

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur

Université 8 mai 1945 Guelma

Faculté des Mathématiques et de l'Informatique et des Sciences de la Matière

Département des Sciences de la Matière

Mémoire de fin d'études

Master



Spécialité : Physique de la Matière Condensée

Présenté par :

IMANE MERRAS

Quantification par DSC de l'évolution des phases métastables dans un

Alliage Al-Mg-Si

Sous la Direction de :

Dr : DAOUDI Mourad

Juillet 2021

Remerciement

”Al hamdoulah”. Je remercie tout d’abord le grand puissant. Dieu qui m’a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

Ce travail a été effectué au sein du "Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides" (LM2S) de l’université Badji Mokhtar-Annaba sous la direction de monsieur DAOUDI Mourad, docteur au département des Sciences de la matière de la Faculté des mathématiques, de l’informatique et des sciences de la matière de l’université de Guelma.

Je voudrais remercier Madame la professeur Madame ALLEG Safia Directrice du laboratoire LM2S ainsi que monsieur TRIKI Abdelhafid, professeur au département de physique de l’université d’Annaba. Je les remercie pour m’avoir accueilli au sein du laboratoire et de leurs équipes de recherche. Je leurs exprime toute ma gratitude pour le partage de leurs connaissances, leurs conseils et leurs enthousiasme.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres de jury, pour avoir accepté de participer à l’évaluation de mon mémoire

Enfin, je tiens à exprimer ma gratitude à mes amis Rahma, Romayssa, Zahra, Rania, Fares. Du Laboratoire de magnétisme et spectroscopie des solides (LM2S) et surtout à Mr Khamaci Foued ingénieur du même laboratoire.

Dédicace

Au nom de dieu le clément et le miséricordieux et en termes
d'amour et de fidélité, je dédie ce présent mémoire :

A la personne la plus précieuse et plus chère à mon cœur :

Ma Mère

QUE DIEU LES PROTEGE

Ma sœur : Hora

Mon frère : Abdallah

À mes tantes : Sabrina, Nadia, Warda, Noura

A mon chère professeure Chihaoui Yamina

A toute la famille : Bouchmella

Qui m'ont entourée et soutenue

Pour leur affection, leur soutien et leur compréhension qu'ils

M'ont prodiguée durant toutes ces années de dur labeur.

A mes amies Khaoula et Asma et à tous ceux qui ont collaboré de près ou de loin au bon
déroulement de ce modeste travail corroboré par ce mémoire

Liste des figures

N°	Légende	Page
I.1	Diagramme d'équilibre binaire <i>Al – Si</i>	06
I.2	Diagramme de phases du système binaires <i>Al – Mg</i>	06
I.3	Partie du diagramme d'équilibre <i>Al – Mg₂Si</i> . Coupe pseudo binaire.	06
I.4	Courbe DSC représente la séquence de précipitation d'alliage Al-Mg-Si.	08
II.1	Morceau du matériau découpé dans lingot.	13
II.2	Micro-tronçonneuse utilisée, de marque Micracut 151	14
II.3	Echantillon parallélépipédique prêt pour le polissage	14
II.4	Four tubulaire type Nabertherm utilisé pour les traitements thermiques.	15
II.5	Schéma illustrant un traitement d'homogénéisation et la trempe.	15
II.6	Polisseuse utilisée	16
II.7	Schéma représentant le dispositif du polissage électrolytique.	17
II.8	DSC utilisée de type LABSYS Evo de marque Setaram utilisée.	18
II.9	Schéma représentant les étapes du programme de l'analyse DSC.	19
II.10	Microscope électronique à balayage (MEB) de marque TESCAN VAGA3 utilisé.	20
III. 1	Courbe DSC de l'état T_1 , obtenue à une vitesse de 10°C/min	22
III.2.	Courbe DSC obtenue à 10°C/min tracée en tenant compte de sa ligne de base. Etat T_1 .	23
III.3	Micrographies obtenue par MEB après polissage électrolytique. a) Etat T_1 b) Etat T_2 .	25
III.4	Micrographies MEB. a) Image montrant des précipités inter et intra-granulaires de différentes tailles et formes. Etat T_1 . Image obtenue par électrons secondaires (SE) à partir de la plage montrée sur la figure III.1a. b) Image montrant la zone A de la figure précédente agrandie. Etat T_1 . Image montrant la microstructure de l'état T_2 . Exemple d'un spectre d'analyse ponctuelle sur un précipité.	26
III.5	Analyse cartographique chimique. A. Image MEB en BSE du précipité à analyser. B. Image montrant la répartition de l'aluminium. C. Image montrant la répartition du magnésium. D. Image montrant la répartition du fer. E. Image montrant la répartition du silicium.	27
III.6	Exemple d'un spectre d'analyse ponctuelle sur un précipité	28
III.7	COURBE DSC obtenues pour les échantillons ayant subies les traitements thermiques T_x .	29
III.8	Courbes (T_x, T_i) , (T_x, T_f) et (T_x, T_p) relatifs au <i>PicB</i>	31
III.9	La variation de la quantité de phase formée en fonction des traitements T_x .	31
III.10	Fit mathématique de la courbe expérimentale présentant la quantité de la phase transformée en fonction des traitements T_x .	33

Liste des tableaux

N°	Légende	Page
I.1	Structures cristallographiques de la phase β''	07
I.2	Structures cristallographiques de la phase β'	07
I.3	Caractéristiques cristallographiques et morphologiques des différentes phases métastables d'après Matsuda et al.	09
I.4	Classification des différents alliages d'aluminium corroyés et les phases d'équilibre	10
I.5	Différents alliages d'aluminium de fonderie	10
II.1	Composition chimique de l'alliage utilisé	13
III.1	Détermination des pics en fonction de la température	24
III.2	Analyse quantitative atomique (at. %) des précipités	28
III.3	Détermination des températures T_i , T_f et T_p du <i>PicB</i> en fonction de la température de traitement T_x	30

Table des matières :

Remerciement

Dédicace

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....01

N°	Chapitre I: l'aluminium et ses alliages	Page
I.1	introduction	04
I.2	L'aluminium et ses alliages	04
I.3	alliage à base d'aluminium et influence des éléments d'addition	04
I.4	la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	06
I.4.1	Phases apparaissant lors de la cinétique de précipitation	06
I.4.2	influence des éléments d'additions sur la cinétique de précipitation	08
I.5	classification des alliages d'aluminium en série	09
I.5.1	Les alliages de corroyés	09
I.5.2	Les alliages de fonderie	10
I.6	Traitement thermique applique aux alliages d'aluminium	11
I.6.1	Définition	11
I.6.2	Les traitements thermiques	11
I.6.3	Traitement d'homogénéisation	11

N°	Chapitre II: matériaux et méthode expérimentale	Page
II.1	matériaux étudiés	13
II.1.1	Composition chimique	13
II.1.2	Préparation des échantillons	14
II.1.2.1	Découpage	14

II.1.2.2	Traitements thermiques utilisés	15
II.1.2.3	Polissage mécanique	16
II.1.2.4	Polissage électrolytique	16
II.1.2.5	L'attaque chimique	17
II.2	Techniques expérimentales utilisées	18
II.2.1	Calorimétrie différentielle à Balayage DSC	18
II.2.1.1	Généralité sur la DSC	18
II.2.1.2	Protocole utilisé pour les mesures en DSC	19
II.2.2	Microscope électronique à balayage MEB	20

N°	Chapitre III : Résultats et Discussion	Page
III.1	introduction	22
III.2	Étude de la cinétique de précipitation après homogénéisation	22
III.3	Étude de la microstructure par le MEB	24

Conclusion générale.....	34
Référence	/35
Résumé	38
Annexe	41

Introduction générale :

Les matériaux qu'on utilise dans l'industrie obéissent à certaines conditions. On peut citer: leurs disponibilités et leurs couts. En ces temps difficiles pour l'humanité (crise économique, pandémie, ...) une autre condition est prise en considération : c'est la condition environnementale.

Comme l'aluminium est considéré comme l'un des matériaux les plus demandés dans l'industrie et dans l'utilisation quotidienne de l'homme, il ne peut pas se dérober à ces conditions.

L'aluminium pur qui se distingue par une bonne conductivité électrique et thermique est trop imparfait pour la plupart des applications métalliques structurales dures et légères. Pour cela il est fréquemment utilisé comme matériau de base à des alliages. Il se combine avec un ou plusieurs éléments d'additions, ce qui lui permet d'améliorer ses propriétés microstructurales et mécaniques.

Il est donc naturel de voir ces alliages d'aluminium largement utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique du fait de leur bon compromis densité/propriétés.

Ce mémoire a été réalisé dans le but d'apporter un petit plus à la compréhension de la cinétique de précipitation des alliages Al-Mg-Si. Malgré le nombre incalculable d'études qui a été consacrées à la cinétique de précipitation plusieurs points d'ombre restent encore mal ou très peu expliqués. La cinétique de précipitation la plus largement connue est la suivante :

SSS → amas individuels de Mg et de Si → Co-amas (Mg, Si) → Zones GP → β'' → $\beta' \rightarrow \beta$

Les phases β'' et β' sont des phases métastables tandis que la phase β représente la phase d'équilibre de formule Mg_2Si .

L'objectif essentiel de ce travail est de voir pour une nuance de l'alliage Al-Mg-Si, si le pic obtenu par DSC correspond bien à deux phases métastables (β'' et β') comme il a été avancé par certains auteurs ou bien à une seule phase (?).

Beaucoup d'auteurs ont noté le fait que l'addition d'éléments comme le Cu et le Si modifie et accélère la cinétique de précipitation des phases métastables.

Pour atteindre cet objectif, le matériau sujet de notre travail a subi plusieurs traitements thermiques qui ont permis de suivre l'évolution des phases métastables. Le suivi de ces phases métastables a été effectué en utilisant différentes techniques de caractérisation telle que l'analyse colorimétrique différentielle à balayage (DSC) et le microscope électronique à balayage (MEB).

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire LM2S (Laboratoire du Magnétisme et de la Spectroscopie du Solide) de l'université de Badji Mokhtar – Annaba.

Ce présent mémoire est organisé comme suit :

Avant de présenter le premier chapitre ; qui est une revue bibliographique sur les alliages d'aluminium, nous avons commencé par introduire notre travail.

