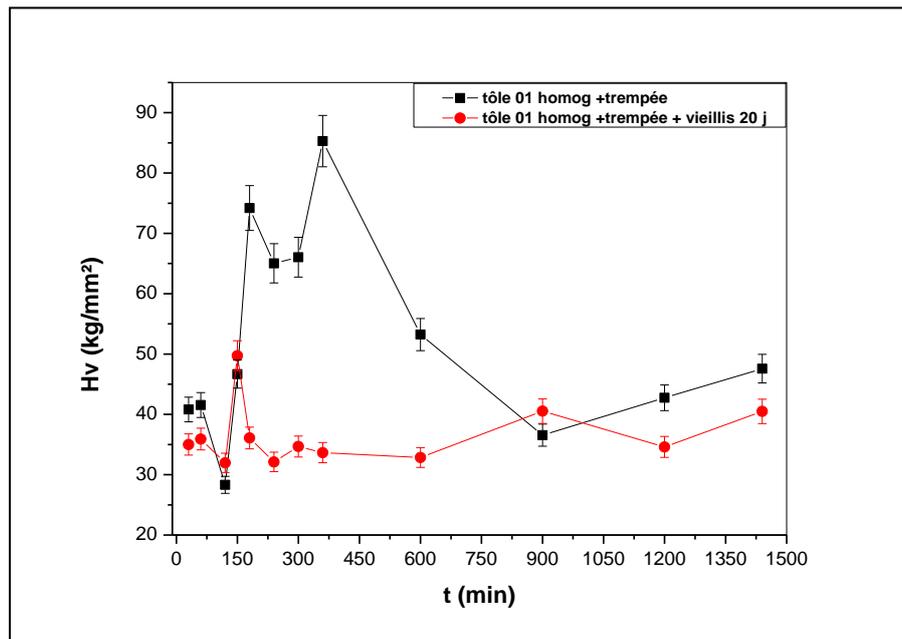
**Figure V.36** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 10 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.37 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



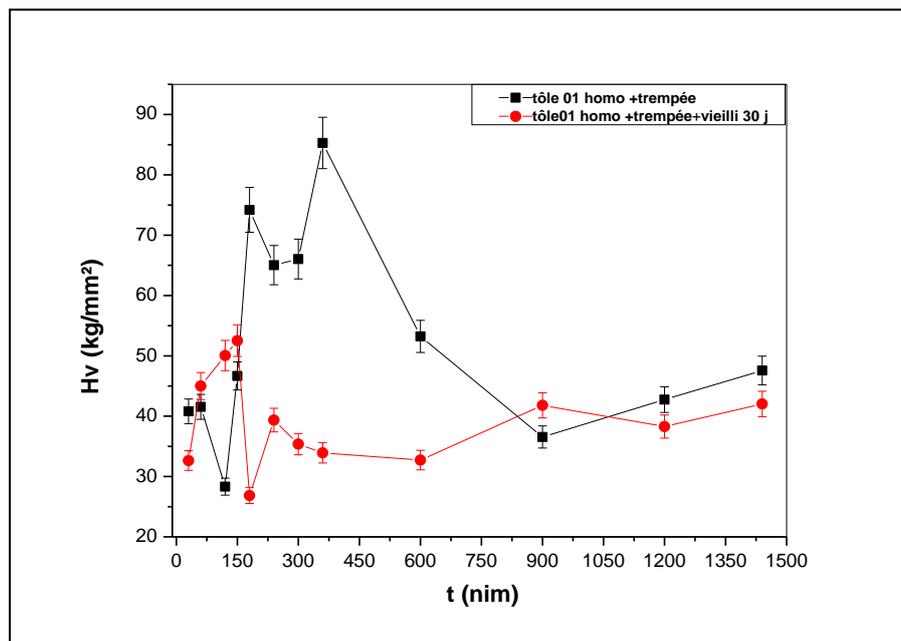
**Figure V.37** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 15 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.38 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de dureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieillie naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur tenue mécanique initiale de l'alliage.



