

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
Université 8 mai 1945 Guelma

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

Mémoire de fin d'études
Master



Spécialité : Physique de la Matière Condensée

Présenté par :

BOUCHELAGHEM Aicha

**Etude des phénomènes de précipitation dans un alliage
Al-Mg-Si à excès de Si**

Sous la Direction de :

Dr : Fares SERRADJ

Juin 2019

Remerciement & Dédicace

Remerciement

"Al hamdou lillah" : je remercie Dieu de m'avoir donné le courage et la patience pour réalisé ce travail.

Je tiens tout d'abord à remercier mon Encadreur, Monsieur SERRADJ Fares de m'avoir encadré dans le mémoire de Master, pour la confiance et l'attention qu'il m'a accordé tout au long de ce travail, son aide et son sens de la motivation m'ont été très utiles pour mener à terme ce travail.

De même, je remercie vivement le Pr. BEZAZI Abderrezak Professeur à l'université du 8 Mai 1945 Guelma et directeur du laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), de nous avoir aidés à faire le plan expérimental.

Mes sincères remerciements à Monsieur *BELFARHI Ibrahim* Professeur à l'université 8 Mai 1945 de Guelma. Pour son aide et ses conseils précieux.

Je souhaite remercier très sincèrement les membres du jury et je suis honorée qu'ils aient accepté d'examiner mon travail.

Je tiens également à remercier le chef de département et le staff administratif, ainsi que mes chers enseignants.

Je tiens à remercier ma famille pour son soutien aussi moral que financier et pour son sacrifice.

Merci a tous, qui m'ont aidé dans la réalisation de ces travaux de recherche de pré ou de loin.

Dédicace

A

Mes chers parents

Mes frères et ma sœur

Mon pruneau de mes yeux

Minou

Table des matières

Table des matières

Remerciement et Dédicace	<i>i</i>
Liste des figures	<i>d</i>
Liste des tableaux	<i>f</i>
Introduction générale	1

Chapitre I

Alliages d'aluminium

I. Alliages d'aluminium	3
I.1. Aluminium et ses prospérités	3
I.2. Principales utilisations de l'Aluminium	5
I.2. Désignation des différents alliages d'aluminium	6
I.3. Classification des alliages d'aluminium	7
I.4. Influence des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium	7
I.5. Traitements thermiques des alliages d'aluminium	8
I.5.1. Traitements d'homogénéisation	8
I.5.2. Traitements d'adoucissement	9
I.5.2.1. Le traitement de restauration	9
I.5.2.2. Le traitement de recristallisation	9
I.5.3. Traitements thermiques de durcissement structural	10
I.5.3.1. La mise en solution	10
I.5.3.2. La trempe	10
I.5.3.3. Le revenu (vieillissement)	11
I.5.3.3.1. Vieillissement naturel	11
I.5.3.3.2. Vieillissement artificiel	11

Chapitre II

Phénomène de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

II. Phénomène de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	12
II.1. Introduction	12
II.2. Phénomène de précipitation	12
II.3. Types de précipitation	13
II.3.1. Précipitation continue	13

II.3.2. Précipitation discontinue	13
II.4. Description de la précipitation par théorie classique	14
II.4.1. Germination	14
II.4.1.1. Germination homogène	14
II.4.1.2. Germination hétérogène	16
II.4.2. Croissance des précipités	16
II.4.2.1. Précipités cohérents	17
II.4.2.2. précipités semi cohérents	17
II.4.2.3. précipités incohérents	17
II.4.3. Coalescence des précipités	18
II.5. Influence de la précipitation sur les propriétés mécanique	18
II.6. Décomposition et précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	19
II.6.1. Zones G.P et/ou Clusters de solutés	20
II.6.2. précipitation de la phase β''	21
II.6.3. précipitation de la phase β'	23
II.6.4. précipitation de la phase stable β	24
II.7. Cinétique de transformation des phases	24
II.7.1. Méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW)	25
II.7.2. Méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)	25
II.7.3. Méthode de Boswell	25
II.7.4. Méthode de Starink	26

Chapitre III

Matériaux étudiés et Méthodes Expérimentales

III. Matériaux étudiés et Méthodes Expérimentales	27
III.1. Introduction	27
III.2. Alliage étudié	27
III.3. Traitements thermiques appliqués	28
III.4. Polissage mécanique des échantillons	28
III.5. Attaque chimique	28
III.6. Techniques expérimentales utilisées	29
III.6.1. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	29
III.6.2. Microscopie optique (MO)	30

III.6.3. Micro-dureté Vickers	31
III.6.4. Diffraction des rayons X (DRX)	32

Chapitre IV

Résultats et Discussions

IV. Résultats et Discussions	33
IV.1. Introduction	33
IV.2. Etude de la structure par microscopie optique	33
IV.2.1. Etat brut	33
IV.2.2. Etat homogénéisé	34
IV.2.3. Etat de vieillissement 1h 300 °C	34
IV.3. Etude Calorimétrique par DSC	35
IV.3.1. Détermination de l'énergie d'activation	36
IV.3.1.1. Par la Méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW)	36
IV.3.1.2. Par la Méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)	38
IV.3.1.3. Par la Méthode de Boswell	40
IV.3.1.4. Par la Méthode de Starink	42
IV.4. Evolution de la microdureté en fonction de la température	46
IV.5. Etude par Diffraction des rayons X (DRX)	47
Conclusion générale	51
Références	53
Résumé	58
Abstract	59
ملخص	60

Liste des figures

Figure I.1	<i>Aluminium non allié.</i>	3
Figure I.2	<i>Maille élémentaire « CFC cubique à face centrée » de l'aluminium.</i>	3
Figure I.3	<i>La bauxite.</i>	4
Figure I.4	<i>Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction d'un avion civil et leur localisation.</i>	5
Figure I.5	<i>Radiateur de chauffage en Al-Mn.</i>	5
Figure I.6	<i>Répartition de la consommation d'aluminium.</i>	6
Figure I.7	<i>Evolution des propriétés mécaniques au cours des traitements de restauration et recristallisation.</i>	9
Figure I.8	<i>Diagramme de traitements thermiques.</i>	11
Figure II.1	<i>Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation.</i>	13
Figure II.2	<i>Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r de ce germe.</i>	15
Figure II.3	<i>La forme d'un germe sur un joint de grain.</i>	16
Figure II.4	<i>Représentation schématique des trois types de précipitation.</i>	18
Figure II.5	<i>Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement.</i>	19
Figure II.6	<i>Séquences de précipitation et transitions de phases rapportées pour les alliages de la série 6000.</i>	20
Figure II.7	<i>Précipitation de la phase β'' dans un alliage Al-Mg-Si.</i>	22
Figure II.8	<i>Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β''.</i>	23
Figure II.9	<i>Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al.</i>	23
Figure II.10	<i>Précipitation de la phase β' dans un alliage Al-Mg-Si.</i>	24
Figure III.1	<i>Echantillons d'alliage étudié.</i>	27
Figure III.2	<i>Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B utilisée.</i>	28
Figure III.3	<i>Réactif de Keller utilisé pour l'attaque chimique.</i>	29
Figure III.4	<i>Machine de DSC model Setaram Instrumentation, labSysEvo DSC.</i>	29
Figure III.5	<i>Instruments utilisés pour la préparation des échantillons à DSC.</i>	30
Figure III.6	<i>Microscope optique de type ZEISS.</i>	31
Figure III.7	<i>Microscope optique de type Olympus BX51M.</i>	31
Figure III.8	<i>Microduromètre de type ZWICK.</i>	32

Figure III.9	<i>Diffractomètre utilisé de type Bruker D8 Advance.</i>	32
Figure IV.1	<i>Microstructure optique de l'alliage à l'état brut.</i>	33
Figure IV.2	<i>Microstructure optique de l'alliage à l'état homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau froide.</i>	34
Figure IV.3	<i>Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 300 C.</i>	35
Figure IV.4	<i>Thermogrammes de DSC des échantillons d'alliage obtenues avec différentes vitesses de chauffage (5, 10 et 15 °C/min).</i>	36
Figure IV.5	<i>Droites tracées par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'', β' et β.</i>	38
Figure IV.6	<i>Droites tracées par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'', β' et β.</i>	40
Figure IV.7	<i>Droites tracées par la méthode de Boswell des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'', β' et β.</i>	42
Figure IV.8	<i>Droites tracées par la méthode de Starink des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'', β' et β.</i>	44
Figure IV.9	<i>Variation de la microdureté Vickers (HV) de l'alliage étudié en fonction de la température.</i>	46
Figure IV.10	<i>Spectre de diffraction des rayons X (DRX) d'un échantillon d'alliage à l'état brut.</i>	47
Figure IV.11	<i>Spectre de diffraction des rayons X (DRX) d'un échantillon d'alliage à l'état de vieillissement 1h à 300°C.</i>	47
Figure IV.12	<i>Superposition des spectres de diffraction des rayons X (DRX) des échantillons d'alliage à l'état brut et à l'état de vieillissement 1h à 300°C.</i>	48
Figure IV.13	<i>Décalage du plan (200) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C.</i>	49
Figure IV.14	<i>Décalage du plan (220) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C.</i>	49
Figure IV.15	<i>Décalage du plan (311) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C.</i>	50

Liste des Tableaux

Tableau I.1	<i>Propriétés physiques de l'aluminium.</i>	4
Tableau I.2	<i>Désignation des séries principales des alliages d'Aluminium.</i>	6
Tableau I.3	<i>Les effets des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium.</i>	8
Tableau III.1	<i>Compositions chimiques (% mass) de l'alliage étudié.</i>	28
Tableau IV.1	<i>Valeurs calculées pour la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW).</i>	37
Tableau IV.2	<i>Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW).</i>	38
Tableau IV.3	<i>Valeurs calculées pour la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS).</i>	39
Tableau IV.4	<i>Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS).</i>	40
Tableau IV.5	<i>Valeurs calculées pour de la méthode de Boswell.</i>	41
Tableau IV.6	<i>Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Boswell.</i>	42
Tableau IV.7	<i>Valeurs calculées pour de la méthode de Starink.</i>	43
Tableau IV.8	<i>Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Starink.</i>	44
Tableau IV.9	<i>Energies d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié, calculées par différentes méthodes.</i>	45

Introduction générale

Introduction Générale

Les alliages métalliques binaires sont des matériaux dont l'utilisation s'est développée depuis de nombreuses années. Mais récemment on a constaté un grand intérêt industriel des alliages métalliques ternaires.

Lors des traitements thermiques spécifiques, des diverses transformations de phases se produisent dans ces alliages notamment la précipitation.

La compréhension de ces phénomènes est très complexe car les mécanismes et les cinétiques de ces transformations ne sont pas dus à un seul facteur mais résultent de causes diverses internes et externes; ce qui se reflète par le nombre important des travaux publiés sur ce sujet.

Aujourd'hui, l'aluminium et ses alliages occupent la deuxième place dans la construction industrielle de différentes pièces après le fer. Ils se trouvent dans une grande variété d'applications grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques. En plus, la faible densité de ces alliages d'aluminium qui possèdent une résistance notable à la déformation. Les alliages à base d'aluminium de la série 6000 (Al Mg Si) sont de plus en plus utilisés dans les constructions aéronautiques et automobiles à cause de leurs bonnes propriétés où leur légèreté qui représentent un atout considérable. Ce sont des alliages à durcissement structural dont les propriétés mécaniques sont liées à leurs constituants et surtout aux phases plus ou moins durcissantes qui précipitent lors de traitements thermiques appropriés.

Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressantes et qui ont longtemps attirées les chercheurs, c'est la précipitation qui se produit lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide à partir d'une solution solide sursaturée. Nous proposons dans cette étude une contribution à la compréhension du phénomène de précipitation, dissolution ainsi que le comportement des alliages d'aluminium avec les traitements thermiques.

Ce travail est rédigé dans un mémoire structuré en quatre chapitres:

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique des connaissances consacrées aux propriétés physico-chimiques de l'Aluminium et ses alliages.

Le deuxième chapitre est une introduction sur les alliages d'aluminium ternaires Al-Mg-Si (série 6xxx), ainsi que les séquences de précipitation dans ces alliages.

Au cours du troisième chapitre, les matériaux étudiés et les diverses méthodes expérimentales utilisées lors de cette étude sont présentés.

Enfin un quatrième et dernier chapitre qui traite avec des tentatives d'interprétation des résultats obtenus suivi de discussions. Finalement, on propose une conclusion générale récapitulative de tous ces résultats.

Chapitre I
Alliages d'Aluminium

Chapitre I

Alliages d'Aluminium

I.1. Aluminium et ses prospérités

Parmi les métaux métalliques les plus abondants dans la croûte terrestre on trouve l'aluminium [1], c'est le troisième métal le plus utilisé après le fer et l'acier malgré que sa production industrielle n'ait commencée qu'au début du XXème siècle [2]. Sa structure cristalline est de type cubique à face centrée (CFC), avec un paramètre de maille 0,404 nm [3]. Selon la classification de Mendeleïev ; l'aluminium se trouve dans le troisième groupe juste après le silicium et l'oxygène [1].

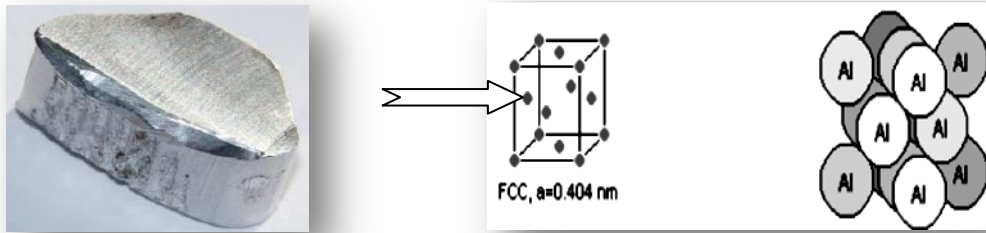


Figure I. 1. Aluminium non allié [4].

Figure I. 2. Maille élémentaire « CFC cubique à face centrée » de l'aluminium [4].

La seule source de ce métal c'est les bauxites [1], et la séparation de l'aluminium du minerai est un procédé délicat [2]. La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium [1]. Elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide [2].

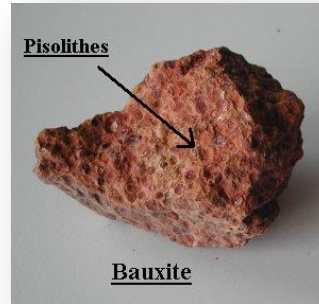


Figure I. 3. La bauxite [5].

Les propriétés physiques de l'aluminium sont regroupées dans le *tableau (I.1)* suivant:

<i>Propriétés</i>	<i>Valeurs</i>
Couleur	blanc argenté très malléable
Nombre atomique	13
Masse atomique	26,28
Température de fusion (°C)	660
Masse volumique ρ (kg/dm ³)	2,7
Coefficient de dilatation thermique linéaire (K ⁻¹)	$23 \cdot 10^{-6}$
Module de Young (bar)	6600
Point d'ébullition (°C)	2056
Pression de vapeur (Pa)	$3,7 \cdot 10^{-3}$
Energie interne massique (J/Kg)	$3,98 \cdot 10^5$
Capacité thermique Cp (J. Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	897
Conductivité thermique λ (W. m ⁻¹ .K ⁻¹)	237
Résistivité électrique ρ (Ω .m)	26,548
Susceptibilité magnétique (K)	$0,6 \cdot 10^{-3}$
Module d'élasticité longitudinal E (MPa)	69000
Coefficient de poisson ν	0,33

Tableau I. 1. Propriétés physiques de l'aluminium [1, 6].

I.2. Principales utilisations de l'Aluminium

Les applications de l'aluminium pur sont très limitées en raison de sa faible résistance mécanique. On a souvent intérêt à l'utiliser sous forme d'alliages. L'amélioration des caractéristiques mécaniques et électriques par rapport à celles des propriétés de l'aluminium pur est liée au choix des éléments d'additions et des traitements thermomécaniques [2]. Les alliages d'aluminium sont utilisés pour de multiples applications aussi bien dans le domaine de l'aéronautique *figure (I.4)* que dans celui de l'industrie automobile *figure (I.5)*.

