République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université 8 Mai 1945 Guelma

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

> Mémoire de fin d'études Master



Spécialité : Physique de la Matière Condensée

Présenté par : BADER Amira

Etude de l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un alliage à base d'aluminium Al–Mg–Si

Sous la Direction de :

Dr : Fares SERRADJ

Septembre 2020

Remerciement

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

Mes remerciements vont d'abord à mon Encadreur, Monsieur SERRADJ Fares qu'il trouve ici ma sincère reconnaissance pour sa patience, ses compétences, ses remarques et suggestions pertinentes.

Je remercie infiniment Monsieur 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.

Je suis également très reconnaissant à Monsieur BELFARHI Ibrahim Professeur à l'université 8 Mai 1945 de Guelma. Qu'il trouve ici l'expression de ma très cordiale gratitude pour ses conseils, soutien et encouragements dispensés.

Je souhaite remercier très sincèrement les membres du jury

Je tiens également à remercier le chef de départementet le staff administratif, ainsi que tous les enseignants.

Je suis également très reconnaissant à ma famille pour son soutien moral et financier et pour son sacrifice durant toutes ces années.

Enfin je remercie tous ceux qui ont contribué de prés ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Remerciement et Dédicace	
Liste des figures	d
Liste des tableaux	f
Introduction générale	1
Chapitre I Alliages à base d'aluminium Al-Mg-Si	
I. Alliages à base d'aluminium Al-Mg-Si	3
I.1. Aluminium	3
I.2. Historique de l'aluminium	4
I.3. Production de l'aluminium	6
I.3.1. Procédé de fabrication de l'aluminium	
I.4. Propriétés physiques de l'aluminium pur	8
I.5. Désignation des alliages d'aluminium	8
I.5.1. Désignation AFNOR	8
I.5.2. Désignation numérique	9
I.6. Aluminium et ses alliages	9
I.6.1. Classification des alliages d'aluminium	11
I.6.1.1. Alliages à durcissement structural	11
I.6.1.2. Alliages sans durcissement structural	11
I.6.2. Effets des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium	12
I.6.3 Applications de l'aluminium et ses alliages	13
I.6.4 Alliages Al-Mg-Si	17
I .6.4.1 Alliages du type A-GS	18
I.6.4.2 Alliages du type A-SG	18
I.6.4.3 Applications des alliages Al-Mg-Si	19

Chapitre II	
Effet des traitements thermiques sur les propriétés	
mécaniques des alliages Al-Mg-Si	
II.1. Traitements thermiques sur l'aluminium et ses alliages	24
II.1.1. Le durcissement	24
II.1.2. L'adoucissement	24
II.2. Traitements thermiques des alliages Al-Mg-Si	24
II.2.1. Traitement thermique de revenu (T5)	25
II.2.2. Traitement thermique (T6)	25
II.2.2.1 Mise en solution	25
II.2.2.2 Trempe	26
II.2.2.3 Vieillissement naturel	26
II.2.2.4 Pré-vieillissement artificiel	26
II.2.2.5 Vieillissement artificiel	27
II.3 Précipitation dans les alliages d'aluminium	27
II.3.1 Définition de la précipitation	27
II.3.2 Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	28
Les zones G.P ou Amas de Solutés	29
La phase β''	30
La phase β'	31
La phase β	32

Chapitre III	
Matériau étudié et Techniques Expérimentales	
III. Matériau étudié et Techniques Expérimentales	41
III.1 Introduction	41
III.2 Alliage étudié	41
III.2.1.Choix des alliages	41
III.2.2.Traitements thermiques appliqués	42
III.2.3.Préparation des échantillons pour l'étude micrographique	42
III.3. Methodes et techniques expérimentales	43
III.3.1.Microscopie optique (MO)	43
III.3.2.Calorimétrie differentielle à balayage (DSC)	44
III.3.3.Microdureté Vickers	46
Chapitre IV	
Résultats et Discussions	
IV.1. Introduction	47
IV.2. Observations métallographiques	47
IV.2.1. Etat de réception	47
IV.2.2. Etat d'homogénéisation	48
IV.2.3. Etat de vieillissement naturel	48
IV.2.4. Etat de vieillissement artificiel	49
IV.3. Etude de l'effet des traitements thermiques sur la cinétique de précipitation.	50
IV.4 Etude de l'effet des traitements de vieillissement sur le durcissement.	53
IV.4.1 Effet des traitements de vieillissement artificiel sur le durcissement.	53
IV.4.2 Effet des traitements des doubles vieillissements sur le durcissement.	58
Conclusion générale	61
Perspectives	62
Résumé	63
ملخص	64
Abstract	65

Liste des figures

Figure I.1	L'aluminium non allié et sa structure CFC.	3
Figure I.2	Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments.	4
Figure I.3	Les inventeurs de la procédure d'électrolyse de l'aluminium.	5
Figure I.4	Les minerais d'aluminium.	5
Figure I.5	La Bauxite : le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine.	6
Figure I.6	Procédé de fabrication de l'aluminium.	7
Figure I.7	La variation de la résistance à chaud en de différentes nuances des	10
	alliages d'Aluminium en fonction de la température.	
Figure I.8	Les applications de l'aluminium et ses alliages.	14
Figure II.1	Cartographies élémentaires d'atomes de Mg et de Si obtenues par	30
	3DAP, de l'alliage : (a) Al-0,65Mg-0,70Si (alliage à excès de Si) et	
	(b) Al-0,70Mg-0,33Si (alliage sans excès de Si	
Figure II 2	Schéma représentant le rapport atomique des zones GP ou des amas	30
I Iguie II.2	observé dans les alliages Al-Ma-Si sans et avec excès de Si	50
Eigung II 2	La phage Q'' précipite dans un alligne 41 Mg Si	21
Figure II.5	La phase p precipile aans un alliage Al-Mig-Si	51
Figure II.4	La phase β' précipite dans un alliage Al-Mg-Si	32
Figure II.5	La phase β précipite dans un alliage Al-Mg-Si	32
Figure II.6	Les phases Q et Q' trouvées par Epicier et Cayron	34
Figure III.1	Echantillons d'alliage étudié.	41
Figure III.2	Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B.	43
Figure III.3	Microscope optique de type ZEISS.	43
Figure III.4	Machine de DSC de type METTLER TOLEDO DSC.	44
Figure III.5	Instrumentation utilisées à fin de préparer des échantillons à DSC.	45
Figure III.6	Microduromètre de type ZWICK	46
Figure IV-1	Micrographie optique de l'alliage étudié à l'état de réception.	47
Figure IV-2	Micrographie optique de l'alliage étudié à l'état d'homogénéisation	48
	pendant 1 h à 530°C.	
Figure IV-3	Micrographie optique de l'alliage homogénéisé pendant 1 h à 530°C	49
	puis vieilli naturellement pendant 30 jours.	

Figure IV-4	Micrographie optique de l'alliage homogénéisé 1 h à 530°C puis	49
	vieilli pendant 1 h à 185°C.	
Figure IV.5	Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C	50
	puis trempé à l'eau.	
Figure IV.6	Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C,	51
	trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 185°C pendant 1h.	
Figure IV.7	Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C,	52
	trempé à l'eau puis vieilli naturellement pendant 30 jours.	
Figure IV.8	Superposition des courbes de DSC des échantillons de l'alliage étudié	53
	ayant subi différents traitements thermiques.	
Figure IV.9	Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié	54
	homogénéisé 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à	
	100°C.	
Figure IV.10	Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié	55
	homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli	
	artificiellement à 200°C.	
Figure IV.11	Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié	56
	homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli	
	artificiellement à 250°C.	
Figure IV.12	Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié	57
	homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli	
	artificiellement à 300°C.	
Figure IV.13	Superposition des courbes de la microdureté en fonction du temps de	57
	l'alliage étudié ayant subi différents traitements thermiques.	
Figure IV.14	Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié	58
	homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli	
	naturellement pendant 30 jours suivi d'un vieillissement	
	artificiellement à 185 °C.	

Liste des Tableaux

Tableau I.1	Principales propriétés physiques de l'aluminium pur.	8
Tableau I.2	Principales séries d'alliages d'aluminium.	9
Tableau II.1	Les principales caractéristiques des phases précipitent dans les alliages Al-Mg-Si.	29
Tableau II.2	Les phases de types A, B et C observées par Matsuda et al.	34
Tableau III.1	Compositions chimiques de l'alliage étudié en % massique.	41

Introduction générale

La vitesse du progrès technologique de l'industrie et la recherche incessante de la perfection nécessitent des recherches poussées et profondes pour essayer de répondre à des problèmes rencontrés dans l'usine.

L'industrie aéronavale, automobile, aérospatiale cherche toujours des matériaux possédant une légèreté avec des bonnes performances parmi ces matériaux convoités, on trouve l'aluminium vu ses propriétés remarquables.

L'aluminium est l'un des matériaux non ferreux les plus fameux dans l'industrie. Il est peu utilisé à l'état pur à cause de ses faibles caractéristiques mécaniques.

L'ajout d'éléments d'addition d'alliages tels que le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc et le cobalt avec des traitements thermiques, provoque la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice α -aluminium.

Il existe 8 séries connues d'alliage d'aluminium, la série 6xxx (famille Al-Mg-Si) parmi les alliages les plus utilisées dans tous les domaines de la vie quotidienne et industrielle (constructions aéronautique, automobile, ferroviaire, toitures, façades, la construction électrique, appareillages, l'emballage la décoration ...etc.), grâce à ses bonnes propriétés mécaniques, électriques et une assez bonne résistance à la corrosion.

Le nombre élevé de ses propriétés est du aux modifications structurales obtenues suite aux traitements thermiques qui permettent de transformer les phases des matériaux à l'état solide par la décomposition de la solution sursaturée constituant l'alliage. Ce phénomène est appelé « durcissement structural ».

A partir de la solution solide sursaturée qui provoque la précipitation lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide.

Notre but dans ce travail est d'étudier l'effet des traitements thermiques d'homogénéisation de vieillissement artificiel et naturel sur les les propriétés mécanique dans un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium. L'étude expérimentale est basée essentiellement sur la microscopie optique, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et le microduromètre.

1

Le mémoire est organisé comme suit :

- Le premier chapitre comporte une recherche bibliographique sur l'aluminium et ses alliages.
- Le deuxième chapitre relate une étude bibliographie sur les différents traitements thermiques et leurs effets sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si, ainsi qu'un traitement des différents précipités intermédiaires métastables.
- Dans le troisième chapitre, nous décrirons l'alliage étudié, ainsi que les différentes techniques expérimentales utilisées (la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microdureté Vickers (HV)).
- Le quatrième chapitre traite les résultats obtenus et discussions. Enfin, nous terminons par une conclusion générale présentant les principaux résultats obtenus, ainsi qu'une perspective.
- Enfin une annexe pour éclairer le lecteur sur les définitions des concepts et méthodes d'analyse.

