

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique  
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 :*

***BENARBIA MOHAMED***

---

**Etude Calorimétrique d'un alliage d'Aluminium  
de la série 6xxx à excès de Silicium**

---

Sous la Direction de :

***Dr : Fares SERRADJ***

**Juin 2022**

***Remerciement***

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant le clément et le miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à mon encadreur, monsieur **Fares SERRADJ maitre de conférences** à l'université du 8 Mai 1945, Guelma, pour ses précieux conseils, son orientation, la confiance et la patience qu'il m'avait octroyée. Aussi j'ai énormément profité de son expérience.

Mes remerciements vont également à monsieur **Brahim BELFARHI** professeur à l'université du 8 Mai 1945, Guelma pour son aide inconditionnelle et ses riches directives et ce durant toute la période du travail.

Aussi, je remercie monsieur **Ahmed Belhaffef** pour la contribution qu'il a apportée pour la correction de mon mémoire.

Mes remerciements à monsieur **Abderrezak BEZAZI** professeur à l'université du 8 Mai 1945 Guelma et directeur du laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), pour nous avoir aidés à réaliser notre plan expérimental.

Enfin, je tiens également à remercier ma famille qui m'a soutenu par ses sacrifices, ses prières et ses encouragements, ce qui m'a permis de surmonter tous les obstacles

**Résumé :**

Actuellement, dans les différents secteurs de l'industrie, notamment, de construction ; d'automobile, d'aéronautique...etc, les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx sont les plus fréquemment utilisés. Les scientifiques et les chercheurs sont couramment exécutés des divers processus de traitement thermique sur les matériaux et les alliages, pour répondre aux différentes exigences des différentes applications pratiques.

Le présent travail vise à l'étude calorimétrique et thermique d'un alliage Al-Mg-Si de la série 6xxx à excès de silicium. A cet égard, nous avons utilisé deux méthodes d'investigations : l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et la microscopie optique (MO).

On constate l'apparition des pics sur les courbes de DSC, ce qui nous conduit à la caractérisation et l'identification des processus de transformation de phases (précipitation ou dissolution de différentes phases métastables). Les maximums de certains pics obtenus sur la courbe de DSC sont usés pour estimer les valeurs des énergies d'activation. Les résultats obtenus montrent que : Les paramètres cinétiques de précipitation du processus de transformation varient significativement d'une phase à une autre.

La descente de la vitesse de chauffage accélère la séquence de précipitation dans l'alliage Al-Mg-Si. Cette séquence est décrite comme suit : *les zones G.P*  $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta (Mg_2Si)$ .

Les phases intermédiaires  $\beta''$ ,  $\beta'$  et la phase stable  $\beta$ , nécessitent des énergies d'activation approximatives respectivement, 41 KJ/mol, 60 KJ/mol et 48 KJ/mol, pour leur formation.

Le traitement d'homogénéisation de l'alliage étudié favorise la libération des particules dans la matrice d'aluminium, alors que le traitement de vieillissement artificiel à 300°C favorise la diminution de la taille des grains.

**Mots clés :** les alliages Al-Mg-Si, traitements thermiques, précipitation, phases, DSC, séquence de précipitation, énergie d'activation, méthode de Starink, méthode de Boswell, méthode de Kissinger, méthode d'Ozawa, MO, microstructure.

## ملخص :

تعد، حالياً، سبائك الالمنيوم-المغنيزيوم-السليسيوم Al-Mg-Si والمعروفة أيضاً بسبائك السلسلة 6xxx الأكثر استخداماً في مختلف قطاعات الصناعة، على وجه الخصوص، قطاع البناء، والسيارات، والملاحة الجوية، وغيرها. حيث يقوم العلماء والباحثون بشكل دائم بإجراء العديد من عمليات المعالجة الحرارية على المواد والسبائك لتلبية مختلف المتطلبات للتطبيقات العملية المتعددة.

يهدف هذا العمل إلى الدراسة الحرارية لسبائك الالمنيوم-المغنيزيوم-السليسيوم Al-Mg-Si مع فائض في السليسيوم. لأجل ذلك، استخدمنا طريقتين تجريبيتين هما: الماسح الحراري التفاضلي (DSC) والفحص المجهرى البصري (MO).

تمت دراسة القمم العظمى المختلفة، التي ظهرت على منحنيات الماسح الحراري التفاضلي (DSC)، لتحديد أنماط التحولات الطورية (ترسب الاطوار أو انحلالها). ويتم استخدام نتائج القمم القصوى لتقدير قيم طاقات التنشيط.

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها ما يلي:

تختلف المعاملات الحركية للترسيب لعملية التحول بشكل كبير من طور إلى آخر.

يؤدي خفض معدل التسخين إلى تسريع عملية تشكل تسلسل الترسيبات في السبيكة المدروسة.

توصف حركية تشكل الترسيبات والاطوار على النحو التالي:

محلول صلب مشبع -- مناطق قينيبي- بريستون -- الطور  $\beta$  -- الطور  $\beta'$  -- الطور  $\beta(Mg_2Si)$

تتطلب المراحل الوسيطة  $\beta$  و  $\beta'$  والمرحلة المستقرة  $\beta$ ، لتكوينها طاقات تنشيط تبلغ حوالي 41

كيلوجول/مول و 60 كيلوجول / مول و 48 كيلوجول/مول، على التوالي.

تعزز معالجة التجانس الحراري للسبيكة المدروسة إطلاق الجسيمات في مصفوفة الألومنيوم، كما تعزز

معالجة التقادم الاصطناعي عند 300 درجة مئوية تقليل حجم حبيبات البنية المجهرية.

الكلمات المفتاحية: سبائك Al-Mg-Si، المعالجات الحرارية، الترسيب، الاطوار، DSC، حركية الترسيبات،

طاقة التنشيط، طريقة Starink، طريقة Boswell، طريقة Kissinger، طريقة Ozawa، المجهر الضوئي،

البنية المجهرية.

**Abstract:**

In the various sectors of industry; such as construction; automobile, aeronautics, etc., the Al-Mg-Si alloys of the 6xxx series are the most frequently used. Scientists and researchers are usually performing various heat treatment processes on materials and alloys to meet different requirements for different practical applications.

This work is a calorimetric and thermal study of an Al-Mg-Si alloy of the 6xxx series with excess silicon. In this regard, we used two investigation methods: differential scanning calorimetry (DSC) and optical microscopy (OM).

The various peaks, which appeared on the DSC curves, were characterized to identify phase transformation processes (precipitation or dissolution of different metastable phases). The maximum of certain peaks obtained on the DSC curve are used to estimate the values of the activation energies. The results obtained show that the kinetic parameters of precipitation of the transformation process significantly vary from one phase to another.

The lowering of the heating rate accelerates the precipitation sequence in the Al-Mg-Si alloy. This sequence is described as follows: the G.P zones  $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$  ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ ).

For their formation, the intermediate phases  $\beta''$ ,  $\beta'$  and the stable phase  $\beta$ , require activation energies of approximately 41 KJ/mol, 60 KJ/mol and 48 KJ/mol, respectively.

The homogenization treatment of the studied alloy promotes the release of particles in the aluminum matrix, and the artificial aging treatment at 300°C promotes the reduction in grain size.

**Keywords:** Al-Mg-Si alloys, heat treatments, precipitation, phases, DSC, precipitation sequence, activation energy, Starink method, Boswell method, Kissinger method, Ozawa method, OM, microstructure.

## Table des matières

Remerciement	
Résumé	<b>a</b>
ملخص	<b>b</b>
Abstract	<b>c</b>
Introduction générale	<b>1</b>
<b>Chapitre I :</b> <b>Les alliages d'Aluminium</b>	
I.1 Introduction	<b>4</b>
I. 2 Alliages à base d'aluminium	<b>4</b>
I.2.1 Aluminium	<b>4</b>
I.2.2 Historique de l'aluminium	<b>5</b>
I.2.3 Production de l'aluminium	<b>7</b>
I.2.4 Procédé de fabrication de l'aluminium	<b>7</b>
I.3 Désignation des alliages d'aluminium	<b>8</b>
I.3.1 Désignation des alliages corroyés	<b>9</b>
I.4 Bases de la métallurgie de l'aluminium et de ses alliages	<b>9</b>
I.4.1 Influence des éléments d'addition	<b>9</b>
I.4. Classification des alliages d'aluminium	<b>10</b>
I.4.1. Alliage à durcissement structural	<b>11</b>
I.4.2. Alliage sans durcissement structural	<b>11</b>
I.5. Les alliages Al-Mg-Si	<b>12</b>
I.5.1. Système ternaire Al-Mg-Si	<b>12</b>
I.5.1.1. Alliages du type A-GS	<b>13</b>
I.5.1.2 Alliages du type A-SG	<b>13</b>
I.6. Les applications des alliages Al-Mg-Si	<b>13</b>

<b>Chapitre II :</b>	
<b>Les traitements thermiques et les précipitations</b>	
<b>dans les alliages Al-Mg-Si</b>	
II.1. Traitements thermiques sur l'aluminium et ses alliages :	<b>19</b>
II.2. Les différentes étapes d'un traitement thermique des alliages Al-Mg-Si	<b>19</b>
II.2.1. Mise en solution	<b>19</b>
II.3. Précipitation dans les alliages d'aluminium	<b>19</b>
II.3.1. Définition de la précipitation	<b>20</b>
II.3.2. Les type de précipitation	<b>20</b>
II.3.2.1. La précipitation continue	<b>20</b>
II.3.2.2. La précipitation discontinue	<b>20</b>
II.4. Mécanisme de précipitation	<b>20</b>
II.4.1. La germination	<b>20</b>
II.4.1.1. La germination homogène	<b>21</b>
II.4.1.2. La germination hétérogène	<b>21</b>
II.4.2. La croissance	<b>21</b>
II.4.3. La coalescence	<b>21</b>
II.5. Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	<b>21</b>
II.6. La cinétique de transformation de phase	<b>24</b>
II.6.1. Équation d'Arrhenius	<b>24</b>
II.6.2. Détermination de l'énergie d'activation	<b>25</b>
II.6.2.1. Méthode de Starink	<b>26</b>
II.6.2.2. Méthode d'Ozawa	<b>26</b>
II.6.2.3. Méthode Boswell	<b>26</b>
II.6.2.4. Méthode Kissinger	<b>26</b>

<b>Chapitre III :</b>	
<b>Matériaux étudiés et techniques expérimentales</b>	
III.1. Introduction	<b>31</b>
III.2. Alliage étudié	<b>31</b>
III.2.1. Traitements thermiques appliqués	<b>31</b>
III.2.2. Préparation des échantillons pour l'étude micrographique	<b>32</b>
III.3. Méthodes et techniques expérimentales	<b>33</b>
III.3.1. L'analyse calorimétrique différentiel à balayage	<b>33</b>
III.3.2. Microscopie optique (MO)	<b>34</b>
<b>Chapitre IV :</b>	
<b>Résultats et discussions</b>	
IV.1. Introduction	<b>36</b>
IV.2. Etude Calorimétrique par DSC	<b>36</b>
IV.2.1. Détermination de l'énergie d'activation	<b>37</b>
IV.2.1.1. Par la méthode de Starink	<b>37</b>
IV.2.1.2. Par la méthode de Boswell	<b>43</b>
IV.2.1.3. Par la méthode de Kissinger	<b>48</b>
IV.2.1.4. Par la méthode d'Ozawa	<b>54</b>
IV.3 Etude micrographique par microscopie optique	<b>60</b>
IV.3.1. Microstructure à l'état de réception	<b>60</b>
IV.3.2. Microstructure après l'homogénéisation	<b>61</b>
IV.3.3. Microstructure à état de vieillissement à 300 °C	<b>61</b>
Conclusion générale	<b>64</b>



## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : L'aluminium non allié et sa structure CFC	<b>4</b>
<b>Figure I.2</b> : Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments	<b>5</b>
<b>Figure I.3</b> : Les inventeurs de la procédure d'électrolyse de l'aluminium	<b>6</b>
<b>Figure I.4</b> : Les minerais d'aluminium.	<b>7</b>
<b>Figure I.5</b> : La Bauxite : le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine	<b>7</b>
<b>Figure I.6</b> : Procédé de fabrication de l'aluminium.	<b>8</b>
<b>Figure I.7</b> : Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg <sub>2</sub> Si, coupe pseudo binaire	<b>13</b>
<b>Figure II.1</b> : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation	<b>20</b>
<b>Figure II.2</b> : Zones G P dans un alliage Al-Mg <sub>2</sub> Si (aiguilles le long [100] <sub>Al</sub> )	<b>22</b>
<b>Figure II.3</b> : La phase β'' précipite dans un alliage Al-Mg-Si	<b>23</b>
<b>Figure II.4</b> : Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si	<b>24</b>
<b>Figure II.5</b> : Précipitation de la phase β d'un alliage Al-Mg-Si	<b>25</b>
<b>Figure III.1</b> : Echantillons d'alliage étudié.	<b>31</b>
<b>Figure III.2</b> : Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B.	<b>32</b>
<b>Figure III.3</b> : Machine de DSC de type METTLER TOLEDO DSC	<b>33</b>
<b>Figure III.4</b> : Microscope optique de type ZEISS.	<b>34</b>
<b>Figure IV.1</b> : Les courbes de DSC de l'alliage Al-Mg-Si étudié obtenue par deux vitesses de chauffage V = 10°C/min et V= 15 °C/min.	<b>36</b>
<b>Figure IV.2</b> : La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode de Starink.	<b>39</b>
<b>Figure IV.3</b> : La courbe $\ln (T_{p1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Starink.	<b>40</b>
<b>Figure IV.4</b> : La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase β'' par la méthode de Starink.	<b>40</b>
<b>Figure IV.5</b> : La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase β'' par la méthode de Starink.	<b>41</b>

<b>Figure IV.6 :</b> La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta'$ par la méthode de Starink.	<b>42</b>
<b>Figure IV.7 :</b> La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta'$ par la méthode de Starink.	<b>42</b>
<b>Figure IV.8 :</b> La courbe $\ln (T_p^{1, 92}/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta$ par la méthode de Starink.	<b>43</b>
<b>Figure IV.9 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode de Boswell.	<b>45</b>
<b>Figure IV.10 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Boswell.	<b>46</b>
<b>Figure IV.11 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta''$ par la méthode de Boswell.	<b>46</b>
<b>Figure IV.12 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta''$ par la méthode de Boswell.	<b>46</b>
<b>Figure IV.13 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta'$ par la méthode de Boswell.	<b>47</b>
<b>Figure IV.14 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta'$ par la méthode de Boswell.	<b>47</b>
<b>Figure IV.15 :</b> La courbe $\ln (T_p/V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta$ par la méthode de Boswell.	<b>48</b>
<b>Figure IV.16 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode de Kissinger.	<b>50</b>
<b>Figure IV.17:</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Kissinger.	<b>51</b>
<b>Figure IV.18 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta''$ par la méthode de Kissinger.	<b>51</b>
<b>Figure IV.19 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta''$ par la méthode de Kissinger.	<b>52</b>
<b>Figure IV.20 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta'$ par la méthode de Kissinger.	<b>52</b>
<b>Figure IV.21 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta'$ par la méthode de Kissinger.	<b>53</b>
<b>Figure IV.22 :</b> La courbe $\ln (V/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta$ par la méthode de Kissinger.	<b>53</b>

<b>Figure IV.23 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode d'Ozawa.	<b>56</b>
<b>Figure IV.24 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode d'Ozawa.	<b>56</b>
<b>Figure IV.25 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta''$ par la méthode d'Ozawa.	<b>57</b>
<b>Figure IV.26 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta''$ par la méthode d'Ozawa.	<b>57</b>
<b>Figure IV.27 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta'$ par la méthode d'Ozawa.	<b>58</b>
<b>Figure IV.28 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\beta'$ par la méthode d'Ozawa.	<b>58</b>
<b>Figure IV.29 :</b> La courbe $\ln(V)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\beta$ par la méthode d'Ozawa.	<b>59</b>
<b>Figure IV. 30.</b> Microstructure optique de l'alliage à l'état brut.	<b>60</b>
<b>Figure IV. 31.</b> Microstructure optique de l'alliage étudié homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau.	<b>61</b>
<b>Figure IV. 32.</b> Microstructure optique de l'alliage étudié homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau puis vieilli 1 min à 300°C.	<b>62</b>

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1.</b> Familles d'alliages d'aluminium corroyés	<b>8</b>
<b>Tableau III.1.</b> Compositions chimiques de l'alliage étudié en % massique	<b>31</b>
<b>Tableau IV. 1.</b> Valeurs calculées par la méthode de Starink.	<b>37</b>
<b>Tableau IV. 2.</b> Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Starink.	<b>39</b>
<b>Tableau IV. 3.</b> Valeurs calculées par la méthode de Boswell.	<b>43</b>
<b>Tableau IV. 4.</b> Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Boswell.	<b>44</b>
<b>Tableau IV. 5.</b> Valeurs calculées par de la méthode de Kissinger.	<b>48</b>
<b>Tableau IV.6.</b> Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger.	<b>50</b>
<b>Tableau IV. 7.</b> Valeurs calculées par de la méthode d'Ozawa.	<b>54</b>
<b>Tableau IV. 8.</b> Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa.	<b>55</b>
<b>Tableau IV. 9.</b> Energies d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié, calculées par différentes méthodes.	<b>59</b>

## Introduction générale

Les alliages d'aluminium ont fait l'objet de plusieurs recherches scientifiques. Leurs propriétés mécaniques et électriques ont permis leur utilisation dans divers domaines telle que l'industrie aéronautique, automobile ou le transport.