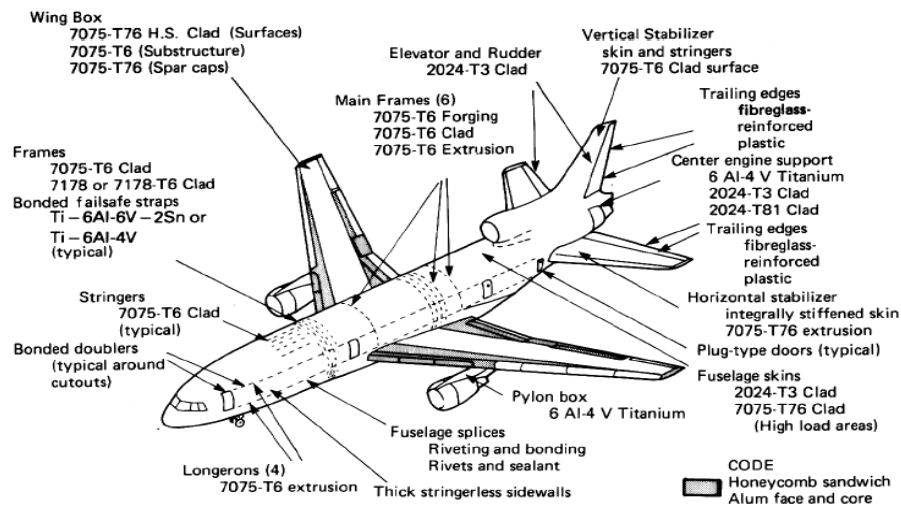


Figure I. 4. Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction d'un avion civil et leur localisation [3].



Figure I. 5. Radiateur de chauffage en Al-Mn [3].

Les caractéristiques intrinsèques de l'Aluminium (légèreté, conductivité, résistance à la corrosion, propriétés mécaniques) ainsi que le développement de ses alliages d'une part et des techniques de mise en forme d'autre part, lui ont ouvert d'innombrables domaines d'utilisation, dont les principaux sont : les transports (36%)

(Terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile), le bâtiment (22%), la construction mécanique et électrique (10%) et l'emballage (10%) [7, 8].

Les spécificités physico-chimiques de l'aluminium en font donc un métal très demandé par les industriels et les ménages pour beaucoup d'objets de la vie quotidienne voir *figure (I.6)*.

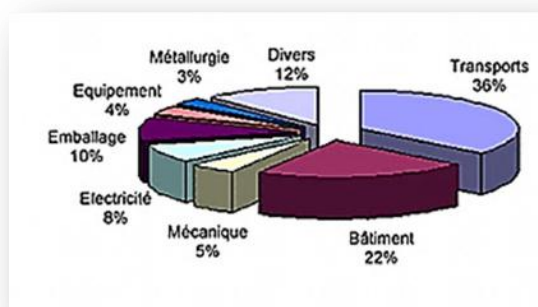


Figure I. 6. Répartition de la consommation d'aluminium [8].

I.2. Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres [9], conforme à la norme AFNOR NF EN 573 ainsi qu'aux spécifications internationales de l'Aluminium Association [2]. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence à laquelle appartient l'aluminium ou l'alliage d'aluminium et les chiffres subséquents indiquent la composition voir *tableau (I. 2)* [9].

<i>Série</i>	<i>Désignation</i>	<i>Élément d'alliage principal</i>	<i>Phases principales</i>
1000	1xxx	Aluminium pur à 99%	-
2000	2xxx	Aluminium et cuivre (Al-Cu)	Al_2Cu , Al_2CuMg
3000	3xxx	Aluminium et manganèse (Al-Mn)	Al_6Mn
4000	4xxx	Aluminium et silicium (Al-Si)	-
5000	5xxx	Aluminium et magnésium (Al-Mg)	Al_3Mg_2
6000	6xxx	Aluminium, magnésium et silicium (Al-Mg-Si)	Mg_2Si
7000	7xxx	Aluminium, zinc et magnésium (Al-Zn-Mg)	$MgZn_2$
8000	8xxx	Aluminium et autres (Al-Li), (Al-Fe-Si)	

Tableau I. 2. Désignation des séries principales des alliages d'Aluminium [9].

I.3. Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium se classent en deux grandes familles : les alliages corroyés et les alliages de fonderie.

- Les alliages corroyés sont mis en forme mécaniquement par des procédés tels que le laminage, l'extrusion, le forgeage, l'étréage ou le tréfilage.
- Les alliages de fonderie sont quant à eux coulés par différents procédés comme le moulage sous pression, le moule permanent, le moule au sable à vert, le moule au sable lié chimiquement, la cire perdue, le moule au plâtre, le moule sous vide ou à basse pression, par coulée centrifuge [10].

I.4. Influence des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium

Les éléments d'addition et, en particulier, les éléments de transitions, jouent un rôle très important dans la métallurgie de l'aluminium. La teneur des éléments d'addition est limitée par le facteur de solubilité. Les éléments d'addition les plus répandus dans les alliages d'aluminium sont le cuivre, le magnésium, le manganèse, le zinc, le fer et le silicium. Ces derniers ont plus ou moins une influence sur les caractéristiques de l'Al-Mg-Si. Ils peuvent en même temps améliorer ou détériorer les propriétés physiques, chimiques et technologiques de l'aluminium. Un certain nombre d'éléments d'addition sont rajoutés dans certains alliages pour donner une propriété particulière [11].

La nature et la teneur des éléments d'addition ont une influence sur plusieurs propriétés de l'alliage comme [12]:

la masse volumique	la résistance à la corrosion
l'aptitude à l'anodisation	les conductivités électrique et thermique
l'aptitude au soudage	l'usinabilité
l'aptitude à la déformation	la dureté, charge de rupture, limite élastique.

L'aluminium est capable de s'associer avec grand nombre d'autres éléments donnant ainsi naissance à beaucoup d'alliages différents ayant un faisceau de propriétés très larges et permettant de satisfaire un grand nombre d'applications [12]. De ce fait, on peut résumer les effets des éléments d'addition dans le *tableau (I.3)*.

Éléments	Effets
Magnésium	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Améliore la résistance mécanique des alliages. ✓ Améliore la tenue à la corrosion. ✓ Augmente la dureté lors des traitements thermiques. ✓ Néfaste à l'anodisation
Silicium	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Améliore les caractéristiques de mise en forme (moulage). ✓ Augmente beaucoup la fluidité, ✓ Augmente la résistance au craquage à chaud ✓ Augmente les caractéristiques de l'écoulement du métal liquide.
Cuivre	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Améliore frottement les caractéristiques mécaniques. ✓ Augmente la résistance mécanique. ✓ Améliore l'usinabilité. ✓ Réduit la résistance à la corrosion. ✓ Réduit l'aptitude à la déformation.
Fer	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Accroît la résistance au craquage à chaud. ✓ Réduit la tendance de l'alliage à se coller ou à se souder aux parois du moule. ✓ Réduire la ductilité.

Tableau I. 3. Les effets des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium [3].

I.5. Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les traitements thermiques ont pour but de modifier en générale la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier.

En général, les traitements thermiques en métallurgie sont: l'homogénéisation, l'adoucissement, le vieillissement et le durcissement structural [1].

I.5.1. Traitements d'homogénéisation

Le traitement d'homogénéisation consiste à chauffer le matériau à une température relativement élevée, généralement de 450 °C à 500 °C pour l'aluminium pur et de 450°C à 590 °C pour les alliages d'aluminium, et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures). Ce traitement a pour but de dissoudre les phases présentes au sein de l'alliage, de sorte à réaliser une homogénéisation de celui-ci sous une seule et même phase [12].

I.5.2. Traitements d'adoucissement

Ils ont pour but principal d'adoucir et de régénérer la plasticité d'un métal ou un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. Dans le cas de l'écrouissage, ce sont les traitements de restauration et les recuits de recristallisation. Ces traitements ont des effets semblables à ceux pour l'aluminium. Les traitements d'adoucissement par recuit ou restauration, généralement appliqués en cours ou en fin de transformation [4];

- Seules les températures de traitement sont plus élevées pour les alliages :

I.5.2.1. Le traitement de restauration est effectué entre 200 °C à 300 °C pendant 1 heure à 8 heures, permettant le réarrangement des dislocations et une diminution de la densité des dislocations dans le métal en conservant la structure de grains d'origine. Elles se regroupent en parois ou sous-joints de grains par le mécanisme de (montée). La restauration favorise l'état d'équilibre et est facilitée par une augmentation de la température puisqu'elle est basée sur la diffusion à l'état solide. [4, 13].

I.5.2.2. Le traitement de recristallisation est effectué à 300 - 400°C pendant 1/2 à 3 heures ; les atomes se regroupent suivant de nouvelles directions pour former un petit cristal d'orientation quelconque. Avec le temps de nouveaux atomes viennent s'agglutiner autour du petit cristal jusqu'à ce que les nouveaux grains se rejoignent pour donner la structure macrographique de recristallisation primaire. Si l'on augmente la température ou la durée de maintien, on obtient des structures de recristallisation secondaire à très gros grains. Au contraire, Si l'on stoppe ce traitement de recuit par un temps trop court, on obtient des états partiellement recristallisés [4, 13].

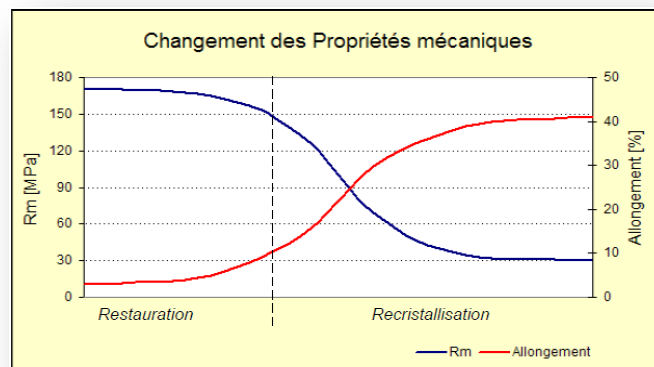


Figure I. 7. Evolution des propriétés mécaniques au cours des traitements de restauration et recristallisation [14].

I.5.3. Traitements thermiques de durcissement structural

La résistance et la dureté de certains alliages d'aluminium peuvent être améliorées par une série de traitements thermiques. Cette série de traitements constitue un processus nommé « durcissement structural ». Cette série provoque de très fines particules appelées précipités, d'une deuxième phase répartie uniformément dans la matrice initiale [11].

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

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

I.5.3.1. La mise en solution

La mise en solution tire avantage de la réaction du durcissement par précipitation tout en s'assurant d'avoir une solution solide soluble. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (e.g. Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène. Le tout permettant de bénéficier de la réaction du durcissement par précipitation. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590 °C pour les alliages d'aluminium [3].

I.5.3.2. La trempe

La trempe est une opération nécessaire pour effectuer un traitement thermique. Cette opération consiste en un refroidissement suffisamment rapide de la solution solide obtenue dans la première étape, pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. Elle ne prend pas de temps, puisqu'elle a une très courte durée. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg_2Si pendant le refroidissement et de préserver la solution solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~ 260 °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce. Le résultat de cette opération est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes [1].

1.5.3.3. Le revenu (vieillessement)

Après le traitement de mise en solution et la trempe, le durcissement par précipitation est achevé par un vieillissement naturel (température ambiante) ou par un vieillissement artificiel (température donnée). Dans plusieurs alliages, une précipitation suffisante survient à température ambiante quelques jours après la trempe et les propriétés mécaniques de ces derniers sont convenables pour plusieurs applications [6].

1.5.3.3.1. Vieillessement naturel

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage. Certains alliages de la série 6XXX, en durcissant, peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante [9].

1.5.3.3.2. Vieillessement artificiel

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en la maintien selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité. La précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant de 100°C jusqu'à 240°C dans le cas de la série 6000. Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné [11].

Une représentation schématique de ces différents traitements thermiques industriels est illustrée par le diagramme de la *figure (I.8)*.

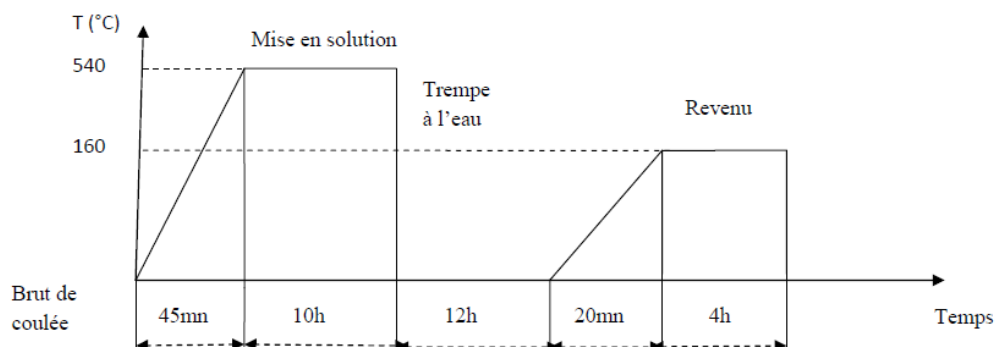


Figure I. 8. *Diagramme de traitements thermiques [7].*

Chapitre II
Phénomènes de précipitation
dans les alliages Al-Mg-Si

Chapitre II

Phénomènes de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

II.1. Introduction

Le but de ce chapitre est de donner une introduction sur les alliages d'aluminium ternaires Al-Mg-Si (série 6xxx), ainsi que les séquences de précipitation dans ces alliages.

La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si et le phénomène de durcissement structural sont des exemples types d'une problématique scientifique de l'innovation industrielle. Les chercheurs théoriciens, les expérimentateurs ont progressé ensemble pour comprendre ces phénomènes de précipitation et de durcissement structural.

Le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est caractérisé par la connaissance qualitative de la séquence de précipitation et son influence sur leurs propriétés mécaniques.

II.2. Phénomène de précipitation

Pour minimiser son énergie, tout système hors d'équilibre effectue un réarrangement atomique par la diffusion des atomes et des défauts de structure pour atteindre un état d'équilibre stable ou métastable [1]. La précipitation d'une solution solide sursaturée est une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases. Elle consiste en général en une décomposition de la solution sursaturée (la matrice mère) en deux nouvelles phases :

- la matrice appauvrie.
- la phase précipitée.

L'apparition de la nouvelle phase au sein d'une matrice sursaturée commence par la formation d'amas riches en atomes de soluté qui portent le nom de Zones de Guinier et Preston (zones G.P). Ces phases augmentent la dureté et la limite élastique du matériau [15], et provoque une hétérogénéité structurale dans le métal [16]. La découverte de ces zones fut en 1938 par Guinier et Preston [17] qui montre l'existence de zones enrichies en atomes dissous, formant de petits domaines cohérents avec la matrice. Elles sont responsables du durcissement structural du matériau [18].

II.3. Types de précipitation

On distingue en général deux grands types de précipitation :

II.3.1. Précipitation continue

La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue de façon continue jusqu'à sa valeur d'équilibre. Cette précipitation conduit donc, au moins dans un premier temps, à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés qui grossissent par le drainage des atomes de soluté. Cependant, ces précipités n'ont pas tous, dans des conditions thermiques données, la même probabilité d'apparition.

En effet, les relations cristallographiques entre la phase mère et le produit de la précipitation déterminent les énergies associées à l'interface et l'énergie élastique emmagasinée dans la matrice [19, 20].

II.3.2. Précipitation discontinue

On dit qu'il y'a précipitation discontinue quand, pendant la transformation, le cristal est divisé en deux catégories de régions:

- ✓ Des régions où la transformation est complète,
- ✓ Des régions où la solution solide sursaturée reste inchangée.

La précipitation discontinue nécessite donc la germination et la croissance de cellules constituées de produits biphasés (lamelles de la seconde phase noyées dans la matrice d'équilibre). Partant de la solution solide, on obtient donc un mélange d'une solution solide réorientée ou non par rapport à la phase mère qui est appauvrie, et d'une nouvelle phase dispersée dans la matrice [20].

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules. Lors de cette précipitation, le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes [3].