Dans le deuxième chapitre on présente l'alliage étudié et les techniques de caractérisations utilisées.

Le dernier chapitre englobe les résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations.

Le mémoire est clôturé par une conclusion ainsi que des perspectives de travail.

Les principaux résultats obtenus ont fait l'objet d'une communication orale, présentée par Mr ALLOUI Fares, au GECAT 2021, Young Researchers Workshop.

Chapitre I : L'aluminium et Ses Alliages

I.1 Introduction :

L'aluminium est un élément très abondant, on l'utilise grâce à sa légèreté et sa conductivité électrique et thermique.

L'aluminium pur est mou et fragile et donc facilement déformable, c'est pour cela qu'on l'utilise en lui rajoutant de petites quantités d'éléments étrangers. On l'utilise donc sous formes d'alliages puisqu'ils ont de meilleures propriétés mécaniques. Ces alliages occupent un rôle très important dans l'industrie. Ils sont largement employés dans les transports (automobile, avion, camion, trains, bateaux...) et dans l'emballage surtout alimentaire (boîtes de conserve, papier aluminium...).

Vu la demande croissante sur ces alliages, l'aluminium aujourd'hui est essentiellement issue de la récupération.

I.2 L'aluminium et ses alliages :

L'aluminium est un métal blanc argenté, ductile et très malléable [1]. Classé dans le troisième groupe du tableau de Mendeleïev.

Son nombre atomique est 13, sa masse atomique est 26.98, et la température de fusion 660°C. Il se cristallise dans le système cubique à face centrée. Avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est $2.7 \text{ cm}^3/\text{Kg}$. son coefficient de dilatation thermique linéaire est l'ordre $23 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, son module de Young de 6600 bars [2].

Les propriétés mécaniques de l'aluminium sont améliorées essentiellement par écrouissage, traitement thermique ou addition d'élément d'alliage.

I.3 Alliages à base d'aluminium et influence des éléments d'addition

Pour améliorer les propriétés donc de l'aluminium, on rajoute des éléments chimiques tel que : Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Zn ... etc. Ces éléments peuvent être dans cet alliage en solution solide et/ou former des précipités [2]. Ces alliages peuvent être classés en deux catégories [2] ou en séries :

- ✓ Les alliages non trempant correspondant aux séries 1000, 3000, et 5000 ce sont des alliages sans durcissement structural.

- ✓ Les alliages trempant correspondant aux séries 2000, 6000 et 7000, ce sont des alliages à durcissement structural.

Les propriétés mécaniques de ces alliages peuvent être améliorées en faisant appel à certaines méthodes appropriées pour chaque classe de l'alliage.

Pour les alliages non trempant, trois méthodes d'amélioration des propriétés mécanique existent : le durcissement de solution solide, le durcissement par précipités et le durcissement par écrouissage.

Pour les alliages trempant, la méthode principale du durcissement correspond à un traitement thermique, appelé traitement à durcissement structural. Ce traitement favorise la formation de précipités dans la matrice de l'alliage. La combinaison du Mg et du Si pour former le Mg_2Si en est un exemple [3] :

Silicium :

Le silicium agit sur la fluidité de l'alliage à l'état liquide et améliore donc sa mise en forme lors du moulage.

Magnésium :

Le magnésium joue un rôle important dans la résistance mécanique la tenue à la corrosion de l'alliage.

Le silicium et le magnésium interagissent ensemble pour former une phase très stable qui est le Mg_2Si .

Les Figure I.1 et Figure I.2 représentent respectivement les diagrammes de phases Al-Si et Al-Mg sur lesquelles on peut voir la limite de solubilité de Si et de Mg dans l'aluminium [3].

Généralement, on considère l'alliage $Al - Mg_2Si$ comm un binaire. Sur la (figure I.3) représentant le diagramme de phase $Al - Mg_2Si$ on peut apprécier la solubilité de Mg_2Si dans l'aluminium.

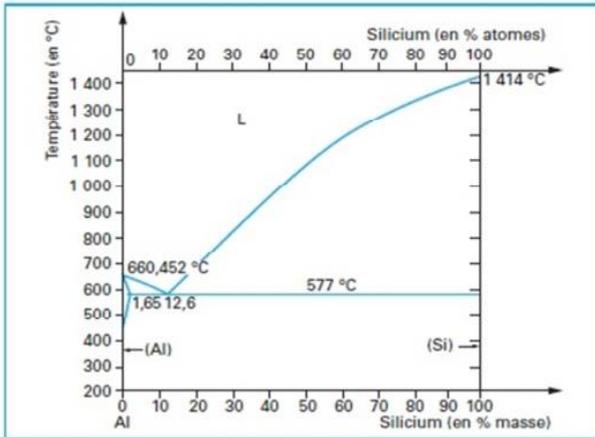


Figure I.1. Diagramme d'équilibre binaire
Al – Si [3].

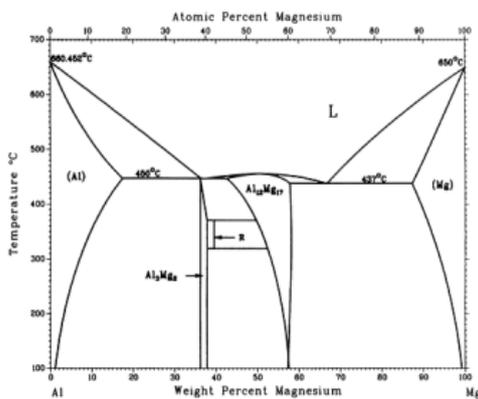


Figure I.2 : Diagramme de phases du système
binaires *Al – Mg*[3].

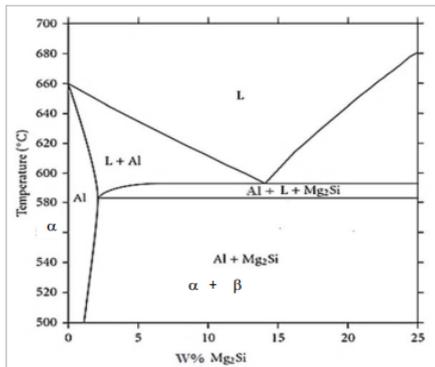


Figure I.3 : Partie du diagramme
d'équilibre *Al – Mg₂Si*. Coupe pseudo
binaire [3].

L'augmentation de la proportion de Mg ou de Si dans le pseudo-binaire *Al – Mg₂Si*, aura pour effet le passage au système ternaire Al-Mg-Si connue comme ayant une cinétique de précipitation.

I.4 La cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si :

I.4.1 Phases apparaissant lors de la cinétique de précipitation :

L'étude de la séquence de précipitation pour ces alliages subissant un chauffage est la suivante [4-6] (fig. I.4) :

SSS : solution solide sur saturée obtenue après la mise en solution suivie d'une trempe.

Amas : sont des petits amas constitués des regroupements d'atomes de Mg ou de Si, séparément, sans structure.

Zones GP : ce sont des petites domaines sphériques cohérents avec la matrice d'Aluminium, appelée : **Zones de Guanianer et Preston**.

La phase métastable β'' : c'est une phase précipite sous forme aiguille allongés de la direction $\{100\}_{Al}$, ayant des structures monocliniques. C'est la phase qui assure le maximum de durcissement, Andersen et al. [7] proposant la stœchiométrie suivante Mg_5Si_6 et Matsuda et al. [8] proposant Si_6Al_3Mg .

Les structures proposées pour la phase β'' sont résumées dans le tableau I.1

Tableau I.1 : Structures cristallographiques de la phase β''

Structure Cristalline		Groupe spatial	Paramètres cristallographiques (nm) / (°)	Référence
Monoclinique		P2/m	$a = 0.770, b = 0.67, c = 0.203$ / $\gamma = 75$	[8]
		N.D	$a = 0,30, b = 0.33, c = 0.44$ / $\beta = 71$	[9]
		C2/m	$a = 1.516, b = 0.405, c = 0.674$ / $\beta = 105,3$	[7]
Hexagonal		$P6_3$	$a = b = 0.405, c = 0.67$ nm	[10]

N.D. : Non Déterminé

La phase métastable β' : est semi cohérent avec la matrice d'aluminium, précipite sous forme de bâtonnets allongés le long de direction $\{100\}_{Al}$, ayant des structures cristallines hexagonale de paramètres cristallographiques résumés sur le tableau I.2. Anderson et al. [7] proposant la stœchiométrie suivante $Mg_{1,8}Si$

Tableau I.2 : Structures cristallographiques de la phase β'

Structure cristalline	Paramètres cristallographiques (nm)	Référence
Hexagonal	$a = 0.715, c = 1.215$	[8]
	$a = 0.407, c = 0.405$	[11]
Orthorhombique	$a = 0,672, b = 0.787, c = 0.405$	[12]

La phase stable β (Mg_2Si) : c'est une phase cohérente précipités sous forme Plaquette allongés le long de direction $\{100\}_{Al}$ de la matrice d'aluminium, ayant une structure cubique à faces centrés CFC avec un paramètre de maille $a = 0,636$ nm [10].

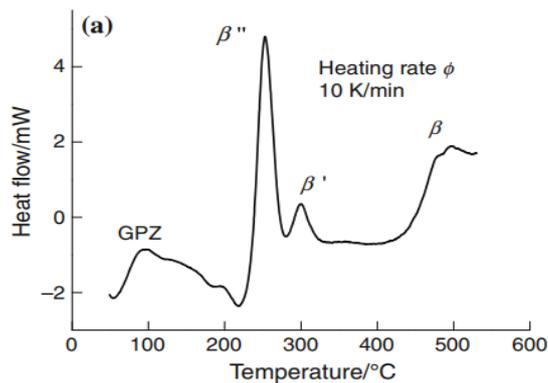


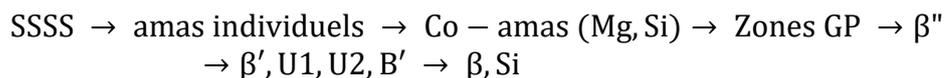
Figure I.4: Courbe DSC représente la séquence de précipitation d'alliage Al-Mg-Si [13].

