

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Chimie Industrielle



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: الكيمياء الصناعية

Mémoire présentée en vue de l'obtention
du diplôme de master : Génie des procédés

Option : Génie d'environnement

***Transformation des phases dans l'alliage
d'aluminium (Al-Mg- Si)***

Présenté par :

ZOUAID Ziane

Présidente : Dr. DIAFI Malika

Encadreur : Dr. HAMDI Ines

Examineur : Dr. DIGHECHE Kelthoum

M.C.A Université de Biskra

M.C.B Université de Biskra

M.C.B Université de Biskra

Promotion Juin 2017.

Dédicace

Avec tout respect et amour, je dédie ce modeste travail :

*À mes chers parents pour tous ce qui ont fait durant
toute ma vie.*

À mon père et ma mère

À ma sœur et mes frères

À toute ma famille

À tous mes amis

À tous les étudiants de Chimie Industrielle.

Ziane

Remerciements

Au nom d'Allah, le Miséricordieux, le très Miséricordieux.

*Je tiens tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant, qui
m'a donné la force et la patience d'accomplir
ce modeste travail.*

*Le moment est venu d'exprimer toute ma reconnaissance à
mon Encadreur Dr. HAMDI Ines enseignante au
département de chimie industrielle à l'Université de
Mohamed Khider, Biskra de m'avoir fait confiance et son
aide durant toute la période du travail.*

*Je remercie également Dr. DIAFI Malika
et le Dr. DIGHECHE Keltoum d'avoir accepté
d'examiner mon travail.*

Sommaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

Chapitre I : Généralité sur l'aluminium et ces alliages

| | | |
|-------|---|----|
| I.1 | Introduction..... | 2 |
| I.2 | Séries d'alliages d'aluminium..... | 3 |
| I.2.1 | Généralités sur l'aluminium..... | 3 |
| a. | Définition..... | 3 |
| b. | Propriétés de l'aluminium pur | 3 |
| I.2.2 | Classification des alliages d'aluminium..... | 3 |
| I.3 | Alliages à base d'aluminium..... | 4 |
| I.4 | Propriétés générales des alliages d'aluminium | 5 |
| I.4.1 | Résistance à chaud..... | 6 |
| I.4.2 | Résistance à basses températures | 6 |
| I.4.3 | Résistance à la fatigue..... | 6 |
| I.4.4 | Résistance à la corrosion | 6 |
| I.4.5 | Mise en forme | 6 |
| I.5 | Alliages de la série 6XXX | 7 |
| I-5-1 | Système ternaire Al-Si-Mg..... | 7 |
| I.5.2 | Alliages du type A-GS..... | 8 |
| I.6 | Traitements thermiques des alliages d'aluminium | 9 |
| I.6.1 | Vieillissement thermique..... | 9 |
| a- | Vieillissement naturel | 9 |
| b- | Vieillissement artificiel..... | 9 |
| I.6.2 | Traitements thermiques des alliages d'aluminium | 10 |

| | |
|--|----|
| a- Traitements d'homogénéisation | 10 |
| b- Traitements d'adoucissement | 10 |
| c- Traitements de trempe structurale | 10 |
| I.7 Utilisation des alliages d'Aluminium | 11 |

Chapitre II : Transformation des phases

| | |
|--|----|
| II.1 Introduction | 12 |
| II.2 Transformation de phase | 12 |
| II.2.1 Transformations par diffusion | 13 |
| II.2.2 Transformations sans diffusion | 13 |
| II.3 Généralités sur les phénomènes de précipitation..... | 14 |
| II.4 Différent type de la précipitation..... | 15 |
| II.4.1 Précipitation continue :..... | 15 |
| II.4.2 Précipitation discontinue : | 15 |
| II.5 Mécanisme de précipitation..... | 16 |
| II.5.1 Germination | 16 |
| II.5.2 Croissance | 16 |
| III.5.3 Coalescence | 17 |
| II.6 Séquence de précipitation : | 17 |
| II.7 Phases précipitées | 18 |
| a.Zones GP | 18 |
| b.Phase β'' | 18 |
| c.Phase β' | 18 |
| d.Phase stable β | 19 |
| II.8 Influence de la précipitation sur les propriétés mécanique..... | 19 |