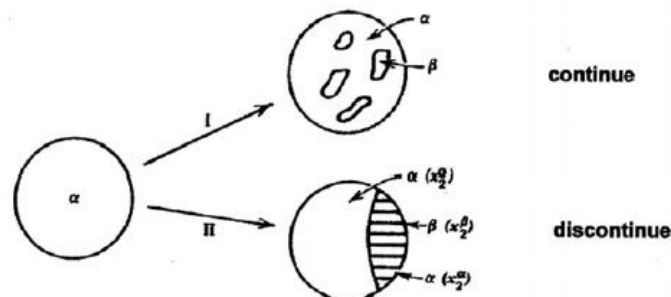


Figure II. 1. Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [19].

II.4. Description de la précipitation par théorie classique

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

II.4.1. Germination

La germination est la formation de petits domaines de quelques atomes dans une phase mère, qui peuvent constituer des germes stables et riches en solutés. Ils résultent des fluctuations statistiques de composition. Au cours de leur formation, seuls les germes ayant atteint une taille critique peut croître, les autres sont redissous dans la matrice. Suivant la répartition des sites de germination dans la matrice, on distingue la germination homogène et la germination hétérogène [21].

II.4.1.1. Germination homogène

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

Pour qu'il y ait germination homogène, il faudrait qu'un élément de petit volume de la phase mère soit structurellement, chimiquement et énergétiquement identique à n'importe quel autre élément de cette phase [22].

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

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

D'où :

ΔG_v : la variation d'enthalpie libre volumique.

ΔG_s : la variation d'enthalpie libre superficielle.

ΔG_d : la variation d'enthalpie libre déformation.

Le terme ΔG_d est généralement négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination. A ce stade le germe est de très petite dimension. Les deux autres termes de variations d'enthalpie libre sont étroitement liés aux dimensions du germe [12, 18].

La variation d'enthalpie libre est exprimée comme suit:

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s \quad (II.2)$$

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

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

$$\Delta G_s = 4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot \delta \quad (II.4)$$

Où : G_β et G_α sont les enthalpies libres volumiques spécifiques des phases β et α respectivement et δ l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface $\frac{\alpha}{\beta}$.

Par substitution dans l'équation (II.2) on a alors :

$$\Delta G = 4/3 \cdot \pi \cdot r^3 (G_\beta - G_\alpha) + 4\pi \cdot r^2 \cdot \delta \quad (II.5)$$

Elle englobe deux termes, l'un négatif ΔG_v et l'autre positif ΔG_s . Une valeur critique du rayon r_c du germe est déterminée par la condition suivante :

$$\frac{d\Delta G}{dr} = 4 \cdot \pi \cdot r^2 (G_\beta - G_\alpha) + 8\pi \cdot r \cdot \delta \quad (II.6)$$

$$r_c = -2\delta(G_\beta - G_\alpha) \quad (II.7)$$

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

Dans le cas où $r > r_c$, on a $\frac{d\Delta G}{dr} < 0$, toute croissance du germe de rayon supérieur à r_c entraîne une diminution de l'enthalpie libre de l'alliage; c'est-à-dire un accroissement de la stabilité du germe, ceci est schématisé dans la figure (II.2).

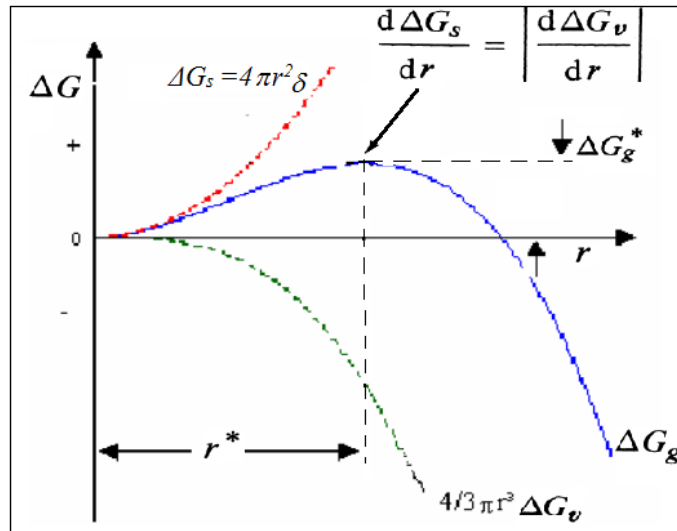


Figure II. 2. Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r de ce germe [23].

La théorie de germination et croissance tient compte du fait qu'une barrière d'énergie doit être franchie afin que les embryons puissent se stabiliser. Cette barrière d'énergie résulte du compromis existant entre une énergie de volume qui stimule la germination et l'énergie de création de l'interface qui retarde celle-ci [24].

II.4.1.2. Germination hétérogène

La transformation hétérogène, implique la présence de deux régions distinctes dont l'une est transformée et l'autre non. En effet, la germination s'opère de préférence sur les hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation du germe en réduisant l'énergie superficielle et/ou l'énergie de déformation. Les sites de germination peuvent être des dislocations, des surfaces d'impuretés ou des joints de grains [22, 25].

Dans le cas d'un joint de grain, l'enthalpie libre de formation d'un germe sur un joint de grain, est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice, ΔG_m par la relation :

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - \cos\theta + \cos^3\theta) \quad (\text{II.8})$$

Où θ est l'angle d'équilibre de tension superficielle, représenté schématiquement dans la *figure (II.3)* [26].

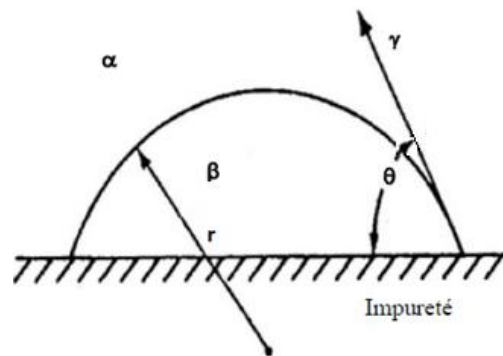


Figure II. 3. La forme d'un germe sur un joint de grain [9].

II.4.2. Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules au niveau de l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité provoque un changement de volume qui a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases. En plus elle fait apparaître une surface entre le précipité et la matrice, de telle sorte, que la différence entre les énergies de liaison atomique dans les deux milieux à cet endroit est appelée énergie d'interface. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur les différents types d'interfaces

existants entre la phase mère et le précipité [27]. D'après Hornbogen [28], il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la *figure (II. 4)*.

II.4.2.1. Précipités cohérents

Ces précipités forment une interface cohérente avec la phase mère c'est-à-dire que le plan d'atomes constituant l'interface, indépendamment de la nature chimique de ces précipités, est commun aux deux phases, ceci est schématisé dans la *figure (II. 4. a)*.

Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient identiques ou presque identiques. Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté sont généralement complètement cohérentes avec la matrice [29].

II.4.2.2. précipités semi cohérents

Lorsque le germe atteint une dimension critique au delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus importante que l'énergie interfaciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans certains endroits de l'interface. Le précipité devient à ce moment semi-cohérent représenté schématiquement dans la *figure (II. 4. b)* [19, 21, 30].

II.4.2.3. précipités incohérents

Ces précipités forment une interface avec la matrice à travers laquelle il n'existe aucune continuité du réseau cristallin. Au cours de la croissance du précipité les dislocations continuent leur introduction progressive jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque d'une structure à l'autre au niveau de cette interface représentée schématiquement dans la *figure (II. 4. c)* [18, 30].

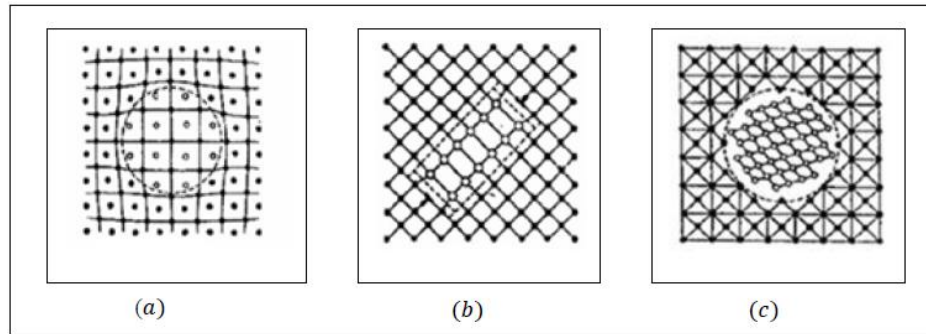


Figure II. 4. Représentation schématique des trois types de précipitation [30, 31].

(a) : Précipités cohérents ; (b) : Précipités semi cohérents, (c) : Précipités incohérents.

II.4.3. Coalescence des précipités

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant ce processus de coalescence, les grandes particules continuent à se croître aux dépens des plus petites particules, car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. La coalescence des précipités prend place quand la concentration des atomes du soluté est plus importante aux voisinages des particules fines par rapport à celle du volume adhérent aux grandes particules. Cette différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent de la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

Les atomes du composant de base diffusent de la grande particule à la particule fine. Cette diffusion entraîne une sursaturation de la solution solide près de la seconde phase, ce qui entraîne leur croissance [29].

II.5. Influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques

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

La vitesse de précipitation augmente, au fur et à mesure que la température augmente. Elle dépend aussi de la composition chimique. On distingue deux types d'alliages ceux qui durcissent à froid et ceux qui durcissent à chaud. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec prolongement du temps de vieillissement, ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité du soluté dans le solvant augmente avec la température. Ce caractère est observé surtout dans certains alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le

fait d'avoir un matériau léger et possède d'importantes propriétés mécaniques améliorées. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure. Ces trois états successifs qui sont : l'état sous-vieilli, bien vieilli et sur-vieilli. Cette séquence provoque une amélioration puis une diminution de la résistance mécanique, tandis que la ductilité varie en sens inverse, *figure (II. 5)* [11].

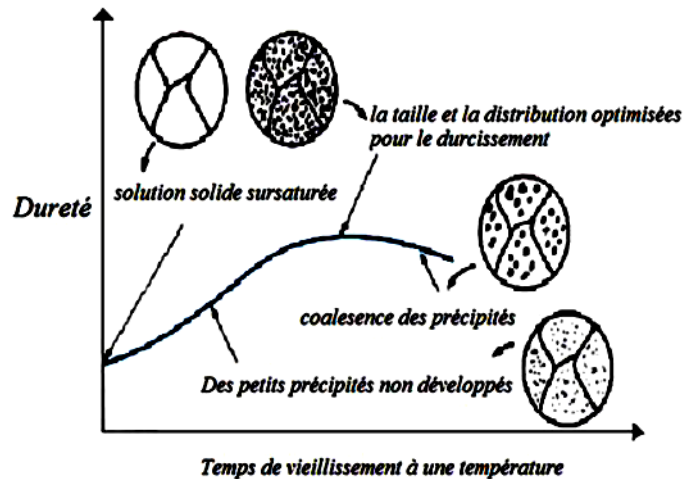


Figure II. 5. Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement [11].

II.6. Décomposition et précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Les traitements thermiques des alliages Al-Mg-Si conduit à une décomposition de la solution solide sursaturée se fait suivant une séquence de précipitation. Cette dernière est généralement admise pour les alliages Al-Mg-Si non déformés et sans cuivre (Cu), comme suit [32, 33]:

SSS → **clusters individuels de Mg et de Si** → **Co-clusters (Mg, Si)** → **Zones G.P** → **phase β''** → **phase β'** → **phase β**

Où:

- SSS: représente la solution solide sursaturée;
- clusters individuels: sont de petits amas constitués de regroupement d'atomes de Mg ou de Si, séparément;
- Co-clusters: sont de petits amas constitués de co-regroupement d'atomes de Mg et Si à la fois;
- Zones G.P: désignent les zones de Guinier – Preston;

- Phase β'' est un précipité métastable sous forme d'aiguille;
- Phase β' est un précipité métastable sous forme de tige ;
- Phase β est une phase stable sous forme de plaque.

β'' et β' , les précipitations se produisent par nucléation et croissance et sont contrôlées par diffusion [34, 35].

La plupart des études sur les phases β'' et β' dans les alliages Al-Si-Mg ont été particulièrement axées sur la séquence de précipitations qualitativement complexe et les structures cristallines [35].

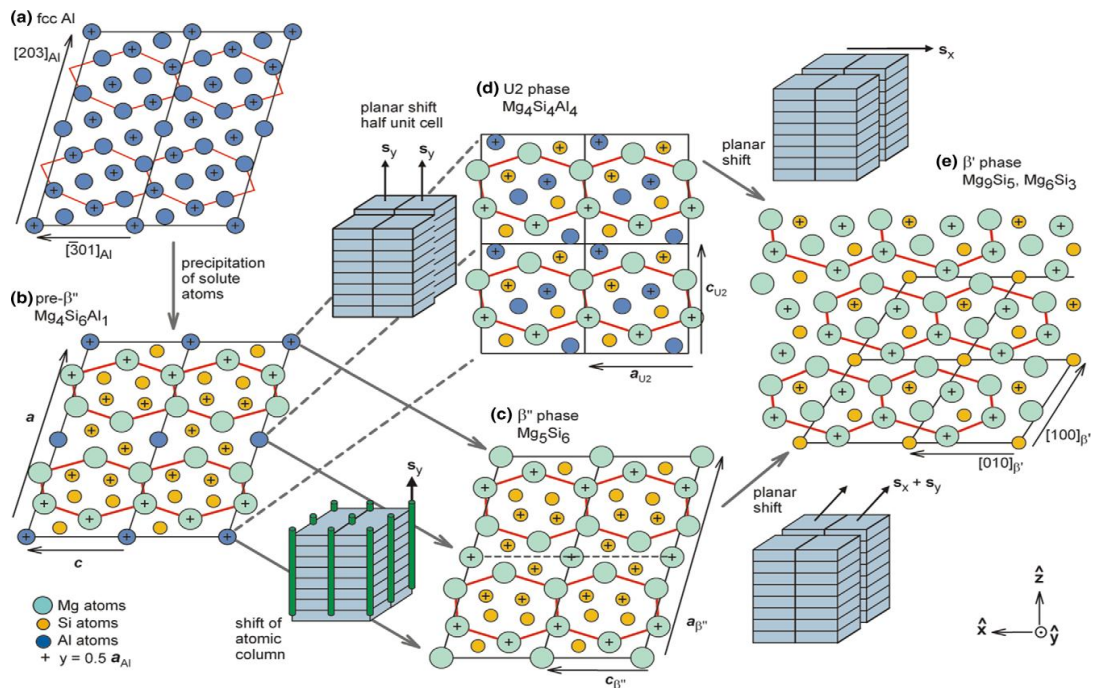


Figure II. 6. Séquences de précipitation et transitions de phases rapportées pour les alliages de la série 6000 [36].

II.6.1. Zones G.P et/ou Clusters de solutés

Les zones de Guinier et Preston dits zones G.P correspondent à une mise en ordre d'atomes Mg et Si du fait de la sursaturation en éléments d'alliage. Ces zones cohérentes avec la matrice constituent des sites de germination des précipités β'' .

Il est bien établi désormais que la formation des zones G.P dans les alliages d'Aluminium est étroitement liée à la présence d'une sursaturation de lacunes due à la trempe [37].

Bien que démontrée indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, la formation des zones G.P à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. On suppose que ces clusters ont une taille comprise entre 1 et 5 nm

de diamètre. L'observation à microscopie électronique à transmission conventionnelle (MET) aux objets de cette taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électroniques de l'aluminium, du magnésium et du silicium. A ce stade, ces clusters d'atomes sont plus ou moins sphériques. Ces clusters contiennent en majorité des atomes d'aluminium. Ils représentent une zone limitée spatialement dans laquelle la concentration en solutés est supérieure à la concentration moyenne de l'alliage [38].

Edwards et al. [39] ont observés des clusters de Mg et de Si et des hétéro-clusters contenant Mg et Si après l'apparition d'un large pic endothermique sur les courbes de (DSC) [40]. Ils affirment que leur profil de concentration ne laisse apparaître que des homo-clusters de Mg dans l'état brut de trempe. Ils suggèrent qu'une maturation à température ambiante et/ou un pré-revenu à température inférieure à 100°C verraient la formation d'amas de Si et ensuite les co-clusters Mg-Si. Ces deux équipes sont cependant d'accord pour le cas des co-clusters formés pendant le pré-revenu servent très probablement de sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β'' .