I.4.2. Influence des éléments d'addition sur la séquence de précipitation :

La composition chimique de l'alliage a une influence sur la séquence de précipitation. L'addition de certains éléments peut la modifier en favorisant la formation de nouvelles phases supplémentaires et/ou la disparition de certaines présentes pour d'autre composition.

➤ Influence de l'excès en Si :

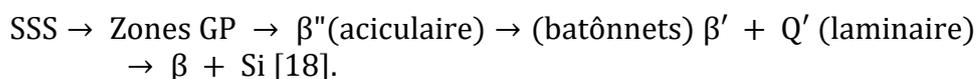
L'excès de Si dans un alliage Al – Mg – Si peut entraîner une modification dans la séquence de précipitation avec la formation des phases supplémentaires dénommées type A, type B et type C. Ces phases ont été identifiées essentiellement et en premier par Matsuda et al. [14]. Dans le tableau I.3 les données cristallographiques sont récapitulés en tenant compte des travaux de Matsuda et al.



➤ Influence du Cu :

La présence de Cu en petite quantité accélère la cinétique de précipitation des phases durcissant [15-18]. Il modifie la séquence de précipitation en favorisant l'apparition d'une phase hexagonale Q' précurseur à une phase d'équilibre Q. Ce sont deux phases quaternaires constituées des éléments Al, Mg, Si et Cu. Elles ont la même structure cristalline (hexagonale) et se présentent sous forme de lattes. Exemple, pour l'alliage 6022 qui contient un excès de Si, la séquence de Précipitation s'écrit en fonction de la teneur croissante en cuivre [18] :

- La séquence de précipitation de l'alliage avec excès de silicium et qui contient une faible teneur de Cu (0.07wt%):



- La séquence de précipitation de l'alliage avec excès de silicium et qui contient une forte teneur de Cu (0.91wt%) est :

SSS → Zones GP → β''(aciculaire) → (laminaire) Q' → (laminaire) Q + Si [19].

Tableau I. 3 : Caractéristiques cristallographiques et morphologiques des différentes phases métastables d'après Matsuda et al. [14].

Phase	Forme	Composition	Groupe Spatial	Paramètres du réseau (nm)
U1	Bâtonnet	$Al_2Si_2Mg_2$ [10]	$P\bar{6}2m$	a = 0.405, c = 0.67
U2	Ellipsoïde	$Al_4Si_5Mg_2$ [10]	P_{nma}	a = 0.683, b = 0.794, c = 0.405
B'	Latte	Mg_4Si_8 [20]	Hexagonal	a = 0.675, b = 0.405, c = 0.794

I. 5 Classification des alliages d'aluminium en série :

Les alliages d'aluminium se classent par séries en deux grandes familles :

Les alliages corroyés.

Les alliages de fonderie.

I.5.1 Les alliages corroyés :

Sont mis en forme mécaniquement par des procédés tels que le laminage, le forgeage, l'étirage ou le tréfilage.

Les alliages d'aluminium corroyés et sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Ils sont désignés par un nombre à 4 chiffres dont le premier désigne le numéro de série [21]

Tableau I.4 : Classification des différents alliages d'aluminium corroyés et les phases d'équilibre [18].

Série	Désignation	Les alliages corroyés	Phase à l'équilibre
1000	1XXX	Aluminium non alliés (teneur supérieure à 99 %)	/
2000	2XXX	<i>Al – Cu</i>	<i>Al₂Cu- Al₂CuMg</i>
3000	3XXX	<i>Al – Mn</i>	<i>Al₆Mn</i>
4000	4XXX	<i>Al – Si</i>	/
5000	5XXX	<i>Al – Mg</i>	<i>Al₃Mg₂</i>
6000	6XXX	<i>Al – Mg – Si</i>	<i>Mg₂Si</i>
7000	7XXX	<i>Al – Zn</i>	<i>MgZn₂</i>
8000	8XXX	Alliages d'aluminium.	

I.5.2 Les alliages de fonderie :

Les alliages d'aluminium obtenus par fonderie sont appelés alliages de fonderie.

Les alliages d'aluminium fonderie et sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Avec un système à trois chiffres Le premier chiffre permet d'identifier l'élément chimique ajouté à l'alliage Les deux derniers chiffres représentent le numéro de la série d'alliage Association [21].

Tableau I.5 : Différents alliages d'aluminium de fonderie [22].

Série	Alliage fonderie
1000	Al commercialement pur
2000	Al-Cu
3000	Al-Si-Mg et Al- Si-Cu
4000	Al-Si
6000	Al-Mg
7000	Al-Zn
8000	Al-Sn

I.6 Traitements thermiques des alliages d'aluminium :

I. 6.1. Définition :

L'utilisation des traitements thermiques permet l'amélioration des propriétés mécaniques d'un matériau en ciblant une microstructure bien spécifiée. Le traitement thermique consiste en une température de traitement pendant un temps donné. La maîtrise de ces deux paramètres induit un traitement thermique optimal et efficace.

I .6. 2 Les traitements thermiques :

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium sont généralement répartis en trois différents types : traitement d'homogénéisation, traitement d'adoucissement et traitement de durcissement structural.

I.6.3 Traitement d'homogénéisation :

Le traitement d'homogénéisation consiste à chauffer le matériau à une température relativement élevée mais inférieure à la température de fusion, généralement de 450°C à 500°C pour l'aluminium et 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures). Ce traitement a pour but de dissoudre les phases présentes au sein de l'alliage, de sorte à réaliser une homogénéisation de celui-ci sous une seule et même phase [23].

Chapitre II : Matériaux et Méthode Expérimentales.

II.1. Matériau étudié :

II.1.1. Composition chimique :

Le matériau utilisé dans le cadre de ce travail, est un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si sous formes de lingot industriel obtenu par fonderie.

La composition chimique initiale en éléments d'addition contenus dans cet alliage (en % massique) est donnée dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : Composition chimique de l'alliage utilisé

	Al	Mg	Mn	Fe	Cr	Cu	Si	Ti	Zn
Wt (%)	Balance	0.481	0.006	0.151	0.001	0.081	0.551	0.019	0.002

L'excès du silicium en ce qui concerne l'alliage équilibré d'Al-Mg-Si est calculé en utilisant la relation rapportée par Gupta et al. [24]. A noter que Daoudi et al. [10], ont rajouté la partie concernant le Mn et le Cu puisque leurs quantités n'est pas négligeable.

$$Excess Si = (wt\% Si in alloy) - \frac{Wt\% Mg alloy}{1.73} - \frac{wt\% Fe in alloy}{4} - \frac{wt\% Mn in alloy}{4} - \frac{wt\% Cu in alloy}{4}$$

Ce qui donne un excès de *Si* est estimée à 0,214 wt%.



Figure II.1 : Morceau du matériau découpé dans lingot.

II .1.2. Préparation des échantillons :

II.1.2.1 Découpage :

Les échantillons sont découpés à l'aide d'une micro-tronçonneuse de marque Micracut 151 (fig. II.2) sous forme parallélépipédique pour le MEB (fig. II3), et des échantillons de masse autour de 40 mg pour la DSC.



Figure II.2 : Micro-tronçonneuse utilisée, de marque Micracut 151.

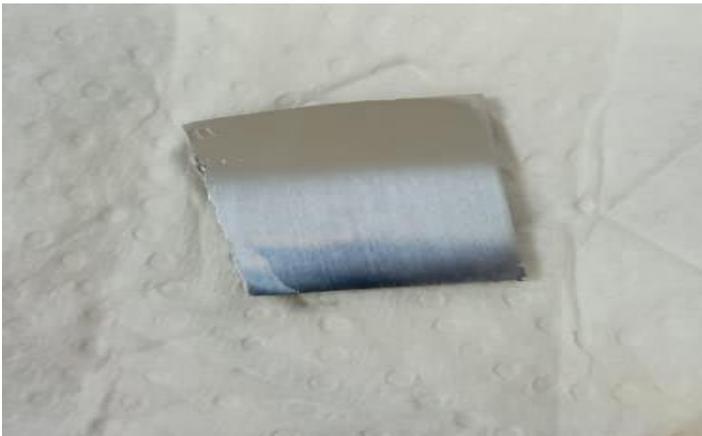


Figure II.3: Echantillon parallélépipédique prêt pour le polissage

II.1.2.2. Traitements thermiques utilisés :

Les traitements thermiques sont réalisés dans un four tubulaire de type Nabertherm, programmable (fig. II.4).

Tous les échantillons utilisés pour les différentes techniques de caractérisations ont été en premier homogénéisés. Ce traitement consiste en une mise en solution des différents composants chimiques dans la matrice d'aluminium.

L'homogénéisation du matériau est obtenue après son maintien à une Température $T=540\text{ }^{\circ}\text{C}$ (inférieure à la température de fusion $660\text{ }^{\circ}\text{C}$) pendant 1 heure (fig. II.5).

Après homogénéisation l'échantillon est trempé à l'eau. Ceci permet de figer la microstructure et obtenir une solution solide de sursaturation.



Figure II.4 : Four tubulaire type Nabertherm utilisé pour les traitements thermiques.

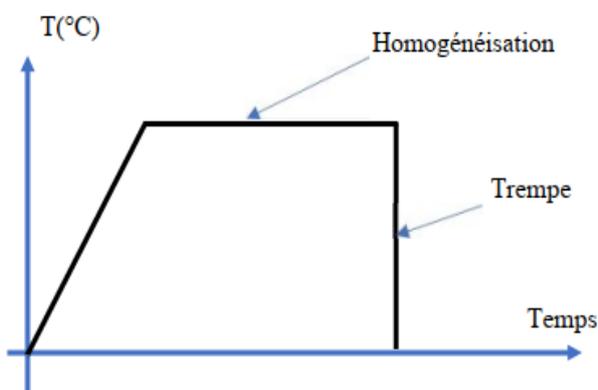


Figure II.5 : Schéma illustrant un traitement d'homogénéisation et la trempe.

II.2.1.2. Polissage mécanique :

- Pour pouvoir l'observer aux microscopes électroniques à balayage (MEB), l'échantillon (sous forme parallélépipédique) est poli mécaniquement par un polissage mécanique à l'aide d'un papier abrasif 1200 pour obtenir une bonne préparation de la surface (fig. II.6).
- Après le polissage mécanique, l'échantillon est nettoyé avec un solvant approprié (Méthanol, acétone...).
- Puis il subit un polissage fin en utilisant la pâte diamantée en la diluant avec de l'éthanol.