Chapitre III : Méthodes expérimentales

| | |
|--|----|
| III.1 Introduction | 21 |
| III.2 Choix du matériau..... | 21 |
| III.3 Préparation des échantillons..... | 21 |
| III.3.1 Polissage des échantillons | 21 |
| III.3.2 Attaque chimique..... | 21 |
| III.4 Traitements thermiques | 21 |
| III.5 Techniques expérimentales utilisées | 22 |
| III.5.1 Microscopie Optique | 22 |
| III.5.2 Analyse micro-dureté Vickers | 22 |
| III.5.3 Analyse par diffraction des rayons X | 23 |
| III.5.4 Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)..... | 24 |

Chapitre IV : Résultats et interprétations

| | |
|---|----|
| IV.1 Introduction | 26 |
| IV.2 Etude métallographique : | 26 |
| IV.2.1 Etat brut | 26 |
| IV.2.2 Vieillissement artificiel | 26 |
| IV.3 Analyse micro-dureté Vickers | 28 |
| IV.3.1 Effet de temps de vieillissement artificiel sur la micro-dureté de l'alliage..... | 28 |
| IV.4.2 Effet de température de vieillissement artificiel sur la micro-dureté de l'alliage ... | 29 |
| IV.4 Analyse par diffraction des rayons X..... | 29 |
| IV.3.1 Spectre de DRX :..... | 29 |
| IV.3.2 Identification de la phase β :..... | 30 |
| IV.5 Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)..... | 31 |

Conclusion général

Liste de referances

Liste des figures

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure I.1 : Maille élémentaire de l'aluminium | 3 |
| Figure I.2 : Variation de la résistance à chaud en fonction de la température | 6 |
| Figure I.3 : Câble électrique en aluminium (série 6000)..... | 7 |
| Figure I.4 : Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg ₂ Si, coupe pseudo binaire..... | 8 |
| Figure II.1 : Microstructure de la phase perlite formée à 720°C | 13 |
| Figure II.2 : Microstructure de la phase martensitique..... | 14 |
| Figure II.3: Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation | 15 |
| Figure II.4 : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement | 20 |
| Figure III.1: Microscope optique de marque Hund..... | 22 |
| Figure III.2 Micro-duremètre Vickers de type HVS -1000 Z..... | 23 |
| Figure III.3: Diffractometre Panalytical X'pert (D8 ADVANCE) BRUKER..... | 24 |
| Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à l'état brut... | 26 |
| Figure VI.2 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant 1h puis vieilli a) 150°C et b) 200°C pendant 2 h..... | 27 |
| Figure VI.3 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant 1h puis vieilli a 200°C pendant b) 2h et c) 4h..... | 27 |
| Figure IV.4: Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à 100 °C pendant 2 h..... | 28 |
| Figure IV.5: Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à 150 °C pendant 2 h..... | 28 |
| Figure IV.6: Variation de micro-dureté des échantillons lors du vieillissement artificiel à 100 °C et 150 °C pendant 2 h..... | 29 |

| | |
|---|----|
| Figure IV.7: Spectres de diffraction de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. A état brute..... | 30 |
| Figure IV.8 : Spectres de diffraction de l'alliage Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si vieilli artificiellement a) 100°C b) 150°C c)200°C pendant 2 h..... | 31 |
| Figure IV.9 : Courbe de DSC de l'alliage Al- 0.693 % at. Mg- 0.595 % at. Si homogénéisés à 500 °C pendant 1 h, puis trempé à l'eau, puis chauffés à vitesse de chauffage 20°C/min..... | 32 |

*Liste des
tableaux*

Liste de tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau I.1 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium | 4 |
| Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si..... | 21 |
| Tableau IV.1 : Fiche ICDD de l'aluminium..... | 29 |
| Tableau IV.2 : Fiche ICDD de la phase Mg ₂ Si..... | 30 |

*Introduction
générale*

Introduction générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, nombreux programmes de recherches sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc, mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Les transformations de phases où certaines précipitations modifient les caractéristiques mécaniques des matériaux métalliques de façon le plus souvent non négligeable. L'aluminium à l'état pur présente de faibles caractéristiques mécaniques rendant impossibles son utilisation dans la construction de structures mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'addition et l'application de traitements thermiques provoquent la précipitation de certaines phases dans la matrice d'aluminium. L'alliage est alors généralement plus résistant mais aussi moins ductile que l'aluminium pur.