Chapitre I

Alliages à base d'aluminium Al-Mg-Si

I. Alliages à base d'aluminium Al-Mg-Si

I.1 Aluminium

L'aluminium est le troisième élément le plus présent sur terre [1], après l'oxygène et le silicium, c'est un métal blanc argenté très malléable [1,2]. L'aluminium est un élément chimique symbolisé par Al et possédant un numéro atomique 13.Il appartient au groupe 13 du tableau périodique ainsi qu'à la famille des métaux pauvres.

En industrie, L'aluminium est le second métal le plus utilisé après le fer et les aciers [3], sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. [4-6] avec un vaste volume de production [7].



Figure 1.1 : L'aluminium non allié [8] et sa structure CFC.



TABLEAU PÉRIODIQUE DES ÉLÉMENTS

Figure 1.2 : Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments [9].

I.2 Historique de l'aluminium :

L'Aluminium présente, en 1854, sous la forme d'un lingot obtenu par voie chimique [1], ce dernier a été initié par Hans Christian Oersted [10] et par le chimiste français Sainte-Claire Deville, lors d'une présentation à l'Académie des Sciences [4], mais en 1886, la métallurgie de l'aluminium s'est développée de manière incroyable à cause de ses utilisations dans les industries, par la procédure d'électrolyse de celui-ci inventé par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux Etats-Unis [4,7,11,12].

En 1888, l'Autrichien Karl Josef Bayer crée un procédé d'extraction de l'alumine à partir du minerai de bauxite par dissolution dans de l'hydroxyde de sodium. La poudre d'oxyde d'aluminium ainsi recueillie alimente les unités d'électrolyse, pour réduire l'alumine en aluminium primaire [7].





Charles Martin Hall

Paul Héroult



A cause des impuretés ou des éléments d'additions, la forme pure de l'aluminium est rarement trouver ; malgré sa large existence dans la nature.

L'aluminium existe dans plusieurs minerais, telles que : silicates, kaolin, micas, fluorures cryolithe, feldspaths, et surtout d'hydroxydes [14].



Figure 1.4 : Les minerais d'aluminium

I.3 Production de l'aluminium :

La production industrielle de l'aluminium est un processus délicat à cause de la difficulté du séparation de celui-ci à partir du minerai [2].

Les bauxites, seul source de l'aluminium [1], sont des roches riches en aluminium [5] ou la bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine [15]; matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium [5]; la bauxite est formée par l'altération vite des roches granitiques en climat chaud et humide [1, 4].



Figure 1.5 : La Bauxite : le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine [16].

L'aluminium a une faible masse volumique $(2,7 \text{ g.cm}^{-3})$ [17], il résiste bien, naturellement, à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine Al₂O₃. Cette couche le protège contre les ravages de l'air, de la température de l'humidité et des attaques chimiques [3].

L'alumine est un composé très dur, mais à la température ambiante, l'alumine devient insoluble dans tous ses composés chimiques courants avec une mauvaise conduction électrique [1,2].

Les caractéristiques physiques de l'aluminium dépendent des différents traitements thermiques (homogénéisation, trempe, vieillissement, etc.), des traitements mécaniques (forgeage, laminage, etc.), ainsi que des éléments d'addition [18].

I.3.1 Procédé de fabrication de l'aluminium :

Le procédé utilisé pour obtenir l'alumine à partir de la bauxite dit procédé Bayer [12], passant par 5 étapes [1] :

Broyage	la bauxite est broyée en fines particules pour facilité l'extraction.
Attaque	la bauxite est mélangée avec de la soude et de la chaux dans des réacteurs à haute température et haute pression.
Décantation	on sépare la phase liquide, riche en aluminium, de la phase solide dans des clarificateurs. Les résidus sont lavés plusieurs fois et forment les "boues rouges". Leur couleur est due à leur forte concentration en oxyde de fer.
Précipitation	la liqueur est refroidie et diluée pour faire précipité l'aluminium sous forme d'hydrate d'alumine (Al ₂ O ₃ , 3H ₂ O).
Calcination	l'alumine chauffée à plus de 1000°C pour la déshydratée.

L'aluminium est fabriqué par procédé d'électrolyse de l'alumine dissoute dans la cryolithe fondue à environ 1000 °C, dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone-cathode. L'aluminium produit par électrolyse se dépose au fond de la cuve, et l'oxygène de l'alumine réagit avec le carbone de l'anode pour former de l'oxyde de carbone et du gaz carbonique [19].



Figure 1.6 : Procédé de fabrication de l'aluminium [1].

I.4 Propriétés physiques de l'aluminium pur :

Les principales propriétés physiques de l'aluminium pur sont rassemblées dans le tableau 1.1 ci-après [17].

Propriétés	Valeur
Structure cristalline	cubique à face centrée
Paramètre de maille	0.405 nm à 25°C.
Masse volumique	à 25°C: 2.698 g/ <i>cm</i> ³
Point de fusion	660°C.
Température d'ébullition	2270°C.
Coefficient de dilatation moyen	entre 20 et 300°C: 2,55.10 ⁻⁵ /°C.
Conductivité thermique à 20 °C	λ = 217.6 W/m.K
Résistivité électrique à 20°C	$\rho = 2.63 \ \mu\Omega cm.$
Module d'élasticité	68000 MPa
Limite d'élasticité (0,2%):	30 à 40 MPa

 Tableau 1.1 : Principales propriétés physiques de l'aluminium pur.

I.5 Désignation des alliages d'aluminium :

I.5.1 Désignation AFNOR

La désignation AFNOR est constituée de deux parties :

1/ La première comporte la lettre A suivie éventuellement du chiffre représentant le titre par exemple A5.

2/ La deuxième est formée d'un groupe de lettre symbolisant les éléments d'addition, rangés par ordre de teneur.

Un chiffre placé dans le groupe des lettres précises la teneur de l'élément symbolisé par des lettres dont les principales lettres utilisées sont : Cuivre (U), Manganèse (M), Magnésium (G), Zinc (Z), Nickel (N), Silicium (S) et Titane (T) [18].

I.5.2 Désignation numérique :

La désignation numérique s'applique à l'aluminium et aux alliages uniquement corroyés. Le principe de cette désignation repose sur l'emploi de quatre chiffres.

Le premier chiffre de 1 à 8 indique la série d'alliages. Il détermine l'élément principal de l'alliage (la famille) sauf le cas de la série 1xxx [2].

Le deuxième chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent, il s'agit d'une fourchette plus petite dans un ou plusieurs éléments de l'alliage [1].

Les deux derniers chiffres sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage. La seule exception est la série 1000, dont ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium [17, 18].

Série	Désignation	Elément d'alliage principal
1000	1xxx	Al (pur)
2000	2xxx	Aluminium-Cuivre
3000	3xxx	Aluminium-Manganèse
4000	4xxx	Aluminium-Silicium
5000	5xxx	Aluminium-Magnésium
6000	бххх	Aluminium-Magnésium-Silicium
7000	7xxx	Aluminium-Zinc-Magnésium-Cuivre
8000	8xxx	Aluminium-Lithium et autres

 Tableau 1.2 : Principales séries d'alliages d'aluminium [18].

I.6 Aluminium et ses alliages :

Les alliages se définissent comme un changement de la composition chimique de l'aluminium pur [7] qui a des propriétés mécaniques très réduites, pour les améliorer nous avons recours à un ajout des éléments d'addition comme : Cuivre (Cu), Manganèse (Mn), Magnésium (Mg), Zinc (Zn), Nickel (Ni), Silicium (Si), Titane (Ti) et Cobalt (Co).... Ces derniers entrent en solution solide en composant des précipités qui entraînent des compositions d'alliages [20], possédant une bonne résistance mécanique avec faible masse volumique, Les alliages d'aluminium moulés et forgés sont très utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique [20-22].

La disponibilité, le coût et la facilité de déformation ainsi que les propriétés physiques des matériaux contrôlent le choix de ses derniers [5].

Les principales caractéristiques des alliages d'aluminium sont les suivantes [18]:

La faible résistance à chaud des alliages d'aluminium à température plus que 150°C.

Résistance aux basses températures : à cause de la structure CFC des alliages d'aluminium, ils ne sont pas fragiles d'où leur application en cryogénie.

Résistance à la fatigue : le coefficient d'endurance Rm est de l'ordre 0,5 pour les alliages non trempant, et de l'ordre (0,25 à 0,30) pour les alliages trempants.

Résistance à la corrosion : les alliages d'aluminium sont protégés auprès de la corrosion grâce à la formation d'une couche d'alumine Al₂O₃.

Mise en forme : Les alliages d'aluminium sont laminer et emboutis facilement. Les alliages les plus appropriés au filage à chaud sont les alliages Al -Mg.



Figure 1.7 : La variation de la résistance à chaud en de différentes nuances des alliages d'Aluminium en fonction de la température [23].

I.6.1 Classification des alliages d'aluminium :

Il existe deux grandes catégories d'alliages d'aluminium, qui sont :

Les alliages à durcissement structural (alliages trempants) et les alliages sans durcissement structural (alliages non trempants) [17].

I.6.1.1 Alliages à durcissement structural :

Joue un rôle majeur dans la métallurgie des alliages d'aluminium, car c'est le meilleur processus qui permet d'obtenir des niveaux élevés de résistance mécanique.

Ce processus contient :

Mise en	traitement dans lequel un alliage est chauffé à une température convenable
solution	et maintenu à cette température pendant un temps suffisant pour permettre
	aux constituants solubles d'entrer en solution solide où ils seront retenus
	en état sursaturé après la trempe [24].
Trempe	La trempe, c'est un refroidissement rapide qui stoppe toute diffusion pour amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable [17].
Vieillissement	Le vieillissement est un traitement thermique à une température inférieure
	à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers
	les conditions d'équilibre [5].

Les séries d'alliages : 2xxx, 4xxx, 6xxx, 7xxx, sont les fameuse familles d'alliages à durcissement structural [5].

I.6.1.2 Alliages sans durcissement structural :

Différent mécanismes de durcissement contribue dans ces alliages pour moduler les propriétés mécaniques tels que [11] :

Durcissement	Avec augmentation de la résistance mécanique de l'aluminium et de tous
par écrouissage	ses alliages par déformation à froid ou écrouissage. L'écrouissage a des
	effets sur plusieurs propriétés de l'alliage :
	Il conduit à l'augmentation de la charge de rupture, la limite élastique et la dureté.