L'ajout d'éléments d'addition d'alliages comme le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le cobalt avec des traitements thermiques, provoque la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice  $\alpha$ - aluminium.

Parmi les alliages les plus utilisée notamment dans (la construction électrique, la construction aéronautique, l'emballage, la décoration), on connaît 8 séries d'alliage d'aluminium. La série 6xxx (Al-Mg-Si) est la plus prisée en raison de ses bonnes propriétés mécaniques électriques et surtout sa résistance à la corrosion.

La diversité des propriétés d'aluminium est due aux modifications structurales obtenues par des traitements thermiques. Ces traitements permettent de transformer les phases des matériaux à l'état solide par l'altération de la solution sursaturée constituant l'alliage. Ce phénomène s'appel "durcissement structural".

En commençant par la solution solide sursaturé qui provoque la précipitation au cours des traitements de vieillissement par voie de conséquence une transformation à l'état solide.

L'étude de la cinétique de changement de phases en utilisant différentes méthodes permet de comprendre les mécanismes de réaction de précipitation et dissolution. Dans notre travail, pour nous permettre la détermination de l'énergie d'activation, nous avons décrit les méthodes *d'Ozawa, de Kissinger, de Boswell et de Starink*.

Notre objectif est l'étude calorimétrique d'un alliage de la série 6xxx à excès de Si. L'étude expérimentale est basée sur la microscopie optique et l'analyse différentielle à balayage (DSC).

Le mémoire est organisé comme suit :

- Le premier chapitre comporte une recherche bibliographique sur l'aluminium et ses alliages.
- Le deuxième chapitre présente une étude bibliographie sur les différents traitements thermiques et leurs effets sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si, ainsi qu'un traitement des différents précipités intermédiaires métastables.

- Dans le troisième chapitre, nous décrirons l'alliage étudié, ainsi que les différentes techniques expérimentales utilisées (la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
- Le quatrième chapitre traite les résultats obtenus et les discussions.
- Enfin, nous terminons par une conclusion générale présentant les principaux résultats obtenus.

# *Chapitre I*

## *Les Alliages d'Aluminium*

## I.1 Introduction

L'aluminium a connu une évolution spectaculaire depuis sa découverte en 1854. Mis en valeur par l'Académie des sciences via le chimiste français Sainte-Claire Deville mais le véritable début de l'évolution industrielle de l'aluminium et ses alliages est en 1886 par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux États-Unis l'aluminium est aujourd'hui le premier métal non ferreux [1].

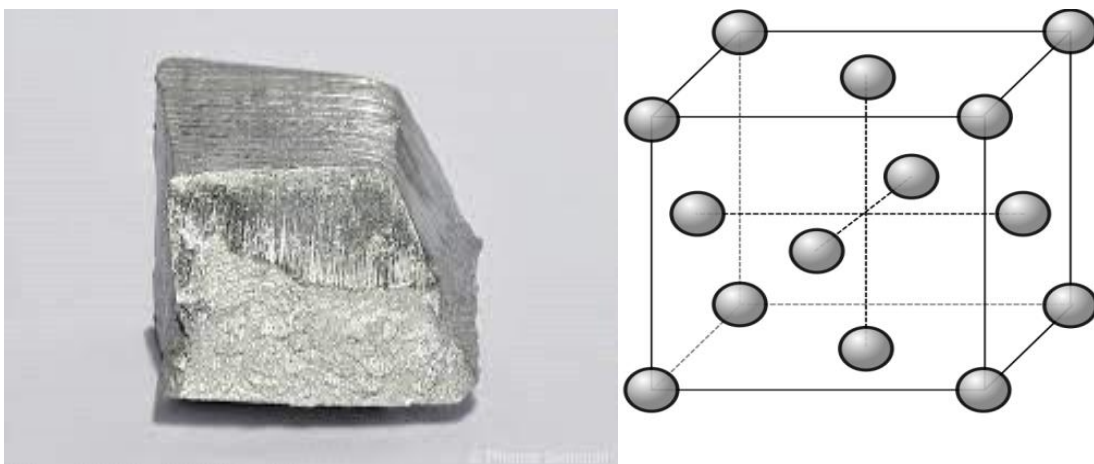
L'aluminium connaît des transformations de phase qui sont des phénomènes physiques. On les rencontre dans la nature ou dans l'expérience également. On fait la lumière sur les transitions de phases qui se traduisent par la découverte des propriétés nouvelles de la matière et qui provoquent une transformation de phases laquelle s'agit d'un traitement thermique [2].

La diversité des propriétés de l'aluminium est due aux modifications structurales apparues suite aux traitements thermiques qui permettent la transformation des phases des matériaux à l'état solide par la décomposition de la solution sursaturée qui constitue l'alliage, ce phénomène s'appelle " durcissement structural" [3].

## I.2 Alliages à base d'aluminium

### I.2.1 Aluminium

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant dans la nature, après l'oxygène et le silicium. C'est un métal blanc et argenté [4] symbolisé par Al, muni du numéro atomique 13, et fait partie du groupe 13 du tableau périodique des éléments. L'aluminium est le second métal le plus utilisé après le fer et les aciers. Son important volume de production industrielle a commencé au début du XXe siècle [5].



*Figure I.1 : L'aluminium non allié et sa structure CFC [6.7].*



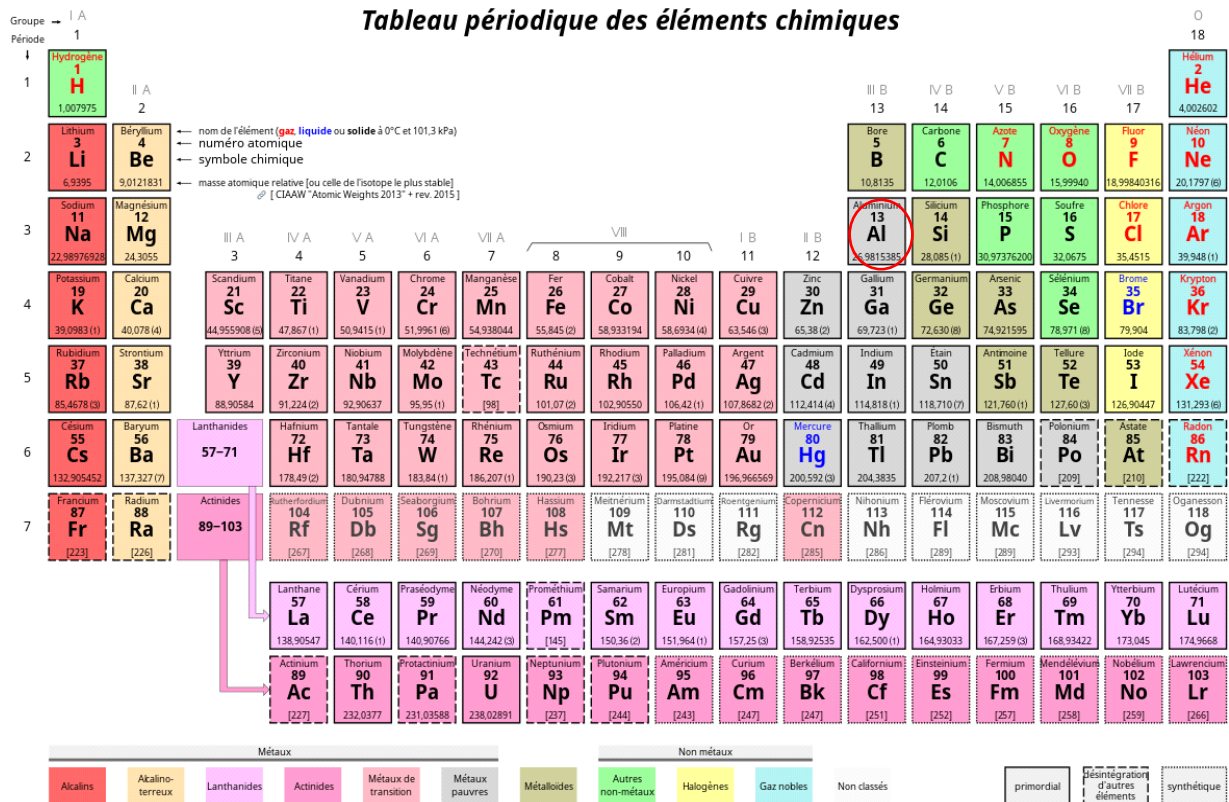


Figure I.2 : Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments [8].

## I.2.2 Historique de l'aluminium

L'aluminium a été présenté en 1854 sous forme d'un lingot obtenu par voie chimique. Inventée par Paul Héroult et Charles Martin Hall, la procédure d'électrolyse s'est développée d'une manière inimaginable la métallurgie de l'aluminium. Ce qui a, de plus, encouragé l'utilisation de l'aluminium en industrie.

En 1888, à partir du minerai de bauxite par dissolution dans le l'hydroxyde de sodium [9], l'autrichien Karl Joseph Bayer invente un procédé d'extraction de l'aluminium (composé chimique contenant l'Al, qui existe à l'état naturel dans la bauxite de formule chimique  $Al_2O_3$ )

Puisque la forme pure de l'aluminium a rarement existé, sa large existence dans plusieurs minerais telle que silicate, kaolin, micas, et notamment les hydroxydes sont par conséquent des éléments d'addition,



Paul Héroult



Charles Martin Hall

Figure I.3 : Les inventeurs de la procédure d'électrolyse de l'aluminium [10.11].

<p><i>Kaolin</i></p>	<p><i>Hydroxydes</i></p>	<p><i>Mica</i></p>
<p><i>Silicate</i></p>	<p><i>Fluorure cryolithe</i></p>	<p><i>Feldspath</i></p>

Figure I.4 : Les minerais d'aluminium.

### I.2.3 Production de l'aluminium :

La production industrielle de l'aluminium est un processus minutieux à cause de la difficulté de la séparation de celui-ci à partir du minerai.

Les bauxites, seule source, sont des roches riches en aluminium. La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine. Elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide.



*Figure I.5 : La Bauxite : le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine [12].*

L'aluminium a une faible masse volumique ( $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$ ), possède une bonne résistance naturelle à la corrosion atmosphérique ce qui permet la formation d'une fine couche superficielle d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [3].

### I.2.4 Procédé de fabrication de l'aluminium :

Pour obtenir l'alumine à partir de la bauxite on doit passer par 5 étapes :

- **Broyage** : la bauxite est broyée en fines particules pour faciliter l'extraction.
- **Attaque** : la bauxite est mélangée avec de la soude et de la chaux dans des réacteurs à haute température et à haute pression.
- **Décantation** : on sépare la phase liquide, riche en aluminium, de la phase solide dans des clarificateurs. Les résidus sont lavés plusieurs fois et forment les "boues rouges". Leur couleur est due à leur forte concentration en oxyde de fer.
- **Précipitation** : la liqueur est refroidie et diluée pour faire précipiter l'aluminium sous forme d'hydrate d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{H}_2\text{O}$ ).
- **Calcination** : l'alumine chauffée à plus de  $1000^\circ\text{C}$  pour la déshydratation.

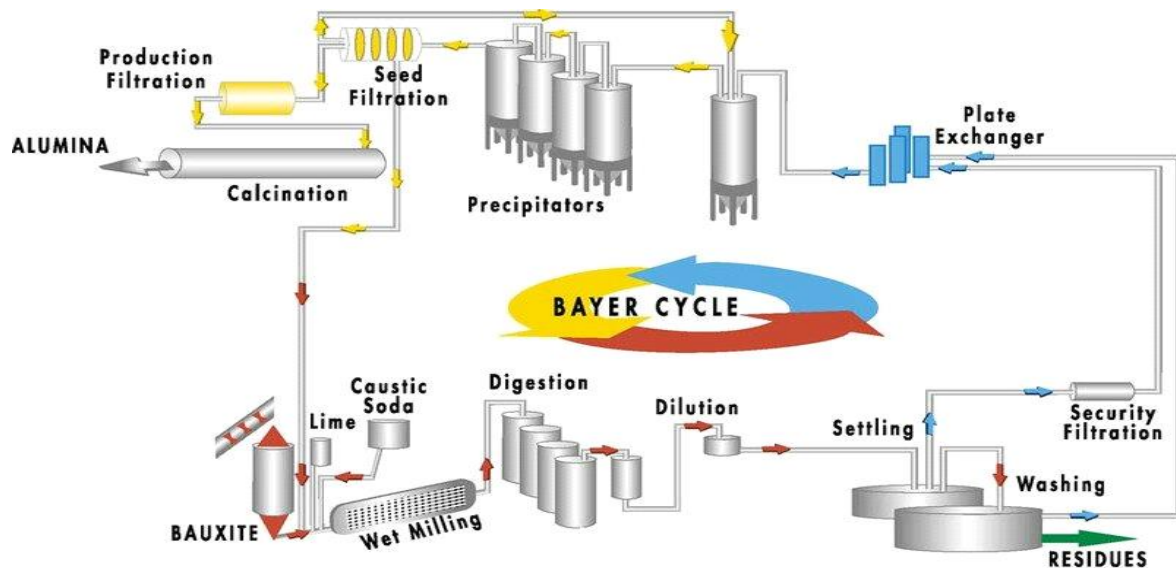


Figure I.6 : Procédé de fabrication de l'aluminium.

### I.3 Désignation des alliages d'aluminium

On a deux grandes classes d'alliages d'aluminium :

- **les alliages corroyés** : nous les obtenons par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid.
- **les alliages de moulage** : nous les obtenons directement par fonderie.

#### I.3.1 Désignation des alliages corroyés

La désignation, conforme à la norme Afnor NF EN 573 ainsi qu'aux spécifications internationales de l'Aluminium Association, est numérique à 4 chiffres, dont le premier chiffre indique la famille (ou la série) [1].

Tableau. I.1 : Familles d'alliages d'aluminium corroyés.

Élément d'alliage	Famille
Aucun	1000
Cuivre	2000
Manganèse	3000
Silicium	4000
Magnésium	5000
Magnésium et silicium	6000
Zinc (et cuivre)	7000

## I.4 Bases de la métallurgie de l'aluminium et de ses alliages

### I.4.1 Influence des éléments d'addition

On a deux types d'addition :

#### Additions principales

Les additions principales sont déterminantes pour les différentes propriétés métallurgiques, elles nécessitent également l'**appartenance** aux différents groupes d'alliages spécifiques, il s'agit du **cuivre**, du **silicium**, du **magnésium**, et du **manganèse**.

#### Additions secondaires

Ce sont des métaux rajoutés en quantité très faible, pour obtenir une **propriété particulière** mais sans changer le groupe d'appartenance, les principaux métaux sont : le fer, le chrome, le zirconium, le nickel, le strontium, le cobalt, le plomb, ... [1].

<b>Béryllium :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il améliore la fluidité des alliages.</li> <li>• Il augmente les propriétés mécaniques.</li> <li>• Il raffine les grains.</li> </ul>
<b>Bore :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il forme des sites stables de germination.</li> <li>• Il contribue également à l'accroissement de la conductivité électrique.</li> </ul>
<b>Cuivre :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il diminue généralement la résistance à la corrosion.</li> <li>• Il contribue à l'augmentation de la résistance.</li> </ul>
<b>Etain :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il améliore l'usinabilité des alliages.</li> <li>• Il facilite le vieillissement artificiel.</li> <li>• Il augmente la résistance mécanique.</li> </ul>
<b>Fer :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il accroît la résistance au craquage à chaud et réduit la tendance de l'alliage.</li> </ul>
<b>Magnésium :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il durcit l'alliage.</li> <li>• Il accélère l'oxydation de l'aluminium liquide.</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il rend l'alliage susceptible à la fissuration inter granulaire.</li> </ul>
<b>Nickel :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il augmente la résistance mécanique des aluminiums de haute pureté mais réduit la ductilité.</li> <li>• Il accroît la dureté et diminue le coefficient d'expansion thermique.</li> </ul>
<b>Silicium :</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il améliore les caractéristiques de mise en forme (moulage).</li> <li>• Il augmente la fluidité.</li> </ul>

#### I.4. Classification des alliages d'aluminium

On a deux grandes classes d'alliages d'aluminium, alliage à durcissement structural et alliage sans durcissement structural [13].