Ce mémoire a été réalisé pour le but d'étudier les réactions de transformation de phase (précipitation) dans les alliages d'aluminium, précisément dans les alliages de la série 6XXX (Al-Mg-Si). Il est divisé en quatre chapitres : le premier chapitre est une étude sur généralité sur l'aluminium et ces alliages, le deuxième chapitre généralité sur transformation de phases, le troisième chapitre méthodes expérimentales et le quatrième chapitre résultats et interprétations en plus introduction générale et conclusion générale.

Chapitre I :
Généralité sur
l'aluminium et
ces alliages

I.1 Introduction

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique 26.28 et la température de fusion 660°C. Sa masse volumique est 2.7 kg/dm³, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de 23.10⁻⁶. L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisants pour son utilisation dans un bon nombre d'applications structurales, il est léger, ductile et il résiste à la corrosion. Il présente aussi une très bonne conductivité thermique et électrique [1]. Il constitue de ce fait 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans le transport (25%) (Terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile), le bâtiment (20%), l'emballage (20%). On l'utilise aussi dans la construction électrique et la construction mécanique (10%) [2].

Les alliages d'aluminium ont un large champ d'applications grâce à la diversité de leurs propriétés mécaniques. Les alliages d'aluminium à durcissement structural (à l'exemple de ceux de la série 6000) sont utilisés dans le cadre de l'allègement des structures notamment, de transport aérien, naval et terrestre.

L'intérêt qui s'attache à l'étude des réactions de précipitation est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques des solutions solides au sein desquelles elles se produisent. Ces modifications consistent le plus souvent en une élévation de la limite élastique, de la charge de rupture et de la dureté. L'évolution de ces grandeurs au cours du vieillissement dépend dans une large mesure de la température et de l'état structural du matériau. Nous avons reporté dans ce chapitre quelques-uns des aspects généraux des alliages d'aluminium et leurs domaines d'applications, ainsi que les différents types d'alliages classés selon la nature des microstructures qu'ils peuvent engendrer [2].

I.2 Séries d'alliages d'aluminium

I.2.1 Généralités sur l'aluminium

a. Définition

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al et de numéro atomique 13. Il est extrait de la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine (Al_2O_3). Il peut également être extrait d'autres minéraux : néphéline, leucite, andalousite, muscovite. Il cristallise dans le réseau C.F.C (figure I.1), et son paramètre de maille à est de 0,404 nm comme indiqué dans la figure (I.1) [3].



Figure I.1 : Maille élémentaire de l'aluminium [3].

b. Propriétés de l'aluminium pur [4.5.6]

- paramètre de maille : 0.405 nm à 298K.
- masse volumique à 25°C : 2698.7 kg/m³.
- point de fusion : 660°C.
- coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C : $2.55 \cdot 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$.
- retrait volumique : 5.6% en cours de solidification.
- capacité thermique massique à 20 °C : $c = 950 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- conductivité thermique à 20 °C : $\lambda = 217.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- résistivité électrique à 20 °C : $\rho = 2.63 \mu\Omega \text{ cm}$.

I.2.2 Classification des alliages d'aluminium

L'aluminium est peu utilisé à l'état pur, sauf en miroiterie, du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 kg/mm²), d'où son utilisation sous forme d'alliages. En effet, l'addition contrôlée des éléments d'alliages tels que ; le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc, le cobalt améliorent les propriétés mécaniques [7.8].

Tableau I. 1 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [9].

| Série Désignation | Élément d'alliage principal | Phase principale présente dans l'alliage |
|-------------------|---------------------------------|--|
| Série 1000 1XXX | 99% d'aluminium au minimum | - |
| Série 2000 2XXX | Cuivre (Cu) | $Al_2Cu - Al_2CuMg$ |
| Série 3000 3XXX | Manganèse (Mn) | Al_6Mn |
| Série 4000 4XXX | Silicium (Si) | - |
| Série 5000 5XXX | Magnésium (Mg) | Al_3Mg_2 |
| Série 6000 6XXX | Magnésium (Mg) et Silicium (Si) | Mg_2Si |
| Série 7000 7XXX | Zinc (Zn) | $MgZn_2$ |
| Série 8000 8XXX | Lithium (Li) | - |
| Série 9000 / | Non utilisé | - |

I.3 Alliages à base d'aluminium [10]

Les alliages qui ne subissent pas à des traitements thermiques obtiennent une plus haute résistance par écrouissage donc par déformation à froid ou ceux qui ont subi à des traitements thermiques obtiennent leurs propriétés mécaniques à durcissement par précipitation (ou durcissement structurelle). En conclusion, on a les groupes suivant : groupe (1XXX) l'aluminium pur, le groupe d'Al-Mn (3XXX), le groupe d'Al-Si (4XXX) et le groupe d'Al-Mg (5XXX). Ces alliages sont la plupart du temps employés pour les produits plats comme feuille mince, lame et clinquants.