	Il diminue l'allongement à la rupture, la capacité de déformation à froid,
	la conductivité électrique et la résistance à la corrosion [25].
Durcissement	Par leur nature et leur teneur, les éléments d'addition donnent des
par addition en	alliages différents ayant un éventail de propriétés permettant de satisfaire
solution:	plusieurs applications. Chaque série d'alliages satisfait un domaine
	d'application ou des séries permettent un recouvrement de propriétés.
	Différentes études ont été réalisées sur le durcissement structural des
	alliages d'aluminium par ajout d'éléments d'alliage et/ou traitement
	thermique spécial. Nous pouvons citer :
	La précipitation de phases secondaires dans les systèmes Al-Mg-Si, Al- Cu, Al-Zn, Al-Li, tels que l'augmentation de la dureté par les différents précipités à différents stades d'évolution microstructurale. Les solutions solides dans les systèmes, tels que les différentes interactions solutés dislocations [25].
Durcissement	lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de
par l'effet de	solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en
phase dispersée	aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est
	d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la
	matrice et que leur taille est petite [5].

Les séries d'alliages : 3xxx, 5xxx sont les fameuse familles d'alliages sans durcissement structural.

I.6.2 Effets des éléments d'addition dans les alliages d'aluminium :

Les éléments d'addition peuvent être ajoutés pour augmenter et améliorer les propriétés des alliages d'aluminium notamment les propriétés mécaniques. Une liste non exhaustive des éléments d'alliage les plus couramment rencontrés est ici proposée [2,15] :



I.6.3 Applications de l'aluminium et ses alliages :

En tenant compte des caractéristiques mécaniques et électriques de l'aluminium et ses alliages on peut citer la principale utilisation de l'aluminium et ses alliages [4,18] :

Transports (25 %)		Construction automobile, aéronautique, ferroviaire [18], et navale (superstructures équipements) [1]		
Bâtiment (21 %)		Toitures, façade, aménagements intérieurs.		
Emballage (21 %)	Î	les boîtes de boisson, les feuilles minces pour l'emballage alimentaire.		
Équipements électriques (9%)		Câble et appareillage pour la fabrication des appareils ménagers, emballage et décoration. [1]		
Équipements mécaniques (7 %)		Les rivets, boulons, renforts de portières ou de capots de voitures.		
Autres applications (17 %)		Il s'agit d'un grand nombre d'applications diverses qui constituent individuellement de faibles tonnages (meubles de bureau, panneaux de chaînes Wifi, panneaux de signalisation routière) [18]		
21% 9%				



Figure 1.8 : Les applications de l'aluminium et ses alliages







Équipements électriques				
Contract of the second se				
Câble en aluminium	Appareils ménagers en	Emballage et décoration		
	aluminium	en aluminium		



Autres applications				
des meubles de bureau en aluminium	panneaux de chaînes Wifi en aluminium	panneaux de signalisation routière		

I.6.4 Alliages Al-Mg-Si :

Alliages Al-Mg-Si sont des alliages d'aluminium de la série 6000, où le magnésium et le silicium se combinent pour former le composé Mg₂Si. [1]

Le durcissement, dans ces alliages, est assuré principalement par la précipitation de la phase métastable $\beta''(Mg_2Si)$. [26] Ces alliages sont utilisés, essentiellement, à l'état trempé

mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Ils ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage) et à la mise en forme à froid en état recuit.

Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et inférieures à celles des alliages 2xxx et 7xxx.

Les caractéristiques des alliages Al-Mg-Si peuvent être améliorées par addition de silicium qui forme avec le magnésium, le précipité durcissant Mg_2Si [1]. Ils présentent une bonne résistance à la corrosion surtout atmosphérique. Ils se soudent très bien (soudure à l'arc ou brasage). On peut les classer en deux catégories :

- La première catégorie dont les compositions sont plus riches en magnésium et silicium comme les alliages 6061 et 6082, qui sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...).
- La deuxième catégorie renferme une faible teneur en silicium qui aura par conséquent des caractéristiques mécaniques plus faibles tel que le cas du 6060 qui permettra de grandes vitesses de filage. Il faut également noter l'existence du 6101 anciennement appelé Almélec. Cet alliage a été énormément utilisé pour ces aptitudes de conducteur électrique. Il a notamment été utilisé pour la fabrication de lignes moyenne et haute tension [26].

On peut classer les alliages Al-Mg-Si en deux types :

I.6.4.1 Alliages du type A-GS ou (AlMgSi):

Ces alliages ont une teneur en magnésium (0.35-1%) et en silicium (0.25-0.8%). Il n'y a donc pratiquement pas d'excès de silicium par rapport à Mg₂Si.

Ces alliages sont utilisés principalement dans le transport de l'énergie électrique car ils représentent des bonnes propriétés mécaniques, et bonne résistance à la corrosion [6].

I.6.4.2 Alliages du type A-SG ou (AlSiMg):

Ces alliages ont une teneur en silicium supérieure à celle en magnésium, ils présentent une bonne résistance mécanique grâce à la formation de la phase Mg₂Si.

L'addition de chrome et de manganèse peuvent améliorer la résistance à la rupture fragile.

Les principaux alliages normalisés sont l'alliage 6005 (A-SG 0.5), 6081 (A-SGM 0.3) ou 6082 (A-SGM 0.7) [6].

I.6.4.3 Applications des alliages Al-Mg-Si :

On peut citer quelques types des alliages d'aluminium Al-Mg-Si de la sérié 6xxx, et leurs utilisations :



Alliage d'aluminium 6000



Alliage d'aluminium 6002



Alliage d'aluminium 6061 (T651)



Alliage d'aluminium 6082 (T6)



Alliage d'aluminium 6063 (T5)





Alliage d'aluminium 6061 (T6)



Alliage d'aluminium 6082 (T6)

Références

[1] M. Bayarassou : Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, (2018).

[2] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenants différentes teneurs des éléments d'additions. Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).

[3] M. LOÏC Oger : Corrosion sous contrainte et fragilisation par l'hydrogène d'alliages d'aluminium de la série 7xxx (Al-Zn-Mg): identification des paramètres microstructuraux critiques pilotant l'endommagement à l'échelle locale. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), Toulouse, (2017).

[4] F. Z. Lemmadi : Caractérisations des alliages à base d'aluminium et étude de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et la taille des grains. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, (2014).

[5] k. Djabri : Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenants différentes teneurs des éléments d'additions. Mémoire de Master, Université de Larbi Tebbesi, Tebessa, (2016).

[6] 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).

[7] A. Fleury : Conception en fatigue de joints soudés par friction malaxages dans les tabliers de pont en aluminium. Université de Québec, Chitoumi, (2020).

[8] 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).

[9] https://www.montremoicomment.com/scolaire/comment-apprendre-le-tableau-periodique-des-elements.html

[10] A. Cochard : Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n°504 64-PH : Approche historique et sciences des matériaux. Thèse de doctorat, université de Toulouse, Toulouse. (2016).

[11] L. R. Loewy : Aluminium et alliages d'aluminium. Vol 2 (2014).

[12] A. Tireira : Endommagement dans les alliages $AlSi_{12}$ pour moteurs automobiles : Observations in situ et modélisation micromécanique. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, (2015).

[13] https://sites.google.com/site/productiondelaluminium/ii-extraction-de-l-alumine-et-de-laluminium/b-extraction-de-l-aluminium?tmpl=%2Fsystem%2Fapp%2Ftemplates%2Fprint% 2F&showPrintDialog=1

[14] G. Hartmann: L'aluminium historique. Fichier pdf. www.hydroretro. net/etudegh/aluminium_historique.pdf (2014).

[15] M. Colombié et coll : Matériaux Métalliques 2^{ème} édition ; Dunod, Paris, 2001, 2008, ISBN 978-2-10-053918-5. M. Colombié et coll : Matériaux Métalliques 2^{ème} édition ; Dunod, Paris, 2001, 2008, ISBN 978-2-10-053918-5.

[16] https://fr.wikipedia.org/wiki/Bauxite

[17] H.Fareh : Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés thermomécaniques d'une série d'alliage d'aluminium. Thèse de doctorat, Université de Larbi Ben M'hidi , Oum El Bouaghi, (2012).

[18] S.Yahi : Contribution à l'étude microstructurale des Alliages d'aluminium AlMgSi.Mémoire de Master, Université Larbi Ben M'hidi, Oum El Bouaghi,(2012).

[19] A. Bernet, J. J. Etude de structures en aluminium exposées en extérieur en lien avec le Musée de l'Histoire du fer (Bachelor's Thesis, Universitat Politècnica de Catalunya). (2015).

[20]Y.Souilah : Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al-Mg et Al-Cu-Mg .Thèse de Doctorat, Université Badji Moukhtar, Annaba, (2017).

[21] K.Li, M .Song, Y. Du, X. Fang, Effect of minor Cu addition on the precipitation sequence of an AS-CAST Al-Mg-Si 6005 alloy. Archives of Metallurgy and Materials, 57(2012) 458-466.

[22] Z.Chen : L'identification de la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) des conditions de traitement thermique des alliages d'aluminium, Université de Québec, Chitoumi, (2019).

[23] Y. Aouabdia : Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliagesAl-Mg-Si. Thèse de doctorat Université Mentouri, Constantine, (2012).

[24] A. Bouchelaghem : Etude des phénomènes de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si à excès de Si. Mémoire de Master, Université 8 mai 1945, Guelma,(2019).

[25] A. Boudilmi : Contribution à la caractérisation des revêtements et des matériaux stratifiés par microdureté et tenue à l'usure. Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas, Sétif, (2017).

[26] T.Abid : Etude calorimétrique et dilatométrique d'un alliage Al-Mg-Si. Mémoire de magister, Université Mentouri, Constantine (2007).

Chapitre II

Effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si

II.1 Traitements thermiques sur l'aluminium et ses alliages :

Un traitement thermique est par définition tout d'abord un couple temps-température, les traitements thermiques sont des techniques expérimentales utilisées pour améliorer, modifier et augmenter les propriétés physiques d'un alliage ou d'un matériau [1], pour le faire adapter à des utilisations précises [2], sans toucher ou modifier sa composition chimique [3].

Pendant ces traitements thermiques, la dureté et la résistance mécanique de l'alliage sont augmentées par des précipités formés par certains éléments d'addition [2].

Les traitements thermiques appliqués peuvent améliorer les caractéristiques des alliages telles que : l'usinabilité, la stabilité de l'alliage, le comportement et l'aptitude à la fatigue et au fluage, les caractéristiques de traction, la conductivité thermique, la susceptibilité à la corrosion...etc [4].

Il y a deux objectifs essentiels lors de l'exécution d'un traitement thermique :

1– **Le durcissement :** le durcissement c'est l'obtention des caractéristiques mécaniques finales optimales par durcissement structural [5], qui est un traitement complexe de la mise en solution et de maturation ou le vieillissement [4,6].

2– L'adoucissement : rétablissement de la malléabilité, de l'aptitude à la déformation plastique. Les traitements d'adoucissement par recuit sont effectués aux alliages écrouis [2,4].

II.2 Traitements thermiques des alliages Al-Mg-Si :

Concernant le cas particulier des alliages à durcissement structural, les traitements thermiques sont désignés par la lettre T suivie d'une séquence de 1 à 5 chiffres. Le premier caractérise le traitement thermique subi par l'alliage, (les étapes de trempe, d'écrouissage, de mise en solution, de revenu ou de maturation) [7].