##### I.4.1. Alliage à durcissement structural

Très important dans la métallurgie des alliages d'aluminium parce que c'est le meilleur processus pour atteindre des niveaux élevés de résistance mécanique, dans ce processus on a :

- **Mise en solution** : Traitement dans lequel un alliage est chauffé à une température appropriée. On doit maintenir cette température à un temps considérable pour permettre aux composants solubles d'entrer en solution solide où ils sont maintenus en état sursaturé après la trempe [14].
- **Trompe** : C'est un refroidissement rapide qui arrête toute diffusion pour apporter cette solution dans un état sursaturé métastable [13].
- **Vieillessement** : C'est un traitement thermique à une température inférieure à la température d'homogénéisation pour réaliser les conditions d'équilibre [13].

##### I.4.2. Alliage sans durcissement structural

Dans ce processus on a :

- **Durcissement par écrouissage** : l'écrouissage possède des effets sur plusieurs propriétés de l'alliage
  - Il conduit à l'augmentation de la charge de rupture.
  - Il diminue l'allongement à la rupture [15].

- **Durcissement par addition en solution** : les éléments d'addition donnent des alliages différents, et chaque série d'alliage convient à un domaine précis d'application et lorsqu'on fait une addition d'éléments d'alliage, on peut constater l'augmentation de la dureté par les différents précipités à différent stades [15].
- **Durcissement par l'effet de phase dispensée** : quand on dépasse la limite de solubilité par les éléments d'addition ces derniers se séparent de la matrice riche en aluminium afin de former une seconde phase [16].

### **I.5. Les alliages Al-Mg-Si :**

On définit les alliages comme un changement de la composition chimique de l'aluminium qui possède des propriétés mécaniques très réduites pour les améliorer, on doit faire un ajout des éléments d'addition comme cuivre (Cu) manganèse (Mn) zinc (Zn) nickel (Ni) cobalt (Co) et titane (Ti) ...

Ces derniers entrent en solution solide en composant des précipités qui entraînent des compositions d'alliage possédant une faible masse volumique avec une bonne résistance mécanique [3].

#### **I.5.1. Système ternaire Al-Mg-Si :**

Le système ternaire Al-Si-Mg est la base de l'alliage sensible aux traitements thermiques, et si on considère le système binaire Al et  $Mg_2Si$  on obtient le diagramme de phase à l'équilibre qui peut être simple [17].



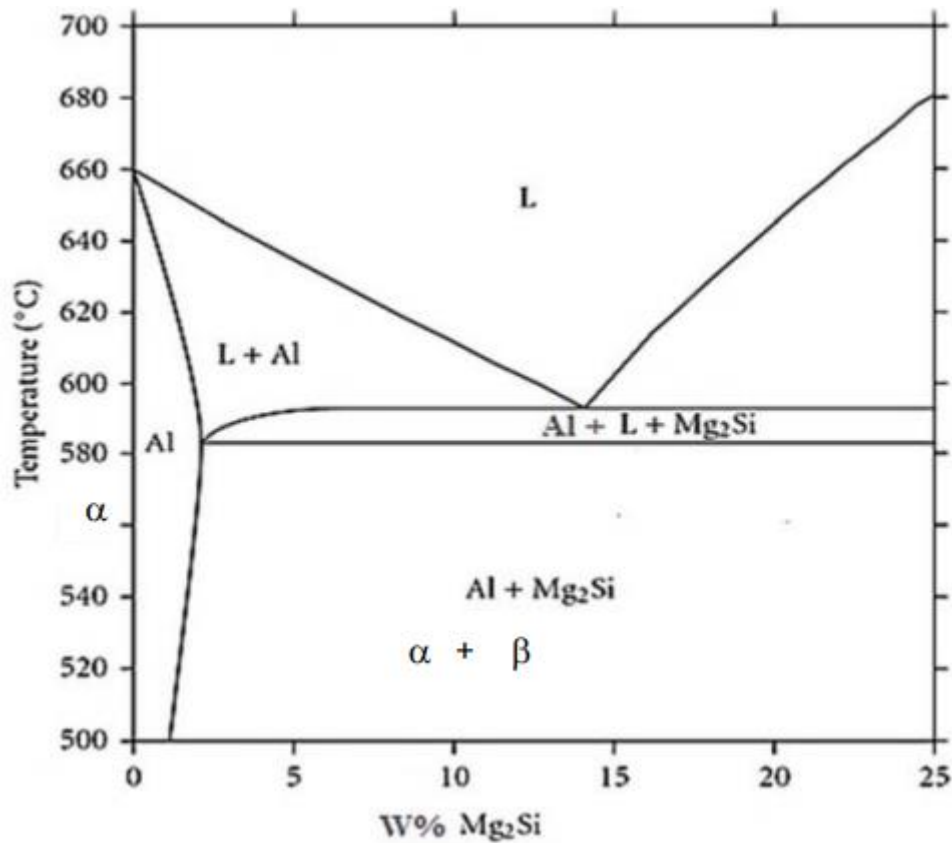


Figure I.7 : Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg<sub>2</sub>Si, coupe pseudo binaire [17].

### I.5.1.1. Alliages du type A-GS

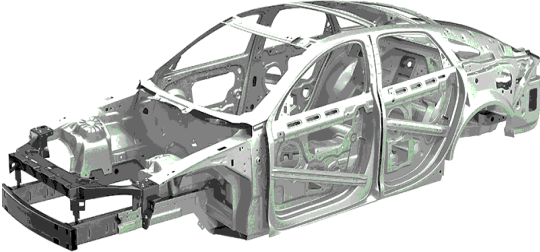



Ces alliages ont une teneur en magnésium (0.35-1%) supérieure à celle du silicium (0.25-0.8%). Ce type d'alliage a les meilleures propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion. On utilise cet alliage beaucoup plus dans le domaine du transport et de l'énergie électrique [2].



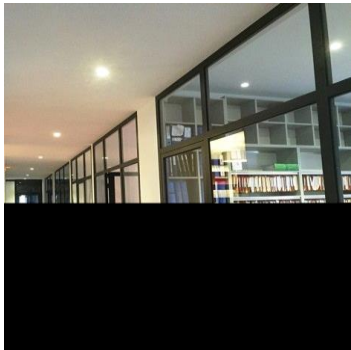
### I.5.1.2 Alliages du type A-SG



Ces alliages possèdent une teneur en silicium supérieure à celle du magnésium, il a une bonne résistance mécanique grâce à Mg<sub>2</sub>Si et à Si, les éléments addition peuvent améliorer la résistance à la rupture fragile [2].



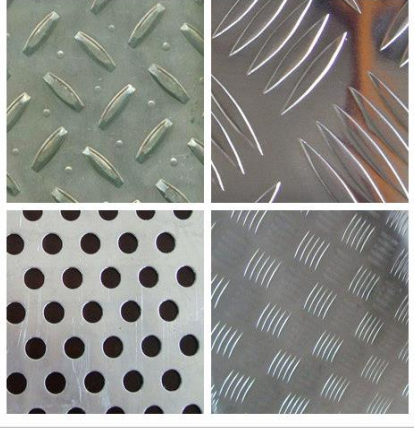




**I.6. Les applications des alliages Al-Mg-Si**



<b>Transports</b>	
	
<p>Aluminium en construction Automobile</p>	<p>Aluminium en construction Aéronautique</p>
	
<p>Aluminium en construction Ferroviaire</p>	<p>Aluminium en construction Navale</p>

<b>Bâtiments</b>		
		
<p>Toiture en aluminium</p>	<p>Façade en aluminium</p>	<p>Aménagements intérieurs en aluminium</p>

<b>Emballages</b>	
	
Boîtes de boisson en aluminium	Feuilles minces pour l'emballage alimentaire en aluminium

<b>Équipements électriques</b>		
		
Câble en aluminium	Appareils ménagers en aluminium	Emballage et décoration en aluminium

<b>Équipements mécaniques</b>	
	
Rivets en aluminium	Boulons en aluminium

<b>Autres applications</b>	
	
Meubles de bureau en aluminium	Panneaux de signalisation routière

**Références :**

- [1] M. Colombie et Coll, Matériaux aux métalliques, 2<sup>ème</sup> édition, (2008) 347-357.
- [2] I. Hamdi, phénomène de précipitation des phases dans alliage d'aluminium (série 6000), thèse de doctorat en science chimie industrielle (2014).
- [3] A. Badre, Etude de l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si, Mémoire de fin d'études Master, Université 8 Mai 1945 Guelma2020.
- [4] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différentes teneurs des éléments d'additions Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014)
- [5] H. Belghit, H. Farh, T. Ziar, M. Zidani, M. Guemini, Study of mechanical properties and precipitation reactions in low copper containing Al-Mg-Si alloy, Arch. Metall. Mater, 63 (4) (2018) 1643-1648.
- [6] <https://mobillegends.net/aluminium#images> - HYPERLINK, "https : // mobillegends.net/aluminium"1
- [7] [https://www.pdfprof.com/PDF\\_Image.php?id=43847&t=43847](https://www.pdfprof.com/PDF_Image.php?id=43847&t=43847) "https:// www.pdfprof.com/PDF\_Image.php?id=43847&t=43847
- [8] [http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Periodic\\_table.svg](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Periodic_table.svg)
- [9] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen and H. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the  $\beta''$  phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, Acta Mater, 51 (2003) 789-796.
- [10] <https://aluminium-foil-liam-salfus.weebly.com/who-discovered-aluminium-foil.html>
- [11] <https://www.invent.org/inductees/charles-martin-hall>
- [12] <https://stringfixer.com/fr/Bauxite>
- [13] H. Farh : Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés thermomécaniques d'une série d'alliage d'aluminium. Thèse de doctorat, Université de Larbi Ben M'hidi, Oum El Bouaghi, (2012).

- [14] A. Bouchelaghem : Etude des phénomènes de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si à excès de Si. Mémoire de Master, Université 8 mai 1945, Guelma, (2019).
- [15] A. Boudilmi : Contribution à la caractérisation des revêtements et des matériaux stratifiés par microdureté et tenue à l'usure. Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas, Sétif, (2017).
- [16] K. Djabri : Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenant différentes teneurs des éléments d'additions. Mémoire de Master, Université de Larbi Tebbesi, Tebessa, (2016).
- [17] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang and B. L. Zhou, *Materials sciences and technologie* 17 (2001) 494-497.

*Chapitre II :*

*Traitements Thermiques*

*et Précipitation dans les alliages*

*Al-Mg-Si*

## **II-1- Traitements thermiques sur l'aluminium et ses alliages :**

Le but des traitements thermiques consiste en l'amélioration et la détérioration des propriétés mécaniques d'un matériau.

Les alliages d'aluminium possèdent la capacité de durcir naturellement après une trempe. Cette propriété est acquise par les éléments d'alliages solubles à l'état solide et la solubilité qui diminue avec la température.

## **II-2- Les différentes étapes d'un traitement thermique des alliages Al-Mg-Si**

**II-2-1- Mise en solution :** Le but de ce traitement est d'apporter dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement et cela nécessite la sauvegarde de l'alliage à une température très élevée et un temps peu long pour l'obtention d'une solution solide homogène [1].

Les domaines des températures de mise en solution s'étendent de 450 °C à 590 °C [2].

**II-2-2- Trempe :** La trempe est l'une des opérations les plus cruciales de traitement thermique. On peut l'effectuer dans l'eau, l'air, ou dans des métaux en fusion, le but de la trempe est de supprimer la formation de la phase à l'équilibre  $Mg_2Si$ . Au cours du refroidissement et du maintien de la solution soluble et solide formée dans la mise en solution par refroidissement au voisinage de la température de la pièce [3].

**II-2-3- Maturation :** Au cours de la période de la maturation à température ambiante (ou vieillissement naturel), cette solution solide se décompose pour former les zones GP (zone de Gagner Preston) cette étape demande beaucoup de temps (plusieurs jours).

**II-2-4- Revenu :** On dit que le traitement de revenu ou vieillissement artificiel est un traitement thermique à température modérée (100°C, 200°C), il conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables.

## **II-3- Précipitation dans les alliages d'aluminium**

Ce qu'on cherche concernant un métal est l'amélioration de ses propriétés mécaniques. Parmi les méthodes connues, on note la précipitation.



### II-3-1- Définition de la précipitation

Le phénomène de précipitation consiste à la décomposition d'une solution solide sursaturée en un mélange de deux phases de composition différentes : l'une possède une structure proche de la phase métal et l'autre est dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité.

### II-3-2- Les type de précipitation :

On a deux grands types de précipitation :

#### II-3-2-1 La précipitation continue :

La précipitation continue quand la saturation des cristaux mixtes métastables est faible telle que la solution solide sursaturée débute à s'appauvrir d'une manière continue aléatoire et parfois la précipitation continue apparait dans les joints de grains et les plans de glissement [4].

#### II-3-2-2 La précipitation discontinue :

On dit que la précipitation est discontinue si pendant la transformation il y a deux régions, une transformation complète et l'autre ou la solution solide est encore sursaturée.

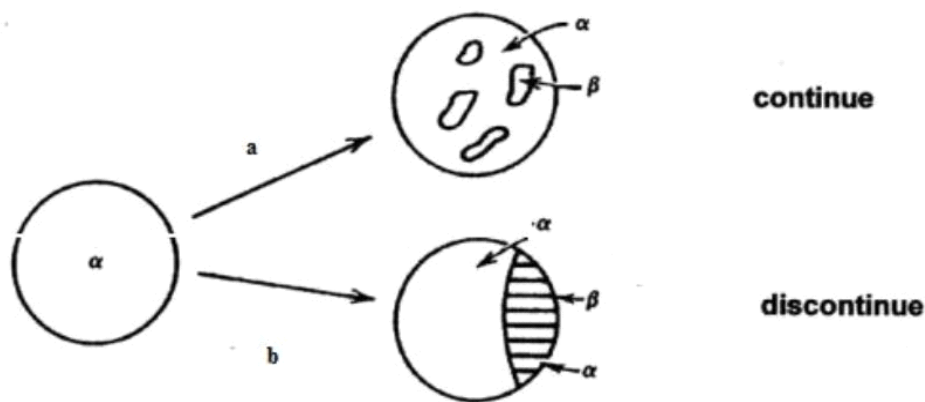


Figure II.1 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [5].

### II-4- Mécanisme de précipitation :

#### II-4-1- La germination :

C'est la première étape de la précipitation qui considère la formation à partir de la matrice et ceci revient aux fluctuations naturelles de concentration de la phase mère.

On a deux types de germination :



#### II-4-1-1- La germination homogène :

Une transformation homogène est distinguée par le passage graduel de l'alliage par une série d'états intermédiaire entre l'état initial et l'état final, d'ailleurs elle apparait d'une manière aléatoire à travers tout l'alliage [6].

#### II-4-1-2- La germination hétérogène :

Une transformation hétérogène nécessite la présence de deux régions dont l'une est transformée et l'autre non. La germination se produit de préférence sur les hétérogénéités de la phase mère qui diminue l'enthalpie libre de formation du germe en réduisant soit l'énergie de déformation, soit l'énergie superficielle soit les deux [6].

#### II-4-2- La croissance

Au cours de cette étape de croissance, le rayon atomique des germes créés augmente mais le nombre des germes reste constant et on constate que quand la saturation tend vers zéro on trouve la seule force matrice qui permet au système d'évoluer et à la surface totale des précipités de diminuer [7].

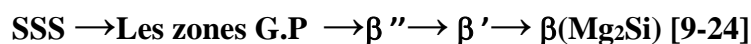
#### II-4-3- La coalescence

La coalescence est la diminution du nombre de précipites. Pendant cette coalescence, les grandes particules augmentent aux dépens des plus petites parce que le système va réduire son énergie libre globale [7].

### II.5. Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Pour l'alliage d'aluminium Al-Mg-Si, le durcissement est dû à l'apparition des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  composées métastables du précipité  $\beta$  -  $Mg_2Si$  [8].