Les alliages à durcissement structurelle peuvent réaliser une plus haute résistance par traitement thermique et donc ils contiennent un ou plusieurs éléments choisis pour obtenir cette plus haute résistance par précipitation pendant le vieillissement artificiel. Ceux qui concernent les alliages des séries (2XXX) l'Al-Cu-(Mg), (6XXX) Al-(Cu)-Mg-Si et (7XXX) Al-(Cu)-Mg-Zn.

La série 2XXX contient des alliages avec le cuivre comme un élément de durcissement perfection. Souvent le magnésium est ajouté pour augmenter le maximum de résistance. Ces alliages obtiennent leur très haute résistance par la précipitation des phases CuAl_2 et/ou CuMgAl_2 . Les alliages de ce groupe sont caractérisés par de haute résistance à la corrosion et très faible extrudabilité et soudabilité. Ils sont largement utilisés dans l'industrie de l'aviation et l'espace, mais également comme pièces de machine, boulons et rivets.

La série 7XXX contient les matériaux de haute résistance semblables au l'Al-Cu-(Mg), mais avec le zinc au lieu du cuivre comme élément d'alliage principal. Cependant, le cuivre est ajouté en petite quantité. La haute résistance est due à la précipitation des précipités MgZn_2 .

Les alliages sans cuivre ont une résistance à la traction légèrement plus forte de celle des alliages de la série 6XXX, mais leur expulsion est légèrement plus mauvaise. D'autre part, ils sont beaucoup moins sensibles à la trempe et il faut refroidir à l'air pour une épaisseur de paroi beaucoup plus grande. Les alliages contenant le cuivre atteignent la plus haute résistance de tous les alliages d'aluminium, excédant l'acier de construction normal.

L'expulsion est très pauvre et les alliages ne sont pas soudables au-dessous des conditions normales.

Les alliages Al-Mg-Zn sont la plupart du temps employés pour des applications structurales dans l'industrie automotrice où la haute résistance mécanique est nécessaire.

Les alliages Al-Cu-Mg-Zn, d'autre part, sont employés pour les composants soumis à une contrainte particulièrement élevés dans l'industrie d'aviation et d'espace.

I.4 Propriétés générales des alliages d'aluminium

Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de celle des aciers, ce métal (et les alliages qui en dérivent) arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette à un ensemble des propriétés qui, dans bien des circonstances, en font un matériau irremplaçable [11]. Parmi celles-ci, citons ce qui suit:

I.4.1 Résistance à chaud

La résistance à chaud est faible au-delà de 100°C, sauf pour la série 2000 (Al-Cu) ou l'on peut atteindre 300°C [12].

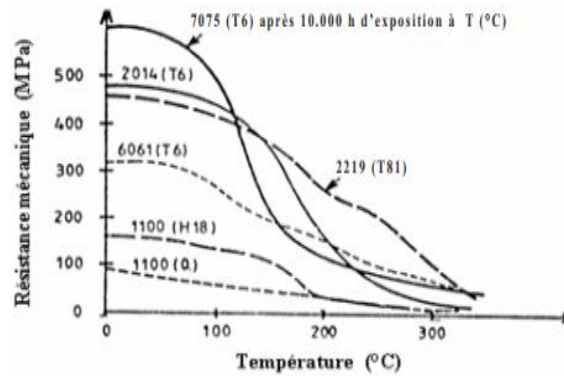


Figure I.2 : La variation de la résistance à chaud en fonction de la température [12].

I.4.2 Résistance à basses températures

De part de leur structure cc, ces alliages ne sont pas fragiles, d'où leur application en cryogénie.

