

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur

Université de Guelma

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



14 510, 023

Mémoire



Présenté en vue de l'obtention du diplôme de MASTER

Option : Physique de la matière condensée

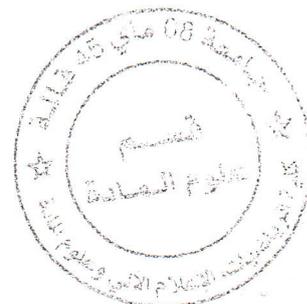
Étude d'un alliage Al-Mg-Si par dilatométrie

Présenté par :

Azizi Amina

Sous la Direction de :

Dr. Mourad Ibrahim Daoudi



Juin 2011

# **Remerciements**

***Je remercie en premier lieu Dieu le tout puissant de nous avoir accordé la puissance et la volonté pour terminer ce travail.***

***Je souhaite exprimer ma reconnaissance sincère et ma sympathie à Monsieur Mourad Ibrahim Daoudi docteur au département de physique.***

***Je remercie l'ensemble des membres du Jury d'avoir accepté de juger ce travail.***

***Un salut sympathique à tous mes camarades avec qui j'ai pu tisser des liens d'amitié solide.***

***Je ne saurai terminer sans remercier toute ma famille, mes parents, mes frères A.elwahabe et A.yacine et mes soeurs pour tous leurs encouragements, leur soutien de tout l'instant surtout dans les moments difficiles.***

***Que les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce modeste travail trouvent l'expression de ma gratitude.***

# Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

## *Chapitre I : Aluminium et alliages d'aluminium*

I.1. L'aluminium et ses alliages .....	3
I.2. Familles d'alliages d'aluminium. ....	4
I.3. Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si .....	9

## *Chapitre II : Techniques expérimentales*

II.1. Alliages utilisés. ....	15
II.2. Méthode expérimentale utilisée. ....	15
II.2.1. Traitement thermique. ....	15
II.2.2. Dilatométrie. ....	16

## *Chapitre III : Résultats et interitations*

III.1. Résultats de l'analyse dilatométrique. ....	19
III.2. Résultats de la méthode DSC. ....	22
Conclusion générale. ....	23
Références. ....	

## *Liste des tableaux :*

<b>Tableau I.1 :</b> Numérotation des alliages d'aluminium. ....	(5)
<b>Tableau I.2 :</b> Classification des alliages d'aluminium. ....	(7)
<b>Tableau II.1 :</b> Composition de l'alliage étudié (wt%). ....	(15)
<b>Tableau III.1 :</b> Récapitulation de la cinétique de transformation de notre alliage. ....	(21)

## *Liste des figures :*

<b>Figure I.1:</b> Principales familles d'alliages d'aluminium. ....	(5)
<b>Figure I.3:</b> Diagramme de phases du système binaire Al-Mg. ....	(9)
<b>Figure I.5:</b> Image de la phase $\beta''$ obtenue par MET à haute résolution. ....	(12)
<b>Figure I.6 :</b> Précipité de $\beta''$ construit selon le modèle andesen et al. ....	(12)
<b>Figure I.7:</b> Séquences de précipitation et transitions de phases apportées pour les alliages de la série 6000. ....	(14)
<b>Figure II.1 :</b> Cycle du traitement thermique. ....	(16)
<b>Figure II.2 :</b> Four (tabulaire) qui a servi au traitement. ....	(16)
<b>Figure II.3 :</b> Dilatomètre qui a servi au traitement . ....	(17)
<b>Figure III.1 :</b> Courbe de dilatation-temps . ....	(19)
<b>Figure III.2 :</b> Courbe $\frac{d}{dt}\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)V_s$ température. ....	(20)
<b>Figure III.3 :</b> Courbe smoothé de $\frac{d}{dt}\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)V_s$ température. ....	(20)
<b>Figure III.4 :</b> Courbe smoothé de $\frac{d}{dt}\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)V_s$ température (DSC). ....	(22)

# Résumé

Les changements de phases ou certaines précipitations modifient les caractéristiques mécaniques des matériaux métalliques de façon le plus souvent non négligeable. Ainsi, pour les aciers, la transformation de l'austénite en martensite après trempe augmente la limite élastique et la charge à la rupture mais diminue la ductilité de l'alliage. L'aluminium à l'état pur présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossible son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition et l'application de traitements thermiques provoquent la précipitation de certaines phases dans la matrice d'aluminium. L'alliage est alors généralement plus résistant mais aussi moins ductile. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium corroyés qui diffèrent par leurs éléments d'addition principaux; les alliages d'aluminium Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000) La faible masse volumique des alliages d'aluminium associée à leurs bonnes caractéristiques mécaniques intéresse l'industrie du transport (ferroviaire, navale, routière, aéronautique). Ainsi actuellement, les alliages Al-Mg-Si filés (série 6000) sont fortement utilisés pour réduire le poids des véhicules et par conséquent faire des économies d'énergie.

# **Introduction générale**

Les transformations de phases où la diffusion intervient sont dites par germination et croissance, et sont mises en évidence par les diagrammes d'équilibre.

Le diagramme d'équilibre ou diagramme de phase est une représentation graphique utilisée en thermodynamique, généralement à deux ou trois dimensions, représentant les domaines de l'état physique d'un système (corps purs ou mélange de corps purs), en fonction des variables, choisies pour faciliter la compréhension des phénomènes étudiés.

Le diagramme de phase s'établit expérimentalement : on fait varier les conditions (T, t, P) et l'on observe les changements de phases.

Au cours de la transformation de phases les « points » appelés germes apparaissent, résultant d'une fluctuation de composition de la phase mère. Ces germes de très petite taille au départ (amas de quelques atomes) se forment de façon homogène ou le plus souvent de façon hétérogène.

Les transformations à l'état solide sont également très importantes pour les matériaux. On distingue les transformations allotropiques qui sont particulièrement importantes (la transformation de Fe  $\alpha$  (cc) en Fe  $\gamma$ (cfc) [1].

Donc de nombreux phénomènes physiques peuvent se produire lorsque des particules ou des impuretés interfèrent ou diffusent à l'intérieur d'un alliage.

Pour réaliser ce travail, nous avons utilisées la technique dilatométrique, donc le dilatomètre utilisé est du type DIL 402C NETTZSCH4.

Une caractéristique très intéressante dans la plupart des diagrammes d'équilibre, fait que la solubilité limite diminue avec la température. Il en découle qu'un alliage, qui serait monophasé à une certaine température, peut devenir biphasé à des températures plus basses. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases est désigné par le terme de précipitation [2].

Le manuscrit de la présente mémoire est conçu de la manière suivante :

Le chapitre I : est réservé à la description des caractéristiques de l'aluminium et à l'étude des alliages d'aluminium.

Dans le chapitre II : nous décrivons la méthode expérimentale utilisée.

Chapitre III : Analyse des résultats dilatométriques et comparaison avec ceux obtenus par la technique DSC.

Nous terminons par une conclusion générale qui regroupe tous les résultats obtenus et leurs interprétations.