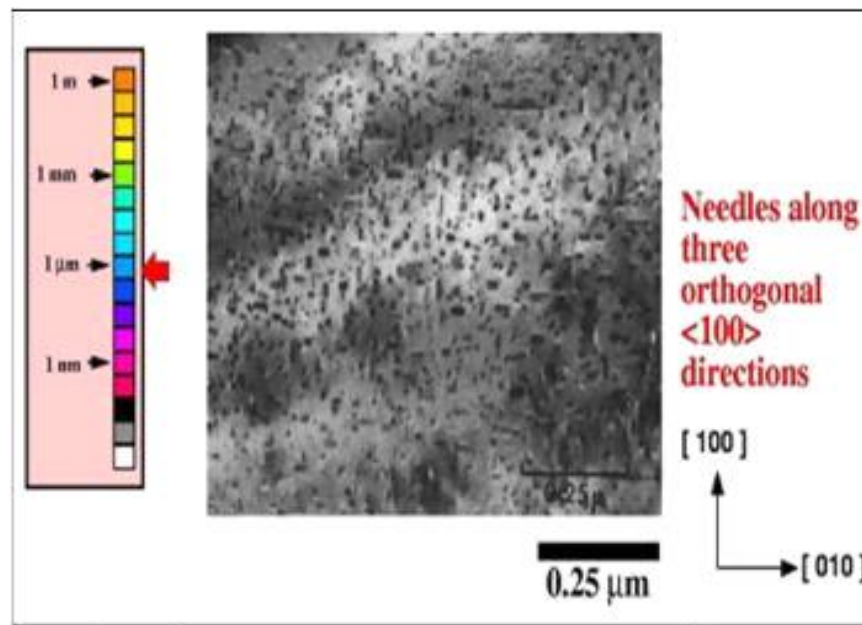
La séquence de précipitation la plus décrite dans la littérature est la suivante :



- **SSS** : solution solide sursaturée de la matrice.
- **Les zones G.P** : zones de Guiner-Preston apparemment de formes sphériques avec des structures inconnues.
- **$\beta''$**  : Précipités sous formes d'alliage le long des directions  $\langle 100 \rangle$  Al ayant des structures monocliniques [25].

- $\beta'$  : Précipités sous formes de bâtonnets allongés le long de la direction  $\langle 100 \rangle$  Al ayant une structure cristalline hexagonale ( $a = 0,705\text{nm}$ ,  $c = 0,405\text{nm}$ ) [26].
- $\beta$  : phase d'équilibre  $\beta$  ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ ) sous forme de petites plaquettes sur le plan  $[100]$  de la matrice d'aluminium et ayant une structure CFC du types  $\text{CaF}_2$  ( $a=0.636\text{ nm}$ ) [27].
- **Les zones G.P ou Amas de Solutés :**

Les zones de « Guinier-Preston » ou zones G.P, correspondent à une mise en ordre d'atomes de silicium (Si) du fait de la sursaturation en éléments d'alliage. Ces zones sont cohérentes avec la matrice et forment des sites de germination des précipités  $\beta''$  [28] de forme sphérique ou aciculaire avec des aiguilles orientées selon les directions  $[100]$  de la matrice d'aluminium.



**Figure II.2 :** Zones G.P dans un alliage Al-Mg<sub>2</sub>Si (aiguilles le long  $[100]$  Al [25].

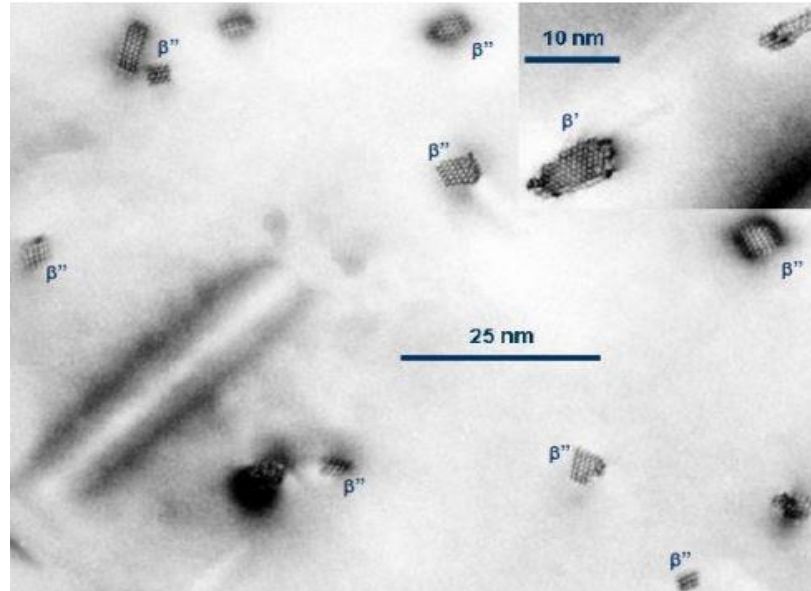
- **La phase  $\beta''$  :**

Une phase métastable et cohérente avec la matrice d'aluminium est appelée  $\beta''$  elle conserve une morphologie semblable à celle des zones GP, [28] Cette phase a été pendant longtemps, considérée dans la littérature comme zones GP – II, elle a une forme d'aiguille, mesurant entre 1 à 5 nm de diamètre et entre 10 à 50 nm de longueur [29].

La dénomination de cette phase par  $\beta''$  et sa structure cristalline ont été initialement présentées suite à une étude par rayon X dans l'alliage Al-Mg-Si.

La structure de la phase  $\beta''$  est de type monoclinique avec :

$a = b = 0.616 \text{ nm}$ ,  $c = 0.71 \text{ nm}$  et  $\beta = 82^\circ$ , cette phase est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans l'alliage Al-Mg-Si [28-32].

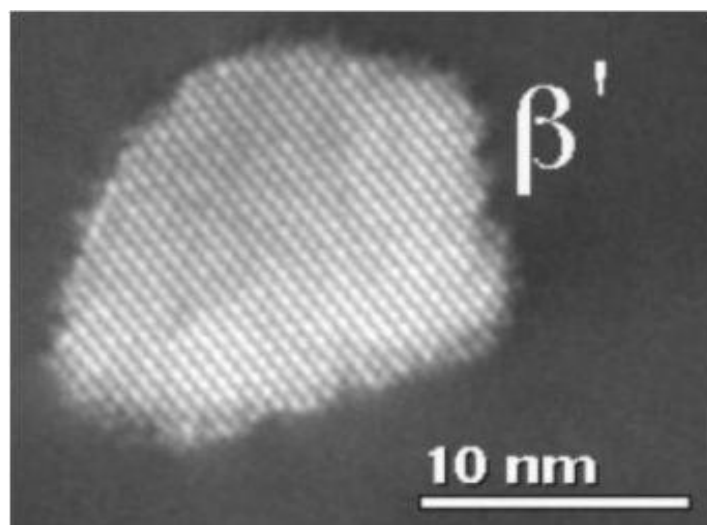


*Figure II.3 : La phase  $\beta''$  précipite dans un alliage Al-Mg-Si [33].*

- **La phase  $\beta'$  :**

La phase  $\beta'$  intermédiaire ayant un rapport Si/Mg faible par rapport à la phase d'équilibre.

Cette phase précipite sous forme de bâtonnets, mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre la structure de cette dernière a été déterminée par la diffraction électronique [34].



*Figure II.4 : Précipitation de la phase  $\beta'$  d'un alliage Al-Mg-Si [25].*

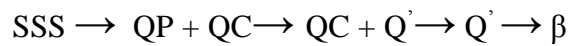
• **La phase  $\beta$  :**

La phase  $\beta$  précipité sous forme de bâtonnet dans les cas d'un refroidissement lent ou sous forme de plaquette dans le cas d'un revenu, cette phase est incohérente avec la matrice d'aluminium mais conserve les relations d'orientation :

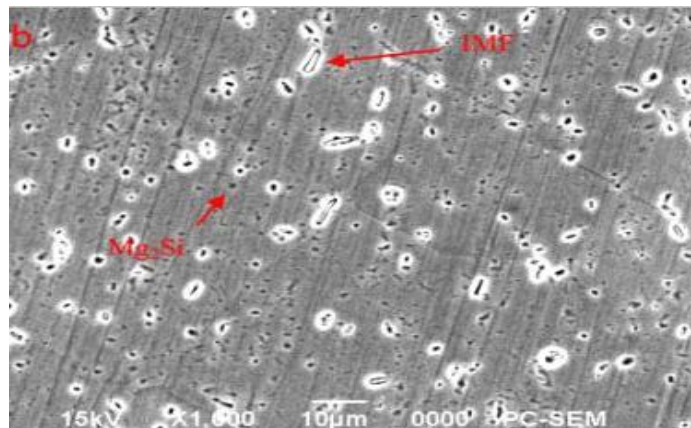
$$(001)_{\beta} // (001)_{Al} \text{ et } ([110]_{\beta} // [100]_{Al} [31].$$

La normale au plan des réseaux cristallins est cohérente avec le réseau de la matrice d'aluminium ( $a = 4.05 \text{ \AA}$ ).

Dans le cas où le cuivre se trouve en pourcentage important dans l'alliage Al-Mg-Si, les auteurs *Epicier* et *Cayron* [35] ont proposé la séquence de précipitation suivante :



Les phases QP, QC, Q' sont des phases précurseurs de la phase d'équilibre Q dans les alliages Al-Mg-Si, on possède une quantité importante de cuivre, les phases QP et QC (de forme lamellaire) sont rapportées dans le cas du pic vieilli par contre la phase Q' a été constatée à la fin du vieillissement dans ce type d'alliage [36].



**Figure II.5 :** Précipitation de la phase  $\beta$  d'un alliage Al-Mg-Si [4].

**II.6. La cinétique de transformation des phases**

La cinétique de transformation des phases dépend généralement de la loi *d'Avrami* [37]. La fraction transformée  $\alpha$  qui détermine le degré de transformation dépend du temps ou de la température d'une façon indirecte, cette dernière donnée par l'expression suivante :

$$f = F(\alpha).....(II.1)$$

Alors que :

$$\alpha = \int f(\alpha) K(T) dt \dots \dots \dots (II.2)$$

### II.6.1. Équation d'Arrhenius

Le traitement général des réactions activées thermiquement, repose sur la condition que le taux de transformation ( $d\alpha/dt$ ) est le produit de deux fonctions, l'une dépend de la température et l'autre dépend de la fraction transformée ( $\alpha$ ) [37-38].

La fonction  $k(T)$  est exprimée :

$$K(T) = K_0 e^{(-\frac{E}{RT})} \dots \dots \dots (II.3)$$

Avec :

E : énergie d'activation de la réaction.

R : constante de gaz.

$K_0$  : facteur pré exponentiel.

### II.6.2. Détermination de l'énergie d'activation

L'énergie d'activation est la dérivée d'un ensemble d'expériences exécutées à différentes vitesses de chauffage. On a proposé quatre méthodes de calcul (Starink, Boswell, Kissinger, Ozawa) pour déterminer l'énergie d'activation dans ce travail (cas d'alliage Al-Mg-Si).

Les méthodes sont conformes à l'équation générale suivante :

$$\ln(V/T_p^S) = -A.E_a/RT_p + C \dots \dots \dots (II.4)$$

Où :

V : est la vitesse de chauffage.

$T_p$  : est la température du maximum des pics.

R : est la constante des gaz parfaits ( $R= 8.314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

C : est une constante qui dépend de l'étape de la réaction suivant le modèle cinétique.

### II.6.2.1. Méthode de Starink :

Cette méthode de calcul est basée sur l'équation (II.4). **Starink** a constaté que si la valeur de A est égale à 1.0008 et S= 1.92, une approximation très exacte est donnée par l'équation :

$$\ln(T_p^{1.92}/V)=1.0008 E_a/RT_p + C$$

La représentation graphique de  $\ln (T_p^{1.92}/V)$  en fonction de  $(1/T_p)$  donne une ligne droite avec une pente  $1.0008 E_a/R$ .

### II.6.2.2. Méthode d'Ozawa :

La méthode d'Ozawa est aussi basée sur l'équation générale (II.4), mais dans ce cas les valeurs de A et S sont : S = 0 et A= -1.0516, donc, l'équation devient :

$$\ln(V)= -1.0516 E_a/RT_p + C$$

La représentation graphique de  $\ln (V)$  en fonction de  $(1/T_p)$  donne une ligne droite avec une pente  $(-1.0516E_a/R)$ .

### II.6.2.3. Méthode de Boswell :

Si les valeurs de S et A sont S = 1 et A= 1. On obtient l'équation, de Boswell, suivante :

$$\ln (T_p/V) = E_a/RT_p + C$$

Le graphe  $\ln (T_p/V)$  en fonction de  $(1/T_p)$  donne une ligne droite avec une pente  $(E_a /R)$ .

### II.6.2.4. Méthode de Kissinger :

L'équation de la méthode de **Kissinger** est la suivante :

$$\ln (V/ T_p^2) = - E_a/ RT_p+C$$

Dans ce cas S = 2, A= -1.

La courbe  $\ln (V/ T_p^2)$  en fonction de  $(1/T_p)$  donne une ligne droite avec une pente  $(-E_a /R)$ .

**Références :**

- [1] D. J. Chakrabarti, Y. Peng, D. E. Laughlin, Mater. Sci. Forum, 396-402 (2002) 857- 862.
- [2] M. Dupeux, Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004), pp.105-148.
- [3] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55.
- [4] I. Hamdi, phénomène de précipitation des phases dans alliage d'aluminium (série 6000), Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider- Biskra (2014).
- [5] W. Kurz, J.P.Mercier, G.Zambili, 2<sup>ème</sup> édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne, (1995).
- [6] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différentes teneurs des éléments d'additions Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).
- [7] P. Zieba. Polish Academy of Sciences, Committee of Metallurgy, Krakow, Poland (1991), p 655-662.
- [8] R. Develay, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, (1992), vol. M440, pp. 2-26.
- [9] Q. Lou, D. G. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis, Acta. Metall. Mater, 41(3) (1993) 769-797.
- [10] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh and K. Djemmal, Study of mechanical and electrical properties of Al-Mg-Si alloys, Ann. Chim. Sci. Mat, 35 (2010) 59-69.
- [11] G. Edwards, K. Stiller and G. Dunlop, The precipitation sequence in Al-Mg-Si Alloys, Acta. Mater, 46 (1998) 3893-3904.
- [12] H. Belghit, H. Farh, T. Ziar, M. Zidani, M. Guemini, Study of mechanical properties and precipitation reactions in low copper containing Al-Mg-Si alloy, Arch. Metall. Mater, 63 (4) (2018) 1643-1648.
- [13] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen and H. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the  $\beta''$  phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, Acta Mater, 51 (2003) 789-796.

- [14] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, Effect of natural and artificial aging on the mechanical properties of two Al-Mg-Si alloys, *Inter. J. Eng. Res. Africa*, 28 (2018) 1-7.
- [15] Y. Birol, Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 23 (2013) 1875-1881.
- [16] Q. Zhao, X. Yuan, H. Huang, P. Zhao, Effect of aging treatment technology on properties of Al-Mg-Si-Cu-Zr-Er alloy for auto sheets, *Materials Science Forum*, 850 (2016) 815-822.
- [17] A. Bahrami, M.Y. Mehr, Modeling electrical resistivity of naturally aged Al-Mg-Si alloys, *Metals*, 9, 310 (2019) ; doi:10.3390/met9030310.
- [18] T. Maeda, K. Kaneko, T. Namba, Y. Koshino, Y. Sato, R. Teranishi, Y. Aruga, Structural and compositional study of precipitates in under-aged Cu added Al-Mg-Si alloy, *scientific reports*, 8, 16629 (2018) ; doi:10.1038/s41598-018-35134-8.
- [19] Y. Li, G. Gao, Z. Wang, H. Di, J. Li, G. Xu, Effects of the Mg/Si ratio on microstructure, mechanical properties and precipitation behavior of Al-Mg-Si-1.0wt%-Zn alloys. *Materials*, 11(2018) 2591.
- [20] H. Farh, H. Belghit, T. Ziar, A. Noua, F. Serradj, The cold rolling effects on the Microstructure and Micro-hardness of Al-Mg-Si Alloy, *Diffusion Foundations*, 18 (2018) 14- 18.
- [21] F. Serradj, H. Farh, B. Belfarhi : Study of precipitation hardening in two Al-Mg-Si alloys with and without copper and excess silicon using Kissinger and Boswell methods, *Defect and Diffusion Forum* 397(2019) 101-110.
- [22] L. Ding, Z. Jia, J.F Nie ,Y. Weng , L. Cao, H. Chen, X. Wu , Q. Liu .The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloy. *Acta Mater*, 145(2018) 437-450.
- [23] O. Djema, M. Bouabdallah , R. Badji, A.Saadi, N. Kherrouba, A.Sahli : Isothermal and non-isothermal precipitation kinetics in Al-Mg-Si-(Ag) alloy, *Mater Chem and Phys* 240 (2020) 122073.
- [24] M. Yang, H. Chen, A. Orekhov, Q. Lu, X. Lan, K. Li, S. Zhang, M. Song, Y. Kong, D. Schryvers, Y. Du : Quantified contribution of  $\beta''$  and  $\beta'$  precipitates to the strengthening of an aged Al-Mg-Si alloy, *Mater Sci&Eng* 774 (2020)138776.