Figure II.6 : Polisseuse utilisée.

II.2.2.4 Polissage électrolytique :

Le but de polissage électrolytique est d'éliminer les incrustations (dus aux polissages mécaniques) et aplanir la surface de l'échantillon. Il permet aussi d'attaquer légèrement la surface en créant des reliefs.

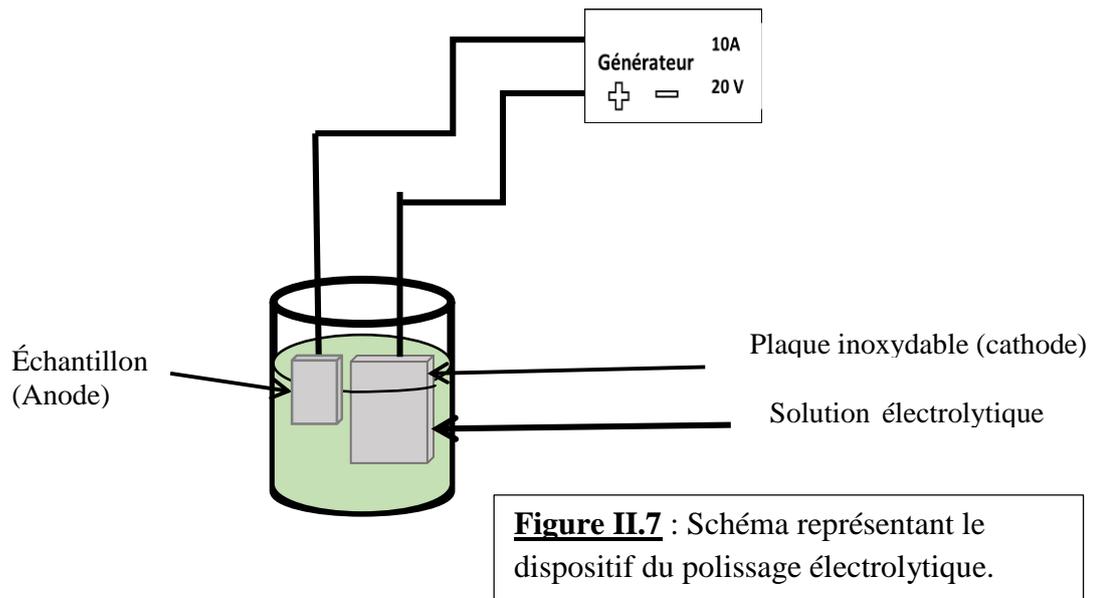
La solution électrolytique utilisée possède la composition chimique suivante :

- **64%** éthanol
- **18%** glycérol
- **18%** acide perchlorique

On utilise comme paramètres : Une tension électrique de 20V et une température ambiante.

Le principe de polissage électrolytique consiste à plonger l'échantillon en tant qu'anode et une plaque inoxydable (la cathode) dans un bain d'attaque parcouru par un courant continu, pendant quelque seconde (fig. II.7).

A la fin de cette opération, l'échantillon est rincé au méthanol puis à l'acétone dans un appareil à ultra-son.



II.1.2.5. L'attaque chimique :

Une attaque chimique ayant pour but de la révélation et la différenciation entre les divers constituants de l'échantillon ; comme les joints de grains et les précipités.

La solution suivante a été utilisée :

- 100 ml d'eau distillée
- 2g de NAOH _

L'échantillon est plongé dans cette solution pendant 5s. L'échantillon est rincé au méthanol juste après la coloration de sa surface.

II .2. Techniques expérimentales utilisées :

II.2.1. Calorimétrie différentielle à Balayage DSC :

II.2.1.1. Généralité sur la DSC :

Les transformations de phase, par précipitation ou dissolution ainsi les cinétiques engendrées dans les alliages sous traitement thermique, sont caractérisées soit par une absorption ou dégagement de l'énergie. A chaque transformation est associée une variation de l'enthalpie.

Ces changements peuvent être étudiés par la méthode d'analyse calorimétrique différentielle (DSC). Nous avons utilisé un appareil LABSYS Evo de marque SETARAM possédant une interface reliée à un ordinateur (Fig. II.8).

Le signal obtenu, appelé courbe DSC, est constitué par des pics exothermiques et des pics endothermiques par rapport à une ligne de base.

Un pic exothermique ($\Delta Q > 0$) (au-dessus de la ligne de base) correspondant à la formation d'une phase.

Un pic endothermique ($\Delta Q < 0$) en dessous de la ligne de base correspondant à une dissolution d'une phase.

L'analyse calorimétrique consiste à mesurer la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence en fonction de la température.



Figure II.8 : DSC utilisée de type LABSYS Evo de marque Setaram utilisée.

II .2.1.2. Protocole utilisé pour les mesures en DSC :

- La masse de l'échantillon et la référence sont équivalentes. On a choisi une masse aux environs de 40 mg.
- Après homogénéisation les échantillons subissent un traitement qui consiste en un chauffage à une vitesse de 10°/min (simulant les conditions de la DSC) suivi d'une trempe à T_x . Les températures T_x sont comme suit :

$$T_x = 120, 140, 160, 180, 200, 210, 220, 280, 300, 320, 340^{\circ}\text{C}$$

Après traitement les échantillons sont scannés dans le DSC tout en respectant le programme suivant (fig. II.9):

- **Etape 1** : Chauffage jusqu'à 30°C avec une vitesse de 5°C/min.
- **Etape 2** : Maintien à 30°C pendant 15 min.
- **Etape 3** : Chauffage jusqu'à 560°C avec une vitesse de 10°C/min.
- **Etape 4** : Maintien 560°C pendant 5min.
- **Etape 5** : Refroidissement de 560°C jusqu'à l'ambiante 30°C avec une vitesse de 20°C/min.

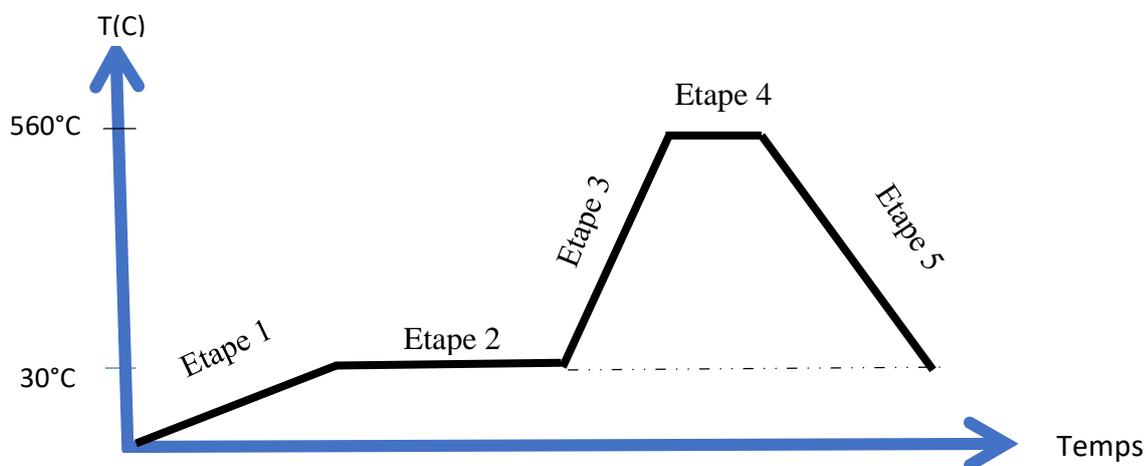


Figure II.9 : Schéma représentant les étapes du programme de l'analyse DSC.

II.2.2. Microscope électronique à balayage MEB :

Le microscope électronique à balayage (MEB) (Scanning Electron Microscopy, SEM) permet l'observation des surfaces. Cet appareil donne des images en procédant à un balayage de surfaces subissant une interaction des électrons émis par un canon à électrons. Il est muni d'au moins deux détecteurs. Le premier détecte les électrons secondaires alors que le deuxième récolte les électrons rétrodiffusés.

Les images obtenues suite à la détection des électrons secondaires rendent compte de l'état de reliefs de la surface de l'échantillon.

Les images obtenues suite à la détection des électrons rétrodiffusés rendent compte de la distribution des composants chimique du matériau jusqu'à une épaisseur donnée dépendante de la tension utilisée.

Le MEB peut aussi nous renseigner sur la composition chimique du matériau ou certaines de ses parties si il est équipé d'un détecteur EDS (Electron Dispersive Spectroscopy). Ce détecteur récolte les rayons X propres aux interactions des électrons rétrodiffusés avec les atomes constituant le matériau.

Le microscope utilisé est de marque TESCAN VEGA3 doté de trois détecteur à électron secondaire (Secondary Electron, SE), à électron rétrodiffusé (Electron Back Scattered, BSE) et EDS.



FigureII.10 : Microscope électronique à balayage (MEB) de marque TESCAN VEGA3 utilisé.

Chapitre III : Résultats et Discussion

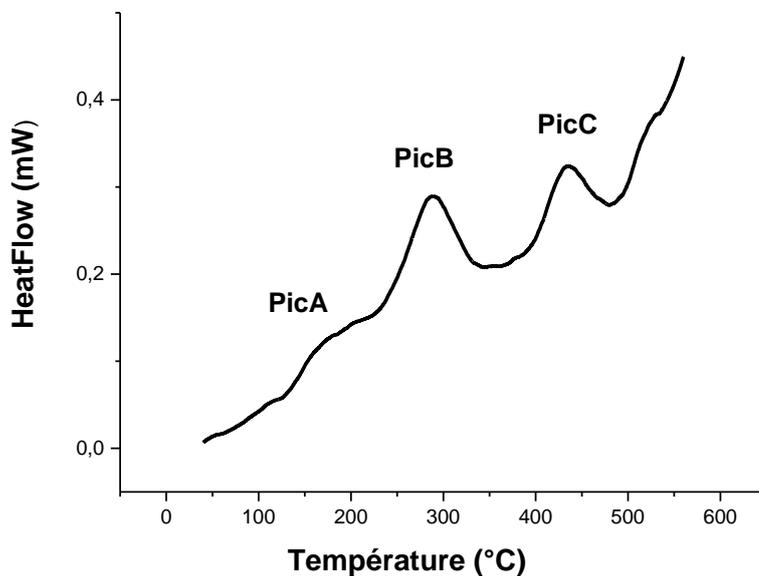
III.1 Introduction :

Dans ce chapitre nous présentons les résultats obtenus et leurs discussions. Nous avons utilisé deux techniques de caractérisation. Nous avons commencé par analyser notre matériau en utilisant la calorimétrie différentielle (DSC), qui nous a permis de déterminer la cinétique de précipitation de cet alliage. La microstructure du matériau à l'état homogénéisé, en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB), a été effectuée. La microstructure de notre alliage a été aussi étudiée au cours de la formation des phases métastables (ou la phase métastable). Pour cela nous avons choisi une trempe après un maintien à la température T_P du pic de la phase métastable. Des conditions de traitements thermiques (des trempes) ont été déterminées en fonction des résultats de la DSC. Les échantillons ainsi trempés ont subies une analyse en DSC pour suivre l'évolution des phases métastables.