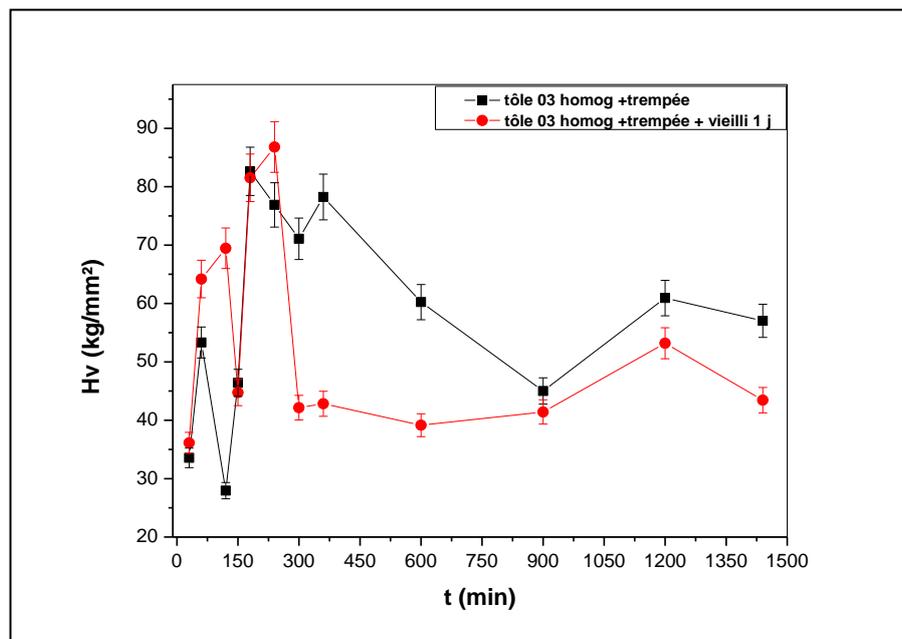
**Figure V.38** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 20 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.39 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 01 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés au paravent, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est lié à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



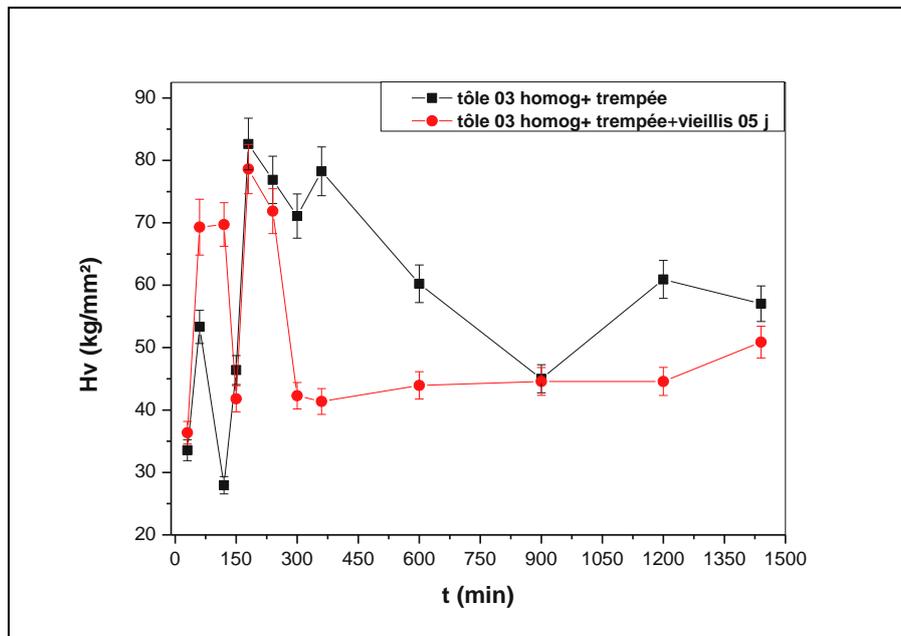
**Figure V.39** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 01, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 30 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.40 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