Vaumousse et al. [41], en étudiant des alliages Al-Mg-Si de la série 6000, sont arrivés à la même conclusion à l'aide d'une technique d'identification des clusters. Ils affirment qu'un alliage brut trempé contient déjà des clusters de solutés, mais ne précisent pas s'il s'agit d'homo- ou d'hétéro-clusters. Mais, l'efficacité de détection d'un cluster paraît cependant limitée.

II.6.2. précipitation de la phase β''

La phase β'' , appelée aussi Z.G.P II, est la phase responsable du durcissement maximal dans les alliages de la série 6000, elle est métastable et précipite sous formes d'aiguilles très fines, alignées le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$ [21].

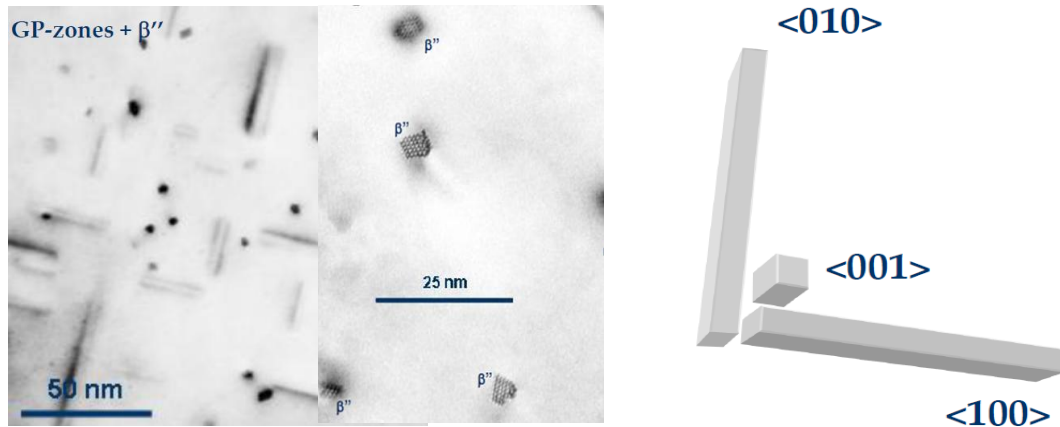


Figure II. 7. Précipitation de la phase β'' dans un alliage Al-Mg-Si [42].

La poursuite du réarrangement des solutés lors d'un vieillissement thermique transforment les zones G.P en précipités β'' , sous forme d'aiguilles, mesurant entre 1 à 5 nm de diamètre et entre 10 à 50 nm de longueur [43], et elle a une structure monoclinique. Ces rapports sont compris entre 1 et 1,7 alors, le résultat des études de ces précipités en sonde atomique ont montré que le rapport Si/Mg des précipités est inférieur à 2 et désigne le rapport stœchiométrique correspondant à la phase stable Mg_2Si .

β'' est une phase cohérente avec la matrice mère conserve une morphologie similaire à celle des clusters de soluté (zones G.P) [44], en se formant ainsi en aiguilles au dépend de ces précurseurs qui sont des clusters 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 G.P (zone G.P-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 G.P des alliages Al-Cu comme étant la trace de zones iso structurales très fines. La dénomination par β'' et la structure de β'' ont été initialement présentés par Esmaili [45] suite à une étude par diffraction des rayons X d'un alliage Al-Mg-Si. Elle a déterminé que la structure de β'' 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 [46, 47, 48, 49], Les structures proposés pour la phase β'' sont présentées comme suit :

- ✓ *Monoclinique bc*, $a = 1.534$ nm, $c = 0.689$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta = 106^\circ$, Edwards [39].
- ✓ *Monoclinique a* $a = 0.30$ nm, $c = 0.33$ nm, $b = 0.40$ nm, $\beta = 71^\circ$, Lynch [50].

- ✓ *Monoclinique C2/m* $a=1.516\text{nm}$, $c=0.674\text{ nm}$, $b=0.405\text{nm}$, $\beta = 105.3^\circ$, Andersen [40].
- ✓ *Monoclinique (P2/m)* $a = 0,770\text{ nm}$, $c = 0,203\text{ nm}$, $b = 0,670$, $\gamma=75^\circ$ Cayron [51].

Les figures (II.8) et (II.9) illustrent les observations faites par la microscopie à transmission à haute résolution (HRTEM) qui révèlent l'orientation des atomes de Mg et Si observé sur une aiguille de β'' ainsi que le modèle construit par Anderson et al [40], simultanément.

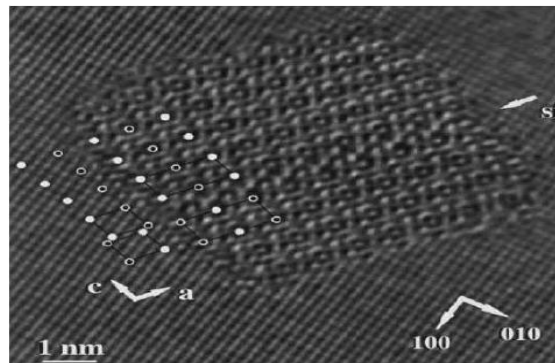


Figure II. 8. Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β'' [40].

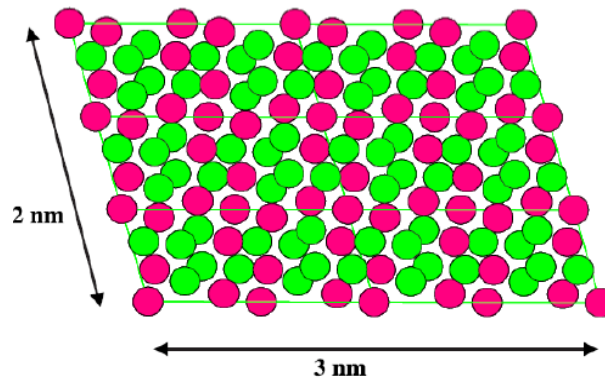


Figure II. 9. Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al [40].

- Atomes d'aluminium Al
- Atomes de magnésium Mg

II.6.3. Précipitation de la phase β'

Cette phase a un rapport Mg/Si plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports Mg/Si trouvés dans la littérature sont pratiquement identiques à ceux mesurés de la phase β' (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase de précipité sous forme de bâtonnets de diamètre compris entre 5 et 15 nm de diamètre. Les bâtonnets β' sont semi cohérents avec la matrice α -aluminium le long des

grands axes. Sa structure a été bien déterminée par la diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres [52]:

- $a = 0,705 \text{ nm}$, $c = 0,405 \text{ nm}$, le rapport Mg/Si = 1.73 [52].
- $a = b = 0,407 \text{ nm}$, $c = 0,405 \text{ nm}$, le rapport Mg/Si = 1.54 [52].

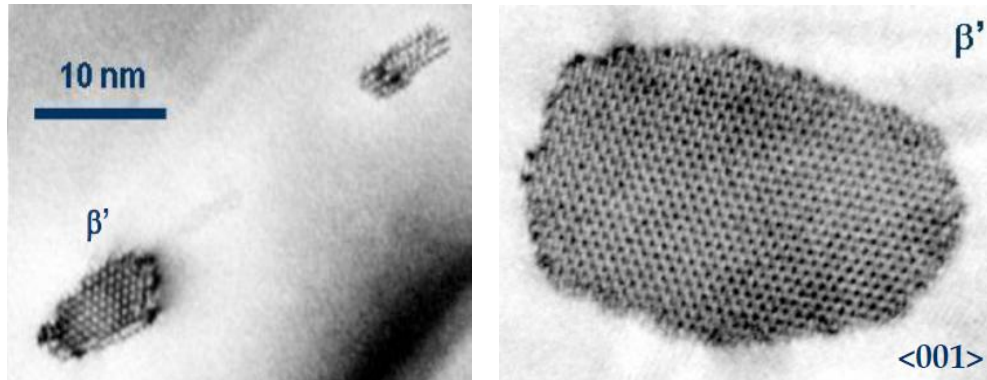


Figure II. 10. Précipitation de la phase β' dans un alliage Al-Mg-Si [42].

II.6.4. Précipitation de la phase stable β

C'est la phase d'équilibre qui apparaît dans les derniers stades de précipitation. C'est une phase incohérente avec la matrice, de composition Mg_2Si . Elle précipite sous forme de petites plaquettes carrées sur les plans $\{100\}$ dans la matrice Al, avec une épaisseur de dizaines de nanomètres et quelques centaines de nm de côté.

- La phase β présente une structure CFC de type CaF_2 (fluorure de calcium), avec un paramètre de réseau $a = 0.639 \text{ nm}$ [21].
- Cette phase stable est incohérente avec la matrice mais conserve toutefois les relations d'orientation suivantes [21] : $(100) \beta // (100)_{\text{Al}}$ et $[110] \beta // [100]_{\text{Al}}$.

II.7. Cinétique de transformation des phases

La transformation de phases joue un rôle très important dans la production d'un grand nombre d'alliages.

La cinétique de transformation des phases par germination ou par croissance est étudiée par la loi d'Avrami [53].

Le paramètre le plus important de la cinétique de transformation de phases est l'énergie d'activation.

Plusieurs méthodes ont été proposées pour évaluer l'énergie d'activation efficace pour les processus de précipitation et de dissolution dans les conditions anisothermes [12]. Elles sont conformes à l'équation (II.9) suivante:

$$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p^s} \right) = -A \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c \quad (\text{II.9})$$

- E_a : Energie d'activation;
- T_p est la température maximale de pic exothermique ou endothermique en (K);
- R est la constante du gaz parfait ($R= 8.314$ J/mole);
- φ est la vitesse de chauffage (K/min);
- où s , A et C sont des constantes.

Dans notre travail, nous avons utilise quatre (4) méthodes pour calculer l'énergie d'activation

II.7.1. Méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW)

La méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW) [54, 55] est très répandue. Elle est basée sur l'évolution de la température T_p du pic exothermique et/ou endothermique en fonction de la vitesse φ de chauffage. Dans cette méthode on a : $s = 0$ et $A = -1,0516$.

L'équation (II.9) devient sous la forme suivante:

$$\ln(\varphi) = -1,0516 \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c \quad (II.10)$$

La représentation graphique de $\ln(\varphi)$ en fonction de $(1/T_p)$ donne une ligne droite dont la pente dépend de E_a .

II.7.2. Méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)

La méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) [56, 57] fait partie des méthodes intégrales linéaires. La relation de cette méthode est la suivante :

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^2}\right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c \quad (II.11)$$

La représentation graphique de $\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^2}\right)$ en fonction de $(1/T_p)$ donne une ligne droite dont la pente dépend de E_a .

II.7.3. Méthode de Boswell

Dans le cas de la méthode de "Boswell"[58], $s = 1$ et $A = 1$. Cette méthode est définie par la relation suivante:

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p}\right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c \quad (II.12)$$

La représentation graphique de $\ln\left(\frac{\varphi}{T_p}\right)$ en fonction de $(1/T_p)$ donne une ligne droite dont la pente dépend de E_a [59].

II.7.4. Méthode de Starink

D'après Starink [60], il a été observé que si la valeur de $A = -1.0008$ et $s = 1.92$, une approximation très exacte est donnée par l'équation suivante:

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1.92}}\right) = -1,0008 \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c \quad (II.13)$$

La représentation graphique de $\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1.92}}\right)$ en fonction de $(1/T_p)$ donne une ligne droite dont la pente dépend de E_a .

Chapitre III
Matériau étudié et Méthodes
Expérimentales

Chapitre III

Matériau étudié et Méthodes Expérimentales

III.1. Introduction

Dans ce chapitre seront d'abord présentés l'alliage que nous avons étudié et sa composition chimique, ainsi que les techniques de préparation des échantillons pour les différents essais, ensuite nous citons les différents traitements thermiques suivis au cours de notre travail.

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et des méthodes mise en œuvre pour la caractérisation des échantillons de l'alliage.

L'étude sera présentée comme suit :

- Microscope optique (MO);
- Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC);
- Diffraction des Rayons X (DRX);
- La Micro-dureté (HV).

Notre travail a été réalisé, principalement, au sein du *Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux d'Analyses (LMANM)* de l'université 8 Mai 1945, Guelma.

III.2. Alliage étudié

Une tôle d'alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium, a fait l'objet de notre étude. Ce type de la tôle est destiné notamment pour l'industrie automobile, navale et aéronautique [30] *figure (III.1)*.



Figure III. 1. Echantillons d'alliage étudié.

La composition chimique de l'alliage étudié, en pourcentage massique, est représentée dans le *tableau (III.1)* ci-dessous:

Elément	Mg	Si	Cu	Fe	Mn
% Massique	0.20	0.62	0.1	0.17	0.03

Tableau III. 1. Compositions chimiques (% mass) de l'alliage étudié.

III.3. Traitements thermiques appliqués

Nos échantillons de l'alliage ont subi différents traitements thermiques, pour provoquer le processus de la précipitation de la solution solide sursaturée. Ils sont homogénéisés 15 min à la température 530°C, puis ils sont trempés à l'eau froide. Enfin, ils sont vieillis artificiellement à la température 300°C pendant 1 heure.

III.4. Polissage mécanique des échantillons

Pour l'étude métallographique, l'observation en microscope optique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons ont subi un polissage mécanique avec papier abrasif 800 puis 1000 à l'aide d'une polisseuse.



Figure III. 2. Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B utilisée.

III.5. Attaque chimique

L'observation des échantillons en microscope optique nécessite une attaque chimique pour révéler sa structure, on utilise un réactif de Keller dont sa composition est la suivante :

- ✓ Acide fluorhydrique (HF).....0.5 mL
- ✓ Acide nitrique (HNO₃).....2.5 mL
- ✓ Acide chlorhydrique.....1.5 mL
- ✓ Eau distillée.....95 mL

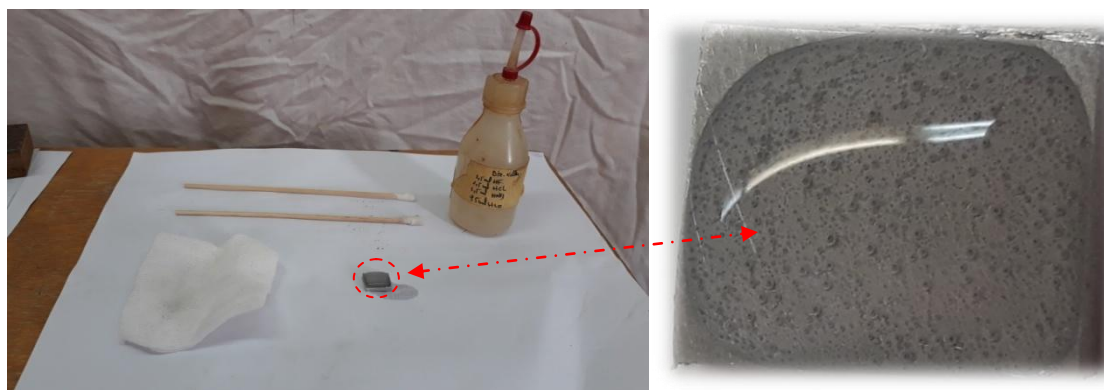


Figure III. 3. Réactif de Keller utilisé pour l'attaque chimique.

III.6. Techniques expérimentales utilisées

III.6.1. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux matériaux lorsqu'ils sont chauffés ; cette technique sert à étudier les transitions thermiques d'un matériau. Les transitions thermiques sont les changements qui interviennent dans un matériau quand il est chauffé. Dans notre cas, on a chauffé les échantillons en utilisant la machine *DSC Setaram Instrumentation, labSysEvo DSC* qui est contrôlée par un programme de traitement *CALISTO*. Les vitesses de chauffage utilisées sont 5 °C/min, 10 °C/min et 15 °C/min dans une atmosphère d'azote liquide, alors que celle du refroidissement est de 30 °C/min. Les échantillons ont été testés dans un intervalle entre 30 °C et 550 °C. La masse de l'échantillon utilisée dans cette étude est de 18 mg. L'échantillon a été placé dans un creuset en Aluminium.



Figure III. 4. Machine de DSC model Setaram Instrumentation, labSysEvo DSC.



a) Creuset en Aluminium avec couvercle



b) Balance de précision



c) Presse pour fermeture des creusets



d) Égilles



e) Creuset rempli de matériau et piquet

Figure III. 5. Instruments utilisés pour la préparation des échantillons à DSC.