# **Chapitre I**

## **Aluminium et alliages d'aluminium**

### I.1.L'aluminium et ses alliages

La production mondiale d'aluminium est de l'ordre de 20 Mt/an. C'est le second métal le plus utilisé après l'acier. La production mondiale annuelle d'acier est de l'ordre de 800 Mt/an. Mais, il n'est pas très judicieux de comparer des tonnes d'aluminium avec des tonnes d'acier car les masses volumiques sont très différentes et parce que les matériaux métalliques sont le plus souvent utilisés sous la forme de produits minces tôles ou profilés plutôt que sous forme massive. De ce fait, il faudrait comparer des surfaces ou des volumes pour avoir des chiffres comparables et plus représentatifs. On peut prendre 100 pour l'acier et 7.5 ou 10 pour l'aluminium. Ces chiffres confirment que l'acier est le métal le plus utilisé, cela provient du fait que les caractéristiques mécaniques de l'acier sont plus élevées que celles de l'aluminium et que l'acier coûte moins cher. [1]

Donc l'aluminium à l'état pur (comme tous les métaux) présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossibles son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition et l'application de traitements thermiques provoquent la précipitation de certaines phases dans la matrice d'aluminium. L'alliage est alors généralement plus résistant mais aussi moins ductile. [2]

L'aluminium n'est préféré que lorsqu'on a besoin des caractéristiques particulières de ce métal, telles que :

- La faible masse volumique est égale à  $2.7 \text{ g/cm}^3$ . L'aluminium est trois fois plus léger que l'acier. Cette propriété est particulièrement intéressante dans les transports.
- La conductivité thermique pour la production d'échangeurs thermiques (radiateurs, réfrigérateurs, climatiseurs...).
- La conductivité électrique pour la fabrication des câbles électriques.
- La facilité de mise en forme pour la production de boîtes de conserves, de boîtes boissons, de profilés de fenêtres ... etc.

- La bonne résistance à la corrosion de l'aluminium fait aussi partie des propriétés attractives, déterminantes en milieu marin et appréciée dans de nombreuses applications. [1].

Donc l'aluminium est léger, il peut être obtenu avec des caractéristiques mécaniques élevées ce qui est déterminant pour les matériaux utilisés dans les transports. De ce fait, les avions actuels sont constitués à 80 % d'aluminium. L'aluminium est aussi utilisé dans les transports terrestres rapides comme les trains à grande vitesse (TGV), les bateaux à grandes vitesses (NGV) et, depuis les cinq dernières années, dans la carrosserie automobile (des véhicules plus légers consomment moins de carburant et polluent moins l'atmosphère). En fait, dans ce créneau, ce nouveau développement est une renaissance car l'aluminium était déjà utilisé il y a 50 ans dans la voiture française Dyna-Panhard (1952-1955), mais il avait disparu de ce marché parce que la tôle aluminium coûtait 20 à 25 % plus chère que la tôle équivalente en acier. Ce retour en grâce de l'aluminium provient du changement des réglementations qui obligent maintenant les fabricants de voitures à recycler leurs voitures en fin de vie.

On a d'autres applications tels que la bâtiment, l'emballage, les équipements électriques, et les équipements mécaniques.

### **I.2. Familles d'alliages d'aluminium :**

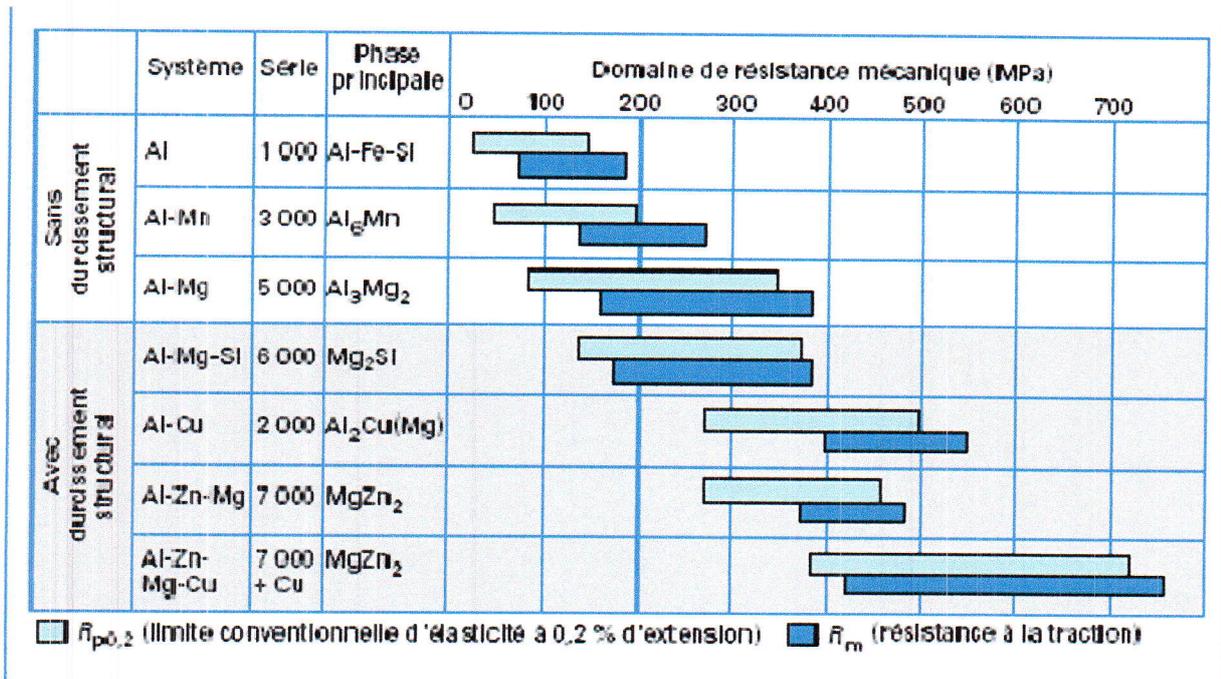
Le premier chiffre de 1 à 8 indique la famille d'alliages. Il est déterminé par l'élément principal de l'alliage (tableau I.1) :

- 1xxx, sans élément, pour l'aluminium non allié, les alliages correspondent à différents niveaux de pureté, Fe et Si étant les principales impuretés de l'aluminium ;
- 2xxx Cu, pour les alliages Al-Cu, avec une sous-famille Al-Cu-Mg ;
- 3xxx Mn, pour les alliages Al-Mn ;
- 4xxx Si, pour les alliages Al-Si ;
- 5xxx Mg, pour les alliages Al-Mg ;
- 6xxx Mg + Si, pour les alliages Al-Mg-Si ;
- 7xxx Zn, pour les alliages Al-Zn-Mg, avec une sous-famille Al-Zn-Mg-Cu ;
- 8xxx divers, pour les autres alliages.

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al <sub>2</sub> Cu - Al <sub>2</sub> CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al <sub>6</sub> Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg <sub>2</sub> Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn <sub>2</sub>
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

**Tableau I. 1 :** Numérotations des alliages d'aluminium.

La figure I.1, montre les huit familles d'alliages d'aluminium avec le principal composé intermétallique durcissant présent dans la structure.



**Figure I.1 :** Principales familles d'alliages d'aluminium corroyés. [2]

Les caractéristiques mécaniques accessibles, avec les différentes familles d'alliages d'aluminium sont montrées pour les alliages avec ou sans durcissement structural.