- [25] K. Djabari, étude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenant différentes des éléments d'addition, mémoire de master, université Larbi Tebessi, (2016).
- [26] S. Esmaceli, D. J. Lloyd. W. J. Poole, *Acta. Mater*, 51 (2003) 3467-3481.
- [27] D. Lassance. Thèse de doctorat : Université Catholique de Louvain, (2006).
- [28] F. Dimier, Thèse doctorat, L'école nationale supérieure des Mines. Paris, 2003.
- [29] D. E. Laughlin, W. F. Miao, L. M. Karabin, D. J. Chakrabarti, (1998) 6380.
- [30] W. F. Miao, D. E. Laughlin, *Met. Mater. Trans*, 31(A) (2000) 361-371.
- [31] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat, *Phil. Mag.*, 79 (11) (1999) 2833-
- [32] Y. Murakami, In *Materials Science and Technology*, Vol.8: (1996).
- [33] S.J. Andersen, C.D. Marioara, R. Vissers, A.G. Frøseth, P. Derlet, J. Jansen, H.W. Zandbergen "Structure determination of the precipitates of AlMgSi-alloys by electron diffraction and ab initio calculations. *Acta. Cryst. Found. Cryst.*60 (2004).
- [34] R. M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, *Mater. Trans JIM*, 39(3) (1998) 353- 364.
- [35] T. Epicier, C. Cayron : Précipitation métastable dans les alliages Al 6xxx : rapports de l'imagerie en STEM-ADF à l'échelle atomique. *Revue de Métallurgie* 109.6 (2012) 393-407.
- [36] C. Cayron, P.A Buffat: Transmission electron microscopy study of the  $\beta'$  phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure. *Acta Mater* 48 (2000)2639-2653.
- [37] M. Avrami, *J. Chem. Phys.*, 9 (1941) 177-184.
- [38] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Froseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, *Mater. Sci. Engi. A*, 390 (2005) 127-138.

*Chapitre III*

*Matériau étudié et*

*Techniques expérimentales*

*utilisées*

## II – 1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les traitements thermiques appliqués sur notre alliage Al-Mg-Si, également les différentes techniques expérimentales utilisées pour connaître les caractéristiques calorimétriques de notre alliage Al-Mg-Si. Nous allons utiliser la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la microscopie optique (MO).

Notre travail expérimental a été exécuté au *Laboratoire de mécanique appliquée des nouveaux matériaux d'analyses (LMANM)* de l'université 8 Mai 1945, Guelma.

## III-2. Alliage étudié

On choisit l'alliage d'aluminium de la série 6xxx (Al-Mg-Si) sous forme de tôle. Ce type d'alliage est utilisé dans plusieurs domaines d'application industrielle notamment dans le transport, les constructions automobiles et aéronautiques (*Figure III.1*).



**Figure III. 1 :** Echantillons d'alliage étudié.

La composition chimique de l'alliage étudié en % massique est présentée dans le tableau III.1.

**Tableau III.1 :** Compositions chimiques de l'alliage étudié en % massique.

Elément	Al	Mg	Si	Fe	Mn	Cu	Autres
% massique	<b>98.739</b>	<b>0.35</b>	<b>0.68</b>	<b>0.18</b>	<b>0.031</b>	<b>0.002</b>	<b>0.0178</b>

### III 2-1. Traitements thermiques appliqués

Nous avons appliqué des traitements thermiques pour étudier leur effet sur les propriétés de notre alliage. Nous avons utilisé un four du type Nabertherm pour effectuer les traitements thermiques suivants :

- 1- Un traitement d'homogénéisation à la température 530°C pendant 15 min, suivi d'une trempe à l'eau.
- 2- Un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 530°C, une trempe à l'eau, suivi d'un vieillissement artificiel à la température 300 °C pendant 1 min.

### III.2.2. Préparation des échantillons pour l'étude micrographique

Pour les observations par un microscope optique, et pour obtenir une surface plane, nos échantillons ont été polis mécaniquement, cette opération de polissage est effectuée à l'aide d'une polisseuse mécanique de type *MECAPOL 3B*. Puis, ils ont attaqué chimiquement par le réactif de *Keller*. La composition chimique du réactif de *Keller* est la suivante :

Eau distillée ( $H_2O$ )	78 ml
Acide fluorhydrique ( $HF$ )	05 ml
Acide nitrique ( $HNO_3$ )	17 ml
Acide chlorhydrique ( $HCl$ )	06 ml



*Figure III.2 : Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B.*

### III.3. Techniques expérimentales utilisées

#### III.3.1. L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) est une technique d'analyse thermique, elle permet de déterminer la séquence de précipitation dans les alliages. Les réactions chimiques exothermiques constatées indiquent la formation des phases et les pics endothermiques sont dus à la dissolution de ces phases.

En ce qui concerne notre travail, nous avons utilisé la machine de DSC de *type METTLER TOLEDO DSC*.



*Figure III. 3: Machine de DSC de type METTLER TOLEDO DSC.*

Cette technique repose sur le fait que lors d'une transformation physique, telle qu'une transition de phase, une certaine quantité de chaleur est échangée avec l'échantillon pour être maintenu à la même température que la référence.

Le sens de cet échange de chaleur entre l'échantillon et l'équipement dépend de la nature endothermique ou exothermique du processus de transition par exemple un solide qui absorbe plus de chaleur pour pouvoir augmenter sa température au même rythme que la référence.

La fusion est un effet de transition de phase endothermique parce qu'elle absorbe la chaleur. L'échantillon peut subir des processus exothermiques tels que la cristallisation, quand il transmet la chaleur au système.

En mesurant la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence. Un calorimètre différentiel à balayage peut mesurer la quantité de chaleur absorbée pour constater des changements de phase plus subtils, comme les transitions vitreuses.

La DSC est beaucoup plus utilisée dans le domaine industriel en contrôle à cause de ses applications dans l'évaluation de la pureté de l'échantillon ou dans l'étude du durcissement du polymère.

### III.3.2. La Microscopie Optique (MO)

Le microscope optique est un instrument d'optique qui nous permet de grossir l'image d'un objet et de séparer les détails de cette image.

On va utiliser un microscope optique à *grand champ* **ZEISS** équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MoticImage plus v 2.0.

Cette technique est la plus usuelle pour une estimation quantitative de la taille de grains.



*Figure III. 4 : Microscope optique de type ZEISS.*

*Chapitre IV :*  
*Résultats et Discussions*

### IV.1. Introduction

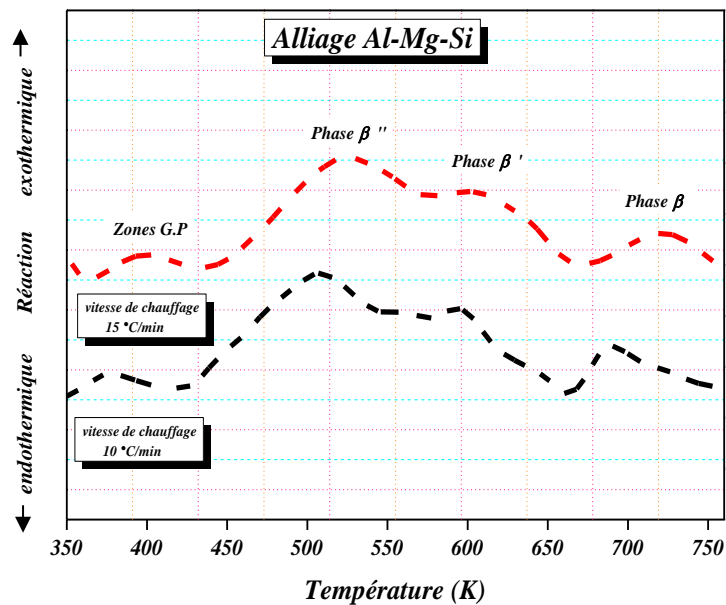
Dans ce chapitre, nous allons déterminer la séquence de précipitation, les énergies d'activation des phases précipitées et également nous identifions la nature et la forme des grains dans l'alliage *Al-Mg-Si*.

Les résultats expérimentaux rapportés dans ce chapitre, sont obtenus par l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et la microscopie optique (MO).

### IV.2. Etude Calorimétrique par DSC

Nous avons utilisé le DSC pour voir les réactions exothermiques et endothermiques. Ces réactions correspondent à la formation et à la dissolution des phases précipitées respectives.

La *figure (IV.1)* représente les courbes de DSC de l'alliage étudié. Nous avons choisi deux vitesses de chauffage 10 °C/min, 15 °C/min. Les réactions exothermiques sont, probablement, attribuées à la formation : des zones G.P, de la phase  $\beta''$ , de la phase  $\beta'$  et de la phase  $\beta$  respectivement. Les pics endothermiques sont associés à la dissolution des zones et des phases qui sont déjà précipités, respectivement.



**Figure IV.1 :** Les courbes de DSC de l'alliage *Al-Mg-Si* étudié obtenue par deux vitesses de chauffage  $V = 10^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $V = 15^\circ\text{C}/\text{min}$ .



On constate que les pics exothermiques et endothermiques sont décalés vers les hautes températures avec l'argumentation de la vitesse de chauffage.

On note aussi, que les courbes de DSC de l'alliage étudié, confirment la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si décrite dans la littérature [1-5].

Solution solide sursaturée → Zones G.P → Phase  $\beta''$  → Phase  $\beta'$  → Phase  $\beta$

#### IV.2.1. Détermination de l'énergie d'activation :

Pour mieux comprendre le mécanisme de transformation de phase dans l'alliage Al-Mg-Si, il est nécessaire d'évaluer le paramètre cinétique c'est à dire l'énergie d'activation  $E_a$ .

Il existe plusieurs méthodes pour calculer l'énergie d'activation, nous pouvons utiliser quatre méthodes : *la méthode de Starink, la méthode de Boswell, la méthode de Kissinger et la méthode d'Ozawa.*

##### IV.2.1.1. Détermination de l'énergie d'activation par la méthode de Starink

La méthode de Starink est définie par la relation suivante :

$$\ln(T_P^{1.92}/V) = 1.0008 E_a / RT_P + C$$

La variation de  $\ln\left(\frac{T_P^{1.92}}{V}\right)$  en fonction de  $\frac{1}{T_P}$  est linéaire avec une pente de  $(1,0008 \frac{E_a}{R})$ .

Les résultats obtenus par cette méthode sont rassemblés dans le *tableau (IV.1)* suivant :

**Tableau IV. 1.** Valeurs calculées par la méthode de Starink.

<b>Formation des zones G.P</b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	378	88875.95	8887.595	9.09	2.64
15	398	98124.05	6541.60	8.78	2.51
<b>Dissolution des zones G.P</b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	415	106329.15	10632.91	9.27	2.40
15	434	115872.47	7724.83	8.95	2.30

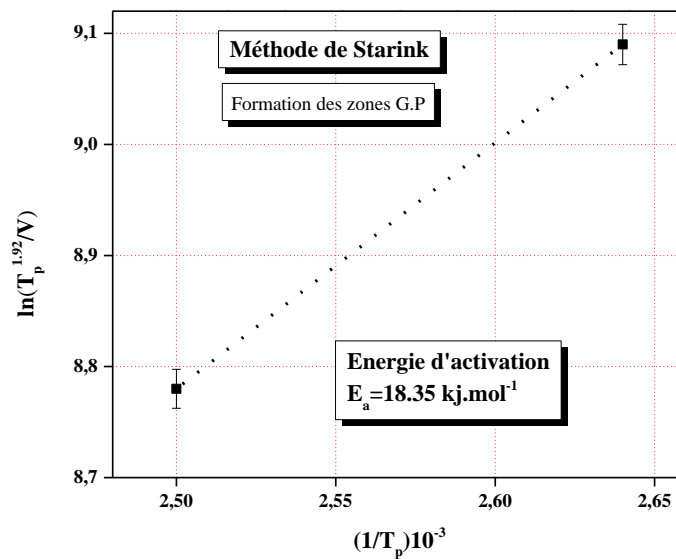
<b>Formation de la phase <math>\beta''</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	506	155585.45	15558.54	9.65	1.97
15	525	166995.92	11133.06	9.31	1.90
<b>Dissolution de la phase <math>\beta''</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	545	179424.30	17942.43	9.79	1.83
15	566	192933.45	12862.23	9.46	1.76
<b>Formation de la phase <math>\beta'</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	590	208946.86	20894.68	9.94	1.69
15	607	218570.18	14571.34	9.58	1.64
<b>Dissolution de la phase <math>\beta'</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	657	256877.17	25687.71	10.15	1.52
15	673	269022.69	17934.84	9.79	1.48
<b>Formation de la phase <math>\beta</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>1.92</sup>	$\frac{(T_P)^{1.92}}{V}$	Ln(T <sub>P</sub> <sup>1.92</sup> /V)	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	692	283794.32	28379.43	10.25	1.44
15	720	306251.61	20416.77	9.92	1.38

Les figures (IV.2–8) présentent les droites obtenues par *la méthode de Starink* qui permet d'obtenir les valeurs d'énergie d'activation des différents processus de transformation.

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le *tableau (IV.2)*.

**Tableau IV. 2.** Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Starink.

Réactions de transformation de phases	Énergie d'activation (kJ/mol)
Formation des zones G.P	18.35
Dissolution des zones G.P	26.57
Formation de la phase $\beta''$	40.27
Dissolution de la phase $\beta''$	39.10
Formation de la phase $\beta'$	59.72
Dissolution de la phase $\beta'$	74.73
Formation de la phase $\beta$	45.66



**Figure IV.2 :** La courbe  $\ln (T_p^{1.92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode de Starink.

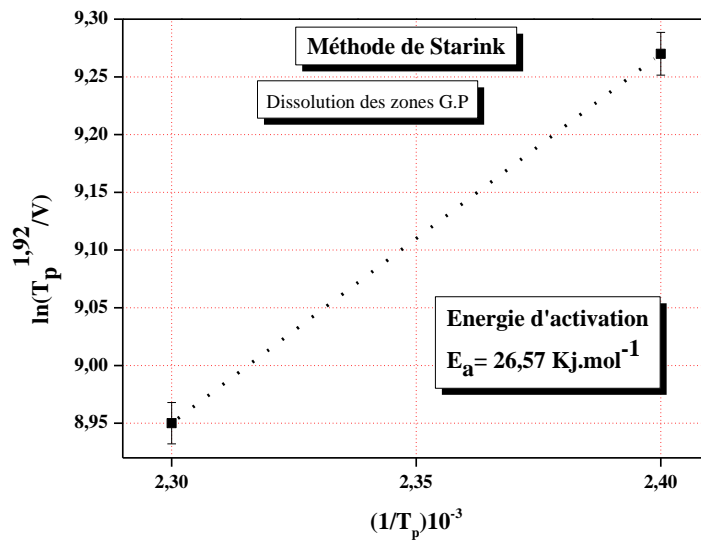


Figure IV.3 : La courbe  $\ln(T_p^{1,92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode de Starink.

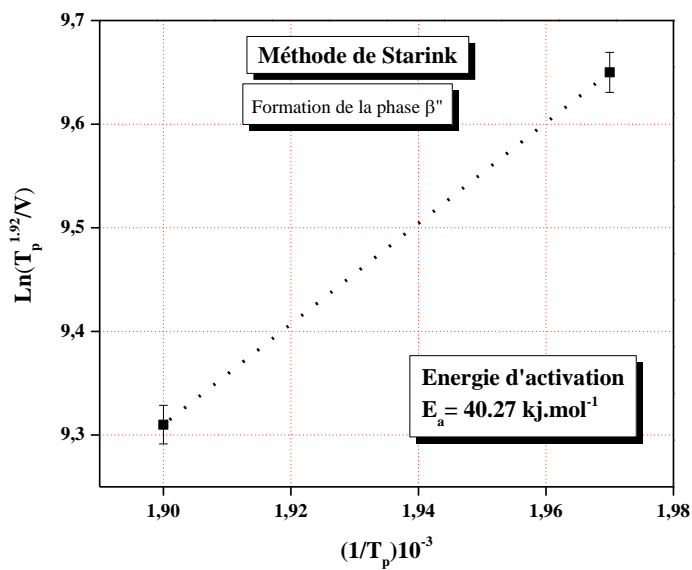


Figure IV.4 : La courbe  $\ln(T_p^{1,92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta''$   
par la méthode de Starink.