III.6.2. Microscopie optique (MO)

Le microscope optique est utilisé pour déterminer et observer la forme et la taille des grains, des précipités, etc.

Dans notre étude, nous avons utilisé deux microscopes optiques métallographiques à grand champ: *ZEISS* équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MoticImages Plus V2.0 et *OLYMPUS BX51M* figures (III.6) et (III.7).



Figure III. 6. Microscope optique de type ZEISS.



Figure III. 7. Microscope optique de type Olympus BX51M.

III.6.3. Micro-dureté Vickers

La dureté d'un métal est définie comme la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Dans notre étude, nous avons utilisé un microduromètre semi-automatique de type ZWICK figure (III.8) lié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique de la microdureté.

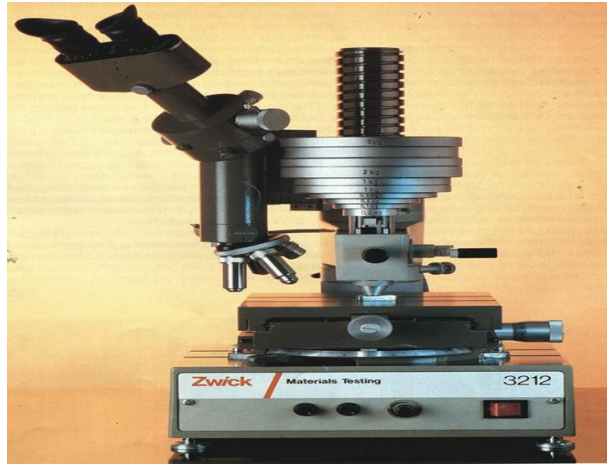


Figure III. 8. *Microduromètre de type ZWICK.*

III.6.4. Diffraction des rayons X (DRX)

Nous avons utilisé un diffractomètre de type *BRUKER D8 ADVANCE* figure (III.9), monté en géométrie à haute résolution. L'intervalle angulaire qu'il permet de mesurer s'étend de 10° à 90° sur l'échelle 2θ .



Figure III. 9. *Diffractomètre utilisé de type Bruker D8 Advance.*

Chapitre IV
Résultats et Discussions

Chapitre IV

Résultats et Discussions

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre nous avons représenté les résultats et les discussions de notre protocole expérimentale utilisant différentes techniques à savoir: L'analyse microstructurale d'un alliage étudié obtenue par la microscopie optique, La calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la micro dureté Vickers (HV) et la diffraction des rayons X (DRX).

IV.2. Etude de la structure par microscopie optique

L'observation structurale, de l'alliage étudié à l'état brut (l'état de réception), à l'état d'homogénéisation et à l'état de vieillissement, permet d'avoir une image sur la taille des grains et la présence des particules.

IV.2.1. Etat brut

La *figure (IV.1)* représente la microstructure de l'alliage étudié à l'état brut. On observe des grains de différentes tailles, ainsi que des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur de ces grains. La taille moyenne des grains est d'environ $80 \mu m$.

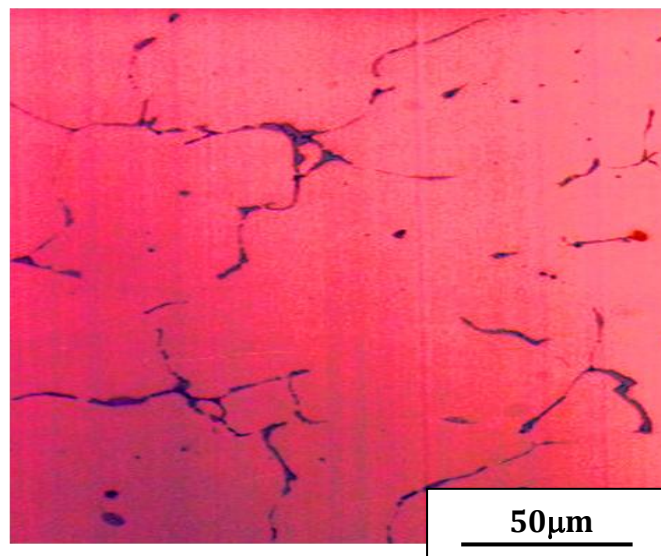


Figure IV. 1. Microstructure optique de l'alliage à l'état brut.

IV.2.2. Etat homogénéisé

La microstructure obtenue par la microscopie optique de l'alliage étudié homogénéisé à la température 530°C pendant 15 min et trempé à l'eau froide est illustré à la *figure (IV.2)*. La vitesse de montée de la température dans le four est de 5°C/min.

On observe l'apparition d'une grande densité des particules plus fines réparties à l'intérieur des grains, et notamment aux joints de grains. En effet le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition, responsable de la formation des précipités et favorise les sites de germination.

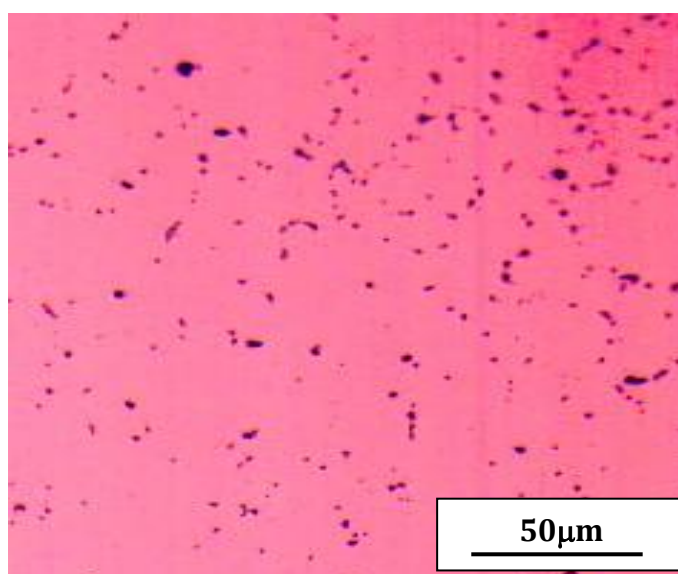


Figure IV. 2. *Microstructure optique de l'alliage à l'état homogénéisé pendant 15 min à 530°C et trempé à l'eau froide.*

IV.2.3. Etat de vieillissement 1h 300 °C

Après le traitement d'homogénéisation 15 min à 530°C et la trempe à l'eau froide, notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 1 heure à la température 300°C.

La *figure (IV.3)* représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 300°C. On observe une légère diminution de la taille des grains dans ce cas par rapport à l'état brut.

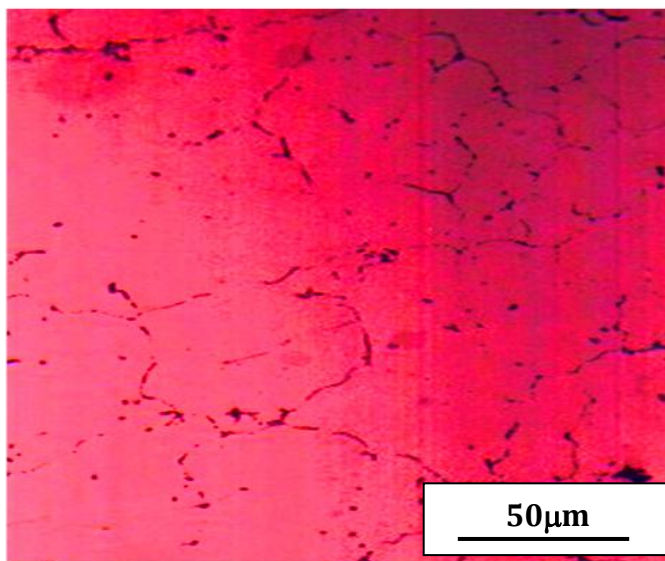


Figure IV. 3. *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 300°C.*

La microstructure montre aussi l'existence de fines particules réparties aléatoirement à l'intérieur des grains. En effet, le traitement de vieillissement 1h à 300°C favorise la cristallisation des particules.

IV.3. 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 précipités, respectivement.

La *figure (IV.4)* représente les thermogrammes de DSC de l'alliage étudié homogénéisé 15 min à 530°C puis trempé à l'eau froide. Nous avons choisi trois vitesses de chauffage 5 °C/min, 10 °C/min et 15 °C/min. On observe quatre pics exothermiques et quatre pics endothermiques. Les quatre pics exothermiques sont situés environ aux températures 130°C, 260°C, 320°C et 400°C et les quatre pics endothermiques sont situés aux températures 150°C, 270°C, 340°C et 450°C. Les réactions exothermiques sont, probablement, attribuées à la formation : des zones G.P, de la phase β'' , de la phase β' et de la phase β , respectivement. Les pics endothermiques sont associés à la dissolution des zones et des phases qui sont déjà précipités, respectivement. Ces résultats sont en bon accord avec les recherches de plusieurs chercheurs notamment [40, 41, 43, 46, 50].

Il est très important de remarquer que les pics exothermiques et endothermiques sont décalés vers les hautes températures avec la montée de la vitesse de chauffage.

On note aussi, que les thermogrammes de DSC de l'alliage étudié, confirment la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si décrite dans la littérature :

SSS → Zones G.P → Phase β'' → Phase β' → Phase β .

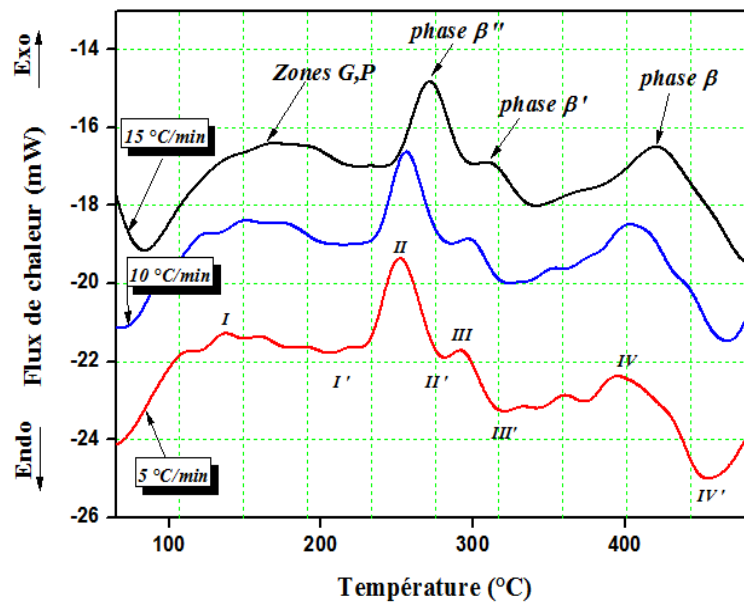


Figure IV. 4. Thermogrammes de DSC des échantillons d'alliage obtenues avec différentes vitesses de chauffage (5, 10 et 15 °C/min).

IV.3.1. 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 . En effet, il existe plusieurs méthodes pour calculer l'énergie d'activation, nous pouvons utiliser la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW) [54, 55], la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) [56, 57] la méthode de Boswell [58], et la méthode de Starink [60].

IV.3.1.1. Par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW)

Cette méthode est définie par la relation suivante : $\ln(\varphi) = -1,0516 \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$

Pour chaque vitesse de chauffage φ , nous avons déterminé la température maximale T_p

du pic. La variation de $\ln(\varphi)$ en fonction de $\frac{1}{T_p}$ est linéaire avec une pente de

$(-1,0516 \cdot \frac{E_a}{R})$.

Nous avons analysé les quatre pics exothermiques qui sont attribués à la formation: des zones G.P, de la phase β'' , de la phase β' et de la phase β .

Les valeurs de cette méthode de calcul sont rassemblées dans le *tableau (IV.1)* suivant:

Formation des zones G.P (Pic I)				
ϕ (°C/min)	$\ln(\phi)$	T_p (°C)	T_p (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K ⁻¹)
5	1,61	137	410	2,44
10	2,30	151	424	2,36
15	2,71	167	440	2,27
Formation de la phase β'' (Pic II)				
ϕ (°C/min)	$\ln(\phi)$	T_p (°C)	T_p (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K ⁻¹)
5	1,61	251	524	1,91
10	2,30	257	530	1,89
15	2,71	268	541	1,85
Formation de la phase β' (Pic III)				
ϕ (°C/min)	$\ln(\phi)$	T_p (°C)	T_p (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K ⁻¹)
5	1,61	292	565	1,77
10	2,30	300	573	1,75
15	2,71	311	584	1,71
Formation de la phase β (Pic IV)				
ϕ (°C/min)	$\ln(\phi)$	T_p (°C)	T_p (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K ⁻¹)
5	1,61	396	669	1,49
10	2,30	409	682	1,47
15	2,71	422	695	1,44

Tableau IV. 1. Valeurs calculées pour la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW).

La *figure (IV.5)* présente les droites obtenues par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW) 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)*.

Phases	Zones G.P	β''	β'	β
$E_a(\text{kJ/mol})$	45,10	163,85	136,32	139,41

Tableau IV. 2. Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW).

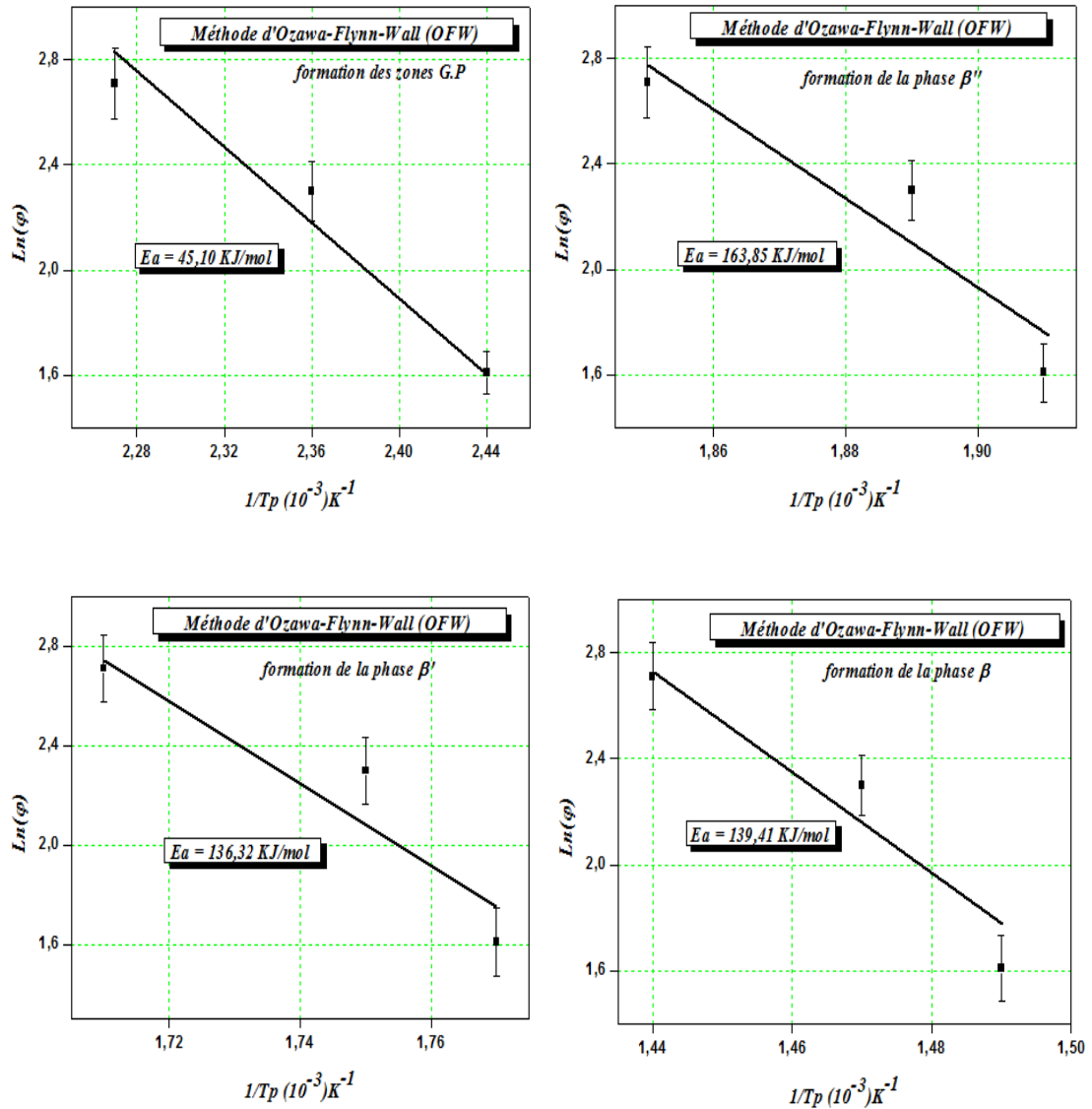


Figure IV. 5. Droites tracées par la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW) des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'' , β' et β .