Un autre élément durcissant a été étudié intensivement par l'industrie de l'aluminium dans les années 1985 à 1992 ; le lithium 3% en masse ajouté à l'aluminium diminue la masse de 10% et augmente le module d'élasticité de 10%. La combinaison de ces deux avantages permettait d'envisager une diminution de 25% de la masse des avions. Malheureusement, la production d'alliages aluminium-lithium nécessite de nouvelles installations de fonderie avec une protection sous gaz inerte ce qui conduit au doublement du prix du métal. Finalement l'industrie aéronautique n'a pas accepté cette augmentation de prix. Et le projet n'a pas été développé.

A l'échelle industrielle, les tôles s'obtiennent à partir de lingots d'épaisseur de l'ordre de 600mm.

Ces lingots sont refroidis jusqu'à la température ambiante avant d'être réchauffés jusqu'à 500°C environ, après quoi ils sont passés à plusieurs reprises dans des laminoirs à chaud. Avant de passer par les laminoirs à chaud, les lingots sont donc homogénéisés. A la sortie des laminoirs à chaud, la tôle A4 à 6mm d'épaisseur est enroulée sur elle-même pour le transport vers les laminoirs à froid.

Pour atteindre les propriétés requises pour les alliages à durcissement par déformation, la tôle est traitée soit par déformation à froid, en réduisant son épaisseur, ou encore déformée puis recuite pour améliorer sa résistance. Selon la méthode choisie, le matériau aura des propriétés différentes.

Pour les alliages à durcissement par précipitation, il faut prévoir des traitements thermiques pendant le laminage, ainsi que des niveleurs de tension le long de la ligne de production. Elles doivent aussi être étirées pour qu'elles soient effectivement plates.

La ligne de production est constamment surveillée pour limiter les défauts de fabrication. Pour des produits laminés, le contrôle se fait par appréciation de la tôle en cours de production, ajustant le paramètre du processus en conséquence (distribution du lubrifiant pour le laminage, courbure des laminoirs, etc.). Pour assurer une position compétitive, le processus de contrôle doit être assez performant pour réduire les déchets au minimum.

**a- Classement par type de transformation :**

Les alliages d'aluminium destinés à être corroyés peuvent être classés en deux familles, en fonction du type de transformation ou de traitement permettant d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion [4] : (Tableau I. 2)

- Les alliages trempant seront traités thermiquement.

Les alliages par écrouissage obtiendront leurs caractéristiques mécaniques par écrouissage, donc par déformation à froid.

La désignation des alliages d'aluminium est indiquée dans la norme européenne EN 515 (Aluminium et alliages d'aluminium – Produits corroyés – désignation des états métallurgiques).

Les pièces en alliages d'aluminium obtenues par déformation sont classées en état métallurgique.

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

**Tableau I. 2 :** classifications des alliages d'aluminium.

**b- les caractéristiques mécaniques de la série 6000 :**

Il s'agit ici de déterminer les caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium de la série 6000.

**\*Série 6000 (aluminium magnésium silicium) :**

Les éléments d'alliages de cette série sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si). Cette famille d'alliages a une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ces alliages ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit.

Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2000 et 7000.

Ces caractéristiques peuvent être augmentées par addition de silicium qui donnera le précipité durcissant  $Mg_2Si$ .

Ils ont une excellente résistance à la corrosion notamment atmosphérique. Ils se soudent très bien (soudure à l'arc ou brasage). On peut les diviser en deux groupes.

- Un groupe dont les compositions sont plus chargées en magnésium et silicium (6061, 6082 par exemple). Ils sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...), ainsi qu'en aéronautique (liaisons électriques, boîtiers électroniques embarqués..).
- Une deuxième catégorie moins chargée en silicium qui par conséquent aura des caractéristiques mécaniques plus faibles. C'est le cas du 6060 qui permettra de grandes vitesses de filage mais qui aura des caractéristiques mécaniques plus faibles. Il sera utilisé par exemple en décoration et ameublement, menuiserie métallique.

### I.3. Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

#### I.3.1 Séquence de précipitation :

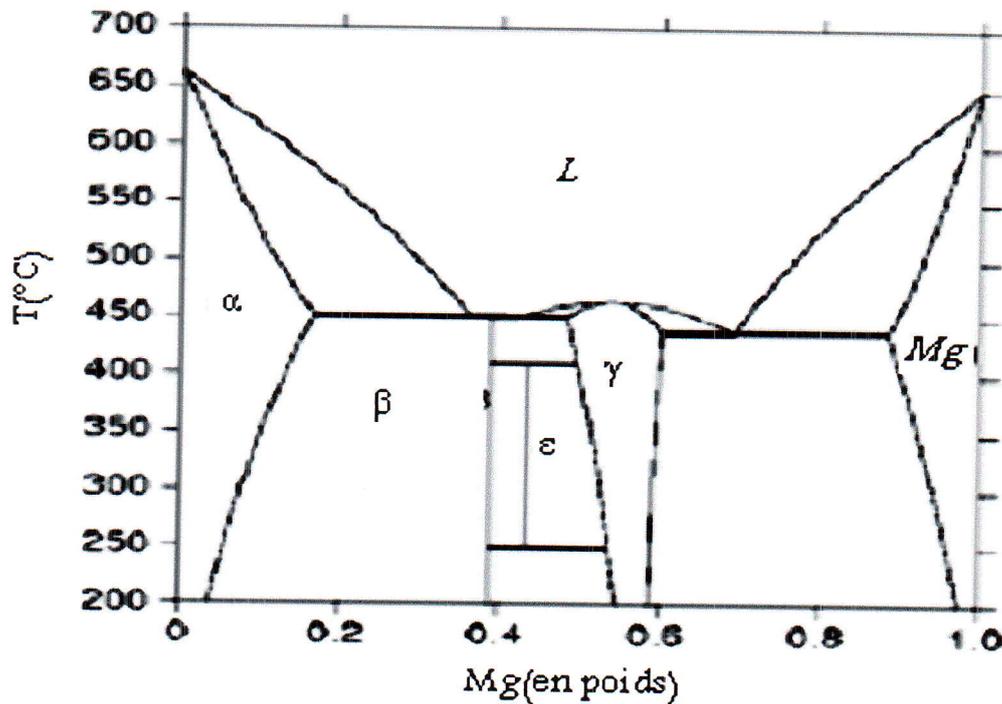


Figure I.3 : Diagramme de phases du système binaire Al-Mg

La séquence de précipitation communément acceptée pour les alliages Al Mg Si [5] est la suivante (figure I.5) :

(SSS)  $\rightarrow$  Amas de solutés et /ou zones GP  $\rightarrow$   $\beta''$  en aiguilles  $\rightarrow$   $\beta'$  en bâtonnets  $\rightarrow$   $\beta$  ( $Mg_2Si$ ) en plaquettes

#### a/ la solution solide sursaturé SSS :

Au cours du maintien d'un alliage d'aluminium à durcissement structural à la température ambiante après la trempe, la solution solide sursaturée se trouve en état métastable. Au cours de ce stade, appelé maturation, l'alliage durcit progressivement, spontanément et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation, à partir de la matrice, de germes stables de petits amas d'atomes de soluté (les zones de Guinier-Preston), en très grande

densité (de l'ordre de  $10^{17}$  à  $10^{18}$  /cm<sup>3</sup>), dont la taille est supposée comprise entre 1 et 5 nm de diamètre.