Les alliages de la série 6xxx, ou bien les alliages Al-Mg-Si, peuvent subir deux types de traitements thermiques :

1- Un traitement thermique simple de revenu, noté (T5).

2- Un traitement thermique de mise en solution suivi d'une trempe et d'un revenu, noté (T6).

II.2.1 Traitement thermique de revenu (T5) :

Lors du traitement thermique de revenu, le comportement de l'alliage d'aluminium varie d'une sérié d'alliage à une autre. Ce comportement est influencé par les changements de température. A chaque température, au dessus de la température d'homogénéisation, il existe un maximum de la limite élastique et de la contrainte de rupture qui est atteinte d'autant plus vite que la température de revenu est élevée.

Pour un alliage Al-Mg-Si, l'effet de ce traitement dépend de la vitesse de solidification de l'alliage après la coulée. Avec une solidification rapide une certaine quantité des atomes de magnésium Mg est retenue en solution solide et précipite Mg₂Si.

Ce traitement est exploité, aussi, pour obtenir la stabilité des alliages utilisés à la haute température [4].

II.2.2 Traitement thermique (T6) :

L'objectif principal de ce traitement T6 (Trempe suivie d'un vieillissement artificiel) [1] est d'homogénéiser l'alliage et d'obtenir une morphologie du précipité qui entraîne des caractéristiques mécaniques plus élevées [7] sans détruire d'autres propriétés.

Le matériau ou l'alliage est saturé en atomes de magnésium en solution solide à une température élevée, voisine de 500°C. Cette température est dite la température d'homogénéisation des alliages [4]. Le traitement de mise en solution favorise la sphéroïdisation du silicium [8], la dissolution des phases intermétalliques et l'homogénéisation de l'échantillon.

Ensuite, l'alliage est trempé pour obtenir la saturation et vieilli vers les températures voisines de 200°C [4], pour obtenir les précipités Mg₂Si [9].

II.2.2.1 Mise en solution

Le traitement de mise en solution axé sur un maintien à une température élevée voisine à 500°C [10].

Ce traitement a pour but de solubiliser les éléments durcissants précipités qui sont déjà formés lors de l'élaboration de l'alliage [2]. Pour les alliages Al-Mg-Si, les principaux objectifs de ce
traitement sont la dissolution de la phase durcissante Mg₂Si [11], l'homogénéisation et le changement de morphologie du silicium eutectique.

Généralement, la température d'homogénéisation est située dans l'intervalle [450°C; 590°C] [10], elle dépend surtout de la composition chimique des alliages Al-Mg-Si. Si, la température de mise en solution est inférieure à la température optimale, la mise en solution est incomplète et les caractéristiques mécaniques finales sont inférieures aux normes. Il va falloir minimiser au maximum la température de la mise en solution si la présence de ségrégations est à craindre. Au dessus d'un maximum, il y a surchauffe, risque de brûlures, fusion locale principalement aux joints des grains [4].

II.2.2.2 Trempe

La trempe est le traitement consécutif à la mise en solution. Le but de la trempe est d'annuler la précipitation lors du refroidissement de la température de traitement en solution élevée à la température ambiante [12]. Ce résultat est obtenu grâce à un refroidissement à l'eau froide, à l'air [2] ou à l'huile [11].

Pour chaque alliage il y'a une vitesse critique de trempe [13], vitesse de refroidissement minimale qui a l'effet de conduire la solution stable à chaud à la même solution sursaturée métastable à la température ambiante [4].

Dans les alliages Al-Mg-Si, la trempe permet d'éliminer la formation de la phase Mg_2Si durant le refroidissement et retient le maximum de ces éléments en solution solide sursaturée à basse température [11].

II.2.2.3 Vieillissement naturel

Le traitement de vieillissement naturel est un traitement effectué après le traitement de mise en solution et la trempe. Ce traitement nécessite que les alliages soient maintenus à température ambiante pendant quelques jours après la trempe.

Ce traitement a pour but de modifier les propriétés mécaniques des alliages après trempe. Ces propriétés mécaniques sont convenables pour plusieurs applications [5].

II.2.2.4 Pré-vieillissement artificiel :

Le maintien des alliages à une température inférieure à celle du vieillissement artificiel durant une durée de temps bien déterminée est appelé pré-vieillissement. Cette température peut être égale, inférieure ou supérieure à la température de la pièce. Les alliages sont gardés à la température voisine de la pièce pour une période variant jusqu'à 2 jours.

L'effet du traitement de pré-vieillissement dépend de la composition chimique des alliages. Il est plus prononcé pour les alliages contenant une concentration élevée de Mg, et il est considérablement réduit dans le cas de la présence des éléments d'addition tels que : Cu, Cd et Sn [4].

II.2.2.5 Vieillissement artificiel :

Dans les alliages Al-Mg-Si, le traitement de vieillissement artificiel après l'homogénéisation et la trempe à pour but de faire précipiter la phase la plus durcissante Mg₂Si afin de durcir l'alliage. Ce traitement (comme le traitement T5) augmente la limite élastique et diminue le taux de déformation. Cependant, ce traitement augmente les propriétés mécaniques de l'alliage de 20% à 25%, par rapport à celles des alliages qui ont subi un traitement thermique simple (T5) [4].

II.3 Précipitation dans les alliages d'aluminium :

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur, le métallurgiste dispose de plusieurs méthodes. Parmi ces méthodes, on cite la précipitation.

II.3.1 Définition de la précipitation :

Tout système d'alliage hors d'équilibre, effectue une restructuration atomique par la diffusion des atomes et des défauts de structure pour arriver un état d'équilibre stable ou métastable. [14].

La précipitation est l'apparition d'une nouvelle phase au sein d'une matrice sursaturée [15] débute par des fluctuations dans l'arrangement atomique, où il y a rassemblement des atomes de mêmes espèces en amas. L'évolution de ces amas donne naissance à des embryons de la nouvelle phase instable, qui peuvent disparaître ou se développer suite à un traitement de vieillissement. Ces germes vont croître jusqu'à l'état d'équilibre. Il existe deux types de précipitations ; continue et discontinue [16].

Le phénomène de la précipitation c'est la succession des trois phénomènes suivants : la germination, la croissance et la coalescence [11]. Au cours de la germination, une augmentation du nombre de précipité a lieu du fait d'une sursaturation obligatoire de la

solution solide. La germination s'arrête et les précipités existants vont croître, lorsque la barrière d'énergie de germination devient élevée.

Pendant cette étape de croissance, le rayon atomique des germes crées augmente, cependant le nombre des germes reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche du zéro, la seule force motrice qui permet au système d'évoluer est la diminution de la surface totale des précipités. Ce mécanisme se traduit par la croissance des plus gros précipités aux dépend des plus petits : c'est la coalescence, qui se traduit par une diminution du nombre de précipités.

En réalité, ces trois étapes peuvent participer simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation [2].

Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut passer par les trois étapes suivantes :

Un traitement thermique, suivi d'une trempe, ensuite d'un traitement de vieillissement.

II.3.2 Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si :

La structure des différentes phases métastables qui précipitent dans les alliages de la série 6xxx (Al-Mg-Si) est largement décrite dans la littérature, mais les mécanismes de précipitation restent toujours à étudier et développer c'est-à-dire en perspectives [2].

Plusieurs études et recherches sur la cinétique de précipitation des alliages Al-Mg-Si-(Cu) en fonction des différents traitements thermiques appliqués (modes isothermes et anisothermes) et en fonction de la composition chimique des alliages Al-Mg-Si ont été réalisées [17- 42].

La séquence de précipitation la plus répondues, et les principales réactions de précipitation qui se produisent dans les alliages Al-Mg-Si peuvent être récapitulées comme suit [18-32,43]:

Solution solide sursaturée (SSS) \longrightarrow Amas de solutés et/ou zones G.P $\longrightarrow \beta$ '' (sous forme d'aiguilles) $\longrightarrow \beta$ ' (sous forme de bâtonnets) $\longrightarrow \beta$ (Mg₂Si) (sous formes de plaquettes) et/ou des atomes de Si.

Ci-après, on décrit les principales caractéristiques des phases de cette séquence.

Phase	Composition	Groupe d'espace	Paramètres (nm)	Référence
GP	Si/Mg>1	Inconnu	Presque sphérique	[44]
			/1–2 nm	
β''	Mg_5Si_6	Monoclinique	a = 1,516 , b = 0,405	[44]
		C2/m	$c = 0,674$, $\beta = 105.3$ °	

β''(M)	Mg≈ _{1,2} Si₁	Monoclinique	a = 1,534 , b = 0,405	[19]
		base centrée	$c = 0,6832$, $\beta = 106^{\circ}$	
β''(M)	Mg_5Si_6	C2/m	a = 1,516 , b = 0,405	[45]
			$c = 0,674$, $\beta = 105,3^{\circ}$	
β''(M)	$Mg_1Al_3Si_6$	P2/m	a = 0,77, b = 0,67	[46]
			c = 0,203, $\gamma = 75^{\circ}$	
β'(M)	Mg ₂ Si	Hexagonal	$a \approx 0,407, c = 0,405$	[47]
β'(M)		Hexagonal	$a \approx 0,684, c = 0,405$	[48]
		type Mg2Si		
β'(M)	M g _{1.7} Si	Hexagonal	$a = 7.05 \ A^{\circ}, \ c = 4.05 \ A^{\circ}$	[44]
QP (M)		P-62m	a \approx 0,407, c = 0,405	[49]
β'(M)		Hexagonal	$a \approx 0,705, c = 0,405$	[50]
β'(M)	M g_{1,8}Si	P6 ₃	$a \approx 0,715, c = 1,215$	[51]
β'(M)	$\mathrm{M}g_{3}\mathrm{S}i_{pprox4}$	P-62m	$a \approx 0,71, c = 0,405$	[49]
QC (M)	$Mg_{pprox 0,37}$	P-62m	$a \approx 0,67, \qquad c = 0,405$	[49]
	$\mathrm{S}i_{pprox0,5}$ $\mathrm{C}u_{pprox0,13}$			
Q'-B'-(M)	$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$	Hexagonal - P-6	a ≈ 1,04, c ≈ 0,405	[52]
Q – C– (M)	$Mg_9Al_3Si_7$	Hexagonal -P-6	a \approx 1,04, c \approx 0,405	[53-55]
Q	$\mathrm{A}l_{pprox 4}\mathrm{C}u_{2}\mathrm{M}g_{pprox 8}\mathrm{S}i_{7}$	P-6	a ≈1,04, c ≈ 0,405	[56]
β	Mg ₂ Si	Fm3m (CaF ₂)	a = 0,63512	[57]
В	Mg ₂ Si		cfc (CaF ₂) a= 6.39 A°	[44]

Tableau II.1: Les principales caractéristiques des phases précipitent

dans les alliages Al-Mg-Si

Les zones G.P ou Amas de Solutés:

Les zones de « Guinier-Preston » ou zones G.P, correspondent à une mise en ordre d'atomes de silicium(Si) du fait de la sursaturation en éléments d'alliage.