IV.3.1.2. Par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)

La méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right) = \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

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

Nous avons récapitulées les valeurs de cette méthode dans le *tableau (IV.3)* suivant:

La formation des zones G.P (Pic I)					
φ (°C/min)	T_p (K)	T_p^2 (K ²)	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln \left(\frac{T_p^2}{\varphi} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	410	168100	33620	10,42	2,44
10	424	179776	17977,6	9,80	2,36
15	440	193600	12906,7	9,47	2,27
Formation de la phase β'' (Pic II)					
φ (°C/min)	T_p (K)	T_p^2 (K ²)	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln \left(\frac{T_p^2}{\varphi} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	524	274576	54915,2	10,91	1,91
10	530	280900	28090	10,24	1,89
15	541	292680	19512,1	9,88	1,85
Formation de la phase β' (Pic III)					
φ (°C/min)	T_p (K)	T_p^2 (K ²)	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln \left(\frac{T_p^2}{\varphi} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	565	319225	63845	11,06	1,77
10	573	328329	32832,9	10,40	1,75
15	584	341056	22737,07	10,03	1,71
Formation de la phase β (Pic IV)					
φ (°C/min)	T_p (K)	T_p^2 (K ²)	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln \left(\frac{T_p^2}{\varphi} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	669	447561	89512,2	11,40	1,49
10	682	465124	46512,4	10,75	1,47
15	695	483025	32201,67	10,38	1,44

Tableau IV. 3. Valeurs calculées pour la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS).

Les droites obtenues par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur la *figure (IV.6)*.

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

Phases	Zones G.P	β''	β'	β
$E_a(\text{kJ/mol})$	46,71	162,05	138,56	135,15

Tableau IV. 4. Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS).

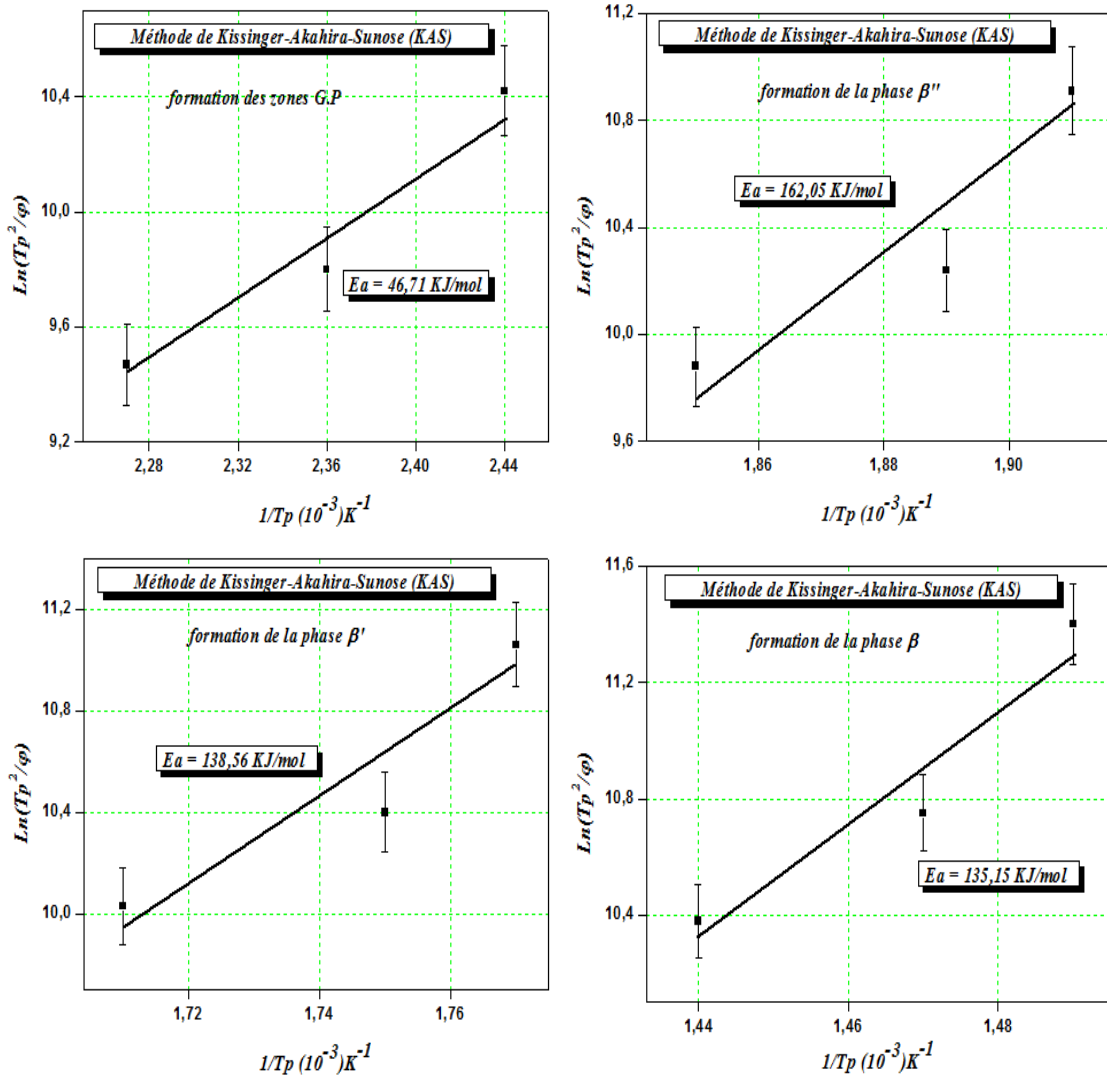


Figure IV. 6. Droites tracées par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'' , β' et β .

IV.3.1.3. Par la méthode de Boswell

Cette méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p}\right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

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

Les valeurs de cette méthode de calcul sont rassemblées dans le *tableau (IV.5)* suivant:

Formation des zones G.P (Pic I)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	410	0,0122	-4,41	2,44
10	424	0,024	-3,75	2,36
15	440	0,034	-3,38	2,27
Formation de la phase β'' (Pic II)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	524	0,0095	-4,65	1,91
10	530	0,0189	-3,97	1,89
15	541	0,0277	-3,59	1,85
Formation de la phase β' (Pic III)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	565	0,0089	-4,73	1,77
10	573	0,0175	-4,05	1,75
15	584	0,0257	-3,66	1,71
Formation de la phase β (Pic IV)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	669	0,0075	-4,90	1,49
10	682	0,0147	-4,22	1,47
15	695	0,0216	-3,84	1,44

Tableau IV. 5. Valeurs calculées pour de la méthode de Boswell.

La *figure (IV.7)* présente les droites obtenues par la méthode de Boswell qui permet de déterminer les valeurs d'énergie d'activation des différents processus de précipitation.

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le *tableau (IV.6)*.

Phases	Zones G.P	β''	β'	β
$E_a(kJ/mol)$	48,60	161,32	139,20	136,12

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

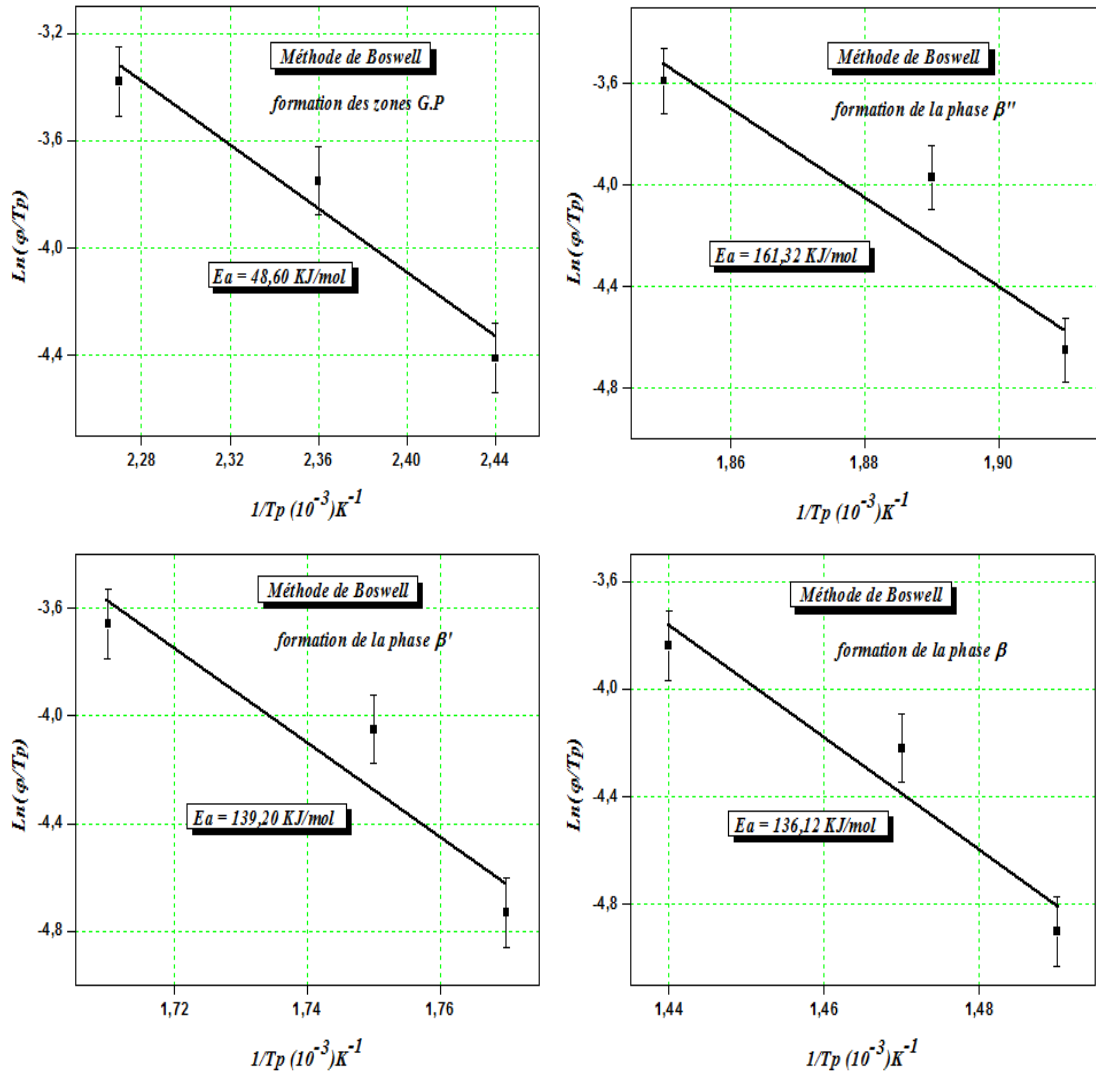


Figure IV. 7. Droites tracées par la méthode de Boswell des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'' , β' et β .

IV.3.1.4. Par la méthode de Starink

La méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right) = -1,0008 \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

La variation de $\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$ en fonction de $\frac{1}{T_p}$ est linéaire avec une pente de

$$\left(-1,0008 \frac{E_a}{R}\right).$$

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

Formation des zones G.P (Pic I)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	410	103883,12	-9,94	2,44
10	424	110800,69	-9,31	2,36
15	440	118967,72	-8,98	2,27
Formation de la phase β'' (Pic II)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	524	166385,73	-10,41	1,91
10	530	169447,39	-9,74	1,89
15	541	178162,24	-9,38	1,85
Formation de la phase β' (Pic III)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	565	192279,51	-10,56	1,77
10	573	197540,83	-9,89	1,75
15	584	204886,18	-9,52	1,71
Formation de la phase β (Pic IV)				
φ (°C/min)	T_p (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
5	669	265961,12	-10,88	1,49
10	682	275972,62	-10,23	1,47
15	695	286161,25	-9,86	1,44

Tableau IV. 7. Valeurs calculées pour de la méthode de Starink.

Les droites obtenues par la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur la *figure (IV.8)*.

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

phases	Zones G.P	β''	β'	B
$E_a(\text{kJ/mol})$	47,33	160,23	137,23	142,85

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

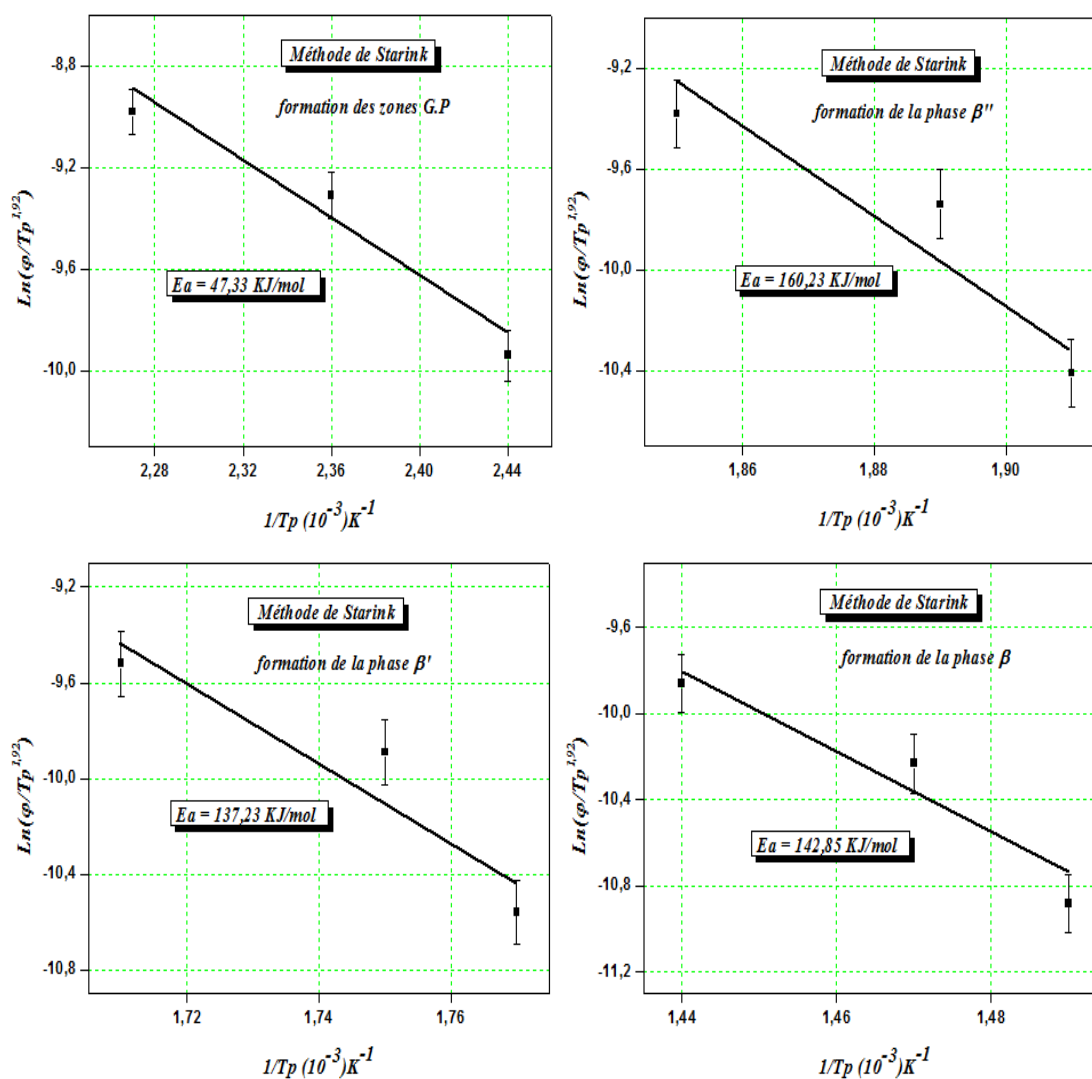


Figure IV. 8. Droites tracées par la méthode de Starink des quatre pics, exothermiques dus à la formation des Zones G.P, β'' , β' et β .