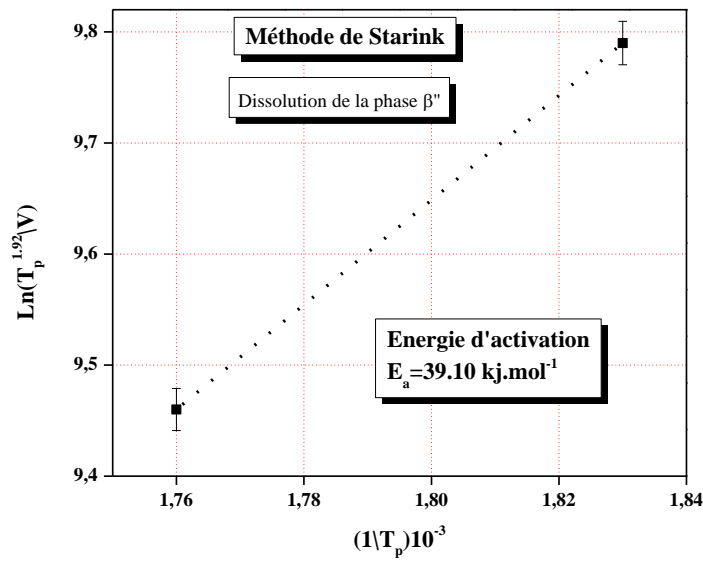


Figure IV.5 : La courbe  $\ln(T_p^{1,92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta''$  par la méthode de Starink.

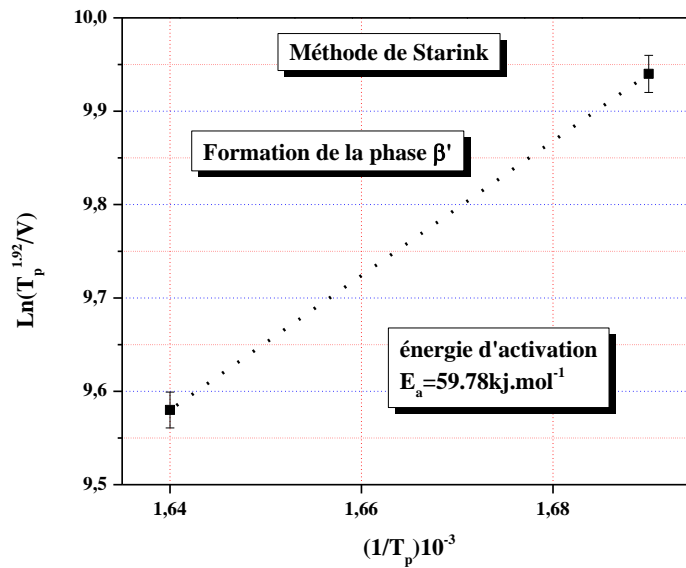


Figure IV.6 : La courbe  $\ln(T_p^{1,92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta'$  par la méthode de Starink.

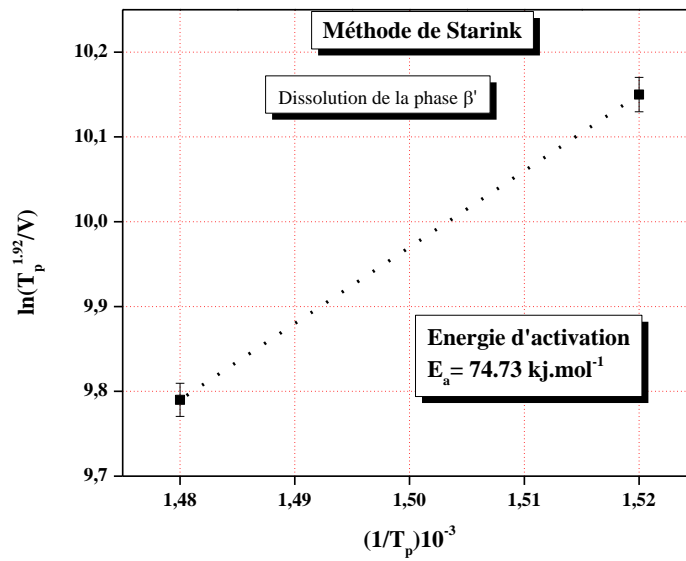


Figure IV.7 : La courbe  $\ln(T_p^{1.92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta'$   
par la méthode de Starink.

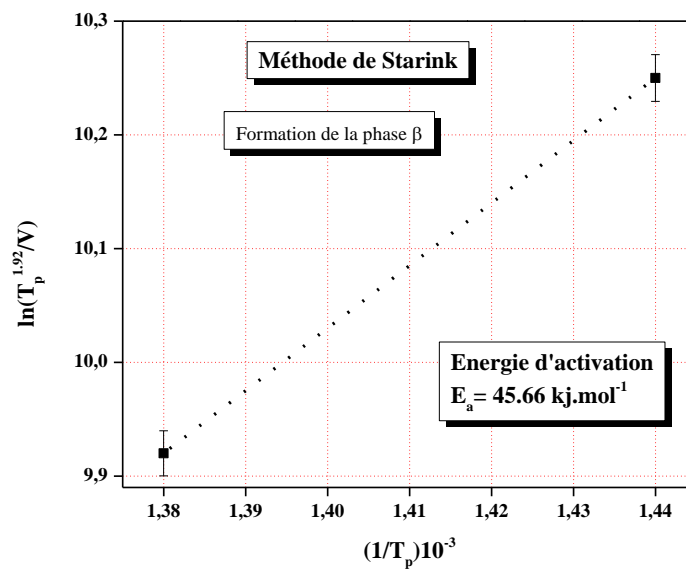


Figure IV.8 : La courbe  $\ln(T_p^{1.92}/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta$   
par la méthode de Starink.

### IV.2.1.2 Détermination de l'énergie d'activation par la méthode de Boswell :

La méthode de Boswell est définie par la relation suivante :

$$\ln(T_p/V) = E_a/RT_p + C$$

La variation de  $\ln(T_p/V)$  en fonction de  $(1/T_p)$  est linéaire avec une pente de  $(\frac{E_a}{R})$ .

Nous avons récapitulé les résultats obtenus par cette méthode de calcul dans le *tableau (IV.3)* suivant :

**Tableau IV. 3.** Valeurs calculées par la méthode de Boswell.

<b>Formation des zones G.P</b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	378	37.8	3.63	2.64
15	398	26.53	3.27	2.5
<b>Dissolution des zones G.P</b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	415	41.5	3.72	2.4
15	434	28.93	3.36	2.3
<b>Formation de la phase β''</b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	506	50.6	3.92	1.97
15	525	35	3.55	1.90
<b>Dissolution de la phase β''</b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	545	54.5	3.99	1.83
15	566	37.73	3.66	1.76
<b>Formation de la phase β'</b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	590	5.9	4.07	1.69

15	607	40.46	3.70	1.64
<b>Dissolution de la phase <math>\beta'</math></b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	657	65.7	4.18	1.52
15	673	44.86	3.80	1.48
<b>Formation de la phase <math>\beta</math></b>				
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	$\frac{T_p}{V}$	$\ln \frac{T_p}{V}$	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	692	69.2	4.23	1.44
15	720	48	3.87	1.38

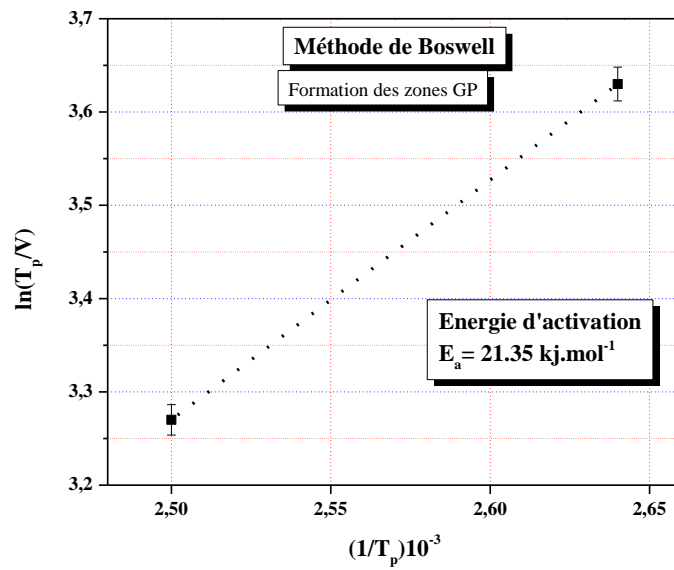
Les droites obtenues par *la méthode de Boswell* qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur les figures (IV.9–15).

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le tableau (IV.4).

**Tableau IV. 4.** Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Boswell.

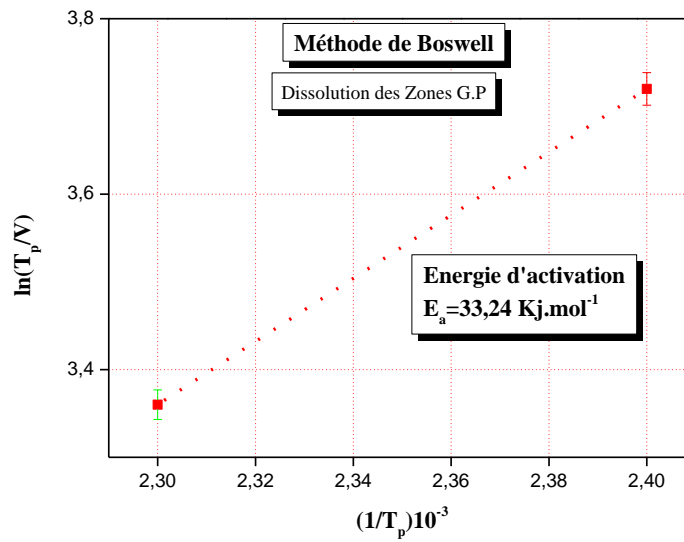
Phases	Energie d'activation (kJ/mol)
Formation des zones G.P	21.35
Dissolution des zones G.P	33.24
Formation de la phase $\beta''$	43.87
Dissolution de la phase $\beta''$	42.71
Formation de la phase $\beta'$	61.49
Dissolution de la phase $\beta'$	78.94
Formation de la phase $\beta$	49.86





**Figure IV.9 :** La courbe  $\ln (T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P  
par la méthode de Boswell.



**Figure IV.10 :** La courbe  $\ln (T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode de Boswell.

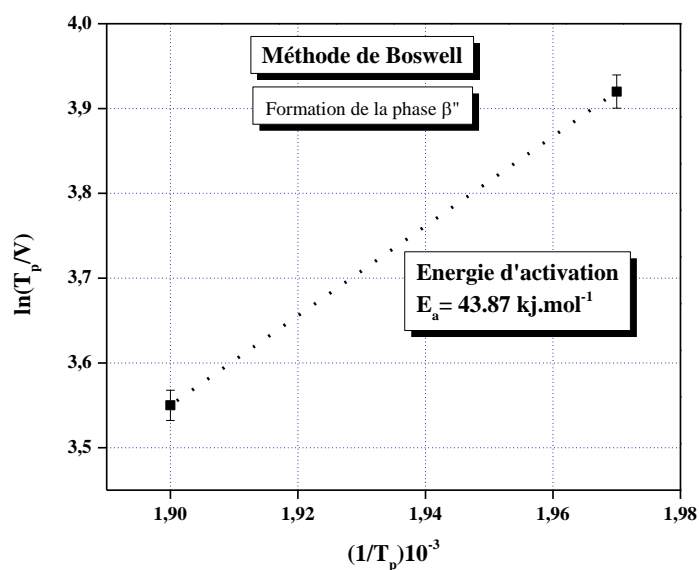


Figure IV.11 : La courbe  $\ln(T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta''$   
par la méthode de Boswell.

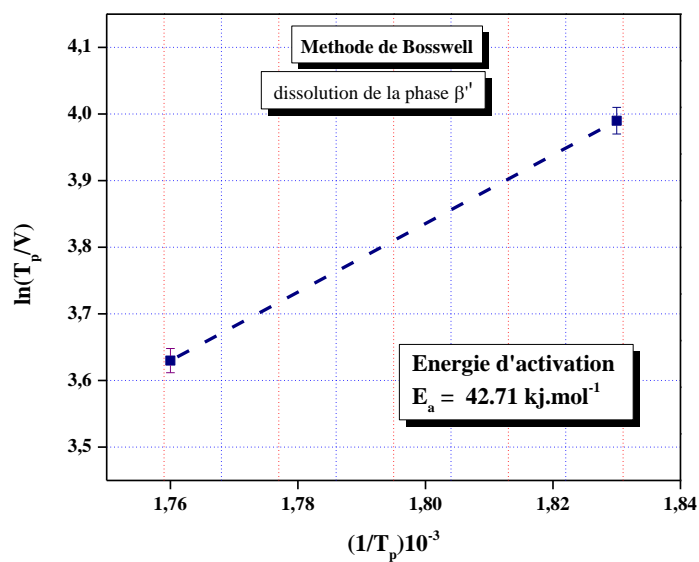


Figure IV.12 : La courbe  $\ln(T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta''$   
par la méthode de Boswell.

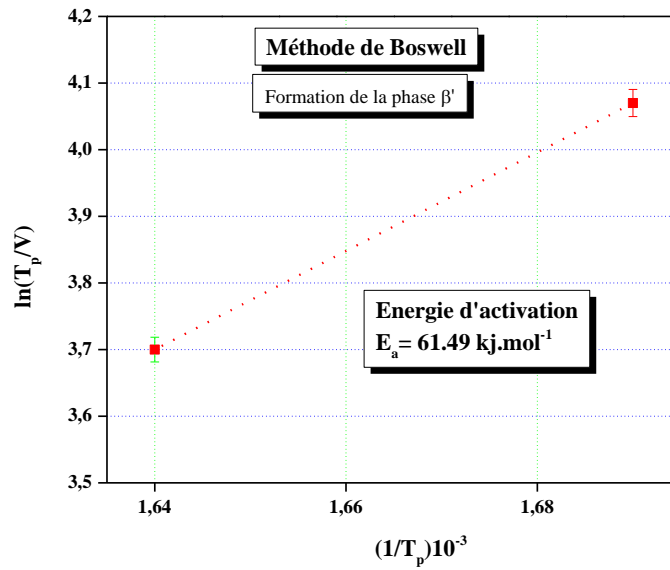


Figure IV.13 : La courbe  $\ln(T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta'$   
par la méthode de Boswell.

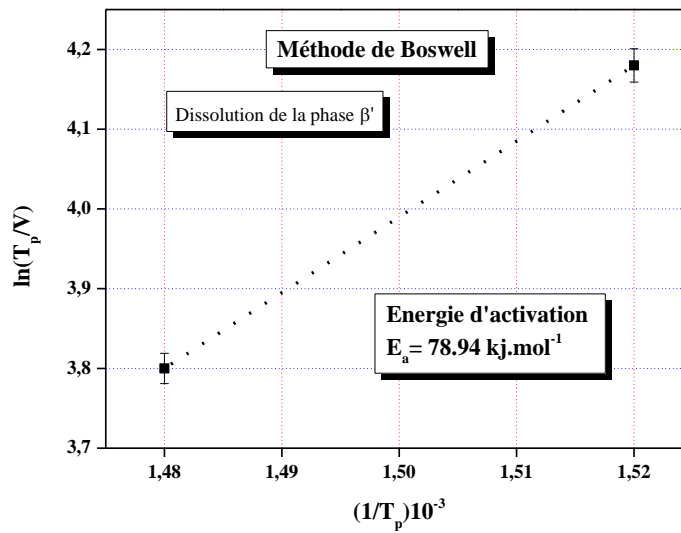
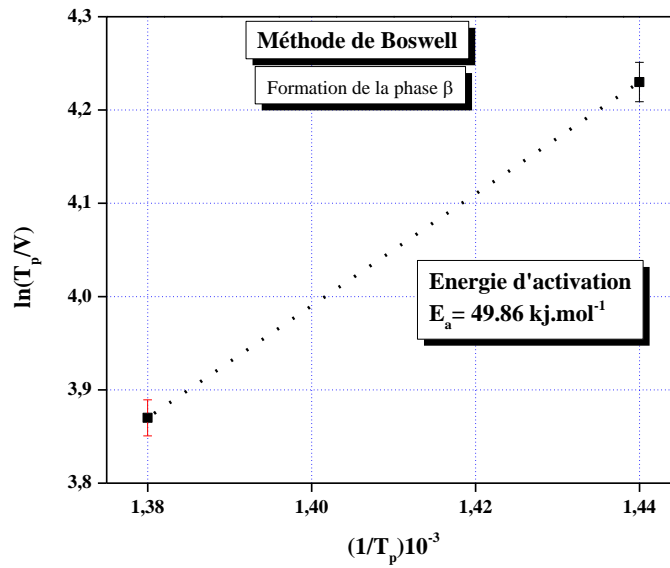


Figure IV.14 : La courbe  $\ln(T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta'$   
par la méthode de Boswell.



**Figure IV.15 :** La courbe  $\ln (T_p/V)$  en fonction de  $1/T_p$  :  
Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta$   
par la méthode de Boswell.