Ces zones sont cohérentes avec la matrice forment des sites de germination des précipités β '' et de forme sphérique ou aciculaire avec des aiguilles orientées selon les directions [100] de la matrice d'aluminium [19, 44, 58, 59]. Elles sont dans un premier temps désordonnées

puis s'organisent avec une alternance de couches d'atomes de Si entourées de deux couches de Mg [21, 44].



Figure II.1 : Cartographies élémentaires d'atomes de Mg et de Si obtenues par 3DAP [60],

de l'alliage :

(a) Al-0,65Mg-0,70Si (alliage à excès de Si)

et (b) Al-0,70Mg-0,33Si (alliage sans excès de Si)



Figure II.2 : Schéma représentant le rapport atomique des zones GP ou des amas observé dans les alliages Al-Mg-Si sans et avec excès de Si [44,60].

La phase β'':

La phase β '' a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone *GP-II* [44,19]. Cette phase est une phase métastable et cohérente avec la matrice d'aluminium, elle

précipite sous la forme d'aiguilles le long de la direction <100> [42], mesurant entre 1 et 5 nm de diamètre et 10 et 50 nm de longueur [61], et elle a une structure monoclinique [14].

Elle est responsable de la présence du pic de dureté dans les alliages Al-Mg-Si à faible teneur en cuivre [62]. La forte contribution de la phase β " au durcissement structural s'explique par sa cohérence avec la matrice qui provoque un champ de contrainte important [2].

La dénomination de cette phase par β '' et sa structure cristallins ont été initialement présentées suite d'une étude par rayon X d'un alliage Al-Mg-Si [63].



Figure II.3 : La phase β '' précipite dans un alliage Al-Mg-Si [64]

La phase β' :

La phase β ' précipite sous forme de bâtonnets de structure déterminée en diffraction électronique, le long de la direction <100>, mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre [1]. C'est une maille hexagonale de paramètres : a = 0,705nm c = 0,405nm [48].

Les bâtonnets β ' sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe c'est identique aux aiguilles β '', le rapport Mg/ Si soit également inférieur à 2. Les rapports Mg/Si trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase β " (entre 1 et 1,7 selon les alliages) [1].



Figure II.4 : La phase β ' précipite dans un alliage Al-Mg-Si [64]

La phase β :

La phase β est incohérente avec la matrice d'aluminium, mais conserve toutefois les relations d'orientations : $(001)_{\beta} || (001)_{Al}$ et $[110]_{\beta} || [100]_{Al} [65]$.

Cayron [66] rapporte les différentes phases de précipités et les transitions de phases qui se produisent lors de la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si-(Cu). Les structures sont schématisées sur une grille cartésienne conformément aux rapports d'orientation en vigueur. La normale au plan des réseaux cristallins est cohérente avec le réseau de la matrice α -aluminium (a = 4.05 Å). Des hexagones renfermant des atomes Mg peuvent être distingués presque dans toutes les structures. Chaque hexagone renferme un parallélogramme constitué de quatre atomes.



Figure II.5 : La phase β précipite dans un alliage Al-Mg-Si [67]

Dans les cas des alliages Al-Mg-Si qui contient un pourcentage important de cuivre, Epicier et Cayron [68] ont proposés la séquence de précipitation suivante :

$SSS \longrightarrow QP + QC \longrightarrow QC + Q' \longrightarrow Q' \longrightarrow \beta$

Les phases QP, QC et Q' ont été rapportés comme des phases précurseurs de la phase d'équilibre Q dans les alliages Al-Mg-Si contenant une teneur important de cuivre. Les phases QP et QC (de forme lamellaire) sont rapportées dans le cas du pic vieilli, alors que la phase Q' est, habituellement, observée à la fin du vieillissement dans ce type d'alliage [49].





Figure II.6: Les phases Q et Q' trouvées par Epicier et Cayron [68].

Matsuda et al [69], en utilisant le MET et METH, ont observés trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase β .

Il symbolise ces phases comme suit : phase de type A, phase de type B et phase de type C.

Les caractéristiques de ces phases sont rassemblées dans le tableau ci-après.

Phase		Structure	Paramètres	Direction d'orientation
type A		Hexagonale	a=0.405nm c=0.67 nm	$(200)_A$ // $(001)_{Al}$ et $([001]_A, [001]_{Al})=20^\circ.$
type B	Mastuda et al	Orthorhombique Anormal	a=0.684nm, b=0.793nm c=0.405 nm	$(001)_{B}$ // $(001)_{Al}$ et $([010]_{B}, [010]_{Al}) = 20^{\circ}.$
type C		Hexagonale	a=1.04nm c=0.405nm.	$(001)_{c} // (001)_{Al}$ et $([200]_{c}, [100]_{Al}) = 10^{\circ}$

Tableau II.2: Les phases de types A, B et C observées par Matsuda et al [69].

Références :

[1] M. Bayarassou : Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB. Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, (2018).

[2] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenants différentes teneurs des éléments d'additions. Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).

[3] S. Yahi : Contribution à l'étude microstructurale des alliages d'aluminium AlMgSi. Mémoire de Master, Université Larbi Ben M'hidi, Oum El Bouaghi, (2012).

[4] J. Gauthier : Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques, la microstructure et la fractographie pour l'alliage Al-Si-Cu-Mg. Exigence partielle de la maitrise en ingénierie, Université du Quebec, Chicoutimi, (1994).

[5] A. Girgis : Paramètres contrôlant les propriétés de traction à la température ambiante et élevée des alliages Al-Cu et Al-Si. Université du Quebec, Chicoutimi, (2018).

[6] F. Serradj : Etude calorimétrique et microstructurale des alliages Al-Mg-Si. Mémoire de Magister. Université de Constantine, (2005).

[7] M. L. Oger: Corrosion sous contrainte et fragilisation par l'hydrogène d'alliages d'aluminium de la série 7xxx (Al-Zn-Mg): identification des paramètres microstructuraux critiques pilotant l'endommagement à l'échelle locale. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse, (2017).

[8] G. Özer, G. Tarakçi, M. S. Yilmaz, Z. Ç. Öter, Ö. Sürmen, Y. Akça, M. Coşkun, E. Koç : Investigation of the effects of different heat treatment parameters on the corrosion and mechanical properties of the AlSi10Mg alloy produced with direct metal laser sintering. Materials and Corrosion, (2019) 1–9.

[9] Q. Xiaoming, N. Parson, and X. G. Chen. Effect of post-homogenisation cooling rate and Mn addition on Mg₂Si precipitation and hot workability of AA6060 alloys. Canadian Metallurgical Quarterly 59(2) (2020)189-200.

[10] I. Hamdi : Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000). Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider, Beskra, (2014).

[11] A. Bouchelaghem : Etude des phénomènes de précipitation dans un alliage Al-Mg-Si à excès de Si. Mémoire de Master, Université 8 mai 1945, Guelma, (2019).

[12] C. Zhixing : L'identification de la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) des conditions de traitement thermique des alliages d'aluminium. Thèse de doctorat, Université du Québec, Chicoutimi, (2019).

[13] M. Colombié et coll : Matériaux Métalliques 2^{ème} édition ; Dunod, Paris, 2001, 2008,
ISBN 978-2-10-053918-5.

[14] K. Djabri : Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenants différentes teneurs des éléments d'additions. Mémoire de Master, Université Larbi Tebessi, Tebessa, (2016).

[15] Y. Aouabdia : Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si. Thèse de doctorat, Université Mentouri, Constante, (2012).

[16] K.T. Kashyap, T. Chadrashekar : Effects and mechanisms of grain refinement in aluminium alloys , Bull Mater Sci.24(4) (2001) 345–353.

[17] D. Maisonnette, M. Suery, D. Nelias, P. Chaudet , T. Epicier : Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy, Mater Sci and Eng .528 (2011) 2718–2724.

[18] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh and K. Djemmal, Study of mechanical and electrical properties of Al-Mg-Si alloys, Ann. Chim. Sci. Mat, 35 (2010) 59-69.

[19] G. Edwards, K. Stiller and G. Dunlop, The precipitation sequence in Al-Mg-Si Alloys, Acta. Mater, 46 (1998) 3893-3904

[20] H. Belghit, H. Farh, T. Ziar, M. Zidani, M. Guemini, Study of mechanical properties and precipitation reactions in low copper containing Al-Mg-Si alloy, Arch. Metall. Mater, 63 (4) (2018) 1643-1648

[21] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen and H. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β " phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, Acta Mater, 51 (2003) 789-796.

[22] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, Effect of natural and artificial aging on the mechanical properties of two Al-Mg-Si alloys, Inter. J. Eng. Res. Africa, 28 (2018) 1-7.

[23] Y. Birol, Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 23 (2013) 1875-1881.

[24] Q. Zhao, X. Yuan, H. Huang, P. Zhao, Effect of aging treatment technology on properties of Al-Mg-Si-Cu-Zr-Er alloy for auto sheets, Materials Science Forum, 850 (2016) 815-822.

[25] A. Bahrami, M.Y. Mehr, Modeling electrical resistivity of naturally aged Al–Mg–Si alloys, Metals, 9, 310 (2019); doi:10.3390/met9030310

[26] T. Maeda, K. Kaneko, T. Namba, Y. Koshino, Y. Sato, R. Teranishi, Y. Aruga, Structural and compositional study of precipitates in under-aged Cu added Al-Mg-Si alloy, scientific reports, 8, 16629 (2018); doi:10.1038/s41598-018-35134-8.

[27] Y. Li, G. Gao, Z. Wang, H. Di, J. Li, G. Xu, Effects of the Mg/Si ratio on microstructure, mechanical properties and precipitation behavior of Al-Mg-Si-1.0wt%-Zn alloys. Materials, 11(2018) 2591.

[28] H. Farh, H. Belghit, T. Ziar, A. Noua, F. Serradj, The cold rolling effects on the Microstructure and Micro-hardness of Al-Mg-Si Alloy, Diffusion Foundations, 18 (2018) 14-18.

[29] F. Serradj, H Farh, B.Belfarhi : Study of precipitation hardening in two Al-Mg-Si alloys with and without copper and excess silicon using Kissinger and Boswell methods, Defect and Diffusion Forum 397(2019) 101-110.

[30] L. Ding, Z. Jia, J.F Nie, Y. Weng, L. Cao, H. Chen, X. Wu, Q. Liu. The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloy. Acta Mater, 145(2018) 437-450.