L'observation en microscopie électronique en transmission conventionnelle d'objet de telle taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électronique de l'aluminium, du magnésium et du silicium. Des récents travaux utilisant des techniques de caractérisations modernes mieux adaptées à l'étude de ces objets, telle la sonde atomique, ont été menés par différents auteurs. Ces amas d'atomes sont toujours situés aux noeuds du réseau de la matrice d'aluminium et sont constitués de petites portions de plans cristallographiques du réseau d'aluminium enrichis en atomes de soluté.

A cette étape, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques. Ils contiennent en majorité des atomes d'aluminium en plus des atomes de Mg et/ou Si. Ils sont orientés selon les directions [100] Al. Ils sont d'abord désordonnés puis organisés en alternance de couches d'atomes de silicium entourés de deux couches d'atomes de magnésium. Gueuser rapporte que lorsque l'on parlera d'amas homo-atomiques, il s'agira d'amas enrichis en un seul type de soluté en plus des atomes de solvant et non pas d'objets contenant 100% du soluté en question.

### **b/ La phase durcissante $\beta''$**

Cette phase de transition cohérente avec la matrice appelée  $\beta''$  conserve une morphologie similaire à celle des amas de soluté (zones GP), en se formant ainsi en aiguilles au dépens de ces précurseurs qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions  $\langle 100 \rangle_{Al}$ . En effet, elle a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP (zone GP-II), car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions [001]\* du réseau réciproque de la matrice d'aluminium. Ces traînées étaient interprétées de la même façon que pour les zones GP des alliages Al-Cu comme étant la trace de zones iso structurales très fines. La dénomination par  $\beta''$  et la structure de  $\beta''$  ont été initialement présentés par Shchegoleva [6] suite à une étude par diffraction des rayons X d'un alliage Al-Mg-Si. Elle a déterminé que la structure de  $\beta''$  est du type monoclinique, avec  $a = b = 0.616$  nm,  $c = 0.71$  nm et  $\beta = 82^\circ$ . Selon les travaux menés par les auteurs (**Chakrabarti, Laughliu, et Gupta**), cette phase cohérente est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans les alliages Al-Mg-Si (Cu) modèles industriels à faible teneur en cuivre. De nombreuses études ont proposé des structures cristallines plus ou moins concordantes. L'utilisation du microscope à transmission à haute

résolution (HRTEM) a apporté des images montrant les colonnes atomiques au coeur de ces précipités (figures I.5, I.6). Les structures ainsi proposées pour la phase  $\beta''$  sont présentées comme suit :

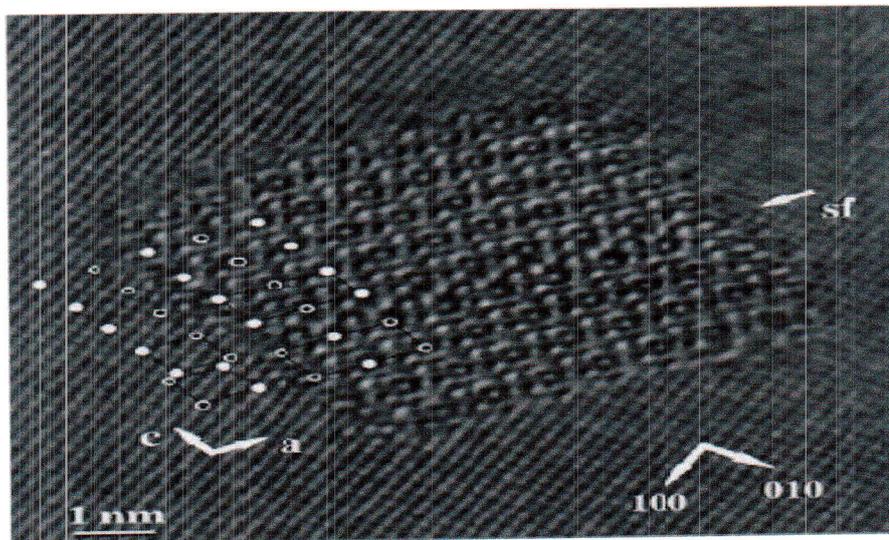
- Monoclinique  $bc$ ,  $a = 1.534 \text{ nm}$ ,  $c = 0.689 \text{ nm}$ ,  $b = 0.405 \text{ nm}$ ,  $\beta = 106^\circ$ , Edwards.
- Monoclinique  $a = 0.30 \text{ nm}$ ,  $c = 0.33 \text{ nm}$ ,  $b = 0.40 \text{ nm}$ ,  $\beta = 71^\circ$ , Lynch.
- Monoclinique  $C2/m$   $a = 1.516 \text{ nm}$ ,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

Le groupe de Andersen a beaucoup travaillé sur l'extraction du motif complet des précipités et ils ont publié une étude résolvant entièrement la structure de  $\beta''$ . Une cellule élémentaire contient deux fois le motif  $Mg_5Si_6$  pour une structure  $C2/m$ , à base  $C$  centrée et de paramètres de maille  $a = 1,516 \text{ nm}$  —  $b = 0,405 \text{ nm}$  —  $c = 0,674 \text{ nm}$  —  $\beta = 105,3^\circ$ . Selon Andersen [7], le rapport  $Mg/Si$  des précipités est donc égale à  $5/6$  et les précipités ne sont pas supposés contenir de l'aluminium. L'argument principal de l'exclusion des atomes d'aluminium est la distance interatomique calculée dans la structure difficilement acceptable pour des atomes d'aluminium.

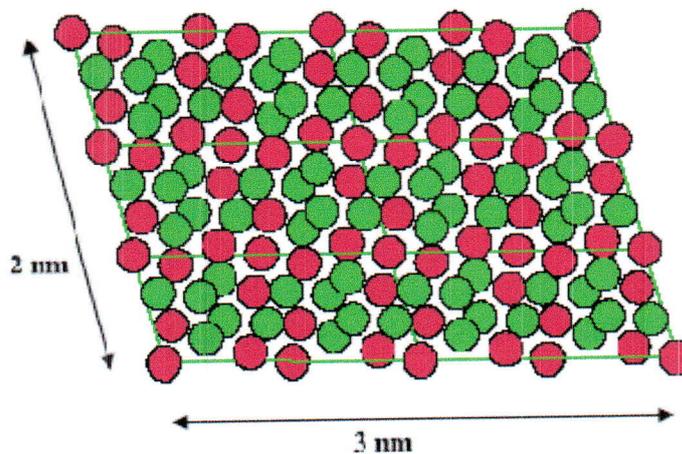
D'autres études [8] publiées par le même groupe ont nuancé ce résultat en affirmant qu'une certaine quantité d'aluminium était probablement présente dans les précipités aux premiers stades de développement, en substitution des atomes de  $Mg$ . On aurait donc un rapport  $Mg/Si$  inférieur à la valeur théorique supposée de  $5/6$  mais qui tendrait vers cette valeur au cours du revenu. Un résultat particulièrement marquant ressortant de toutes les études de ces précipités en sonde atomique est que le rapport  $Mg/Si$  des précipités est inférieur à 2 qui sont le rapport stoechiométrique correspondant à la phase stable  $Mg_2Si$ . Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7. Tandis que Matsuda et al. [9], ont trouvé ce rapport égal à 0,17. Ces derniers semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage.