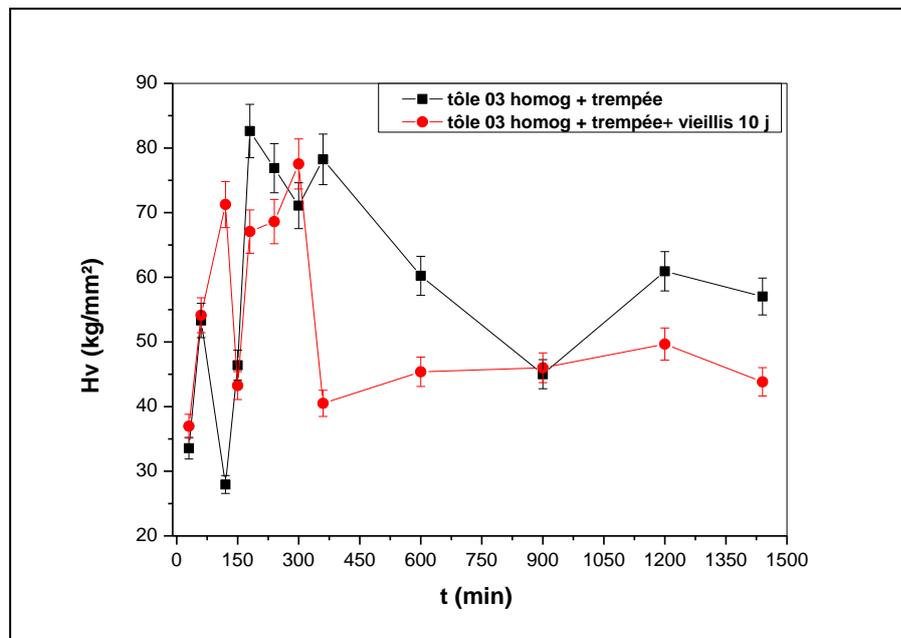
**Figure V.40** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 01 jour et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.40 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques initiales de l'alliage.



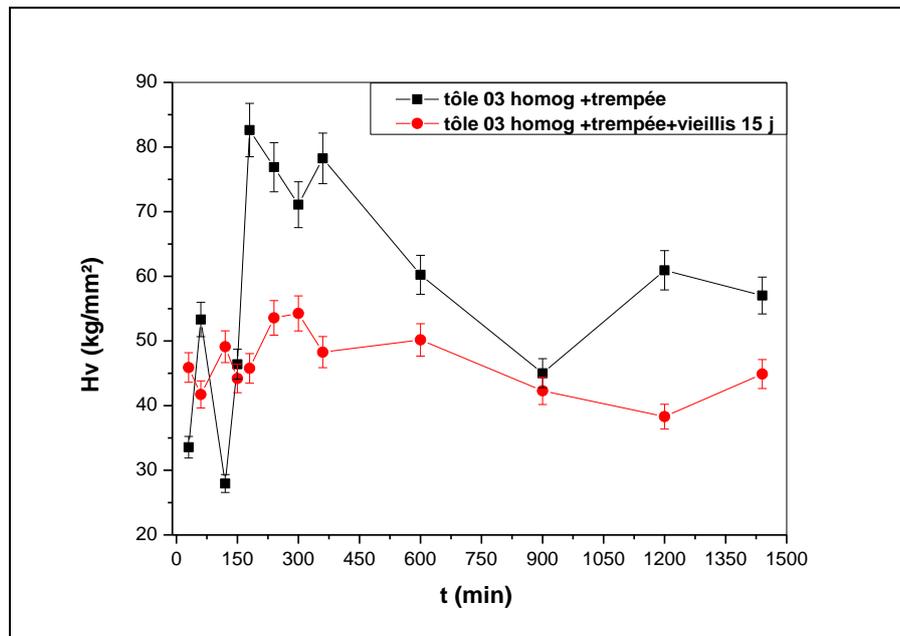
**Figure V.41** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 05 jour et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.42 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est attribué à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