[31] O. Djema, M. Bouabdallah , R. Badji, A.Saadi, N. Kherrouba, A.Sahli : Isothermal and non-isothermal precipitation kinetics in Al–Mg–Si-(Ag) alloy, Mater Chem and Phys 240 (2020) 122073.

[32] M. Yang, H. Chen, A. Orekhov, Q. Lu, X. Lan, K. Li, S. Zhang, M. Song, Y. Kong, D. Schryvers, Y. Du :Quantified contribution of β'' and β' precipitates to the strengthening of an aged Al–Mg–Si alloy, Mater Sci & Eng 774 (2020)138776.

[33] Y. Weng, Z. Jia, L. Ding, K. Du , H. Duan, Q. Liu , X. Wu : Special segregation of Cu on the habit plane of lath-like β' and QP₂ precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloys , Scri Mater 151 (2018) 33-37.

[34] J. Fu, Z. Yang, Y. Deng, Y. Wu, J. Lu : Influence of Zr addition on precipitation evolution and performance of Al-Mg-Si alloy conductor. Materials Characterization 159 (2020) 110021

[35] D. J. Chakrabarti, Y. Peng, D. E. Laughlin, Precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions and the role of the Q' and related phases, Mater. Sci. Forum, 396-402 (2002) 857-862.

[36] K. Li, M. Song, Y. Du, X. Fang, Effect of minor cu addition on the precipitation sequence of an as-cast Al-Mg-Si 6005 alloy. Arch. Metall. Mater. 57 (2012) 457-467.

[37] T. Saito, C.D. Marioara, S.J. Andersen, W. Lefebvre, R. Holmestad, Aberrationcorrected HAADF-STEM investigations of precipitate structures in Al-Mg-Si alloys with low Cu additions. Philos. Mag, 94(5) (2014) 520-531.

[38] T. Saito, E.A. Mørtsell, S. Wenner, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Friis, K. Matsuda, R. Holmestad, Atomic structures of precipitates in Al–Mg–Si alloys with small additions of other elements, Adv. Eng. Mater. 20 (7) (2018) 1800125.

[39] C.D. Marioara, S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, R. Holmestad, The influence of alloy composition on precipitates of the Al-Mg-Si system, Metall. Mater. Trans. A 36 (2005) 691–702.

[40] D. J.Chakrabarti, David E. Laughlin: Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions, Prog in Mater Sci 49.3-4 (2004) 389-410.

[41] S.J. Andersen, C.D. Marioara, A. Frøseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen: Crystal structure of the orthorhombic U2-Al4Mg4Si4 precipitate in the Al–Mg–Si alloy system and its relation to the β and β '' phases. Mater Sci and Eng 390 (2005) 127–138.

[42] W. Yu, H. He, W. Zhang, L. Li, C. Sun : Modulation of the natural aging effect on subsequent artificial aging in Al–Mg–Si aluminum alloys with alloying content 1 wt% through temperature tuning. Journal of Alloys and Compounds 814 (2020) 152277

[43] M.Y. Song, I. Kim, K.J. Lee, and J.H. Kim: Effect of Step Quenching on Multi-Step Aging Behavior in Al–Mg–Si Alloys , Journal of nanoscience and nanotechnology 20.1 (2020) 540-545.

[44] C. D. Mariora, S. J. Andersen, J. Jansen and H. W. Zandbergen : Atomic model for GPzones in a 6082 Al–Mg–Si system. Acta Mater 49.2 (2001): 321-328.

[45] S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, J. Jansen, C. Traeholt, U. Tundal, O. Reiso: The crystal structure of the β " phase in Al–Mg–Si alloys .Acta Mater. 46 (1998) 3283-3298

[46] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujiia, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno : Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4 mass% Si alloy. Mat Sci Eng.262 (1999) 232-237.

[47] K. Matsuda, I. Susumu, T. Shizuo : Crystal structure of rod-shaped precipitates in Al-1.0 mass% Mg₂Si alloy. Nippon Kinzoku Gakkaishi 57.10 (1993) 1107-1113.

[48] T. Epicier, G. Guichon, D. Dafir, P. Merle: About the Structure, Morphology and Orientation Relationships of β '-Mg2Si Precipitates in Al. Mat. Sci. Forum 126-128 (1993) 121-124.

[49] C. Cayron, P.A Buffat: Transmission electron microscopy study of the β' phase (Al–Mg–Si alloys) and QC phase (Al–Cu–Mg–Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure. Acta Mater 48 (2000)2639-2653.

[50] M.H. Jacobs: The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy. Phil. Mag. 26 1 (1972) 1-13.

[51] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen: The crystal structure of the β' phase in Al–Mg–Si alloys, Acta Mater. 55 (2007) 3815-3823.

[52] S.D. Dumolt, D.E. Laughlin, J.C. Williams: Formation of a modified β' phase in aluminum alloy 6061, Scripta Metall. 18 (1984) 1347-1350.

[53] L. Sagalowicz, G. Lapasset, G. Hug, Transmission electron microscopy study of a precipitate which forms in the Al-Mg-Si system, Phil. Mag. Lett. 74 (1996) 57-66.

[54] C. Ravi, C. Wolverton, First-principles study of crystal structure and stability of Al–Mg– Si–(Cu) precipitates Acta Mater. 52 (2004) 4213-4227.

[55] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, & S. Ikeno : Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0 mass% Mg2Si-0.4 mass% Si alloy. Journal of materials science 35.1 (2000): 179-189.

[56] L. Arnberg, B. Aurivillius, The Crystal Structure of AGCuzMguflSi"(h-AlCuMgSi). Acta Chem. Scand. 34 (1980) 1-5.

[57] E.A. Owen, G.D. Preston. The atomic structure of two intermetallic compounds. Proceedings of the Physical Society of London, 36(1) (1923) 341.

[58] M. D. Hadid : Etude et caractérisation de la microstructure et la texture d'un fil d'aluminium (tréfilé/recuit). Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider, Beskra. (2017).

[59] J. P. Lynch, L. M.Brown, & M. H Jacobs,. Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys. Acta Metallurgica, 30(7) (1982)1389-1395.

[60] M. Murayama, K. Hono, Pre-precipitation clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, Acta mater. Vol. 47, No. 5, (1999) 1537-1548.

[61] 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." Minerals, Metals and Materials Society/AIME (USA), (1998) 63-80.

[62] K. Fukui, M. Takeda, T. Endo. The metastable phase responsible for peak hardness in the ageing temperature range 403–483 K for an Al-Mg-Si ternary alloy. Journal of Materials Science, 40(12) (2005)3317-3320.

[63] 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.

[64] S.J. Andersen, C.D. Marioara, R. Vissers, A.G. Frøseth, P. Derlet, J. Jansen, H.W Zandbergen "Structure determination of the precipitates of AlMgSi-alloys by electron diffraction and ab initio calculations. Acta. Cryst. Found. Cryst.60 (2004).

[65] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat: Structural phase transition in Al-Cu-Mg-Si alloys by transmission electron microscopy study on an Al-4 wt% Cu-1 wt% Mg-Ag alloy reinforced by SiC particles, Phil. Mag., 79 (11) (1999) 2833- 2851.

[66] 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 doctorat, Ecole Polytech. Fed. Lausanne, (2000).

[67] D. Xixi, A. Sajjad, J. Shouxun, Scientific Reports, 9 (2019) 9582.

[68] T. Epicier, C. Cayron : Précipitation métastable dans les alliages Al 6xxx: rapports de l'imagerie en STEM-ADF à l'échelle atomique. Revue de Métallurgie 109.6 (2012) 393-407.

[69] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, A. Kamio. Classification of metastable phases in Al-Mg₂Si alloys by HRTEM. In Mater Sci Forum. 217 (1996) 707-712.

Chapitre III

Matériau étudié et Techniques Expérimentales

III.1. Introduction

Ce chapitre représente un aperçu sur l'alliage d'aluminium Al-Mg-Si étudié et sa composition chimique. Ainsi que une présentation des traitements thermiques appliqués.

Nous présentons aussi, les différentes techniques expérimentales utilisées pour identifier les caractéristiques mécaniques de notre alliage. Parmi ces techniques, on cite la Microscopie Optique (MO), la Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) et la Microdureté Vickers (HV).

La moitié de notre travail expérimentale a été effectué en Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux d'Analyses (LMANM) de l'université 8 Mai 1945, Guelma.

III.2. Alliage étudié

III.2.1 Choix de l'alliage

On a choisi un alliage d'aluminuim de la série 6xxx (Al-Mg-Si), sous forme de tôle. Ce type d'alliage est utilisé principalement dans les constructions automobiles, aéronautiques et navales (figure III.1).



Figure III. 1. Echantillons d'alliage étudié.

Une vaste utilisation de ces alliages est due aux bonnes propriétés mécaniques qui dépendent de la composition chimique, et aux traitements thermiques appliqués.

La composition chimique (en pourcentage massique) de notre alliage étudié est donné dans le tableau ci aprés (Tableau III-2).

Elément	Al	Mg	Si	Cu	Fe	Mn
% massique	Balance	0,20	0,62	0,1	0,17	0,03

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

III.2.2. Traitements thermiques appliqués :

Nous avons appliqué une série de traitements thermiques pour étudier l'effet de ces traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de notre l'alliage. On a utilisé un four du type Nabertherm pour éffectuer les traitements thermiques suivants :

1- Un traitement d'homogénéisation à la température 530°C pendant 1 heure, suivi d'une trempe à l'eau.

2- Un traitement d'homogénéisation pendant 1 heure à 530°C, une trempe à l'eau, suivi d'un vieillissement artificiel aux températures 100 °C, 200 °C, 250 °C et 300 °C pendant différents temps de vieillissement.

3- Un traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 1 heure, une trempe à l'eau, suivi d'un vieillissement naturel pendant 30 jours subséquent un traitement de vieillissement artificiel à 185°C pendant différentes périodes de temps.

III.2.3. Préparation des échantillons pour l'étude micrographique :

Pour l'étude micrographique et l'observation optique, les échantillons d'alliage necessitent des pollissages mécaniques, suivi d'une attaque chimiques par le reactif de Keller.

Eau distillée (H ₂ O)	78 mL
Acide fluorhydrique (HF)	05 mL
Acide nitrique (HNO ₃)	17 mL
Acide chlorhydrique (HCl)	09 mL

La composition chimique du réactif de Keller est la suivante :



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

III.3. Methodes et techniques expérimentales

III.3.1. Microscopie optique (MO)

Nous avons utilisé un microscope optique à grand champ: ZEISS équipé d'un appareil photo MotiCam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MoticImages Plus V2.0.

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



Figure III. 3. Microscope optique de type ZEISS.

III.3.2 Calometrie differentielle à balayage (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle est utilisée pour déterminer la séquence de précipitaton dans les alliages. Les reactions chimiques exothermiques observées indiquent la formation des phases et les pics endothermiques sont dués à la dissolution des phases.