Il est de l'ordre de 1,7 pour des alliages  $Al-Mg_2Si$  et autour de 1 dans des alliages en excès de  $Si$ .

Les dimensions des précipités observés sont peut être responsables des écarts à la stoechiométrie. En effet, la microstructure correspondante au pic de dureté montre des précipités dont les dimensions sont de l'ordre de 2 nm [10].



**Figure I.5 :** Image de la phase  $\beta''$  obtenue par MET à haute résolution, la direction du faisceau électronique est parallèle à  $[001]_{Al}$   $[11]$ .



● Atomes d'aluminium

● Atomes de magnésium.

**Figure I.6 :** Précipité de  $\beta''$  construit selon le modèle Andersen et al. Dimensions similaires à ceux présents au pic de dureté. Le rapport Mg/Si de ce précipité vaut 0,95 (distinct de la stoechiométrie 5/6 déduite de la formule chimique) [12].

**C/LA PHASE  $\beta'$  :**

Cette phase intermédiaire a un rapport  $Mg/Si$  plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports  $Mg/Si$  trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase  $\beta'$  (entre 1 et 1,7 selon les alliages).

Elle précipite sous la forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. La structure de cette dernière a été bien déterminée par la diffraction électronique. Les travaux sont proposés par les auteurs. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres :

$a = 0,705\text{nm} - c = 0,405\text{nm}$ , rapport : 1.73.

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

Comme les aiguilles  $\beta''$ , les bâtonnets  $\beta'$  sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe. Une étude récente menée par Anderson et al. [13], Propose la stoechiométrie suivante  $Mg_{18}Si_{10}$ . De récents travaux, [14, 15], de microscopie électronique à transmission à haute résolution ont montré que cette phase pouvait coexister avec  $\beta''$  dans un même précipité.

**d/LA PHASE D'EQUILIBRE  $\beta(Mg_2Si)$  :**

Actuellement, il est bien convenu que la nucléation de cette phase se fait après dissolution de la phase intermédiaire  $\beta'$  et ne correspond pas à la transformation de cette dernière. Ceci peut être argumenté par le fait que ces deux phases ont des structures cristallographiques entièrement différentes [16]. Le précipité est sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté.

Sa structure est cubique à faces centrées ordonnées, avec un paramètre de maille  $a = 0,639\text{nm}$ . Cette phase ( $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ ) est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientations :  $(001) \beta \parallel (001) Al$  et  $[110] \beta \parallel [100] Al$ .

Récemment, Van Huis et al. Rapportent les diverses phases de précipités et les transitions de phases qui se produisent pendant la séquence de précipitation dans les alliages Al Mg Si-(Cu) (figure I.7). Les structures sont schématisées sur une grille cartésienne conformément aux rapports d'orientation en vigueur. La normale au plan du paramètre du réseau est cohérente avec le réseau de la matrice Al ( $\gamma = [010] Al = 4.05 \text{ A}^\circ$ ). Des hexagones renfermant des atomes Mg peuvent être distingués presque dans toutes les structures. Chaque hexagone reforme un parallélogramme constitué de quatre atomes.

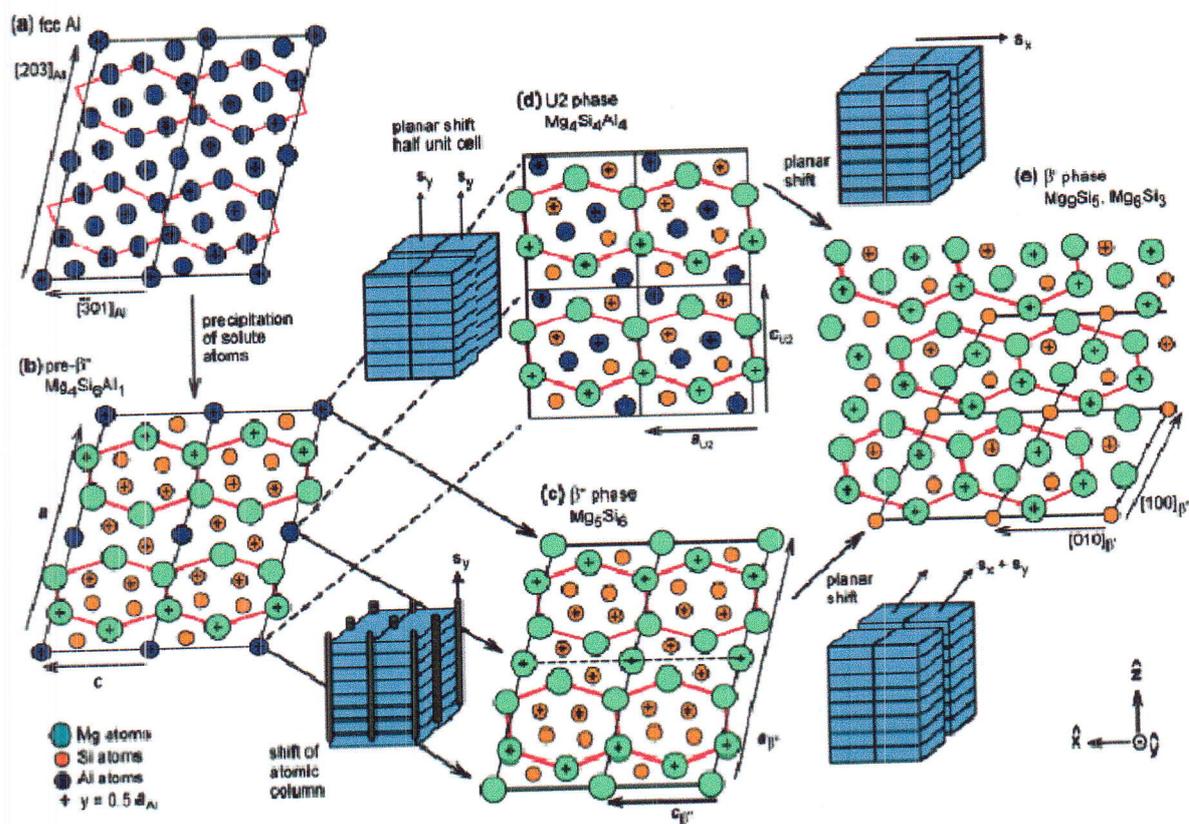


Figure I.7 : Séquences de précipitation et transitions de phases rapportées pour les alliages de la série 6000 [17].

# **Chapitre II**

## **Techniques Expérimentales**

Cette partie est consacrée aux techniques utilisées pour voir la dilatation d'un échantillon à base d'aluminium et pour voir aussi les différentes phases ( $\beta''$ ,  $\beta'$  et  $\beta$ +Si).

### II.1. Alliages utilisés :

Dans ce travail, nous avons utilisé l'alliage Al-Mg-Si.