La comparaison des résultats de l'énergie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié obtenus par les quatre méthodes, est présentée dans le tableau (IV.9).

		<i>Energie d'activation E_a (kJ/mol)</i>			
		<i>OFW</i>	<i>KAS</i>	<i>Boswell</i>	<i>Starink</i>
Méthode de Calcul	Phase				
	<i>Zone G.P</i>	45,10	46,71	48,60	47,33
	β''	163,85	162,05	161,32	160,23
	β'	136,32	138,56	139,20	137,23
	β	139,41	135,15	136,12	142,85

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

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

La précipitation de la phase durcissante β'' nécessitait une forte énergie d'activation (d'environ 162 KJ/mol). La faible énergie d'activation est fournie par la précipitation des zones G.P (d'environ 47 KJ/mol).

IV.4. Evolution de la microdureté en fonction de la température

La *figure (IV.9)* représente la variation de la microdureté Vickers (HV) en fonction de la température de vieillissement de l'alliage étudié. Les échantillons d'alliage ont subi un traitement d'homogénéisation suivi par un traitement de vieillissement artificiel aux températures comprises entre la température ambiante et 500°C.

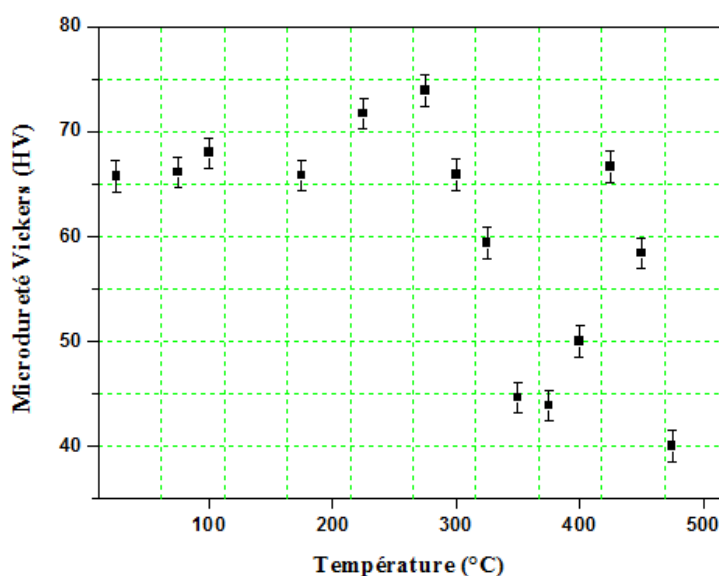


Figure IV. 9. Variation de la microdureté Vickers (HV) de l'alliage étudié en fonction de la température.

On observe que la valeur maximale de la microdureté Vickers de l'alliage étudié est obtenue à la température d'environ 260 °C. Cependant, la valeur minimale de la microdureté Vickers est obtenue à la température 475 °C.

Si l'on compare ces résultats avec les résultats de DSC, on constate que les pics de la microdureté Vickers sont compatibles avec les pics obtenus dans les courbes de DSC. Ainsi, on peut en déduire que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase β'' . Ces résultats sont en accord avec les résultats reportés par plusieurs chercheurs qui travaillent sur le même type d'alliages [61, 62].

IV.5. Etude par Diffraction des rayons X (DRX)

Les figures (IV.10) et (IV.11) représentent les spectres de diffraction des rayons X de l'alliage étudié à l'état brut (de réception) et à l'état de vieillissement une heure (1h) à la température 300°C, respectivement.

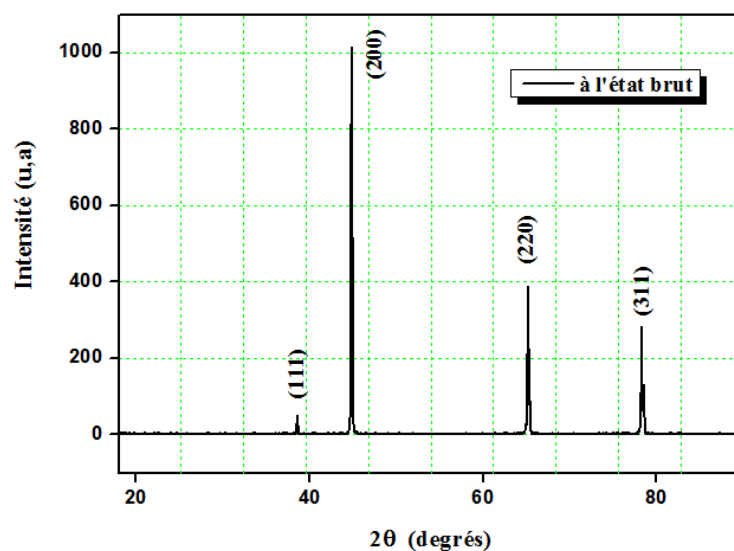


Figure IV. 10. Spectre de diffraction des rayons X (DRX) d'un échantillon d'alliage à l'état brut.

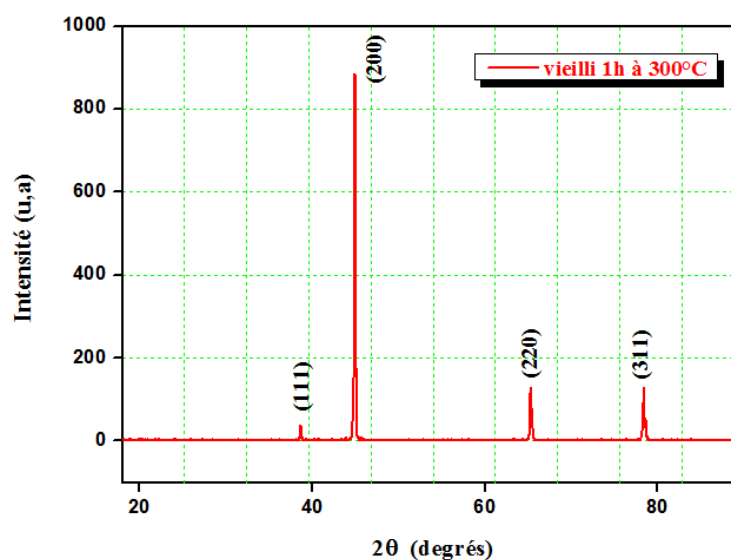


Figure IV. 11. Spectre de diffraction des rayons X (DRX) d'un échantillon d'alliage à l'état de vieillissement 1h à 300°C.

Les plans (hkl) présents correspondent à la structure C.F.C de la matrice d'aluminium pur. Mais, le plan le plus intense, dans le cas de notre alliage, est le plan (200) et n'est pas le pic (111) (selon les fiches ASTM). Ceci est dû au procédé de

préparation des tôles d'aluminium par laminage, donc, il existe une orientation privilégiée.

La superposition des spectres de diffraction des rayons X (DRX), des échantillons d'alliage à l'état brut et à l'état de vieillissement 1h à 300°C, sont représentés dans la figure (IV.12).

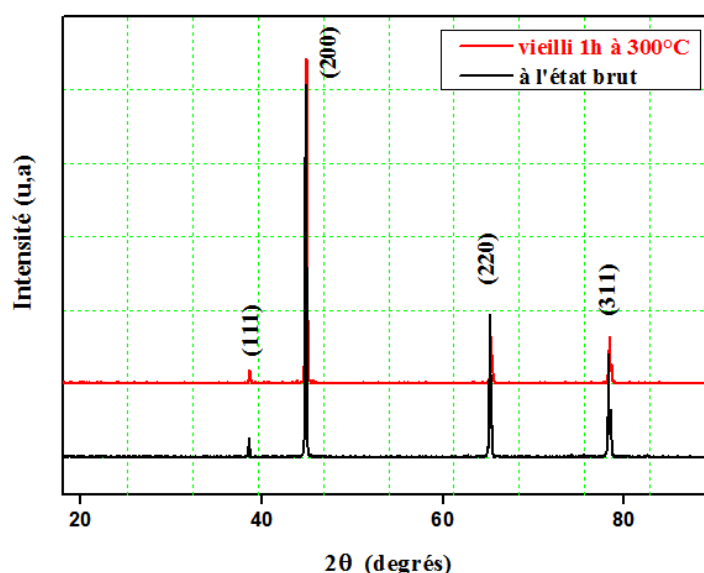


Figure IV. 12. Superposition des spectres de diffraction des rayons X (DRX) des échantillons d'alliage à l'état brut et à l'état de vieillissement 1h à 300°C.

Nous remarquons la diminution de l'intensité des plans, dans le cas de l'échantillon vieilli 1h à 300°C. Ceci est dû à la formation des phases à cette température.

Les figures (IV.13), (IV.14) et (IV.15), représentent, respectivement, le décalage des plans (200), (220) et (311), de l'échantillon vieilli 1h à 300°C vers les grands angles 2θ .

On observe, clairement, la diminution de l'intensité des plans, ainsi, le décalage de ces plans vers les grands angles 2θ . Ces observations montrent l'existence de la formation des précipités durant le traitement de vieillissement à la température 300°C pendant 1 heure.

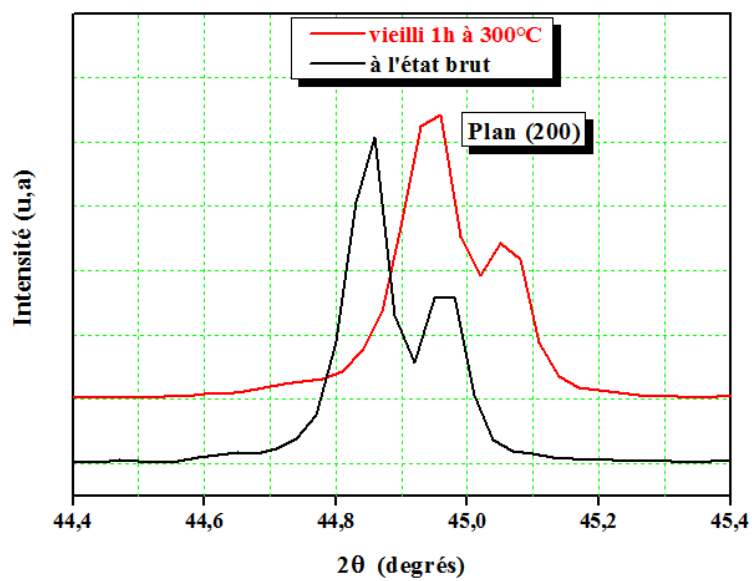


Figure IV. 13. Décalage du plan (200) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C .

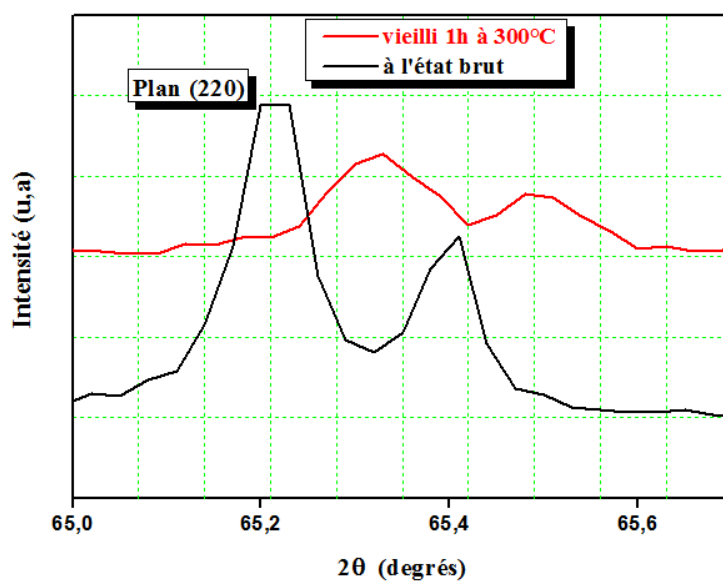


Figure IV. 14. Décalage du plan (220) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C .

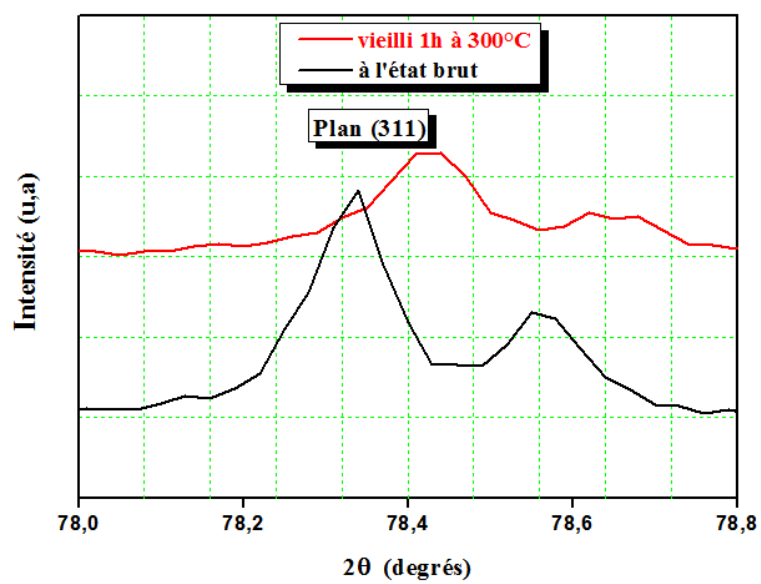


Figure IV. 15. Décalage du plan (311) vers les grands angles 2θ de l'échantillon vieilli 1h à 300°C.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail est l'étude et l'interprétation des phénomènes de précipitation dans un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium de la série (6xxx). Ce type d'alliage se classe parmi des alliages d'aluminium à durcissement structural.

L'étude microstructurale et calorimétrique sont contrôlées par des traitements thermiques appropriés, notamment, les traitements d'homogénéisation, de vieillissement naturel et artificiel.

Les méthodes d'investigation exploitées dans notre travail sont la microscopie optique (OM), la calorimétrie différentielle (DSC), le microduromètre Vickers (HV) et la diffraction des rayons X (DRX). Ces techniques expérimentales utilisées ont abouti ou principaux résultats obtenus qui peuvent se synthétiser de la manière suivante :

- ↪ Le traitement thermique d'homogénéisation a permis la dissolution des particules intermétalliques.
- ↪ La séquence de précipitation obtenue par le DSC est :
$$SSS \rightarrow \text{Zones G.P} \rightarrow \text{Phase } \beta'' \rightarrow \text{Phase } \beta' \rightarrow \text{Phase } \beta (\text{Mg}_2\text{Si}).$$
- ↪ La montée de la vitesse de chauffage retarde la formation des précipités.
- ↪ Les valeurs des énergies d'activation de différents processus de transformation obtenues par les quatre méthodes de calcul sont pratiquement similaires.
- ↪ La formation des zones G.P nécessite une faible énergie d'activation pour la précipitation. Mais, la phase β'' nécessite une forte énergie d'activation.
- ↪ Les résultats de la microdureté de l'alliage étudié confirment les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle.
- ↪ Les résultats de la microdureté montrent la formation de différents précipités plus ou moins durcissants.
- ↪ Le processus de durcissement de l'alliage Al-Mg-Si étudié est dû probablement à la formation de la phase durcissante métastable β'' .
- ↪ Les spectres de la diffraction des rayons X (DRX) montrent l'existence d'une direction de laminage (200) de l'alliage traité.

↪ On constate l'existence de la précipitation à l'état de vieillissement 1h à 300°C par deux paramètres révélateurs qui sont:

- a) Le décalage des plans $\{(200), (220), (311)\}$ vers les grands angles ($2^\circ\theta$).
- b) La diminution de l'intensité de ces plans $\{(200), (220), (311)\}$.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] 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 Larbi Tebessi, Tebessa, (2016).
- [2] 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).
- [3] I. Hamdi : Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000). Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider, Beskra, (2014).
- [4] A. Ourabi : Etude du comportement des fils de cuivre et des fils d'alliage d'aluminium déformés industriellement. Mémoire de Master, Université Mohamed Khider-Beskra, (2017).
- [5] http://bertin.svt.free.fr/Cours/cours_n4/partie_d1/cours04/bauxite/bauxite.htm.
- [6] A. Chahdane : Effet de vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques de deux tôles Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2012).
- [7] Z. Sersour : Influence d'éléments d'additions sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales des alliages Al-Si ; Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara-Boumerdas, (2010).
- [8] A. Debih : Contribution à l'étude de la fatigue des alliages légers. Thèse de Doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif-1, (2018).
- [9] K. Boulemzaoud : Analyse thermique des alliages d'aluminium Al-Mg-Si(Cu). Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2012).
- [10] D. Gagnon : Effets des paramètres métallurgiques sur la microstructure, la macrostructure et la performance des alliages 319, 356 et 413, Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2005).
- [11] H. Filali : Effet de vieillissement naturel et artificiel sur les propriétés mécaniques de deux tôles Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine 1, (2012).
- [12] H. Farh : Effet des éléments d'addition sur la microstructure des alliages Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Larbi Ben M'Hidi-O. E. Bouaghi, (2008).