I.4.3 Résistance à la fatigue

La courbe de WÖHLER ne présente pas de coude marqué et l'asymptote horizontale n'est atteinte que vers 10^8 cycles. En général, le coefficient d'endurance $\frac{\alpha_D}{R_m}$ est de l'ordre de 0.5 pour les alliages non trempant, 0.25-0.3 pour les alliages trempant.

I.4.4 Résistance à la corrosion

Comme pour l'aluminium non allié, elle est bonne grâce à la formation de la couche protectrice d'oxyde Al_2O_3 et elle peut être améliorée (plus épaisse) par anodisation. Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer. Les risques de corrosion inter granulaire et de corrosion sous tension existent dans les alliages des séries 2000 et 7000 [12].

I.4.5 Mise en forme

L'aluminium a une température de fusion relativement basse ce qui résulte une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier (coefficient d'écroutissage $n = 0.2$ à 0.3), facile à emboutir. Le chaudronnage et le repoussage est aisé. Un point particulier est le filage à chaud qui est très approprié : pour la série 5000 (Al-Mg) plusieurs dizaines de mètre par seconde peuvent être atteints en sortie de filière [13].

I.5 Alliages de la série 6XXX

La série 6XXX contient des additions de magnésium et de silicium et parfois un peu de cuivre, de chrome ou de manganèse. Les alliages sont faits pour obtenir les plus grands niveaux de résistance par la précipitation de la phase Mg_2Si .

Les alliages Al-Mg-Si sont performants aux basses températures mais leurs propriétés mécaniques et électriques peuvent diminuer plus ou moins rapidement lorsque la température atteint des valeurs de l'ordre de 150 à 200°C du fait de l'évolution de la microstructure [14].



Figure I.3 : Câble électrique en aluminium (série 6000).

I.5.1 Système ternaire Al-Si-Mg

Le système ternaire Aluminium-Silicium-Magnésium est à la base de plusieurs alliages sensibles aux traitements thermiques. Le diagramme de phase obtenu à l'équilibre peut être relativement simplifié si on le considère comme étant binaire c'est-à-dire: aluminium et Mg_2Si pour une proportion de magnésium - silicium qui voisine 1,73 pour 1 (toujours en pourcentage poids).

La température de cet eutectique appelé pseudo binaire est de 595 °C. La composition du liquide eutectique est de 8,15 % poids Mg et de 4,75 % poids Si en équilibre, avec une solution solide d'aluminium contenant 1,13 % poids Mg et 0,67 % poids Si (pour un total d'environ 1,85 % poids Mg_2Si). La figure I.3 représente le système binaire aluminium et Mg_2Si [15].

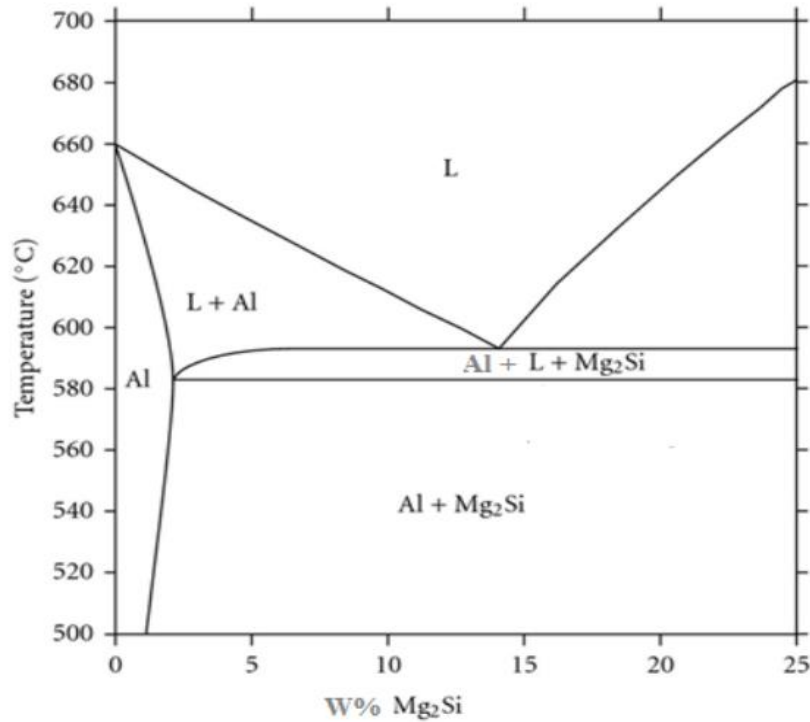


Figure I.4 : Partie du diagramme d'équilibre Aluminium- Mg_2Si , coupe pseudo binaire [16].