Les compositions sont données dans le tableau II.1 :

Si	Mg	Mn	Fe	Cr	Cu	Al
1.195	0.587	0.480	0.231	0.112	0.030	97.365

**Tableau II.1 :** composition de l'alliage étudié (wt%).

L'excès de silicium en ce qui concerne l'alliage équilibré d'Al-Mg-Si est calculé. En utilisant la relation rapportée par Gupta et al. [5]. A noter que Daoudi et al. ont rajouté la partie concernant le Mn.

$$\text{Excess Si} = (\text{wt\% in alloy}) - \left[ \left( \frac{\text{wt\% Mg in alloy}}{1.73} \right) \right] - \left[ \left( \frac{\text{wt\% Fe in alloy}}{4} \right) + \left( \frac{\text{wt\% Mn in alloy}}{4} \right) \right] \quad (\text{II.1})$$

$$\text{Excess Si} = 1.195 - \left[ \frac{0.587}{1.73} \right] - \left[ \frac{0.231}{4} \right] - \left[ \frac{0.480}{4} \right] = 0.6 \text{ wt\%}.$$

Pour les besoins de nos expériences, on a découpé des parallélépipèdes de longueur  $l_0 = 20.88$  mm et d'épaisseur qui avoisine les 5 mm.

### II.2. Méthode expérimentale utilisée :

#### II.2.1. Traitement thermique :

Afin d'arriver à notre but et déterminer la cinétique de notre alliage, il est nécessaire que sa microstructure soit homogène. Un traitement thermique d'homogénéisation s'impose.

Ce dernier consiste en un maintien à la température de 540°C pendant une (01) heure suivi par une trempe à l'eau (figure. II.1). Ce traitement a été réalisé dans le laboratoire LM2S de Annaba, grâce à un four tubulaire (fig. I.2).

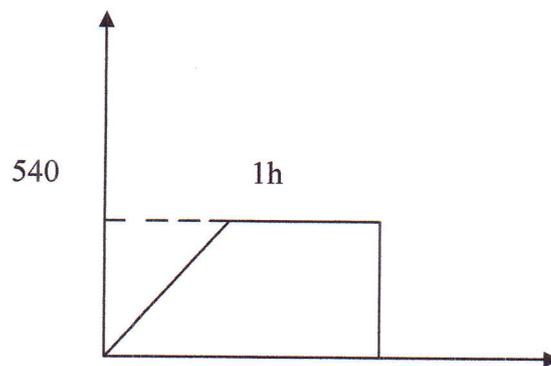


Figure II.1 : Cycle du traitement thermique.

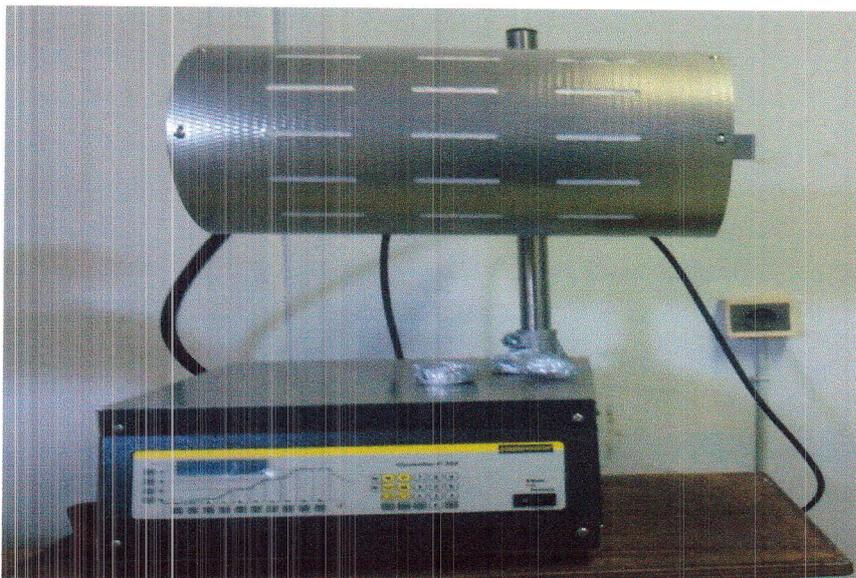


Figure II.2 : Four (tubulaire) qui a servi au traitement

### II.2.2. Dilatométrie :

L'analyse dilatométrique consiste à enregistrer les variations de longueur d'un échantillon en fonction de la température ou du temps. La dilatométrie différentielle consiste à amplifier la différence de dilatation entre un échantillon que l'on étudie et un étalon dont on connaît les propriétés.

La dilatométrie en générale, permet de détecter les changements de phases (transformation allotropique, phénomène de précipitation, les points de Curie, les transformations ordre désordre des alliages).

Egalement, elle permet d'étudier la variation du coefficient d'expansion thermique en fonction de la température.

## Chapitre II

Avec

Pour un alliage pur on a :

$$\frac{\Delta l}{l_0} = \alpha \Delta T \quad (II.2)$$

Où,  $\Delta l = l_T - l_0$ ,  $l_T$  est la longueur de l'échantillon à la température  $T$ ,  $l_0$  est la longueur initiale de l'échantillon et  $\alpha$  est le coefficient de dilatation de l'alliage.

Pour un alliage composé de plusieurs phases 1, 2, 3, ..., qui existent simultanément on aura :

$$\frac{\Delta l}{l_0} = (\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3 + \dots) \Delta T \quad (II.3)$$

L'interprétation des courbes obtenues consiste à déterminer les différentes étapes des transformations, tout en précisant s'il y a une concentration ou une dilatation.

Parfois, en dilatométrie on fait recours à la courbe dérivée, qui permet de mettre en évidence des transformations qui s'effectuent avec de faibles variations de volume.

Dans le présent travail, nous avons utilisé un dilatomètre du type DIL 402C NETTZSCH4, dont la gamme de température est de : 25°C à 1600°C. Cet appareil appartient au laboratoire LM2S de Annaba (fig. II.3).

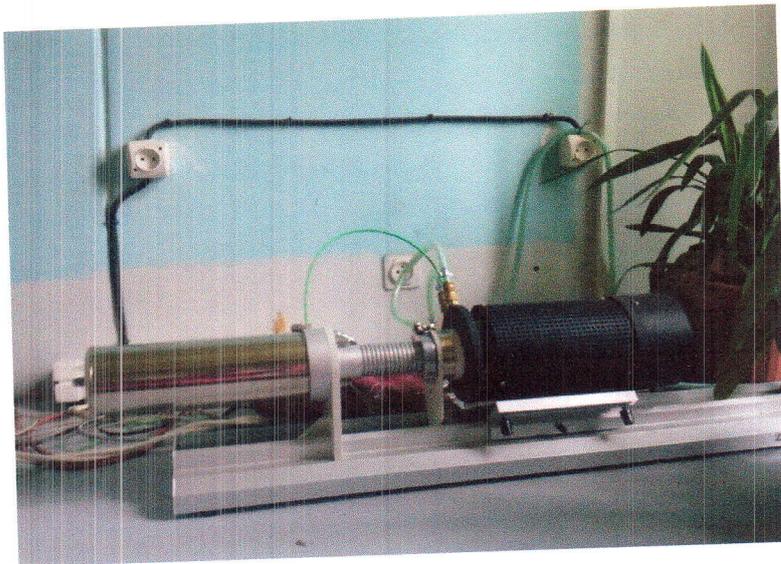


Figure II.3 : Dilatomètre qui a servi au traitement.