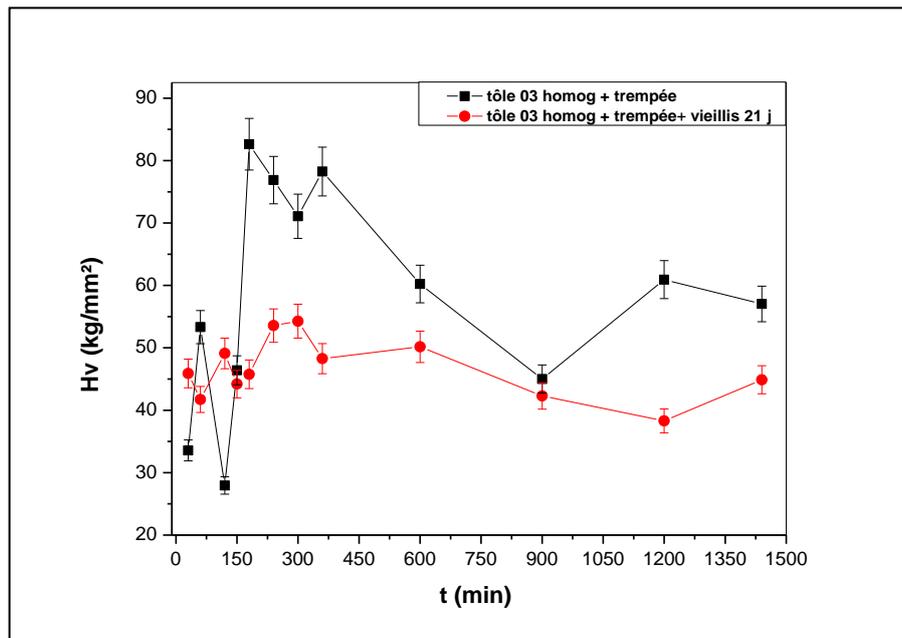
**Figure V.42** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempée avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 10 jour et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.43 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



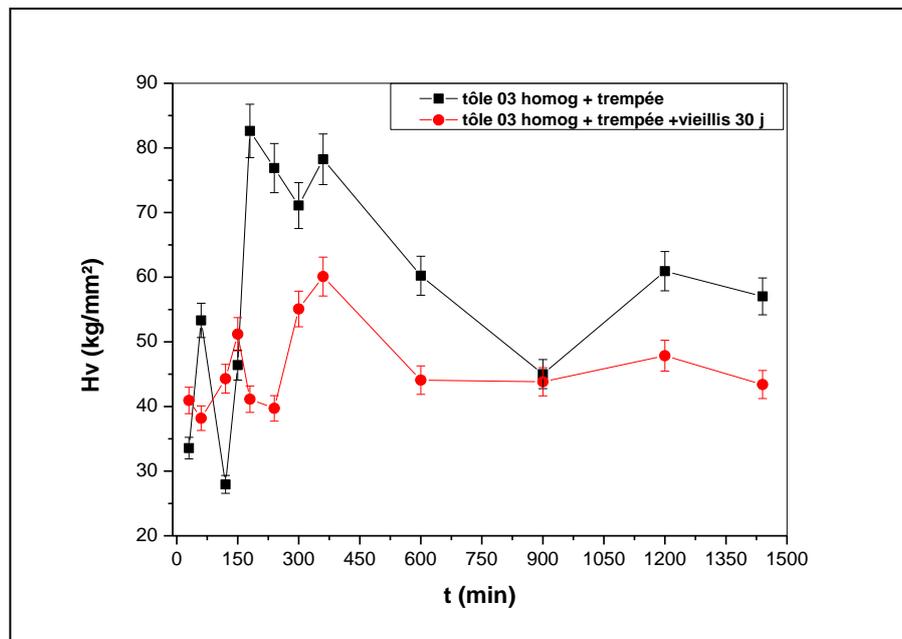
**Figure V.43** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 15 jour et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.44 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques initiales de l'alliage.