division du système selon cette ligne permet de constater que l'extrémité riche en aluminium du diagramme de phase peut être considérée comme deux systèmes eutectiques tertiaires: Al- Mg_2Al_3 - Mg_2Si à une température de 450°C et Al-Si- Mg_2Si à 555 °C. La solubilité à l'état solide de la phase Mg_2Si dans l'aluminium diminue avec l'excès de silicium et encore plus avec l'excès de magnésium. Les réactions de précipitation que l'on retrouve dans ce système se traduisent comme suit dans des conditions de solidification normales :solution solide sursaturée => bâtonnets semi-cohérents β'' parallèles à $\{001\}_{Al}$ => aiguilles semi-cohérentes β' parallèles à $\{001\}_{Al}$ => plaquettes semi-cohérentes β parallèles à $\{001\}_{Al}$ => β Mg_2Si non cohérent.

I.5.2 Alliages du type A-GS

Ces alliages ont une teneur en magnésium (0.35-1%) supérieure à celle du silicium (0.25-0.8%). Il n'y a donc pratiquement pas d'excès de silicium par rapport à Mg_2Si . Les alliages représentatifs sont l'alliage 6060 qui peut être filé à de très grandes vitesses ($140 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$) et l'alliage 6061 qui a de meilleures propriétés mécaniques (additions de Cu et Cr) et la meilleure résistance à la corrosion des alliages trempant.

Une série d'alliages de cette famille est utilisée pour le transport de l'énergie électrique. C'est principalement la nuance A-GS/L76, avec 0.55-0.80 Mg, 0.45-0.65 Si, $Fe \leq 0.3$ et les autres impuretés limitées au maximum, qui est utilisée.

I.6 Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les traitements thermiques ont pour but de modifier 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 : la trempe, le revenu, le recuit le vieillissement [16].

I.6.1 Vieillessement thermique

Le terme vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant. Bien que la distinction soit parfois difficile, le terme de corrosion désigne plus spécifiquement une dégradation et/ ou une perte de matière par réaction chimique du matériau avec son environnement, réaction qui se produit en surface de la pièce considérée. L'usure est une perte de matière d'origine mécanique, consécutive au mouvement relatif de deux surfaces solides en contact.

L'évolution des propriétés mécaniques d'un métal écroui soumis à une température supérieure ou égale à environ $0.5 T_{\text{fusion}}$ par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [17].

a- 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 et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années. Certains alliages de la série 6000 qui sont durcissant et peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante.

b- Vieillessement artificiel

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient 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 jusqu'à 240°C (100 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.

I.6.2 Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium susceptible de durcissement structural, alors que le dernier traitement est très important et très spécifique.

a- Traitements d'homogénéisation

Ce sont des traitements comportant un chauffage à température relativement élevée appliqués à certains produits bruts de fonderie ou corroyés et destinés le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid (filage, étirage, laminage, forgeage). Ils consistent en général en des maintiens de 6 à 48 heures à des températures allant de 450°C à 610°C, qui ont pour but général de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide.

b- Traitements d'adoucissement

Ils ont pour but d'adoucir un métal ou un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. Dans les cas de l'écrouissage, ce sont les traitements de restauration et les recuits de recristallisation. Ces traitements ont des effets semblables à ceux décrits pour l'aluminium. Seules les températures de traitement sont plus élevées pour les alliages.

c- Traitements de trempe structurale

➤ Principe :

Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend une mise en solution solide suivie:

- d'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide existant à des températures plus élevées;
- d'un traitement de revenu ultérieur à l'ambiante (= maturation) ou à une température supérieure qui conduit à un durcissement de l'alliage.

I.7 Utilisation des alliages d'Aluminium

Même si les aciers sont les matériaux les plus utilisés dans l'industrie automobile, les besoins récents de véhicules dont le degré de sécurité et de confort est très élevé pour une consommation en carburant réduite font des alliages d'aluminium des candidats naturels. En effet, ils peuvent posséder des caractéristiques mécaniques excellentes pour une masse plus faible. Le marché de l'automobile représente donc pour les fabricants d'aluminium un marché important, dont les potentialités sont plus grandes encore [18].