- [13] S. Mecheri : Etude des réactions des transformations de phase dans les alliages d'aluminium sous forme des tôles. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2007).
- [14] H.B. Seeberger : Recristallisation de l'aluminium après écrouissage critique. Polycopie, Université Montpellier 2, (2009)
- [15] W. Kurz, J. P. Mercier et G. Zambelli : Introduction à la science des matériaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (1995) 254.
- [16] M. Boufenghour : Effet de l'addition du bismuth sur la précipitation discontinue de l'alliage Cu 15 % mass. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine (2001).
- [17] G.D. Preston, A. Guinier nature: Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys. 142 (1938) 570.
- [18] S. Bourahla : Influence du recuit sur la recristallisation de l'alliage Al-Li. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2007).
- [19] F. Dalel : Etude du durcissement structural de l'alliage Al-4,6 %Cu-1 %Mg-0,7 %Si (% mass). Mémoire de Magister, Université Mentouri - Constantine, (2012).
- [20] M. Chami : Changement de phase et précipitation dans l'alliage Al-4,5 % mass. Cu. Mémoire de Master, Université de M'sila, (2013).
- [21] S. Bouchoucha : Caractérisation microstructurale d'un alliage Al-Mg-Si extrudé. Mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar Annaba, (2008).
- [22] P. Déry : Etude de la croissance des grains à l'aide d'un appareil de mesure électrique. Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2001).
- [23] Y. Aouabdia : Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si. Thèse de Doctorat, Université Mentouri de Constantine, (2012).
- [24] J. Colbert : Caractérisation de la fraction solide dans les lopins semi-solides produits par le procédé seed. Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2007).
- [25] H. Blanchette : Développement d'un système de contrôle de qualité pour les lopins d'aluminium semi-solide obtenus avec le procédé seed. Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2006).
- [26] M. Fortier : Les effets de la rugosité de surface du moule sur la microstructure et la résistance à la déchirure à chaud pour un alliage Al - 4.5%p/p Cu. Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2000).

- [27] S. Yahi : Contribution à l'étude microstructurale des alliages d'Aluminium Al-Mg-Si. Mémoire de Master, Université Larbi Ben M'Hidi -Oum El Bouaghi, (2012).
- [28] E. Hornbogen: Nucleation of precipitation in defect solide solutions, in: Nucleation, Ed. A. C. Zettlemoyer, M. Becker, Inc New-York (1969) 309-378.
- [29] A. Azizi : Etude de l'évolution microstructurale des alliages ou se forment les zones de Guinier-Preston. Thèse de Doctorat, Université Mentouri-Constantine, (2007).
- [30] D. Laadjal : Alliage d'aluminium, évolution de la microstructure et propriétés mécanique. Mémoire de Master, Université Badji Mokhtar- Annaba, (2018).
- [31] H. Farh : Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés thermomécaniques d'une série d'alliages Al-Mg-Si. Thèse de Doctorat, Université Larbi Ben M'Hidi- Oum El Bouaghi, (2012).
- [32] H. Nemour : Etude des cinétiques de précipitation, de recristallisation et du durcissement structural dans un alliage Al-Mg-Si sévèrement déformé par laminage à froid. Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar- Annaba, (2017).
- [33] H. Nemour. M. I. Daoudi , A. Triki : The effect of heavy cold plastic deformation on the non-isothermal kinetics and the precipitation sequence of metastable phases in an A-Mg-Si alloy" J Therm Anal Calorim 123 (2016) 19-26.
- [34] M.I. Daoudi, A. Triki, A. Redjaimia, Y. Chihaoui: The determination of the activation energy varying with the precipitated fraction of β'' metastable phase in an Al-Si-Mg alloy using non-isothermal dilatometry. *Thermochimica Acta* 577 (2014) 5-10.
- [35] M.I. Daoudi, A. Triki, A. Redjaimia: DSC study of the kinetic parameters of the metastable phases formation during non-isothermal annealing of an Al-Si-Mg alloy, *J. Therm. Anal. Calorim*, 104 (2011) 627-633.
- [36] M.A. Van Huis, J.H. Chen, H.W. Zandbergen, M.H.F. Sluiter : Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al-Mg-Si alloys in the late stages of evolution, *Acta Mater.* 54 (2006) 2945-2955.
- [37] F. Dimier : Injection de systèmes réactifs : détermination de lois cinétiques et rhéologiques et modélisation, Thèse Doctorat, L'école Nationale Supérieure des Mines. Paris, (2003).
- [38] F.D. Geuser. Interprétation et traitement des données de sonde atomique tomographique: Application à la précipitation dans les Al-Mg-Si, Thèse de Doctorat, Université de Rouen (2005).

- [39] G. A. Edwards, K. Stillep, G. L. Dunlop, M. J. Couper, "The Precipitation Sequence in Al-Mg-Si Alloys," *Acta. Materialia*, 46(11) (1998) 3893-3940.
- [40] S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Frøseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen, Crystal structure of the orthorhombic $U_2\text{-Al}_4\text{Mg}_4\text{Si}_4$ precipitate in the Al-Mg-Si alloy system and its relation to the β' and β "phases . *Materialia. Sci. Eng.* 390 (2005) 127-138.
- [41] D. Vaumousse, A. Cerezo, P. J. Warren, S. A. Court, An Atom Probe Study of Fine Scale Structure in AlMgSi(Cu) Alloys .*Mater. Sci. Forum*, 396- 402 (2002) 693-998.
- [42] 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.* (2004), doi: 10.1107/S0108767304099179
- [43] D. E. Laughlin, W. F. Miao, L. M. Karabin, D. J. Chakrabarti, The effects of Cu and Mn content and processing on precipitation hardening behavior in Al-Mg-Si-Cu Alloy 6022. Automotive Alloys II, Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, TX, Feb. 1998, ed. Subodh K. Das, TMS, Warrendale, (1998) 63-80.
- [44] B. Dubost, P. Sainfort : Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, chapitre M240-M242. *Techniques de L'ingénieur*, (1991).
- [45] S. Esmaeili, X. Wang, D. J. Lloyd, W. J. Poole: On the precipitation-hardening behavior of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Métal. Mater. Trans.*, 34 (2003) 751–763.
- [46] W. F. Miao, D. E. Laughlin: Precipitation hardening in aluminum alloy 6022. *Scripta Mater.*, 40(7) (1999) 873-878.
- [47] D. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin: Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions. *Prog. in Mater. Sci.*, 49 (2004) 389-410.
- [48] A.K. Gupta, D.J. Lloyd et S.A. Court : Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si. *Mater. Sci. Eng. A*, 316, (2001) 11-17.
- [49] D.J. Chakrabarti, Y. Peng, D.E. Laughein: Precipitation in Al-Mg-Si Alloys with Cu Additions and the Role of the Q' and Related Phases. *Mater.Sci. Forum*, 396 (2002) 857-862.
- [50] J.P. Lynch, L.M. Brown, M.H. Jacobs: Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys. *Acta Metall.* 30 (1982) 1389.

- [51] C. Cayron : TEM study of interfacial reactions and precipitation mechanisms in Al₂O₃ short fiber or high volume fraction SiC particle reinforced Al-4Cu-1Mg-0.5Ag squeeze-cast composites; Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Lausanne, (2000).
- [52] T. Abid : Etude calorimétrique et dilatométrique d'un alliage Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2007).
- [53] M. Avrami: Kinetics of Phase Change II: Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. *J. Chem. Phys* ; 7 (1939) 1103-1112.
- [54] T. Ozawa: Kinetic analysis of derivative curves in thermal analysis. *J. Therm. Anal.*, 2 (1970) 301-324.
- [55] H. Flynn, L.A. Wall: A Quick, Direct Method for the Determination of Activation Energy from Thermogravimetric Data. *J. Polym. sci.*, 4 (1966) 323-328.
- [56] H. E. Kissinger: Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis; *Anal. Chem*, 29 (1957) 1702-1706.
- [57] T. Akahira, T. Sunose; Trans. Joint Convention of four electrical institutes; 246 (1969) research report, *Chiba Inst. Technology, sci. technol.* 16 (1971) 22-31.
- [58] P.G. Boswell: On the Calculation of Activation Energies Using a Modified Kissinger Method; *J. Thermal Anal.*, 18 (1980) 353-358.
- [59] H. Hemmache : Préparation et précipitation dans les alliages Al-x % mass. Zn (x=10, 25). Mémoire de Master, Université de M'sila, (2013).
- [60] M. J. Starink, A. M. Zahra: An analysis method for nucleation and growth controlled reactions at constant heating rate, *Thermochim. Acta*, 292 (1997) 159-168.
- [61] F. Serradj, R. Guemini, H. Fareh, K. Djemmal: Study of mechanical and electrical properties of AlMgSi alloys, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 35 (1) (2010), 59-69.
- [62] 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 (2018) 1643-1648.

Résumés

Etude des phénomènes de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si à excès de Si

RESUME

L'intérêt industriel des alliages d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium de la série (6xxx) ; est sollicité par les industries automobile, navale et aérospatiale en raison de leur caractère de durcissement structural.

Cette étude a pour objectif la découverte des phénomènes de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si à excès de silicium. Notre travail est basé principalement sur l'étude calorimétrique, en utilisant la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

L'exploitation d'autres techniques expérimentales telles que la microscopie optique, la microdureté Vickers (HV), la diffraction des rayons X (DRX) permet de confirmer les résultats obtenus par le DSC.

L'étude de la cinétique de précipitation des phases, l'énergie d'activation de la formation de ces phases, le durcissement structural de l'alliage traité, nous permet de suivre la séquence de précipitation. La séquence de précipitation obtenue par le DSC dans cet alliage est la suivante:

Solution solide sursaturée SSS \rightarrow Zones G.P \rightarrow Phase β'' \rightarrow Phase β' \rightarrow Phase β .

La phase stable β est moins durcissante par rapport aux autres phases, la phase métastable β'' est la plus durcissante dans l'alliage Al-Mg-Si à excès de Si étudié.

Les quatre méthodes de calcul utilisées pour déterminer l'énergie d'activation ont donné des valeurs pratiquement similaires pour toutes les réactions exothermiques détectées par le DSC.

La formation (précipitation) de la phase durcissante β'' nécessitait une forte énergie d'activation (d'environ 162 KJ/mol). La faible énergie d'activation est fournie par la précipitation des zones G.P (d'environ 47 KJ/mol).

Les spectres de la diffraction des rayons X ont révélé que l'alliage étudié est texturé à la réception, et la direction privilégiée de laminage est (200). Le décalage des plans (hkl) vers les grands angles ($2^\circ\theta$) à l'état de vieillissement 1h à 300°C a montré l'apparition de phases précipitées à cette température.

Mots clés : Alliage Al-Mg-Si, excès de Si, transformation de phases, DSC, cinétique de précipitation, énergie d'activation, traitement thermique, vieillissement, HV, DRX.

Study of the precipitation phenomena in an Al-Mg-excess Si alloy

ABSTRACT

The industrial interest of aluminum alloys Al-Mg-Si with excess silicon of the 6xxx series; is sought by the automotive, naval and aerospace industries because of its structural hardening characteristics.

This study aims to investigate precipitation phenomena in an Al-Mg-Si alloy with excess silicon. Our work is based mainly on calorimetric analysis, using differential scanning calorimetry (DSC).

The exploitation of other experimental techniques such as optical microscopy (OM), Vickers microhardness (HV), X-ray diffraction (XRD) confirmed the results obtained by the DSC.

Study of the phases' precipitation kinetics, the activation energy of the formation of these phases, the structural hardening of the treated alloy, allows us to follow the precipitation sequence. The precipitation sequence obtained by the DSC in this alloy is as follows:

Supersaturated solid solution SSS \rightarrow G.P Zones \rightarrow β'' Phase \rightarrow β'' Phase \rightarrow β'' Phase.

The four calculation methods used to determine the activation energy gave substantially similar values for all the exothermic reactions detected by the DSC.

The formation (precipitation) of the hardening phase β'' required a high activation energy (about 162 KJ/mol). The small activation energy is provided by the precipitation of G.P zones (about 47 KJ/mol).

The X-ray diffraction spectra revealed that the studied alloy is textured on reception, and the preferred direction of rolling is (200). Shifting the planes (hkl) to the large angles (2θ) in the aging state 1h at 300 ° C showed the appearance of precipitated phases at this temperature.

Key words: Al-Mg-Si alloy, excess of Si, phase transformation, DSC, precipitation kinetics, activation energy, heat treatment, aging, HV, XRD.

دراسة ظاهرة الترسيبات في سبيكة ألومنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم Al-Mg-Si مع فائض في السيليسيوم Si.

ملخص

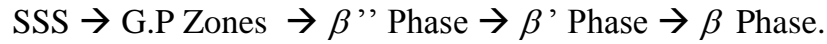
تم هذا العمل على سبيكة ألومنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم Al-Mg-Si تحتوي على فائض في عنصر السيليسيوم، هذه السبيكة تنتمي إلى سلاسل سبائك الألومنيوم المعروفة بالسلسلة (6xxx)، و هي سبائك ذات صلابة هيكلية، أهميتها كبيرة بسبب تنوع استعمالاتها في مختلف المجالات الصناعية، خاصة في مجال صناعة السيارات و السفن و الصناعات الفضائية (الطائرات).

تهدف هذه الدراسة إلى دراسة ظاهرة الترسيبات الطورية في سبيكة ألومنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم مع فائض في عنصر السيليسيوم. يستند عملنا كثيرا على الدراسة الحرارية، باستخدام الماسح الحراري التفاضلي (DSC).

إن استخدام تقنيات تجريبية أخرى مثل الفحص المجهرى البصري و قياس الصلادة (HV) و حيود الأشعة السينية (XRD) أكد على مصداقية النتائج المتحصل عليها بواسطة الماسح الحراري التفاضلي DSC.

قمنا في هذا العمل بدراسة حركية الترسيبات الطورية، الطاقة النشيطة لتشكيل هذه الأطوار، و الصلادة البنيوية للسبيكة المدروسة.

تسلسل تشكل الترسيبات الطورية في سبيكة ألومنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم Al-Mg-Si المدروسة كان على النحو التالي:



الطرق الأربعة المستخدمة في حساب و في تحديد الطاقة النشيطة اللازمة لتشكيل مختلف الأطوار التي أظهرها الماسح الحراري التفاضلي أعطت قيمًا متشابهة إلى حد كبير.

تطلب تكوين (ترسيب) الطور ذو الصلادة الكبيرة β'' طاقة نشيطة عالية (حوالي 162 kJ/mol). بينما تطلب توفير طاقة نشيطة صغيرة (في حدود 47 kJ/mol) لتشكيل طور قيني و بريستون (G.P zones).

كشفت أطيف حيود الأشعة السينية عن أن السبائك المدروسة هي عبارة عن صفائح ذات اتجاه معين، وأن الاتجاه المستعمل لتصفيح هذه السبائك هو (200). إن انسحاب المستويات (hkl) نحو الزوايا الكبيرة (2θ) في حالة المعالجة الحرارية بواسطة التقادم الاصطناعي لمدة 1 ساعة عند 300 درجة مئوية دل على تشكل الأطوار المترسبة عند هذه الدرجة المئوية.

الكلمات المفتاحية: سبيكة ألومنيوم - مغنيزيوم- سيليسيوم، فائض في السيليسيوم، التحولات الطورية، الماسح الحراري التفاضلي، حركية الترسيبات، الطاقة النشيطة، المعالجة الحرارية، التقادم، الصلادة، حيود الأشعة السينية.