**Figure V.44** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 21 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

La figure V.45 représente la variation de la microdureté des échantillons de la tôle 03 traitée artificiellement à 180°C en fonction du temps. On observe les mêmes pics de la microdureté observés auparavant, sauf qu'il y'a un décalage des pics vers les faibles temps de maintien dans le cas de la tôle vieilli naturellement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet indésirable du vieillissement naturel sur la tenue mécanique initiale de l'alliage.



**Figure V.45** Superposition des courbes de variation de la microdureté de la tôle 03, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe avec celle de la tôle qui a subi ensuite un vieillissement naturel pendant 30 jours et enfin les deux séries d'échantillons, ont été traitées à 180°C pour différents temps de maintien.

### Conclusion générale

Ce travail réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif l'effet du vieillissement naturel et artificiel sur les propriétés mécaniques des alliages étudiés. Nous avons utilisé techniques expérimentale, pour compléter cette travail, tels que : la microscopie optique, la diffractions des rayons X, la mesure de la microdureté et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Dans ce travail, notre étude de caractérisation est basée essentiellement sur les traitements thermiques et ensuite mesuré la microdureté. Sur la base des résultats expérimentaux obtenus, on peut conclure :

L'observation au microscope optique montre que les traitements d'homogénéisation donnent une distribution plus au mois uniforme des tâche sombres qui apparie, thermiquement stables.

Les résultats de la diffraction des rayons X, obtenus à partir des échantillons des tôles 01 et 03 l'état brut et à l'état homogénéisé et puis trempé. Montrent que toutes les raies appartenant à la matrice  $\alpha$ -aluminium de structure C.F.C, et non ne révèlent pas la formation des nouvelles phases.

Les résultats des rayons X montre l'existence d'une anisotropie dans les deux tôles étudiés, ceci est dû au laminage subi par ces deux tôles durant le procédé de fabrications.

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) nous a permis de suivre les transformations des différents alliages étudiés :

- ❖ tôle 01 :  $SSS \rightarrow GP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta (Mg_2Si)$ .
- ❖ tôle 03 :  $SSS \rightarrow GP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta (Mg_2Si) + Si$ .

L'excès de Si accéléré la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.

Les résultats obtenus par la mesure de la microdureté montrent que les valeurs de la microdureté dans le cas de la tôle 03 par comparaison sont pratiquement supérieures à celles de la tôle 01. Ceci est lié à la teneur relativement élevée de Si dans la tôle. Autrement leurs la tôle contenant un excès de Si présente une tenue mécanique élevée par rapporte au dernière tôle.

Le vieillissement naturel des deux tôles étudiées a un effet néfaste sur les propriétés mécanique du fait que le durcissement initial attribué à la formation des zones G.P n'est pas observé.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