III.2 Etude de la cinétique de précipitation après homogénéisation :

Une courbe DSC a été obtenue pour l'alliage correspondant à l'état T_1 avec une vitesse de chauffage $10^\circ\text{C}/\text{min}$ (fig.1). Cette vitesse est la plus adéquate pour cet alliage [26].

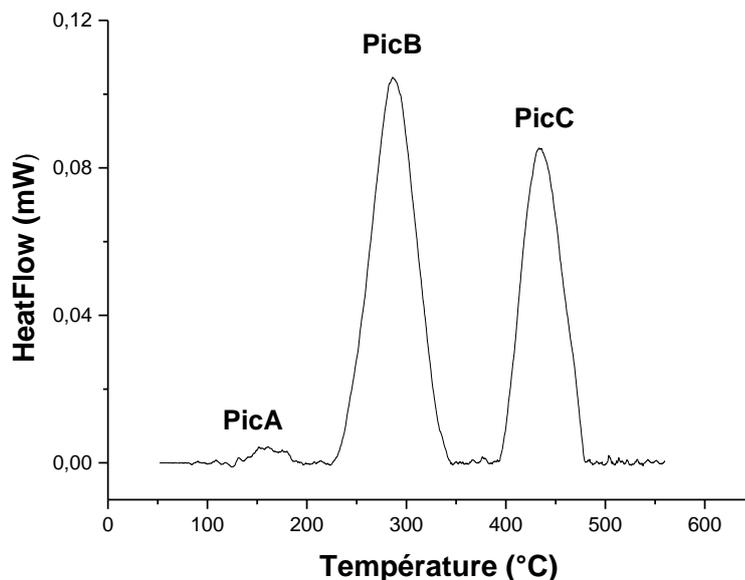
Cette courbe montre trois pics exothermiques qu'on nomme respectivement *PicA*, *PicB* et *PicC*.



La figure III.1 : Courbe DSC de l'état T_1 , obtenue à une vitesse de $10^\circ\text{C}/\text{min}$

Une courbe DSC doit avoir une ligne de base qui permet de suivre les transformations des phases. Pour cela ont procédé à la détermination de cette ligne de base pour la courbe obtenue.

Tenant compte de cette ligne de base, la courbe représentée dans la (fig. III.1), prend une allure qui rend compte d'une manière plus évidente les différentes transformations (figure III.2).



La figure III.2 : Courbe DSC obtenue à 10°C/min tracée en tenant compte de sa ligne de base. Etat T_1 .

La courbe DSC de la figure III.2 est constituée de trois pics exothermiques. Ces différents pics sont interprétés à la lumière de la littérature [1, 5, 24, 26].

Ils sont donc identifiés comme suit :

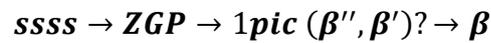
- Le premier *PicA*, situé autour de 120°C, est associé à la formation des zones GP.
- Le *PicB*, assez large, apparaît comme la superposition de deux pics situés autour de la température de 288°C. Il est associé à la précipitation des deux phases β'' et β' . La superposition des pics de ces deux phases a été signalée sur des courbes DSC obtenues pour des alliages de compositions chimiques similaires [26, 27]. Ce phénomène semble être lié à la composition chimique de l'alliage, plus particulièrement à l'excès de silicium. La résolution du pic (β'' , β') en deux pics séparés β'' et β'' a été obtenue par Afify et al. [28].

Dans notre alliage l'excès de silicium est estimé à 0.214 wt. %, déterminée par la relation de Gupta [24]. Tenant compte de la composition de notre alliage nous avons introduit une modification à cette relation (voir chapitre II). Cet excès est en faveur de la superposition des deux pics correspondant aux deux phases β'' et β' .

- La formation de la phase d'équilibre β est indiquée par le Pic C situé autour de 340°C.

Ainsi la décomposition de la solution solide sursaturée de l'alliage étudié peut s'écrire

Suivant la séquence de précipitation suivante :



Le tableau III.1 résume les résultats obtenus :

Tableau III.1: Détermination des pics en fonction de la température

Les pics	Pic A	Pic B	Pic C
Température	[128°C-187°C]	[228°C-345°C]	[394°C-477°C]
Phases	ZGP	β'' et β'	β

III.3 Étude de la microstructure par le MEB :

La microstructure de notre alliage est étudiée sous deux états. Le premier état correspond à une homogénéisation à 540°C pendant un temps d'une heure (1h) suivie par une trempe à l'eau, qu'on appellera T_1 . Alors que le deuxième état correspond à une trempe à 285°C après le traitement T_1 , qu'on appellera T_2 . Cette température de 285°C correspond à la température T_p du pic (maximum du 2ème pic du DSC). Ces deux échantillons ont subi un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique.

La micrographie obtenue est présentée sur la figure III.3. A la lumière de ces micrographies ; la microstructure de notre alliage est constituée de grains ayant une taille variant entre 95 et 500 μm pour l'état T_1 et 300 à 500 μm pour l'état T_2 . Ces grains sont séparés par des joints de grains. Notre alliage contient des précipités distribués sur les joints de grains et à l'intérieur des grains.

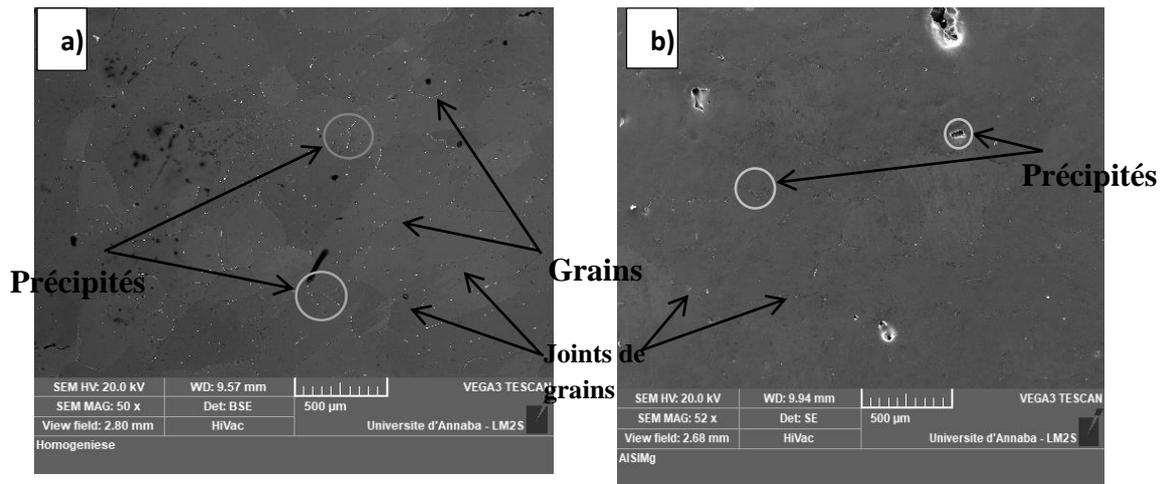
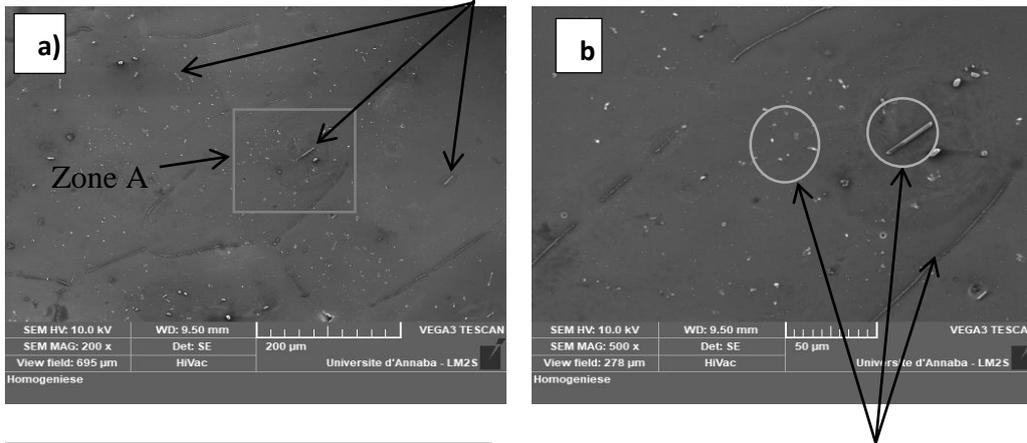


Figure III.3 : Micrographies obtenue par MEB après polissage électrolytique.

- a) Etat T_1
- b) Etat T_2 .

Un grossissement plus important (200X et 500X) permet une meilleure évaluation des formes et des tailles de précipités présents (fig.III.4). Pour l'état T_2 nous n'avons présenté qu'un seul grossissement (celui de 200X).

Précipités en forme
de bâtonnets

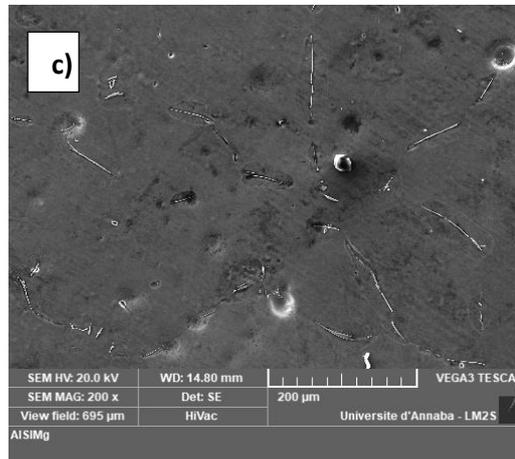


Précipités

Figure III.4 : Micrographies MEB.