Dans notre travail, on a utilisé la machine calorimétrie différentielle à balayage *DSC* de type *METTLER TOLEDO DSC* sous le contrôle d'un programme de traitement *CALISTO* pour chauffé les échantillons qui ont des masses de 18 mg, ces échantillons ont été expérimentés dans l'intervalle de la température suivante [30 °C, 550 °C]. La vitesse de chauffage utilisée est 10 °C/min dans une atmosphère d'azote liquide. Les échantillons ont été placés dans un creuset en aluminium.



Figure III. 4. Machine de DSC de type METTLER TOLEDO DSC.



a) Creuset en Aluminium avec couvercle







b) Balance de précisionc) Presse pour fermeture des creusets



d) Éguilles

e) Piquet



e) Creuset rempli de matériau

Figure III. 5. Instrumentation utilisées à fin de préparer des échantillons à DSC.

III.3.3. Microdureté Vickers :

La dureté caractérise la résistance d'un matériau. Elle est déterminé par le pénétrateur qui est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force pendant un temps donné.

Le matériau est dur, si l'empreinte du pénétrateur est petite. Si l'inverse le matériau est fragile.

Nous avons utilisés, dans notre travail, un microduromètre du type ZWICK, figure IV.6 à pénétration Vickers sous une charge de mesure de 200 g.



Figure III. 6 : Microduromètre de type ZWICK.

Chapitre IV

Résultats et Discussions

IV.1. Introduction

Ce chapitre vise l'étude microstructurelle de l'alliage étudié à l'état de réception (brut), après l'homogénéisation et suivi de différents traitements thermiques de vieillissement (naturel et artificiel). Pour cela, nous avons exploité les techniques expérimentales suivantes : la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la microdureté Vickers (HV).

IV.2. Observations métallographiques :

On a entamé notre travail par l'étude de l'évolution de la microstructure de l'alliage étudié à partir de l'état de réception et en fonction des différents traitements thermiques (homogénéisation, vieillissement naturel et artificiel). Pour cela, on exploite le microscope optique de type ZEISS.

IV.2.1. Etat de réception :

La figure IV.1 représente la microstructure optique de l'échantillon de l'alliage étudié à l'état de réception. On observe une hétérogénéité de la taille des grains et des particules à l'intérieur de ces grains. Ces particules sont reparties de façon aléatoire.



Figure IV-1: *Micrographie optique de l'alliage étudié à l'état de réception.*

IV.2.2. Etat d'homogénéisation

La figure IV.2 illustre la microstructure optique de l'alliage étudié, après le traitement d'homogénéisation à la température 530°C pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau (température ambiante).

Dans ce cas, on observe une diminution de la taille des grains par rapport à l'état de réception, et une forte densité des particules, répartis de façon uniforme à l'intérieur de ces grains. En effet, le traitement d'homogénisation favorise la libération des particules dans la matrice d'aluminium.



Figure IV-2: Micrographie optique de l'alliage étudié à l'état d'homogénéisation pendant 1 h à 530°C.

IV.2.3. Etat de vieillissement naturel

La figure IV.3 représente la microstructure optique de l'alliage étudié homogénéisé pendant une heure (1h) à la température 530 °C, trempé à l'eau puis vieilli naturellement pendant 30 jours.

Dans ce cas, la technique de la microscopie optique ne révèle aucun changement de la microstructure lié au traitement de vieillissement naturel pendant 30 jours, comparée à celle obtenue à l'état de réception.



Figure IV-3: Micrographie optique de l'alliage homogénéisé pendant 1 h à 530°C puis vieilli naturellement pendant 30 jours.

IV.2.4. Etat de vieillissement artificiel

La microstructure optique de l'alliage étudié homogénéisé 1 heure à la température 530 °C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement pendant 1 heure à la température 185 °C est représentée dans la figure IV.4.

On observe une légère diminution de la taille des grains.



Figure IV-4: Micrographie optique de l'alliage homogénéisé 1 h à 530°C puis vieilli pendant 1 h à 185°C.

IV.3. Etude de l'effet des traitements thermiques sur la cinétique de précipitation

Dans notre travail, et pour étudier l'effet des traitements thermiques sur la cinétique de précipitation, nous avons utilisé le calorimètre différentiel à balayage (DSC) comme moyen d'investigation.

Le DSC permet de suivre et détecter la formation et la dissolution des phases précipitées durant l'augmentation de la température.

La figure IV.5 montre la courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant une heure (1h) à la température 530°C, suivi d'une trempe à l'eau.

On observe quatre pics exothermiques et quatre pics endothermiques. Les pics exothermiques qui sont situés aux températures : 130 °C, 250 °C, 290 °C et 390 °C sont dus aux phases : Zones de Guinier et Preston (Z.G.P), β '', β ' et β respectivement.

Les pics endothermiques sont situés aux températures : 200 °C, 250 °C, 320 °C et 450 °C. Par conséquent, ces pics endothermiques sont liés à la dissolution : des zones GP, de la phase β '', de la phase β ' et de la phase β , respectivement.

Les résultats obtenus sont en bon accord avec les résultats obtenus par [1-15].



Figure IV.5 Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C puis trempé à l'eau.

La courbe de DSC, de l'alliage étudié homogénéisé à la température 530°C pendant 1 heure, suivi d'une trempe à l'eau, puis vieilli artificiellement pendant 1h à 185°C, est observée dans la figure IV.6.

On observe les mêmes pics exothermiques et endothermiques comme dans le cas précédent. Mais, on constate un décalage de ces pics vers les basses températures, et une diminution de l'intensité des pics exothermiques.

Danc, le traitement de vieillissement artificiel pendant 1h à 185°C favorise l'accélération de la séquence de précipitation.



Figure IV.6 Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 185°C pendant 1h.

La figure IV.7 représente la courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé à la température 530°C pendant 1h, suivi d'une trempe à l'eau, puis vieilli naturellement pendant 30 jours.

Les mêmes pics exothermiques et endothermiques ont été observés dans ce cas. Mais, on constate l'absence presque totale du pic correspond les zones G.P.

L'absence des zones G.P est dû au traitement thermique de vieillissement naturel pendant 30 jours. Alors, le traitement de vieillissement naturel pendant 30 jours, favorise la formation des zones G.P.



Figure IV.7 Courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli naturellement pendant 30 jours.

La figure IV.8 représente la superposition des trois courbes de DSC des échantillons de l'alliage étudié précédemment et ayant subi différents traitements thermiques.

On observe clairement le décalage des pics exothermiques et endothermiques dans le cas de vieillissement artificiel pendant 1 h à 185°C. Par conséquent, la diminution de l'intensité de ces pics.



Figure IV.8 Superposition des courbes de DSC des échantillons de l'alliage étudié ayant subi différents traitements thermiques.

IV.4 Etude de l'effet des traitements de vieillissement sur le durcissement

L'étude de l'effet des traitements de vieillissement sur le durcissement est faite par des essais de la microdureté Vickers (HV). Pour cela, nous avons utilisé un microduromètre semiautomatique du type ZWICK piloté par un micro-ordinateur. Les essais sont réalisés sous une charge de 200 g.

IV.4.1 Effet des traitements de vieillissement artificiel sur le durcissement

Les échantillons étudiés sont homogénéisés pendant une heure (1h) à la température 530 °C, puis vieillis artificiellement aux différentes températures 100 °C, 200 °C, 250 °C et 300 °C. Les échantillons sont vieillis à différents temps de vieillissement allant de 1 heure jusqu'à 24 heures.

La figure IV.9 représente la variation de la microdureté en fonction du temps, de l'échantillon d'alliage étudié homogénéisé pendant 1 heure à 530 °C puis vieilli artificiellement à la température 100 °C.



Figure IV.9 Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié homogénéisé 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 100°C.

On observe une augmentation de microdureté en fonction du temps de la valeur initiale minimale 53 HV à la valeur maximale 72 HV. La valeur maximale de la microdureté a été atteinte aprés 12 heures. Cependant, on remarque une diminution de la microdureté en fonction du temps jusqu'à une valeur inférieure 67 HV.

L'augmentation de la microdureté est due à la formation des zones G.P, ainsi que la diminution de la microdureté est lié à la dissolution de ces zones.

La variation de la microdureté en fonction du temps de l'échantillon d'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, puis vieilli artificiellement à 200 °C est illustrée sur la figure IV.10.



Figure IV.10 Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 200°C.

Dans ce cas de vieillissement ; on observe que la microdureté est augmentée jusqu'à une valeur maximale 76 HV. En effet, cette augmentation est due à la formation de la phase β ''. La durée pour atteindre la valeur maximale de la microdureté est d'environ 24 heures.

La figure IV.11 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de l'échantillon d'alliage étudié homogénéisé pendant 1 heure à 530°C, puis vieilli artificiellement à 250 °C.



Figure IV.11 Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 250°C.

On observe une croissance de la microdureté en fonction du temps de 73 HV jusqu'à la valeur maximale 85 HV, puis une décroissance de la microdureté jusqu'à la valeur 77 HV. La croissance de la microdureté est liée à la formation de la précipitation β '', ainsi, la décroissance est due semblablement à la dissolution de cette phase. Le temps nécessaire pour obtenir la valeur maximale est d'environ 6 heures.

La variation de la microdureté en fonction du temps de l'échantillon étudié homogénéisé à 530 °C pendant 1 heure, puis vieilli artificiellement à 300 °C est représentée sur la figure IV.12.

On remarque une augmentation rapide de la microdureté à une valeur maximale 80 HV, qui a durer environ 6 heures. Cette augmentation est due à la formation de la phase β '. On constate aussi, la décroissance de la microdureté qui est due à la dissolution de la phase précédente.



Figure IV.12 Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à 300°C.

Pour obtenir et donner des observations plus claires et précises, nous avons procédé à la superposition des courbes de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié ayant subi différents traitements thermiques (figure IV.13).



Figure IV.13 Superposition des courbes de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié ayant subi différents traitements thermiques.

IV.4.2 Effet des traitements des doubles vieillissements sur le durcissement

Dans ce cas de traitement thermique, les échantillons étudiés sont homogénéisés pendant une heure (1h) à la température 530 °C, trempé à l'eau puis vieillis naturellement à la température ambiante pendant 30 jours. Ensuite, les échantillons sont vieillis artificiellement à la température 185° C pendant différents temps de vieillissement allant de 1 heure jusqu'à 24 heures.

La figure IV.14 illustre la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement des échantillons ayant subi doubles vieillissements (naturel suivi d'un vieillissement artificiel).



Figure IV.14 Variation de la microdureté en fonction du temps de l'alliage étudié homogénéisé pendant 1h à 530°C, trempé à l'eau puis vieilli naturellement pendant 30 jours suivi d'un vieillissement artificiellement à 185 °C.