### Références Bibliographiques

- [1] K. T. Kashyapand, T. Chadrahekar, Bull.nMater. Sci, 24-4, 345-350, (2001).
- [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, 2392-2395, (2002).
- [4]V. Laaksonen, D. W. Talanquer, Nucleation measurements theory and tomspharic application Annu. Rev. Phys. Chim, 46, 489-494, (1995).
- [5] E. Hornbgen, Nucleation; M. Becker, 309, Inc New-york, (1969).
- [6] J. Barralis, G. Maeder, Metallurgies Tome 1, ed communication actives, 242, (1982).
- [7] A. Azizi, These de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie, (2012).
- [8] C. Cayron, Thèse de Doctorat, Ecole polytechniques, Lausanne, (2000).
- [9] G. Murry, livre de Métallurgie des Alliages, 2<sup>e</sup> Edition, ph/Meta 199-3 (2004)
- [10] K. Boulemzaoud. Mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie, (2012).
- [11] Y. Ohmori, L. C. Doan, Y. Matsuda, S. Kobayashi, K. Naki, Mater. Trans., 42(12), 2476-2583, (2001).
- [12] R. Guemini. Mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie, (1981).
- [13] T. Abid, Thèse Doctorat, Université Constantine 1, Algérie, (2014).
- [14] F. Serradj, Mémoire de Magister, Université de Constantine, Algérie, (2005).
- [15] D. M. Laughlin and W. F. Miao, journal of Materials Science Letters, 21, 320-329, (2001).
- [16] I. R. Harris, P. C. Varley, Factors Influencing Drittleness in AlMgSi Alloys, j. I. Metals, 82, 379-393, (1953-1954).
- [17] S. K. Panigrahi, R. Jayaganthan et V. Pancholi, M.Gupta, Master. Chem.phys. Vol 122, PP. 188-193, (2010).
- [18] T. Abid, A. Boubarthakh et S.Hamamda, J. Allo.Comp., Vol 490, PP. 166-169, (2010).
- [19] R. Develay. Traitements thermiques des allaiages d'Aluminium, Doc. M 1290,les techniques de l'ingénieur (1991).
- [20] C. Cayron, Thèse de Doctorat, Ecole polytechniques, Lausanne, (2000).
- [21] L. C. Doan, K. Nakai, Y. Mastuura, S. Kobayashi, Y. Ohmori, Mater. Trans, 34(6), 1371-1380, (2002).
- [22] D. J. Chakrabarti, B. K. Cheong, D. E. Laughlin, Automotive Alloys II , Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, ed. Subodh K. Das, 27-44, Warrendale, (1998).
- [23] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat, Phil. Mag., 79(11), 2833- 2851, (1999).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [24] M. Murayama, K. Hono, D. E. Laughlin, *Met. Mater. Trans*, 32(A), 239-246, (2001).
- [25] F. Serradj, These Doctorat, Université Constantine 1, Algérie, (2014).
- [26] R. Guemini. These Doctoat, Université Mentouri Constantine, Algérie, (2002)
- [27] C. Cayron, P. A. Buffat, *Acta. Mater*, 48, 2639-2653, (2000).
- [28] D. J. Chakrabarti, Y. Peng, D. E. Laughlin, *Mater. Sci. Forum*, 396-402, 857-862, (2002).
- [29] S. M. Hirth, G. J. Marshall, S. A. Court, D. J. Lloyd, *Mater. Sci. Eng. A*, 329-321, 452-456, (2001).
- [30] A. Fattah, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temp - High Press*, 31, 613- 625, (1999).
- [31] Q. Lou, D. G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, *Acta. Metall. Mater*, 41(3), 769-797, (1993).
- [32] R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans JIM*, 39(3), 353-364, (1998).
- [33] X. Wang, W. J. Poole, S. Esmaili, D. J. Lloyd, J. D. Embury, *Met. Mater. Trans*, 34(A), 2913-2918, (2003).
- [34] Y. Aoubdia, Thèse doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2011).
- [35] S. Esmaili, D. J. Lloyd. W. J. Poole, *Acta. Mater.*, 51, 3467-3481, (2003).
- [36] F. Dimier, Thèse Doctorat, L'école nationale supérieure Des Mines, Paris, (2003).
- [37] D. E. Laughlin, W. F. Miao, L. M. Karabin, D. J. Chakrabarti, *Automotive Alloys II*, Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, ed. Subodh K. Das, 63-80, Wrendale, (1998).
- [38] G. A. Edwards, K. Stillep, G. L. Dunlop, M. J. Couper, *Acta. Mater.*, 46(11), 3893-3940, (1998).