**IV.2.1.3. Détermination de l'énergie d'activation par la méthode de Kissinger :**

Cette méthode est définie par la relation suivante :  $\ln (V/ T_p^2) = - E_a/ RT_p + C$

La variation de  $\ln \left( \frac{V}{T_p^2} \right)$  en fonction de  $1/T_p$  est linéaire avec une pente de  $\left( -\frac{E_a}{R} \right)$ .

Les valeurs de cette méthode sont représentées dans le tableau (IV.7) suivant :

**Tableau IV. 5.** Valeurs calculées par de la méthode de Kissinger

<b>Formation des zones G.P</b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$\left(\frac{1}{T_P}\right)10^{-3}$
10	378	142884	0.0000699	-9.56	2.64
15	398	158404	0.0000946	-9.26	2.5
<b>Dissolution des zones G.P</b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$\left(\frac{1}{T_P}\right)10^{-3}$
10	415	172225	0.0000580	-9.75	2.40
15	434	188356	0.0000796	-9.43	2.30

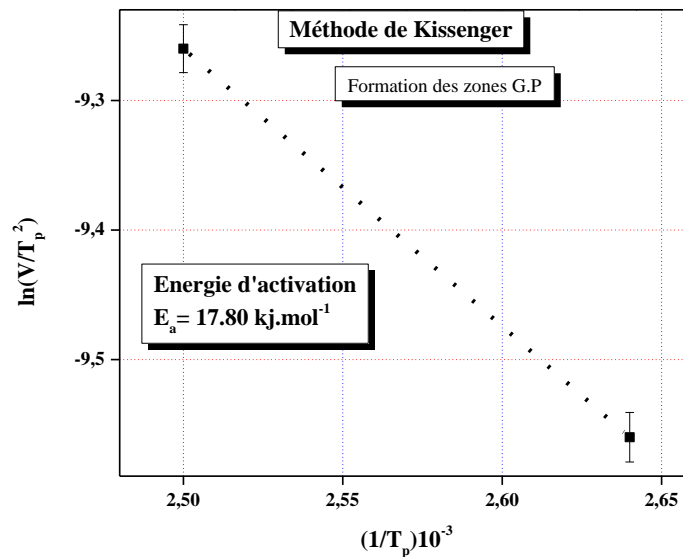
<b>Formation de la phase <math>\beta''</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	506	256036	0.0000390	-10.15	1.97
15	525	275625	0.0000544	-9.81	1.90
<b>Dissolution de la phase <math>\beta''</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	545	297025	0.00003366	-10.29	1.83
15	566	320356	0.00004682	-9.96	1.76
<b>Formation de la phase <math>\beta'</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	590	348100	0.0000287	-10.45	1.69
15	607	368449	0.0000411	-10.10	1.64
<b>Dissolution de la phase <math>\beta'</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	657	431649	0.0000231	-10.67	1.52
15	673	452929	0.0000331	-10.31	1.48
<b>Formation de la phase <math>\beta</math></b>					
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	(T <sub>P</sub> ) <sup>2</sup>	$\frac{V}{T_P^2}$	$\ln \frac{V}{T_P^2}$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	692	478864	0.0000208	-10.78	1.44
15	720	518400	0.0000289	-10.45	1.38

Les droites obtenues par la méthode de *Kissinger* qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur les figures (IV.16 - 22).

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le tableau (IV.8).

**Tableau IV.6.** Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger.

Phases	Energie d'activation (kJ/mol)
Formation des zones G.P	17.80
Dissolution des zones G.P	26.59
Formation de la phase $\beta''$	35.31
Dissolution de la phase $\beta''$	39.14
Formation de la phase $\beta'$	58.17
Dissolution de la phase $\beta'$	78.94
Formation de la phase $\beta$	44.29



**Figure IV.16 :** La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P par la méthode de Kissinger.

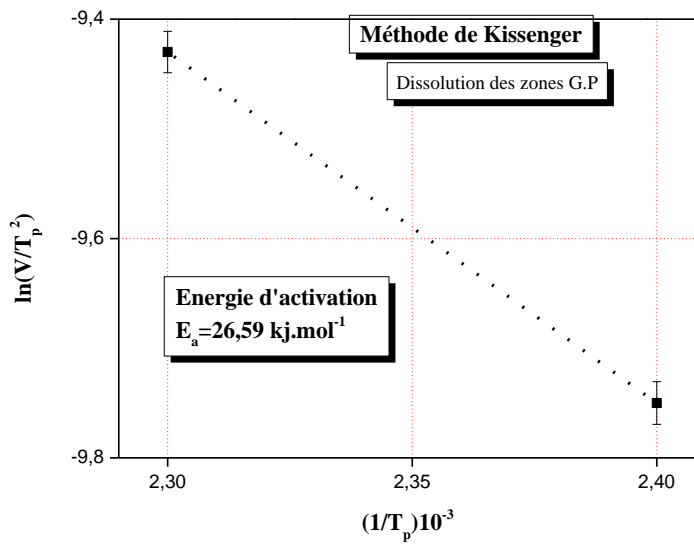


Figure IV.17: La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode de Kissinger.

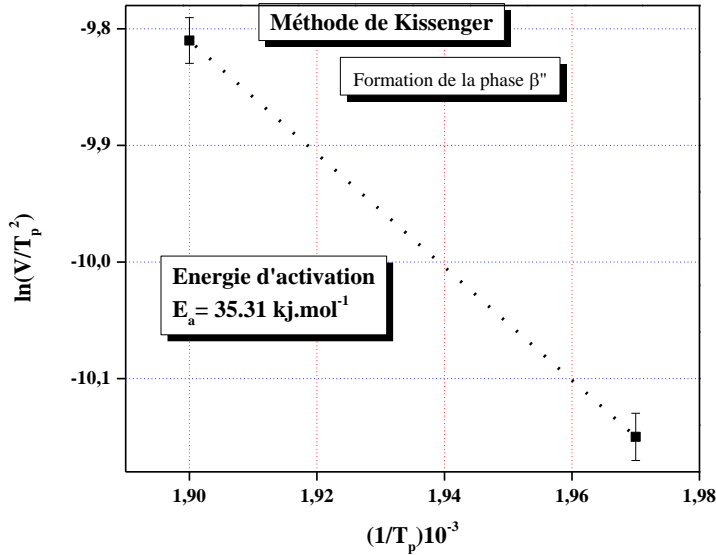
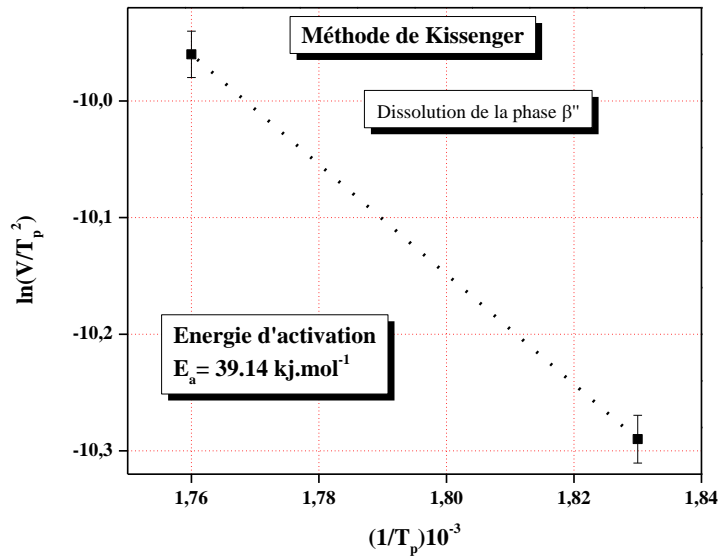


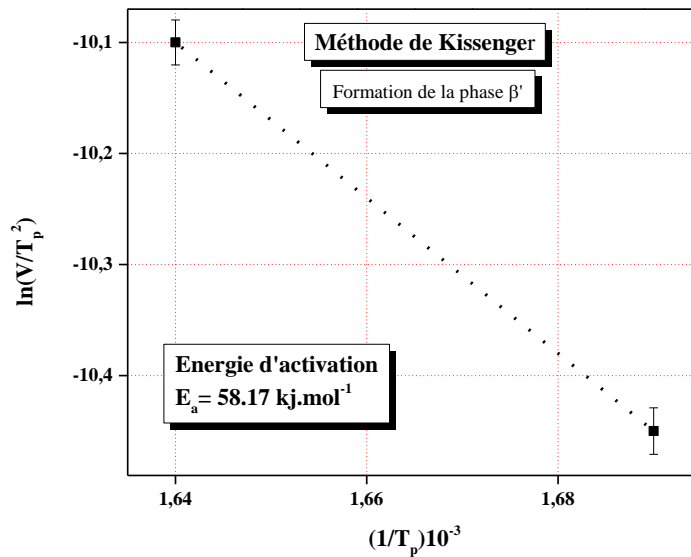
Figure IV.18 : La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta''$   
par la méthode de Kissinger.



**Figure IV.19** : La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

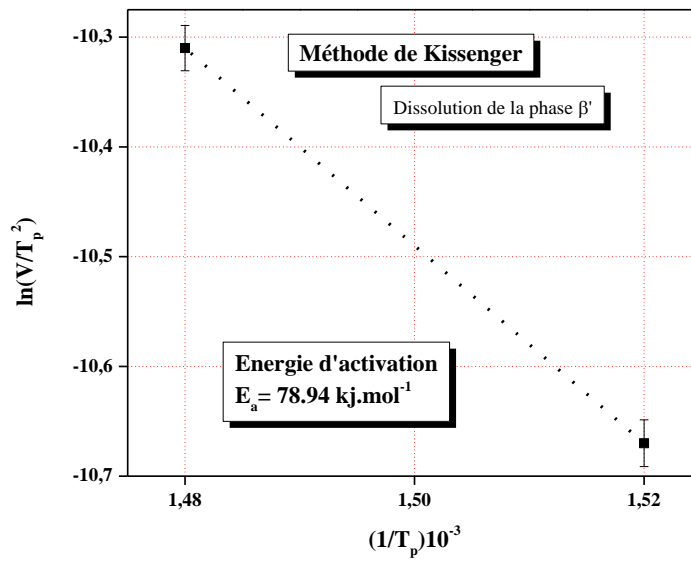
Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta''$   
par la méthode de Kissinger.



**Figure IV.20** : La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

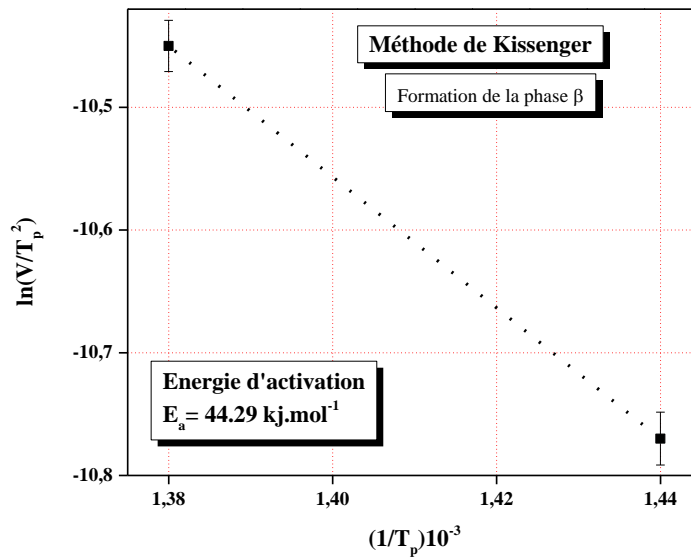
Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta'$   
par la méthode de Kissinger.





**Figure IV.21 :** La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta'$   
par la méthode de Kissinger.



**Figure IV.22 :** La courbe  $\ln(V/T_p^2)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta$   
par la méthode de Kissinger.

#### IV.2.1.4. Détermination de l'énergie d'activation par la méthode d'Ozawa

Cette méthode est définie par la relation suivante :  $\ln(V) = -1.0516 E_a/RT_p + C$

La variation de  $\ln(V)$  en fonction de  $\frac{1}{T_p}$  est linéaire avec une pente de  $(-1,0516 \cdot \frac{E_a}{R})$ .

Nous avons récapitulé les valeurs de cette méthode dans le *tableau (IV.7)* suivant :

**Tableau IV. 7. Valeurs calculées par de la méthode d'Ozawa.**

<b>Formation des zones G.P</b>			
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	Ln(V)	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	378	2.3	2.64
15	398	2.71	2.5
<b>Dissolution des zones G.P</b>			
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	Ln(V)	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	415	2.3	2.4
15	434	2.71	2.3
<b>Formation de la phase β''</b>			
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	Ln(V)	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	506	2.3	1.97
15	525	2.71	1.90
<b>Dissolution de la phase β''</b>			
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	Ln(V)	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	545	2.3	1.83
15	566	2.71	1.76
<b>Formation de la phase β'</b>			
V (°C/min)	T <sub>P</sub> (K)	Ln(V)	$(\frac{1}{T_p})10^{-3}$
10	590	2.3	1.69
15	607	2.71	1.64

<b>Dissolution de la phase <math>\beta'</math></b>			
$V$ ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )	$T_P$ (K)	$\ln(V)$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	657	2.3	1.52
15	673	2.71	1.48
<b>Formation de la phase <math>\beta</math></b>			
$V$ ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )	$T_P$ (K)	$\ln(V)$	$(\frac{1}{T_P})10^{-3}$
10	692	2.3	1.44
15	720	2.71	1.38

Les droites obtenues par la méthode d'Ozawa qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur les *figures* (IV.23 - 29).

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le tableau (IV.8).

**Tableau IV. 8.** Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa.

<b>Phases</b>	<b>Energie d'activation (kJ/mol)</b>
Formation des zones G.P	23.07
Dissolution des zones G.P	32.39
Formation de la phase $\beta''$	46.22
Dissolution de la phase $\beta''$	46.28
Formation de la phase $\beta'$	64.79
Dissolution de la phase $\beta'$	80.99
Formation de la phase $\beta$	53.99

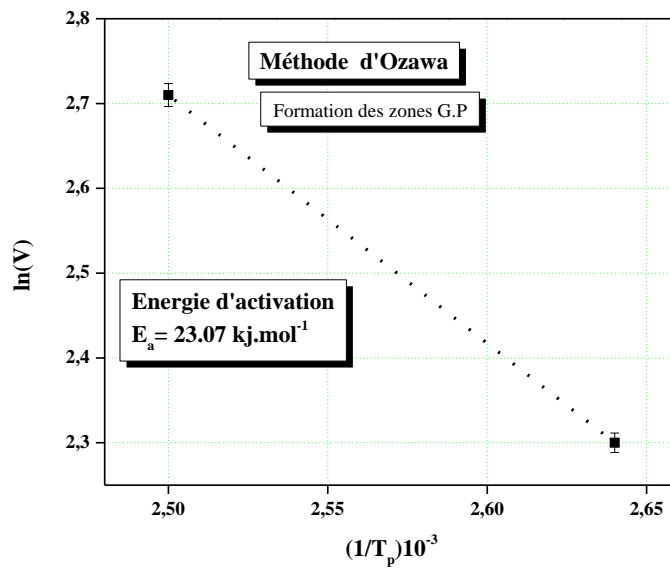


Figure IV.23 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation des zones G.P  
par la méthode d'Ozawa.

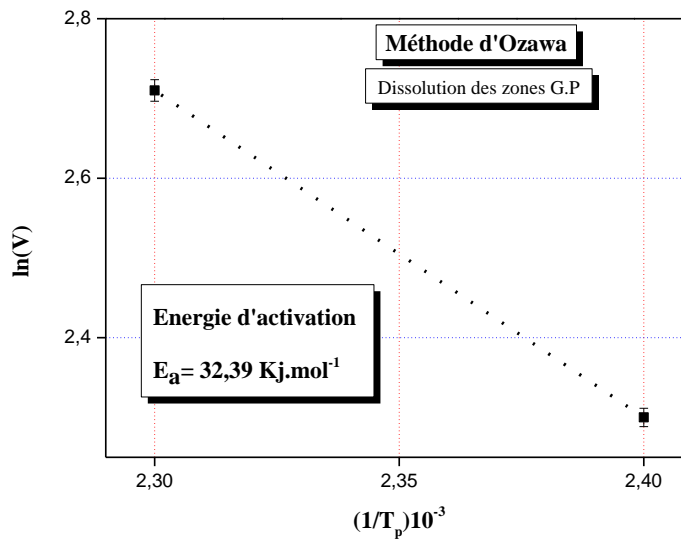


Figure IV.24 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode d'Ozawa.