Image montrant des précipités inter et intra-granulaires de différentes tailles et formes. Etat T_1 . Image obtenue par électrons secondaires (SE) à partir de la plage montrée sur la figure III.1a.

Image montrant la zone A de la figure précédente agrandie. Etat T_1 .



Remarque : Pour une meilleure comparaison entre les deux états T_1 et T_2 on doit tenir compte du fait que les distances de travail (Work Distance ; WD) ne sont pas identiques de même pour les tensions d'accélération qui ont servis pour l'obtention de certaines micrographies.

En comparant les microstructures des deux états T_1 et T_2 , on peut noter que les précipités dans T_2 sont moins abondants, mais plus grossiers. De même aussi, que la précipitation aux joints de grains est plus importante pour l'état T_2 .

Ceci nous amène à dire que les deux états présentent des microstructures semblables.

La précipitation intra-granulaire de l'état T_1 est composée par des précipités fins sous forme globulaire de tailles variantes allant de 0,5 à 18 μm (Fig. III.4. b).

Dans cet état T_1 , la microstructure renferme aussi un autre type de précipité se présentant sous la forme de bâtonnets aillant des longueurs variables et une largeur de près de $3,5 \mu m$ (Fig. III.4. b).

Les phases apparaissant sous différents contrastes renseignent en premier sur la différence de compositions chimiques suite à l'interaction électron-atomes et les différentes tensions d'accélération utilisées (10 et 20 KV).

Pour l'état T_2 on observe des précipités de formes globulaires à l'intérieur des grains avec une taille qui varie de 3 à $25 \mu m$ (Fig. III.4. c).

Afin de déterminer la composition chimique des précipités observés des cartographies chimiques ont été effectuées. Sur la figure III.5 un exemple est montré.

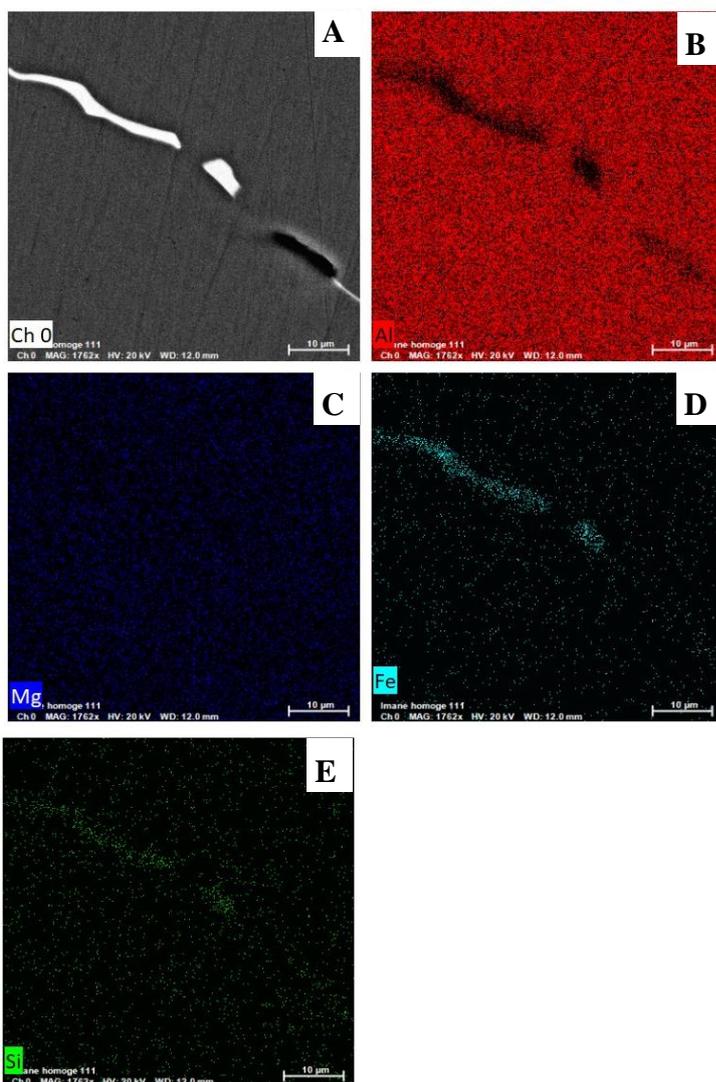


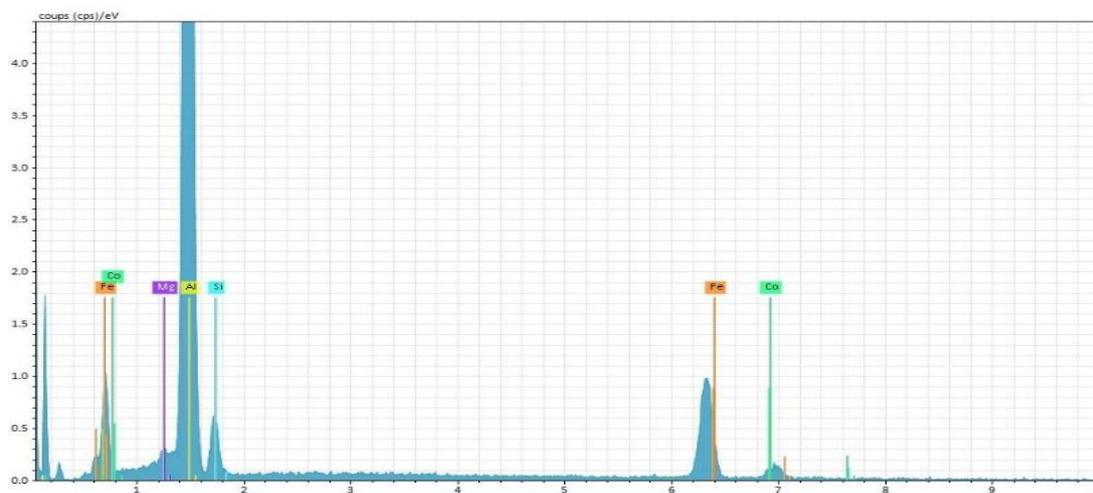
Figure III.5 : Analyse cartographique chimique.

- A. Image MEB en BSE du précipité à analyser.
- B. Image montrant la répartition de l'aluminium.
- C. Image montrant la répartition du magnésium.
- D. Image montrant la répartition du fer.
- E. Image montrant la répartition du silicium.

D'après la figure III.5, qui donne un aperçu de la distribution des éléments chimiques dans le précipité (et les grains adjacents), le précipité est composé des éléments chimiques suivants : Al, Fe, Si, Mg .

Afin de déterminer la composition chimique des précipités ; cinq analyses ponctuelles ont été effectuées pour chaque précipité.

La figure III.6 montre un spectre d'analyse obtenu sur un précipité inter-granulaire.



La figure III.6 : Exemple d'un spectre d'analyse ponctuelle sur un précipité.

La moyenne quantitative des éléments chimiques composants le précipité a été déterminé.

Le spectre fait référence à la présence du cobalt comme composant, or dans la composition chimique initiale de notre alliage cet élément chimique est inexistant. La raie k_{α} du cobalt est généralement confondue avec la raie $k_{\alpha 2}$ du fer, c'est pour cela que le logiciel d'analyse identifie cette raie comme appartenant au Co. Pour l'analyse quantitative on ne tient pas compte du Co et on attribue sa quantité à la quantité globale du fer.

La quantité de Mg supposée contenue dans ce précipité est négligeable.

La quantité d'aluminium mesurée par le détecteur est sûrement surestimée par la prise en compte en même temps d'une portion de celle contenue dans la matrice d'aluminium.

Le précipité est donc composé des éléments suivants [tableau III.2] : *Al*, *Si* et *Fe* avec une composition qui se rapproche d'une phase intermétallique rapportée dans la littérature [25] : $Al_{15}Fe_3Si$.

Tableau III.2 : Analyse quantitative atomique (at. %) des précipités.

Elément chimique	Al	Si	Fe
Pourcentage atomique	85.42	2.47	8.83

III.4 Quantification de la phase métastable par DSC :

Tenant compte tenu des intervalles d'existence de ces phases et en se focalisant sur le *PicB*, objet de notre travail, nous avons choisi les températures des traitements T_x dans l'intervalle (120 - 340°C) qui permet un balayage (y compris avant) du *PicB*.

Ces échantillons traités ont été analysés en DSC

Les lignes de base des courbes obtenues ont été déterminées, les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la figure II.7

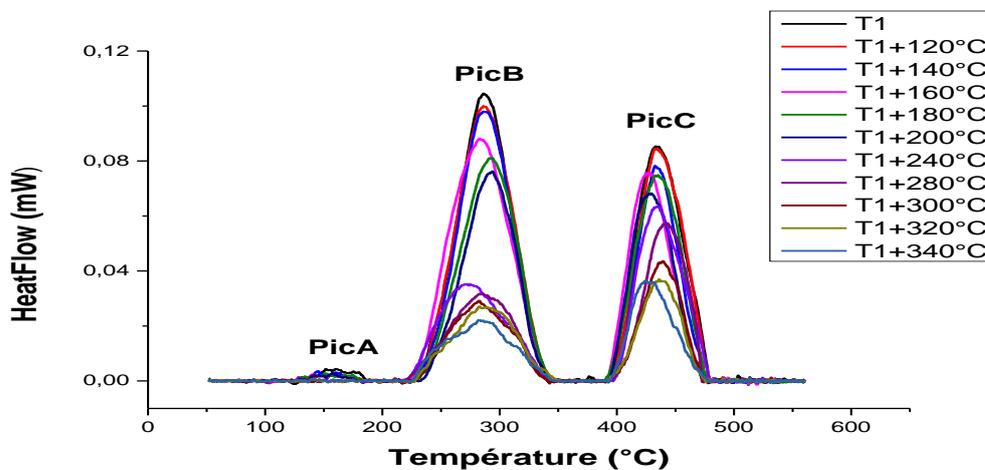


Figure III.7 : Courbes DSC obtenues pour les échantillons ayant subies les traitements thermiques T_x .