- [39] M. Stipcich, A. Cuniberti, V. Nosedo Grau. *Journal of Alloy and Compounds* 542-248-252, (2012).
- [40] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, *Mater. Sci. Eng.A*, 390, 127-138, (2005).
- [41] W. F. Miao, D. E. Laughlin, *J. Mater. Sci. Lett.*, 19, 201-203, (2000).
- [42] D. Vaumousse, A. Cerezo, P. J. Warren, S. A. Court, *Mater. Sci. Forum*, 396- 402, 693-998, (2002).
- [43] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, A. Kamio ;*Scripta Meter*, 34(11), 1797-1802, (1996).
- [44] X. Wang, W. J. Poole, S. Esmaili, D. J. Lloyd, J. D. Embury, *Met. Mater .Trans*, 34(A), 2913-2918, (2003).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [45] P. M. Derlet, S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, *J. Phys. Condensed Matter*, 14, 4011-4024, (2002).
- [46] R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans. JIM*, 39(3), 353-364, (1998).
- [47] A. K. Jena, A. K. Gupta, M. C. Chaturvedi, *Acta. Metall.*, 37(3), 885-895, (1989).
- [48] S. Young, P. Sang, B. L. Nack, J. Kim, *Mater. Trans.*, 44(12), 2617-2624, (2003).
- [49] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum*, 396-402, 941-946, (2002).
- [50] Y. Murakami, *Aluminium-Base Alloys in Materials Science and Technology, Vol.8: Structure and Properties of Nanoferrous Alloys*, Eds .R.w.Cahn, P.Haasen, E.J.Karem. Weinheim:VCH, (1996).
- [51] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Tlbot, *Métallurgie générale*, Masson et Cie, 325-332, Paris, (1969).
- [52] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, S. Ikeno, *Mater. Sci. Forum*, 396-402, 941-946, (2002).
- [53] J. P. Lynch, L. M. Brown, M. H. Jacobs, *Acta Metall.*, 30, 1389-1395, (1982).
- [54] Y. Aouabdia, *Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine, Algérie*, (2005).
- [55] S. Esmaili, X. Wang, D. J. Lloyd, W. J. Poole, *Met. Mater. Trans.*, 34(A), 751-762, (2003).
- [56] R. J. Livak, *Mater. Trans*, 13(A), 1318-1321, (1982).
- [57] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, Y. Uetani, S. Ikeno, *Mater. Trans.*, 43(11), 2789-2795, (2002).
- [58] A. K. Gupta, A. K. Jean, M. C. Chaturvedi, *Scripta Metall.*, 221, 369-371, (1988).
- [59] Y. Aoubdia, *Thèse Doctorat, Université de Constantine, Algérie*, (2011).
- [60] K. Matsuda, S. Tada, S. Ikeno, T. Sato ;*Scripta Metall*, 32, 1175-1180, (1995).
- [61] K. Matsuda, T. Kawabata, Y. Uetani, T. Sato, S. Ikeno; *Scripta Mater*, 47, 467, (2002).
- [62] H. Zhong, P. Rometsch, Y. Estrin, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 24-2174-2178. (2014).
- [63] D. J. Chakrabartin, D. E. Laughlin, *Progr. in Mater. Sci.* 49, 389-410, (2004).
- [64] J. E. Janse, L. Zhuang, J. Mooi, P. De Smet; *Mater. Sci. Forum*, 396, 607-612, (2002).
- [65] S. Esmaili, D. J. Lloyd; *Scripta Mater*, 50, 155-158, (2004).
- [66] A. Somoza, M.P. Petkov, K.G. Lynn, A. Dupasquier, *Phys. Rev. B*, 65, 94-107, (2002).
- [67] A. Perovic, D. D. Perovic, G. C. Weatherly, D. J. Lloyyd, *Scripta Mater*, 41(7), 703-708, (1999).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [68] K. Kido, K. Matsuda, T. Kawabata, T. Sato, S. Ikeno, Mater. Sci. Forum, 396-402, 953-958, (2002).
- [69] D. J. Chakrabartin, Y. Peng, D. E. Laughlin, Mater. Sci. Forum, 396, 857-862, (2002).
- [70] T. Epicier, V. Massardier, P. Merle, Inst. Phys. Conf. Ser, 161, 6, (1999).
- [71] A. Chahdane, Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine, Algérie, (2012).
- [72] A. Bigot, Thèse de doctorat, Université de Rouen (1998).
- [73] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio et S. Ikeno, Mater. Sci, Forum, 217-222(11), p.707 (1996).
- [74] S. Mecheri, Mémoire de Magister, université Mentouri Constantine, Algérie, (2008).