Dans cet appareil on peut avoir des vitesses de chauffage et de refroidissement comprises entre 1 et 50°C/min.

La gamme de mesure est de 500 à 5000 $\mu$ m, avec une résolution  $\Delta L$  : 8nm

Le DIL 402C fonctionne avec un logiciel sous MS Windows. Ce logiciel inclut toutes les données nécessaires pour effectuer une mesure. Le four du dilatomètre est refroidi à l'eau courante en continu.

En général, il permet aisément le traitement des courbes de dilatation,  $\Delta L/L_0$  en fonction du temps ou de la température. [2]

# **Chapitre III**

## **Résultats et Interprétations**

### III.1 Résultats de l'analyse dilatométrique :

Les résultats de dilatométrie peuvent être présentés sous deux formes différentes. La première est une courbe dilatation-temps alors que la deuxième est une courbe dilatation-température (thermogramme).

Sur la figure III.1, nous avons présenté la courbe variation de longueur  $\Delta l$  Vs temps, c-à-d, dilatation-temps.

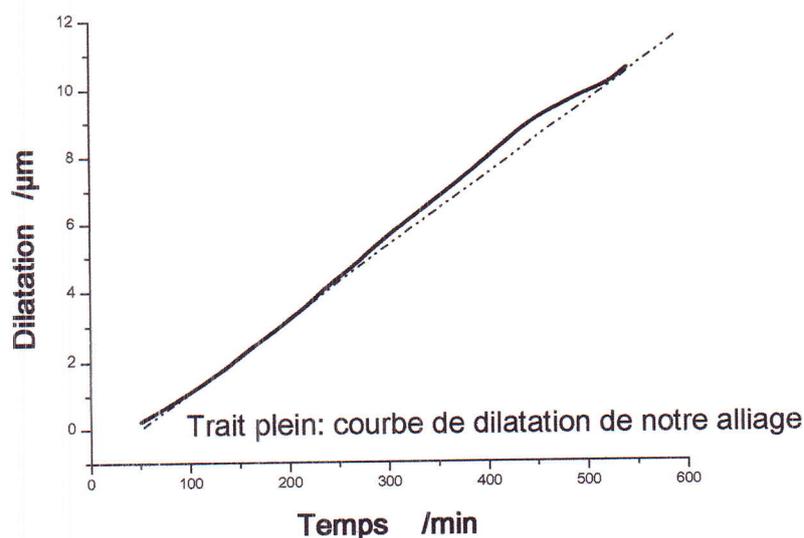


Figure III.1 : Courbe de dilatation-temps.

La figure III.1 montre que notre courbe n'est pas linéaire. Il suffit de voir la droite en pointillée. Les bosses qu'on voit sur la courbe en traits pleins, indique la présence de transformations dans l'échantillon. Ceci, prouve que notre alliage est constitué par une succession de phases métastables qui se forme puis se dissolvent au cours du chauffage. Donc, à chaque température on enregistre l'effet de la matrice et l'effet d'une autre phase.

Alors, cette courbe renferme des points d'inflexions qui peuvent renseigner sur les transformations que l'alliage subisse. Et mathématiquement, on met en valeur un point d'inflexion en faisant la dérivée.

La dérivée de la courbe de la figure III.1, est représentée sur la figure III.2. On y a tracé

$\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta l}{l_0} \right)$  Vs la température.

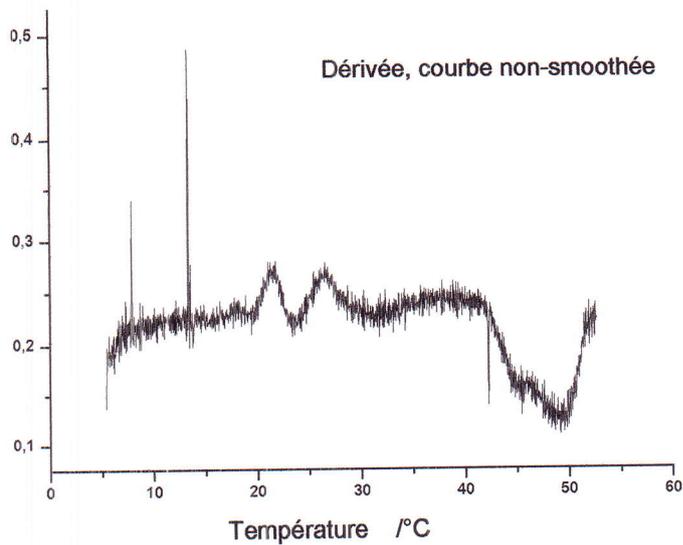


Figure III.2 : Courbe

$$\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta l}{l_0} \right) \text{ Vs Température}$$

La courbe obtenue est par la suite smoothée (lissée), les différentes phases obtenues au cours du chauffage sont bien mises en valeur (figure III.3).

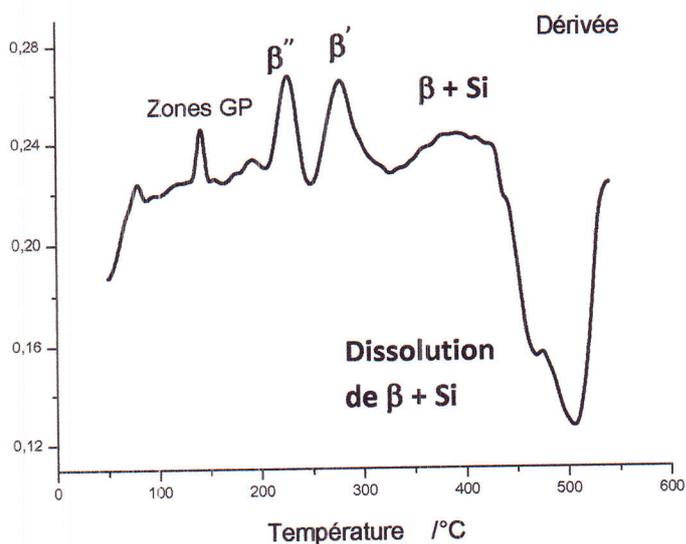


Figure III.3 : Courbe smoothée de

$\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta l}{l_0} \right)$  Vs Température, on voit la formation et la dissolution des différentes phases.

Un ensemble de pics sont visibles sur le thermogramme de la figure III.3. Trois premiers pics, positionnés respectivement à 80, 141,5 et 192 °C sont décelables. Ils peuvent représentés d'après la littérature [15], les phases que beaucoup d'auteurs ont identifiés (dans des alliages similaires au notre) comme étant les amas (Si, Mg ou un mélange Si + Mg). Nous les avons appelés zones GP (Guinier-Preston). Il faut signaler que ces phases ne sont pas encore bien identifiées.

Les pics qui succèdent à ces trois premiers ont été identifiés à la lumière de la littérature dans des alliages similaires au notre [16], comme étant respectivement propres aux formations des phases  $\beta''$ ,  $\beta'$ ,  $\beta + Si$  et la dissolution de  $\beta + Si$ . Il est à rappeler que la phase  $\beta$  représente une phase d'équilibre dans ce genre d'alliage. Les pics de formations et de dissolutions des deux phases  $\beta$  et le silicium sont interpénétrés, et donc leurs températures ne sont pas faciles à déterminer. Le tableau suivant (Tableau III.1) Récapitule tout le processus de la cinétique de notre alliage.