Nous avons vu que le *PicB* correspond à l'intervalle de températures [228, 345°C], le

Traitement qui consiste à un chauffage jusqu'à la température T_x et une trempe entraînera sûrement l'apparition des phases métastables (β'' et/ou β') dans l'alliage.

Dans la majorité des courbes obtenues on retrouve les trois pics exothermiques signalées pour l'état T_1 .

A travers ces courbes d'analyse DSC on peut en tirer les informations suivantes :

➤ **Concernant le *PicA* :**

Présence de ce pic pour les T_x correspondants à l'intervalle [120, 200°C], alors que pour les traitements correspondants à T_x appartenant à l'intervalle [240, 340°C] il n'est plus observable. Ceci peut s'expliquer par le fait que les traitements subis au four sont en correspondance avec les températures d'existence des ZGP (Tableau III.1). ZGP se forment en partie (ou totalement) au four. Et, on observe la formation totale ou partielle

de ces ZPG en DSC, et de ce fait sur les courbes DSC on observe une atténuation de ce pic lorsque la température T_x augmente.

➤ **Concernant le PicB :**

La taille de ce pic diminue lorsque la température des traitements T_x augment, car la formation de la phase (ou les phases) commence à apparaître dans l'intervalle [228, 345°C]. Donc pour certaines températures, comprise dans cet intervalle, la quantité de cette phase (ou de ces phases) s'est déjà formée (se sont déjà formées) au four. Donc, lors du passage de l'échantillon en DSC, la quantité formée diminue de plus en plus que la température T_x augmente. Ceci est vérifié par la diminution de la taille de ce pic lorsque T_x s'approche de la température de 345°C qui correspond à sa limite maximale.

➤ **Concernant le PicC :**

Le pic reste inchangé.

Les trois pics sont caractérisés par une température initiale T_i , une température finale T_f et une température de pic T_p . Ces différentes températures ont été déterminées à partir des courbes d'analyse DSC (Tableau III.3).

Tableau III. 3 : Détermination des températures T_i , T_f et T_p du PicB en fonction de la température de traitement T_x

T_x (°C)	T_i	T_f	T_p
120	222,8389	344,79371	286,11583
140	224,75442	345,43222	285,92772
160	221,0628	344,15459	282,85306
180	222,8389	342,23969	283,61949
200	224,75442	344,79371	283,92576
240	220,92338	345,43222	279,71952
280	222,85801	344,14643	283,00149
300	219,62183	344,1463	282,60259
320	225,38434	342,4353	282,77174
340	223,43296	343,48722	283,60149

Pour permettre une meilleure évaluation de l'évolution du pic PicB en fonction des températures de traitements T_x , les courbes (T_x, T_i) , (T_x, T_f) et (T_x, T_p) ont été tracées (Fig. III.10).

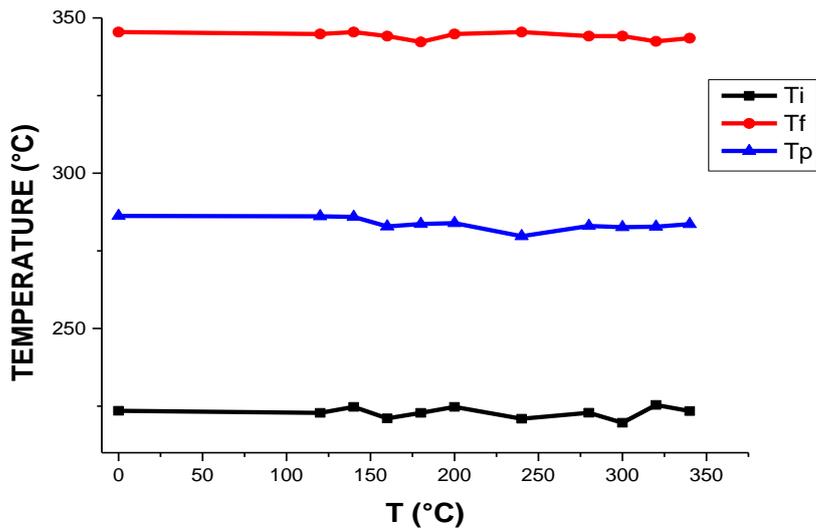
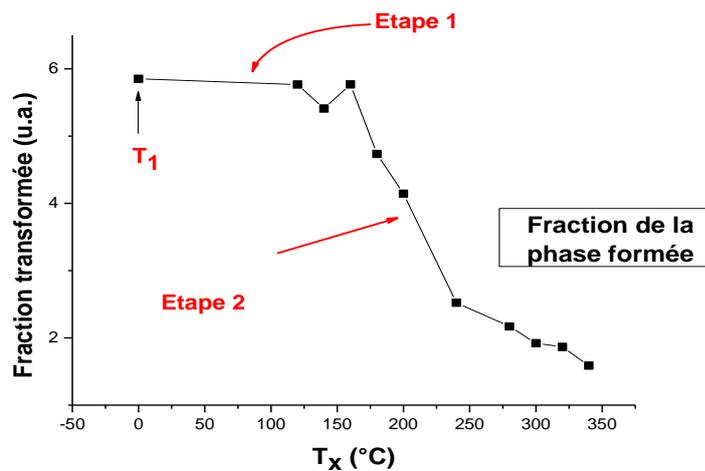


Figure III.8 : Courbes (T_x, T_i) , (T_x, T_f) et (T_x, T_p) relatifs au *PicB*.

D'après la figure III.8 :

On remarque que les températures initiales T_i , finale T_f et celle du pic T_p ne changent pratiquement pas. Ceci peut être en faveur du fait que le *PicB* correspond à une seule phase et non à deux phases.

Nous avons aussi calculé les quantités de la phase formée pour chaque traitement. Ce calcul consiste à déterminer l'aire du *PicB* pour chaque traitement. Les résultats obtenus sont reportés dans la figure III.9.



La figure III.9 : La variation de la quantité de phase formée en fonction des traitements T_x .

On remarque que cette courbe présente deux parties :

- **La 1ère partie** : Partie rectiligne. Les températures de l'intervalle [120, 200°C], correspondent à la formation des ZGP. Les ZGP sont connus pour leurs instabilité ; formation et dissolution très rapide à des températures basses. La quantité formée en DSC est pratiquement inchangée. D'ailleurs cette quantité est équivalente à la quantité formée pour le traitement T_1 (le 1^{er} point de la figure III.11).
- **La 2^{ème} Parties** : Cette partie correspond aux températures de traitements supérieur à 200°C. Tenant compte de la cinétique de précipitation, la phase du *PicB* commence à se former au four. Aux fuir et à mesure que T_x augmente la quantité de la phase formée diminue, c'est ce qui est évident sur la figure III.9. Cette deuxième partie est une régression de la quantité formée. L'équation traduisant cette transformation peut être déterminée en fittant cette courbe expérimentale. Ce résultat renforce l'idée que le *PicB* est bien la formation d'une seule phase.

Sur la figure III.9 on observe des décalages pour certaines mesures, comme par exemple le point $T_x = 140^\circ\text{C}$.

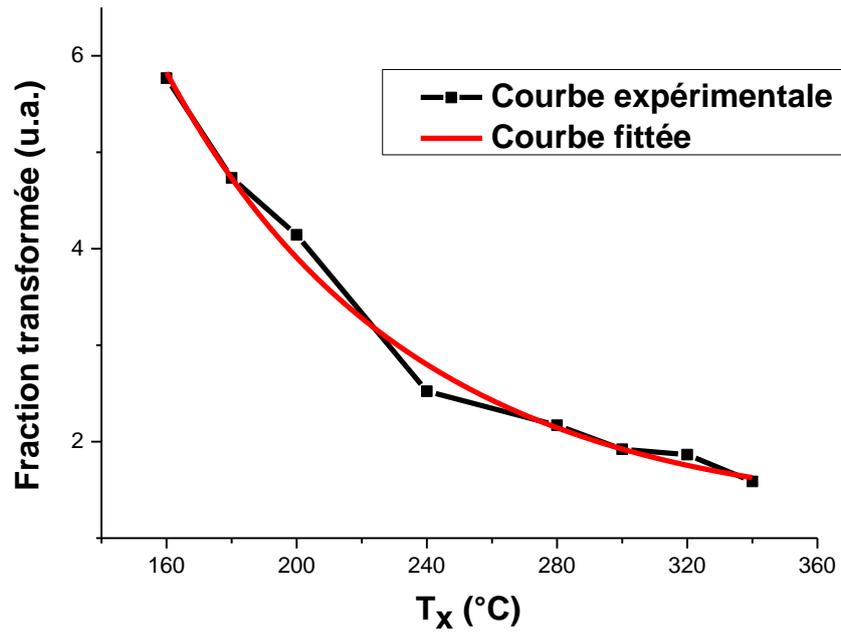
Cette courbe expérimentale peut être fittée mathématiquement. On pourrait donc générer une équation mathématique qui peut traduire l'évolution de la quantité de la phase formée en fonction de la température.

Une équation mathématique a été déterminée :

$$f = 1,21 + 39,5 \times \exp(-0,014t)$$

- f est la fraction de la phase formée qui est exprimée ici en unité arbitraire (*u. a.*). On parle de fraction car dans notre cas et tenant compte des résultats de DSC, la quantité exprimée est une valeur proportionnelle à la quantité calculée. Les calculs que nous avons menés sont des valeurs déterminées par rapport à la quantité transformée dans l'état T_1 .
- t est la température, exprimée ici en °C.

Cette équation nécessite un ajustement pour tenir compte des paramètres thermodynamiques de la transformation. C'est un travail qui est en train de se faire.



La figure III.10 : Fit mathématique de la courbe expérimentale présentant la quantité de la phase transformée en fonction des traitements T_x .

Conclusion générale :

- L'objectif essentiel de ce travail est de voir pour une nuance de l'alliage Al-Mg-Si, si le pic obtenu par DSC correspond bien à deux phases métastables (β'' et β') comme il a été avancé par certains auteurs ou bien à une seule phase.
- Les résultats obtenus en utilisant la DSC et suivant un protocole bien précis ont montré que pour cet alliage on est bien en présence d'une seule phase métastable et non deux phases.
- Cette phase est probablement la phase β' , puisque cette dernière est plus stable que β'' . De plus d'après la littérature, la température final T_f du $PicB$ est plus proche du domaine d'existence de la phase β' .