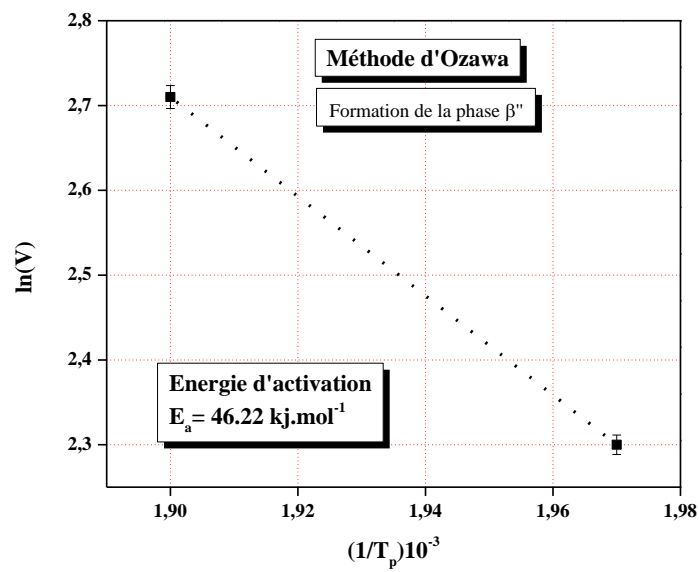


Figure IV.25 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta''$   
par la méthode d'Ozawa.

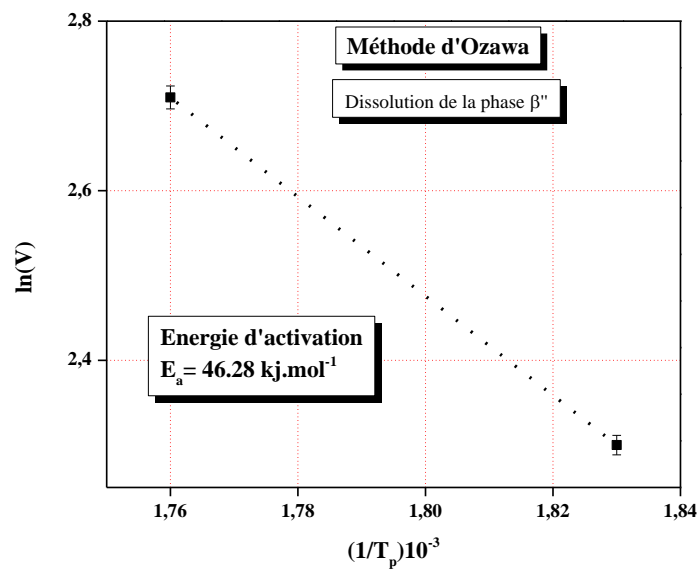


Figure IV.26 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta''$   
par la méthode d'Ozawa.

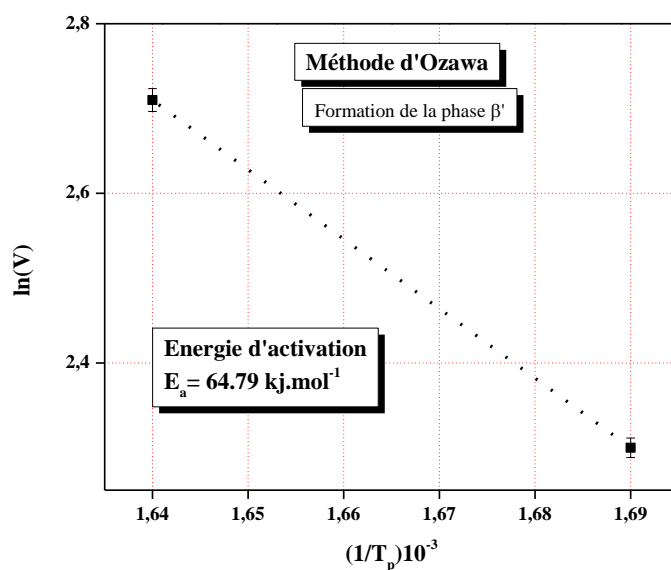


Figure IV.27 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta'$   
par la méthode d'Ozawa.

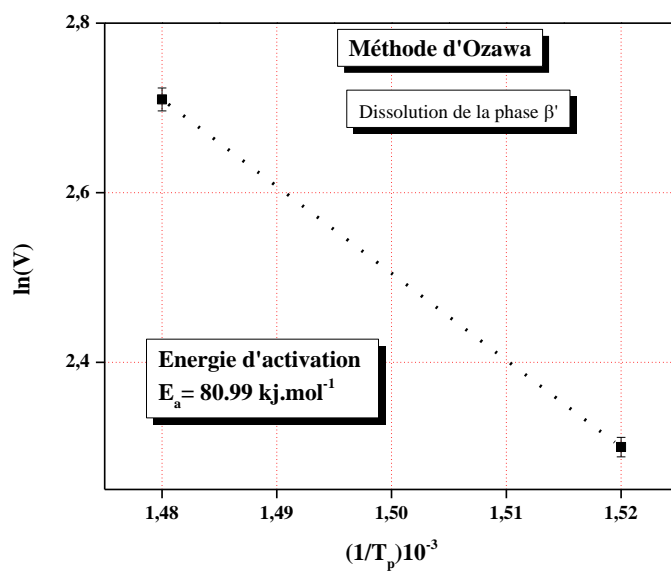
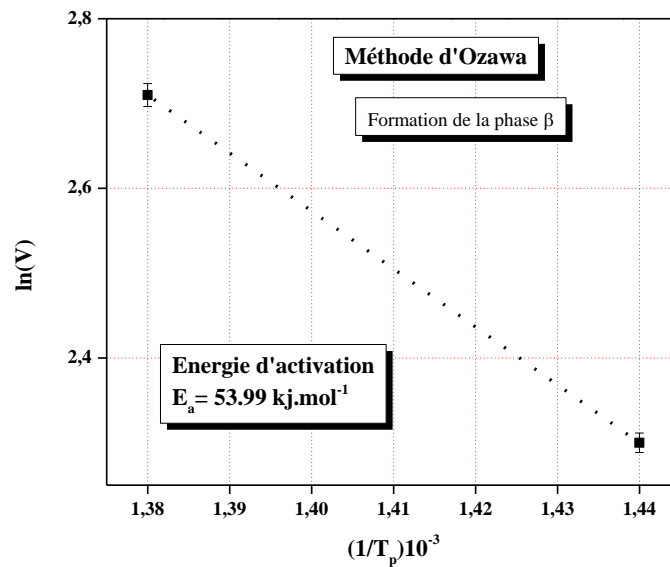


Figure IV.28 : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\beta'$   
par la méthode d'Ozawa.



**Figure IV.29** : La courbe  $\ln(V)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\beta$   
par la méthode d'Ozawa.

Après le calcul des énergies d'activation de différents processus de transformation de l'alliage étudié. Nous avons comparé les valeurs obtenues par les quatre méthodes (Tableau (IV.9)).

**Tableau IV. 9.** Energies d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié, calculées par différentes méthodes.

Méthode de Calcul Phase		Energie d'activation (kJ/mol)			
		Starink	Boswell	Kissinger	Ozawa
<i>Formation des Zones G.P</i>		18.35	21.35	17.80	23.07
<i>Dissolution des Zones G.P</i>		26.57	33.24	26.59	32.39
<i>Formation de la phase <math>\beta''</math></i>		40.27	43.87	35.31	46.22
<i>Dissolution de la phase <math>\beta''</math></i>		39.10	42.71	39.14	46.28
<i>Formation de la phase <math>\beta'</math></i>		58.78	61.49	58.17	64.79
<i>Dissolution de la phase <math>\beta'</math></i>		74.73	78.94	78.94	80.99
<i>Formation de la phase <math>\beta</math></i>		45.66	49.86	44.29	53.99

On observe que les valeurs de l'énergie d'activation de chaque réaction exothermique et endothermique détectée par le DSC de l'alliage étudié qui sont calculées par les quatre méthodes indiquées ci- dessus, sont presque identiques et similaires.

La précipitation de la phase durcissante et la dissolution de la phase  $\beta'$  nécessitent une forte énergie d'activation (d'environ 77 KJ/mol) par rapport à la formation et à la dissolution des autres phases. La faible énergie d'activation est fournie par la précipitation des zones G.P (d'environ 20 KJ/mol).

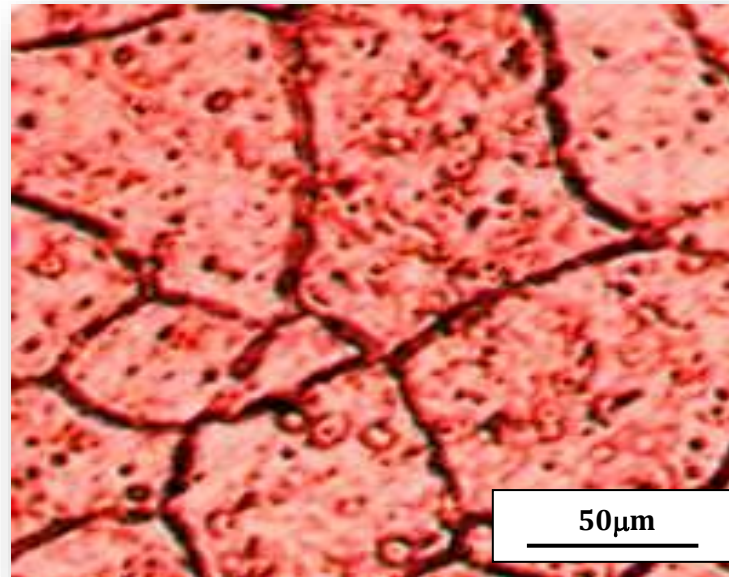
### IV.3 Etude micrographique par microscopie optique

Pour avoir une idée sur la taille des grains et la présence des particules dans notre alliage étudié, nous avons fait des observations microstructurales à l'état de réception, après le traitement d'homogénéisation et à l'état de vieillissement.

#### IV.3.1. Microstructure à l'état de réception

La *figure (IV.30)* représente la microstructure de l'alliage étudié à l'état de réception.

On observe des grains de différentes tailles (petites et grosses), et des petites particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. La taille moyenne des grains est d'environ  $60\mu\text{m}$ .



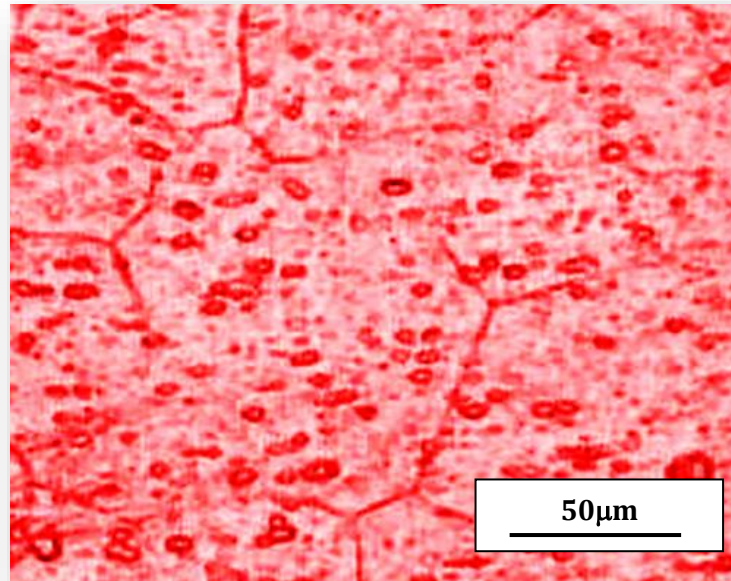
**Figure IV. 30.** *Microstructure optique de l'alliage à l'état de réception.*



### IV.3.2. Microstructure après l'homogénéisation

La figure IV.31 illustre la microstructure de l'alliage étudié après le traitement d'homogénéisation à la température 530 °C pendant 15 min et trempé à l'eau.

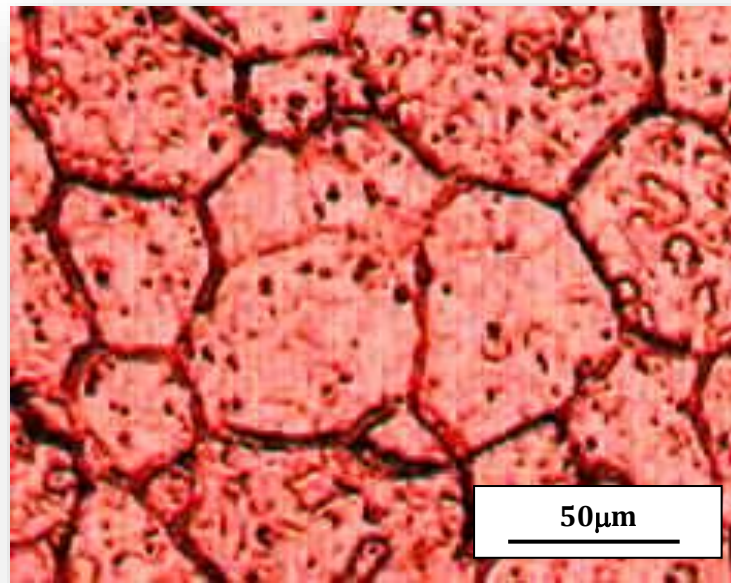
On observe l'apparition des particules réparties à l'intérieur des grains et aussi aux joints de grains. Ces fines particules sont libérées grâce au traitement d'homogénéisation.



**Figure IV. 31.** *Microstructure optique de l'alliage étudié homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau.*

### IV.3.3. Microstructure à état de vieillissement à 300 °C

Notre alliage a subi un traitement de vieillissement artificiel à la température 300°C pendant 1 min après l'homogénéisation 15 min à 530 °C et la trempe à l'eau. Sa microstructure optique est représentée dans la *figure (IV.32)*. Dans ce cas, on observe une légère diminution de la taille des grains par rapport à l'état de réception.



**Figure IV. 12.** *Microstructure optique de l'alliage étudié, homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau, puis vieilli 1 min à 300°C.*

On constate aussi l'existence des particules réparties aléatoirement à l'intérieur des grains. Ces particules favorisent la précipitation des nouvelles phases.

**Références :**

- [1] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh and K. Djemmal, Study of mechanical and electrical properties of Al-Mg-Si alloys, *Ann. Chim. Sci. Mat*, 35 (2010) 59-69.
- [2] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, Effect of natural and artificial aging on the mechanical properties of two Al-Mg-Si alloys, *Inter. J. Eng. Res. Africa*, 28 (2018) 1-7.
- [3] H. Farh, H. Belghit, T. Ziar, A. Noua, F. Serradj, The cold rolling effects on the Microstructure and Micro-hardness of Al-Mg-Si Alloy, *Diffusion Foundations*, 18 (2018) 14- 18.
- [4] F. Serradj, H. Farh, B. Belfarhi : Study of precipitation hardening in two Al-Mg-Si alloys with and without copper and excess silicon using Kissinger and Boswell methods, *Defect and Diffusion Forum* 397(2019) 101-110.
- [5] M. Yang, H. Chen, A. Orekhov, Q. Lu, X. Lan, K. Li, S. Zhang, M. Song, Y. Kong, D. Schryvers, Y. Du : Quantified contribution of  $\beta''$  and  $\beta'$  precipitates to the strengthening of an aged Al-Mg-Si alloy, *Mater Sci & Eng* 774 (2020)138776.

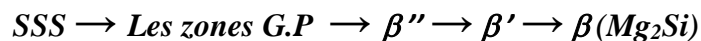
### Conclusion générale:

L'objectif principal de notre travail est l'étude calorimétrique et thermique d'un alliage Al-Mg-Si de la série 6xxx à excès de Si.

Nous avons appliqué, à nos échantillons d'alliage, des traitements thermiques adaptés, notamment, d'homogénéisation et de vieillissement artificiel pour caractériser certaines propriétés.

Pour cela, on a utilisé deux techniques expérimentales : l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), et la microscopie optique (MO). Après les analyses de nos expériences, nous avons obtenu les principaux résultats suivants :

- La séquence de précipitation obtenue par l'analyse calorimétrique différentielle DSC, dans notre alliage Al-Mg-Si, est :



- La descente de la vitesse de chauffage accélère la séquence de précipitation.
- Le paramètre cinétique de précipitation, c'est-à-dire l'énergie d'activation, varie d'une phase à autre.
- La formation de la phase  $\beta''$  nécessite une énergie d'activation d'environ 41 KJ/mol.
- Une énergie d'activation d'environ 60 KJ/mol est fournie pour former la phase  $\beta'$ .
- La formation de la phase  $\beta$  nécessite une énergie d'activation d'environ 48 KJ/mol.
- Les valeurs des énergies d'activations des phases précipitées qui sont obtenues par les quatre méthodes sont presque similaires.
- Le traitement d'homogénéisation 15 min à la température 530 °C de l'alliage favorise la libération des particules dans la matrice.
- La taille moyenne des grains de l'alliage étudié est légèrement diminuée au cours de traitement de vieillissement artificiel pendant 1 min à la température 300°C.