## ملخص

في إطار هذا العمل المنجز اعتمدنا دراسة سبيكة ألمنيوم- مغنيزيوم - سليسيوم المعروفة أيضا بسبائك السلسلة 6xxx التي لها فائدة كبيرة في عدة قطاعات ومجالات صناعية أهمها صناعة السيارات و الملاحة الجوية. الهدف من هذا البحث دراسة التحولات الطورية وتأثير عامل التقادم الطبيعي والاصطناعي على الخواص الميكانيكية في سبائك الألمنيوم المدروسة.

لمعرفة خواص ومميزات هذه السبائك قمنا باستعمال عدة طرق تجريبية منها، حيود الأشعة السينية، المجهر الضوئي، قياس الصلادة وأخيرا الماسح الحراري التفاضلي.

إن الدراسة بواسطة المجهر الضوئي سمحت لنا بمشاهدة البنية الحبيبية والتي تظهر وجود ترسبات تتحمل الحرارة و تؤكد الدور الايجابي لإضافة السليسيوم الذي يحسن الخواص الميكانيكية في السبيكة.

إن حيود الأشعة السينية لم تبد أي تأثير يدل على وجود طور إضافي إلى جانب طور الألمنيوم الأم وان وجد طور آخر فان هذه التقنية لا تحس به لان كميته صغيرة.

اعتمادا على نتائج الصلادة قد تبين انه بإضافة السليسيوم تتحسن الخواص الميكانيكية للسبيكة.

إن الدراسة بواسطة التحليل الحراري سمحت لنا بمعرفة التحولات الطورية.

**الكلمات الدالة:** سبائك ألمنيوم، مغنيزيوم، سليسيوم، الترسبات، التقادم الطبيعي والاصطناعي، صناعة السيارات.

## Résumé

Les alliages d'aluminium et particulièrement les alliages Al-Si-Mg (série 6xxx) ont un intérêt grandissant. En effet, l'ensemble des travaux réalisés à ce jour ont trouvé un impact dans l'industrie automobile mais aussi l'aéronautique. De plus les besoins engendrés par la croissance industrielle ne peuvent s'abstenir d'une étroite collaboration avec la recherche.

La présente étude concerne les réactions de transformation de phase et l'effet du vieillissement naturel mais aussi artificiel sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Mg. Ainsi nos échantillons ont été caractérisés par différentes techniques expérimentales: microscopie optique, diffractions des rayons X, micro-dureté et calorimétrie différentielle à balayage.

La caractérisation structurale par microscopie optique révèle une présence importante de précipité thermiquement stable. Les spectres obtenus par diffraction des rayons X ne révèlent pas de nouvelles phases et ceci peut être expliqué par la fraction volumique faible de ces dernières. Cependant, nous avons mis en évidence la présence d'une texture due au laminage des deux tôles étudiés. Les essais de micro-dureté montrent qu'un excès de Si améliore les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Mg. Enfin, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage nous a permis de mettre en évidence les transformations de phases de la séquence de précipitation dans les alliages étudiés.

**Mots clés:** alliages Al- Si-Mg, DSC, précipitation, vieillissement, industrie automobile.