Nous sommes donc plus favorables à la cinétique de précipitation suivante :



- La quantité de cette phase formée obéit à une équation de régression qui a été déterminée :

Perspectives de travail :

- Une étude par microscopie électronique à transmission est nécessaire afin de confirmer ce résultat et identifier définitivement cette phase.
- Une étude poussée est attendue pour déterminer les paramètres thermodynamique et affiner l'équation exprimant la quantité de la phase formée en fonction de la température.

References:

- [1] Y.C. Chen and K. Nakata, friction stir lap joining aluminium and magnesium alloys, *Scripta Mater*, 58 (2008) 433-436. doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.033
- [2] J. E. Hatch, *Aluminum : Properties and Physical Metallurgy*, ASM International (1984).
- [3] F. A. Shunk, *Constitution of Binary Alloys*, 2nd Ed., Genium Pub/ Corp, (1985).
- [4] M.I. Daoudi, A. Triki, A. Redjaimia, Y. Chihaoui: The determination of the activation energy varying with the precipitated fraction of β'' metastable phase in an Al–Si–Mg alloy using non-isothermal dilatometry. *Thermochim. Acta* 577 (2014) 5-10. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tca.2013.12.007>
- [5] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater.* 46(1998), 3893-904. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00059-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00059-7)
- [6] M.H. Jacobs, The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy, *Philos. Mag.*, 26(1972), 1-13. <http://dx.doi.org/10.1080/14786437208221015>
- [7] S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, J. Jansen, C. Træholt, U. Tundal, O. Reiso, The crystal structure of the η' phase in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater.*, 46 (1998), 3283-298. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00493-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00493-X)
- [8] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno, Crystal structure of the η' phase in an Al–1.0mass%Mg₂Si–0.4mass%Si alloy, *Mat. Sci. Eng. A-Struct*, 262 (1999), 232-37. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00962-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00962-9)
- [9] J.P. Lynch, L.M. Brown, M.H. Jacobs, Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys. *Acta Metall.*, 30 (1982), 1389-395. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90159-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90159-6)
- [10] K. Matsuda, S. Tada, S. Ikeno, T. Sato, A. Kamio, Crystal system of rod-shaped precipitates in an Al-1.0mass%Mg₂Si-0.4mass%Si alloy, *Scripta Metall. Mater.*, 32 (1995) 1175-80. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(95\)00121-B](https://doi.org/10.1016/0956-716X(95)00121-B)
- [11] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, A. Kamio, A metastable phase having the orthorhombic crystal lattice in an Al-1.0mass%Mg₂Si-0.4mass%Si alloy, *Scripta Mater.*, 34(1996), 1797-802. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00057-7](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00057-7)
- [12] M. Saga, N. Maruyama, Characterization of Nano-Scale Fine Precipitates in Al-Mg-Si Alloys for Automotive Applications NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT No. 91 January 2005. <https://www.nipponsteel.com/en/tech/report/nsc/pdf/n9109.pdf>

- [13] M.I. Daoudi, A. Triki, A. Redjaimia, DSC study of the kinetic parameters of the metastable phases formation during non-isothermal annealing of an Al-Si-Mg alloy. *J Therm Anal Calorim.*, 104(2011)627-633. [Dio :10.1007/s10973-010-1099-8](https://doi.org/10.1007/s10973-010-1099-8).
- [14] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, S.I. Kamio, Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si alloy, *J. Mater. Sci.* 35 (2000) 179-189. <https://doi.org/10.1023/A:1004769305736>
- [15] X. Wang, S. Esmaili, D. J. Lloyd .The sequence of precipitation in the Al-Mg-Si-Cu Alloy AA6111, *Metal. Mater. Trans. A* , 37A(2006)2691-2699.
[Dio :10.1007/BF02586103](https://doi.org/10.1007/BF02586103)
- [16] M. Torsaeter, H. S. Hasting, W. Lefebvre, C.D. Marioara, J.C. Walmsley, S.J. Andersen, R. Holmestad, The influence of composition and natural aging on clustering during preaging in Al-Mg-Si alloys, *J. Appl. Phys.*, 108 (2010),
<https://doi.org/10.1063/1.3481090>
- [17] D.J. Chakrabarti, D. E. Laughlin. Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions, *Progress in Materials Science*, 49 (2004) 389–410
- [18] W. F Miao, D.E. Laughlin .Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in Aluminum alloy 6022, *Metall. Mater. Trans. A*, 31A (2000)361-371.
<https://doi.org/10.1007/s11661-000-0272-2>
- [19] S. Esmaili, L. M. Cheng, A. Deschamps, D.J. Lloyd, W. J. Poole, *Mater. Sci. Eng. A*, (2001) 461-465.
- [20] M.A. van Huis, J.H. Chen, H.W. Zandbergen, M.H.F. Sluiter, Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al–Mg– Si alloys in the late stages of evolution, *Acta Mate.*, 54 (2006) 2945–55.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.02.034>
- [21] D. Maisonette, Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6, thèse de doctorat, Lyon, 2010.
- [22] C.M. Gourlay, H.I. Laukli, A.K. Dahle, Defect band characteristics in Mg-Al and Al-Si high-pressure die castings. *Mater Trans A*. 38 (2007) 1833–1844.
<https://doi.org/10.1007/s11661-007-9243-1>
- [23] I. Lakhtine. *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, 2eme Ed., Edition Mir. Moscou., 1986, pp. 367 - 386.
- [24] A.K. Gupta, D.J. Lloyd, S.A. Court. Precipitation hardening in Al–Mg–Si alloys with and without excess Si. *Mater SCI Eng A*, 316(2001) 11–17.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01247-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01247-3)
- [25] J. Y. Hwang, H. W. Doty, M. J. Kaufman, Crystallographic studies on the iron containing intermetallic phases in the 319-type aluminium casting alloys, *Phil. Mag.* 88 (2008) 607 – 619. <https://doi.org/10.1080/14786430801942970>

- [26] H. Nemour, M. I. Daoudi, A. Triki, The effect of heavy cold plastic deformation on the non-isothermal kinetics and the precipitation sequence of metastable phases in an Al–Mg– Si alloy, *J Therm Anal Calorim*, 123(2016) 19-26.
<https://doi.org/10.1007/s10973-015-4915-3>
- [27] M. Kolar, K.O. Pedersen, S. Gulbrandsen-Dahl, K. Teichmann, K.Marhinsen, Effect of pre-deformation on mechanical response of an artificially aged Al–Mg–Si alloy, *Mater Trans*, 52(2011) 1356–62. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-MZ201127>
- [28] N.Afify, A. Gaber, M.S. Mostafa, G h. Abbady. Influence of Si concentration on the precipitation in Al-1at%Mg alloy, *JALLCOM*, 462(2008) 80-87.
<https://doi.org/10.1016/J.jallcom.2007.08.043>

Résumé :

L'objectif essentiel de ce travail est l'étude de la cinétique de précipitation d'un alliage Al-Mg-Si contenant un excès de silicium. La microstructure de cet alliage a été caractérisée par la microscopie électronique à balayage (MEB). Des précipités essentiellement aux joints de grains ont été identifiés comme ayant une structure stœchiométrique proche de $Al_{15}Fe_3Si$.

L'analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) nous a permis en utilisant un protocole précis de prouver qu'un pic exothermique identifié par certains auteurs pour un alliage similaire comme étant propre à une seule phase métastable et non deux phases.

Une équation donnant la proportion de la phase formée en fonction de la température a été déterminée

Les mots clés : Alliage $Al - Mg - Si$, DSC, cinétique de précipitation, phase métastable.

Abstract:

The main objective of this work is the study the Kinetics of precipitation of alloy $Al - Mg - Si$ containing an excess of silicon. The microstructure of this alloy was characterized by scanning electron microscopy (SEM) precipitates mainly at grain boundaries have been identified as having a stoichiometric structure close to $Al_{15}Fe_3Si$.

The differential calorimetric (DSC) analysis allowed us using a precise protocol to prove that an exothermic peak identified by some authors for a similar alloy as being specific to a single metastable phase and not now phases.

The equation give in proportion to the phase formed as a function of the temperature was Determined.

Key words: $Al - Mg - Si$ alloy, DSC, precipitation kinetics, metastable phase.

المخلص

ان الهدف الاساسي من هذا العمل هو دراسة حركية الترسيب لسبائك الألمنيوم والسليسيوم والمغنيزيوم والتي تحتوي على كمية من السليسيوم تتميز البنية المجهرية لهذه السبيكة والتي تتم باستعمال المجهر الالكترونية والذي من خلاله يتم تحديد الرواسب الموجودة اساسا في الحدود والتي عرفت بأنها ذات هيكل متكافئ قريبة من الألمنيوم خمسة عشر والحديد ثلاث والسليسيوم

ان جهاز تحليل القياس التفاضلي. يسمح باستعمال بروتوكول دقيق. لأثبات ما إذا كانت الذرة الطاردة للحرارة والتي وجدو انها تعود على مرحلة واحدة وليس اثنين

لقد وجدنا معادلة تعبر عن اقتراح الكمية المتشكلة بدلالة درجة الحرارة المحددة

الكلمات المفتاحية: تحليل القياس التفاضلي، حركية الترسيب، مرحلة الانسبات، سبيكة الألمنيوم والسليسيوم والمغنيزيوم.

Annexe:



GECAT
GRUPO ESPECIALIZADO DE CALORIMETRIA Y ANALISIS TERMICO



Certificate

Fares Alloui

has presented an Oral communication
at the GECAT 2021 Young
Researchers Workshop

**Title: Study of cinetic precipitation in
two aluminium alloys by differential
scanning calorimetry**

Signature: J.J. SUÑOL MARTÍNEZ

Juan José
Suñol
Martinez - DNI
40973820X
(TCAT)

Firmado
digitalmente por
Juan José Suñol
Martinez - DNI
40973820X (TCAT)
Fecha: 2021.06.16
11:52:34 +02'00'

**President of GECAT
June 2021**