On observe, dans ce cas, une diminution initiale rapide de la microdureté à une valeur minimale 65 HV, qui a pris environ 6 heures. Cette décroissance de la microdureté est due à la dissolution des zones G.P qui sont déjà formés lors du traitement thermique de vieillissement naturel pendant 30 jours. Après la diminution de la microdureté, on remarque une croissance jusqu'à une valeur maximale 75 HV. Cette augmentation est due à la formation la phase β ''.

Références :

[1] F. Serradj, H. Farh, B. Belfarhi : Study of precipitation hardening in two Al-Mg-Si alloys with and without copper and excess silicon using Kissinger and Boswell methods, Defect and Diffusion Forum 397(2019) 101-110.

[2] F. Serradj, R. Guemini, H. Farh and K. Djemmal, Study of mechanical and electrical properties of Al-Mg-Si alloys, Ann. Chim. Sci. Mat, 35 (2010) 59-69.

[3] H. Belghit, H. Farh, T. Ziar, M. Zidani, M. Guemini, Study of mechanical properties and precipitation reactions in low copper containing Al-Mg-Si alloy, Arch. Metall. Mater, 63 (4) (2018) 1643-1648

[4] C. Marioara, S. Andersen, J. Jansen and H. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β " phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, Acta Mater, 51 (2003) 789-796.

[5] K. Djemmal, H. Farh, R. Guemini, M. Zidani, F. Serradj, Effect of natural and artificial aging on the mechanical properties of two Al-Mg-Si alloys, Inter. J. Eng. Res. Africa, 28 (2018) 1-7.

[6] Y. Birol, Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 23 (2013) 1875-1881.

[7] Q. Zhao, X. Yuan, H. Huang, P. Zhao, Effect of aging treatment technology on properties of Al-Mg-Si-Cu-Zr-Er alloy for auto sheets, Materials Science Forum, 850 (2016) 815-822.

[8] A. Bahrami, M.Y. Mehr, Modeling electrical resistivity of naturally aged Al–Mg–Si alloys, Metals, 9 (2019) 310.

[9] T. Maeda, K. Kaneko, T. Namba, Y. Koshino, Y. Sato, R. Teranishi, Y. Aruga, Structural and compositional study of precipitates in under-aged Cu added Al-Mg-Si alloy, scientific reports, 8 (2018)16629.

[10] Y. Li, G. Gao, Z. Wang, H. Di, J. Li, G. Xu, Effects of the Mg/Si ratio on microstructure, mechanical properties and precipitation behavior of Al-Mg-Si-1.0wt%-Zn alloys. Materials, 11(2018) 2591.

[11] H. Farh, H. Belghit, T. Ziar, A. Noua, F. Serradj, The cold rolling effects on the Microstructure and Micro-hardness of Al-Mg-Si Alloy, Diffusion Foundations, 18 (2018) 14-18.

[12] G. Edwards, K. Stiller and G. Dunlop, The precipitation sequence in Al-Mg-Si Alloys, Acta. Mater, 46 (1998) 3893-3904

[13] L. Ding, Z Jia, J.F Nie ,Y Weng , L Cao, H Chen, X Wu , Q Liu .The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloy. Acta Mater, 145 (2018) 437-450.

[14] O. Djema, M. Bouabdallah , R. Badji , A. Saadi, N. Kherrouba , A. Sahli : Isothermal and non-isothermal precipitation kinetics in Al–Mg–Si-(Ag) alloy, Mater Chem and Phys 240 (2020) 122073.

[15] M. Yang, H. Chen, A. Orekhov, Q. Lu, X. Lan, K. Li, S. Zhang, M. Song, Y. Kong, D. Schryvers, Y. Du :Quantified contribution of β'' and β' precipitates to the strengthening of an aged Al–Mg–Si alloy, Mater Sci. Eng 774 (2020)138776.

Conclusion générale

L'étude de l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium est l'objectif principal de notre travail.

Des traitements thermiques appropriés, notamment, d'homogénéisation, de vieillissement naturel et artificiel sont appliqués sur nos échantillons d'alliage pour caractériser ses propriétés mécaniques.

Nous avons utilisé trois techniques expérimentales : la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle (DSC) et le microduromètre Vickers (HV), et nous avons tiré les principaux résultats suivants :

- Le traitement d'homogénéisation à 530 °C pendant 1 heure favorise la libération des particules dans la matrice.
- La taille des grains est légèrement diminuée au cours des traitements de vieillissement artificiel et naturel.
- La séquence de précipitation obtenue par l'analyse calorimétrique différentielle DSC, dans notre type alliage Al-Mg-Si, est :

Zones G.P \rightarrow Phase β '' \rightarrow Phase β ' \rightarrow Phase β (Mg₂Si).

- Le traitement de vieillissement artificiel pendant 1 heure à 185 °C, accélère la formation des phases précipitées.
- Les pics de la microdureté observés de l'alliage étudié confirment les pics de DSC.
- Les résultats de la microdureté Vickers montrent que la phase β'' est le précipité le plus durcissant.
- Le traitement de vieillissement naturel pendant 30 jours permet aux zones G.P à se former pendant cette période.
Perspectives

Pour pouvoir achever à bien cette étude nous devons enrichir le travail par :

- Utiliser les moyens d'investigations expérimentaux tels que : le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET).
- 2- Une approche théorique par une simulation afin d'aboutir à des résultats qui seront exploités par l'industrie.

Résumé

La course à l'industrialisation et la recherche des matériaux de qualité et moins chers ont induit les chercheurs à procédé à des recherches sur l'aluminium et ses alliages. Le choix de ces alliages est grâce à ses diverses caractéristiques physiques et mécaniques.

Notre modeste participation vise à étudier l'effet des traitements thermiques sur les caractéristiques mécaniques d'un alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si à excès de silicium. L'alliage étudié est le plus utilisé spécialement dans les industries automobile, aéronautique, aéronavale et aérospatiale.

Pour cela, on a utilisé des méthodes d'investigations et d'analyses suivantes : la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle (DSC) et le microduromètre Vickers (HV).

Le traitement de vieillissement artificiel pendant 1 heure à 185 °C, accélère la séquence de précipitation suivante : Zones G.P \rightarrow Phase β '' \rightarrow Phase β ' \rightarrow Phase β (Mg₂Si).

Cependant, le traitement de vieillissement naturel pendant 30 jours permet aux zones G.P à se former pendant cette période. Le double vieillissement, naturel pendant 30 jours suivi d'un vieillissement artificiel à 185 °C augmente la microdureté de façon significative.

Dans les alliages Al-Mg-Si, la phase métastable β " est la phase la plus durcissante, sa valeur de microdureté Vickers est au voisinage de 85 HV.

On perspective on veut enrichir notre étude par les techniques de la microscopie électronique en transmission (MET) et la microscopie électronique à balayage (MEB) pour accéder à la microstructure et enfin une probable étude théorique par simulation afin de comparer les résultats théoriques et expérimentaux.

Mots clés : les alliages Al-Mg-Si, traitements thermiques, précipitation, vieillissement artificiel, vieillissement naturel, microdureté Vickers, propriétés mécaniques.

ملخص

ملخص:

دفع السباق نحو التصنيع و البحث عن مواد عالية الجودة و أرخص سعرًا الباحثين لإجراء أبحاث حول الألمنيوم وسبائكه. يرجع اختيار هذه السبائك إلى خصائصها الفيزيائية و الميكانيكية المختلفة.

يهدف عملنا المتواضع إلى دراسة تأثير المعالجات الحرارية على الخصائص الميكانيكية لسبائك الألمنيوم– المغنيزيوم– السيلكون Al-Mg-Si و التي تحتوي على زيادة في عنصر السيلكون. السبيكة المدروسة هي الأكثر استخدامًا خاصة في صناعة السيارات والطائرات و صناعة السفن البحرية و الصناعات الفضائية.

لهذا الغرض ، استخدمنا الطرق التجريبية والتحليلية التالية : الفحص المجهري البصري (OM) ، الماسح الحراري

التفاضلي (DSC) و جهاز فيكرز (Vickers) لقياس الصلادة (HV).

إن المعالجة الحرارية بواسطة التقادم الاصطناعي لمدة ساعة عند درجة الحرارة C• 185 ، تسرع عملية تشكل الترسبات الطورية التالية :

Zones G.P \rightarrow Phase β '' \rightarrow Phase β ' \rightarrow Phase β (Mg₂Si)

أيضا ، المحالجة الحرارية بواسطة التقادم الطبيعي لمدة 30 يومًا يسمح بتشكيل ترسبات قينيي و بريستون (zones G.P) خلال هذا الدة.

لكن المعالجة الحرارية بواسطة التقادم المزدوج ، طبيعيا لمدة 30 يومًا متبوعا بتقادم اصطناعي عند درجة الحرارة C• 185 يوفع من صلادة هذه السبيكة بشكل ملحوظ. كما أن الطور '' β غير المستقر يعتبر الطور الأكثر صلادة حيث تبلغ قيمة صلاته حوالي HV 85.

يمكن إثراء دراستنا الحالية للستعمال تقنيات أكثر دقة مثل المجمر الإلكتروني الماسح (MEB) و المجمر الإلكتروني النافذ (MET) للوصول إلى البنية المجهرية الدقيقة للأطوار المترسبة. كما نأمل في دراسة نظرية عن طريق المحاكاة من أجل مقارنة النتائج النظرية و التجريبية.

الكلمات المفتاحية: سبيكة ألمينيوم– مغنيزيوم– سيليسيوم، المعالجات الحرارية، الترسيب، التقادم الاصطناعي، التقادم الطبيعي، الصلادة، الخصائص الميكانيكية.

Abstract

The race for industrialization and the search for quality and cheaper materials have prompted researchers to conduct research on aluminum and its alloys. The choice of its alloys is due to the various physical and mechanical characteristics. Our modest participation aims at studying the effect of heat treatments on the mechanical characteristics of an aluminum alloy Al-Mg-Si with excess of silicon. The studied alloy is the most used especially in the automotive, aeronautic, naval aviation and aerospace industries.

For that, the following methods of investigation and analysis were used: optical microscopy (OM), differential calorimetry (DSC) and the Vickers microdurometer (HV). The artificial aging treatment for 1 hour at 185 ° C accelerates the following precipitation sequence: G.P Zones \rightarrow Phase β " \rightarrow Phase β ? \rightarrow Phase β (Mg₂Si). However, the natural aging treatment for 30 days allows the G.P areas to form during this time. Double aging, natural for 30 days followed by artificial aging at 185 °C significantly increases microhardness.

In Al-Mg-Si alloys, the metastable phase β '' is the most hardening phase. Its Vickers microhardness value is around 85 HV.

We want to enrich our study with the techniques of transmission electron microscopy (TEM) and scanning electron microscopy (SEM) to access the microstructure and for a probable theoretical simulation study in order to compare the theoretical and experimental results.

Key words: Al-Mg-Si alloys, heat treatments, precipitation, artificial aging, natural aging, Vickers microhardness, mechanical properties.