**Tableau III.1** : récapitulation de la cinétique de transformation de notre alliage.

Température [°C]		$T_i$	$T_P$	$T_f$
Phase				
Zones GP	1 <sup>er</sup> pic	70	80	87
	2 <sup>ème</sup> pic	132	141,5	150
	3 <sup>ème</sup> pic	180	192	205
$\beta''$		205	227	249
$\beta'$		249	278	327
Formation de $\beta + Si$		327		433
Dissolution de $\beta + Si$		433		538

$\beta$

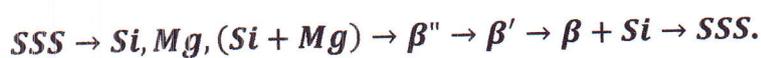
Avec

$T_i$  : Température du début de formation (ou dissolution) de la phase.

$T_f$  : Température de la fin de formation (ou dissolution) de la phase.

$T_p$  : Température maximale de formation (du pic) de la phase.

On peut écrire la cinétique de transformation comme suit :



### III.2 Résultat de la méthode DSC :

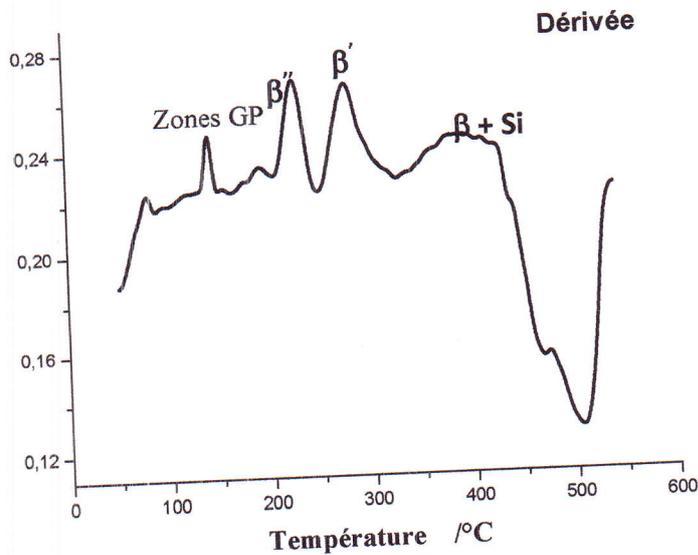


Figure III.4 : Courbe smoothée de  $\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta l}{l_0} \right)$  Vs Température, on voit la formation et la dissolution des différentes phases.

La cinétique de précipitation de l'alliage étudié, a été déterminé par la méthode DSC (Differential scanning calorimetry) montré dans la figure III.

La courbe de DSC obtenue durant le chauffage 540°C avec une vitesse de 10K/min, Comme corroboré par les publications [17,18, 19-20], les crêtes exothermiques sont liées à la formation des phases GP,  $\beta''$ ,  $\beta'$  et  $\beta$  respectivement, à environ 100, 250, 300 and 500 °C.

Le premier pic situé à 100°C correspond à la précipitation des zones GPZ.

Le deuxième pic exothermique situé à 250°C correspond à la précipitation de la phase  $\beta''$ .

Le troisième pic situé à 300°C correspond à la précipitation de la phase  $\beta'$ .

L'interprétation de ces deux pics est relativement complexe [21]. Ils seraient dus soit, à une réaction de précipitation ou à une recristallisation et/ou restauration.

Le quatrième pic situé à 500°C correspond à la précipitation de la phase  $\beta$ +Si

# **Conclusion générale**

On conclure que l'alliage AlMgSi à une cinétique de précipitation.

La séquence de précipitation communément acceptée pour cet alliage (Al Mg Si) est la

Suivante :



La dilatométrie c'est une technique fiable pou la caractérisation de l'alliage au même titre que la DSC, et semble même plus rigoureuse.

Par exemple on à peu voir que les pics  $\beta''$  et  $\beta'$  sont bien détachés et mais en valeur.

# Références

- [1] :Dominique François, André Pineau, André Zaoui : Comportement mécanique des matériaux, Hermès, Paris, 1991, 1992, 1995.
- [2] : mémoire de magister, Melle Saadallah Soror, Dilatométrie de tôles à base d'aluminium, sciences des matériaux, université Mentouri-Constantine, 2007.
- [3] : A.Catterill et P.P.Mould, "Recristallisation and grain growth in Metals", Ed. Univesité Press, London, P.30, 1976.
- [4] : [http :: /fr. Wikipedia.org/Wiki/Alliages d%,2008.](http://fr.wikipedia.org/wiki/Alliages_d%20aluminium)
- [5] : M.Avrami, J.Chem. Plays, P.212, 1940 R.Deuelay, "Aluminum : Matériaux et techniques". European society of Aluminum. Avril-Mai(1973). Juin-jull(1973). Out-Sep(1973).
- [6] : [http :: /fr. Wikipedia.org/Wiki/tôle,2008.](http://fr.wikipedia.org/wiki/t%C3%AAle)
- [7] : Y.Murakami. aluminum-Base Alloys in matériaux science and technology, 'Stucture and properties of Nonerrous Alloys". Eds.R.W.Cahn, P.Haasen, E.j.Krame. Weinheim : VCH, P.213, 1996.
- [8] : D. vaunousse, A.Cerezo, p.j. warren et S.A.Court, Mater.Sci. Forum, P.693, 2002.
- [9] : A.Perovic, D.perovic, G.L.Dunlop et M.J.couper, Mater.Sci.Forum, P.713, 1996.
- [10] : C.Cayron et P.A.Buffat, Acta Mater,p. 2639,2000.
- [11] : M.A. Van Huis, J.H.Chen A, B, H.W.Zandbergen A, M.H :F.Sluite, Acta Mater, p. 2945,2006.
- [12] : TSAOCS, Chen CY, jeng US, Kuo TY. Precipitation Kinetics and transformation of metastable phases in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 2006.
- [13] : WWW. Netzsch.com, 2008.
- [14] : R.Develay, Traitement thermiques des alliages d'aluminum.Doc.M1290.les techniques de l'ingénieur, (1991).
- [15] : M.A. Van Huis, J.H.Chen A, B, H.W.Zandbergen A, M.H:F.Sluite, Acta Mater. 54, p. 2945, (2006).
- [16] : A.Boushaba, "thèse de Magister", Université de Constantine, (2005).
- [17] : [www.netzsch.com](http://www.netzsch.com),2008.
- [18] : Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J, Træholt C, Tundal U, Reiso O. The crystal structure of the  $\beta$  phase in Al-Mg-Si alloys. Acta Mater. 1998;46:3283.

- [19] : Dutta I, Allen SM. A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. *J Mater Sci Lett.* 1991;10: 323–6.
- [20] : Jacobs MH. The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al–Mg–Si alloy. *Philos Mag.* 1972;26:1–13.
- [21] : Matsuda K, Naoi T, Fujii K, Uetani Y, Sato T, Kamio A, Ikeno S. Crystal structure of the  $\beta''$  phase in an Al-1.0mass%Mg-2Si-0.4mass%Si alloy. *Mater Sci Eng A.* 1999;262:232- 7.