Il a été resurgi des recherches intéressantes sur les alliages d'aluminium dans les récentes années, peut-être dû aux grandes demandes de l'utilisation des matériaux légers dans l'industrie d'automobile. Les alliages d'aluminium ont une importance spéciale pour les panneaux externes d'automobile, où la haute résistance et la résistance de bosselure sont exigées et pour les amortisseurs, où la bonne résistance et le choc d'absorption sont nécessaires. Dans les deux cas, la bonne formabilité est une exigence importante. Les alliages Al-Mg-Si sont largement utilisés pour la résistance moyenne des applications structurales et dans les sections architecturales. Et ils sont la plupart du temps employés dans les produits expulsés d'Al en Europe de l'ouest, aussi bien que pour la construction des moteurs des véhicules.

Récemment, les alliages de la série 6XXX sont aussi utilisés pour les applications aérospatiales [19].

Chapitre II :
Transformation
des phases

II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter un rappel sur la transformation de phase d'une façon générale qui peut s'effectuer au cours de réaction de précipitation, c'est-à-dire les différentes étapes: germination, croissance et coalescence.

On appelle transformation de phases la formation au sein du système d'au moins une phase, accompagnée de la destruction d'une autre. La plupart des transformations de phases qui se produisent dans les matériaux métalliques, s'accompagnent d'une modification de la nature et éventuellement du nombre de phases présentes.

II.2 Transformation de phase [20]

Pour qu'une transformation de phase puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système diminue lors de la transformation ($\Delta G < 0$). La transformation d'une phase à une autre exige généralement, lors de l'amorçage de la transformation, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui ont la même structure que la phase en formation et qui sont séparés de la phase non-transformée par une interface à énergie élevée. Ces germes, qui sont caractérisés par un rapport surface sur volume élevé, possèdent une enthalpie libre de formation plus élevée que celle de la phase en transformation.

La transformation de phases qui s'effectue de préférence est celle qui est caractérisée par la cinétique la plus rapide, et la microstructure qui se forme est celle qui possède l'enthalpie libre la plus basse. C'est le cas pour la cristallisation qui constitue la transformation physique la plus importante pour l'étude des matériaux. Celle-ci donne naissance à une grande variété de microstructures, en particulier lorsqu'il se fait à des alliages et qu'il peut y avoir formation de plusieurs phases solides de structures différentes.

La transformation de phase est un changement des propriétés du système étudié, provoquée par la variation d'un paramètre extérieur particulier ou par l'application d'une contrainte. Elle nécessite une surfusion pour former des germes stables, et la croissance de la phase est dépendante de la diffusion. La présence des surfaces internes et imperfections facilite beaucoup la germination. La transformation de phase en états solides peut se diviser en deux groupes:

II.2.1 Transformations par diffusion

Ce sont des transformations qui permettent à une nouvelle phase de se former par la rupture des liaisons atomiques de la phase mère et de la redistribution anarchique des atomes à l'intérieur du solide après qu'elles se déplacent aléatoirement sur des longues distances. Dans ce type de transformation, la diffusion joue un rôle important ce qui explique leur dépendance de la température et le temps [21].

Parmi, les transformations par diffusion, on peut citer exemple la transformation perlitique (Fig. II.1).

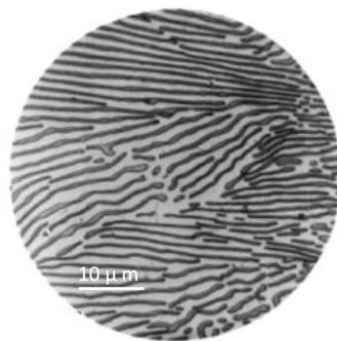


Figure II.1 : Microstructure de la phase perlite formée à 720°C [21].

II.2.2 Transformations sans diffusion

On les appelle aussi, transformations athermiques, ne nécessitent pas une diffusion d'atomes sur une longue distance mais des déplacements d'un grand nombre de ces derniers, a faible amplitude (10^{-1} distance inter-atomique). Dans ces transformations il n'y a pas de modification de composition chimique et elles se propagent généralement de façon indépendante du temps et la quantité de la phase formée ne dépend que du niveau de la température. Parmi, les transformations sans diffusion, il existe la transformation martensitique [21].

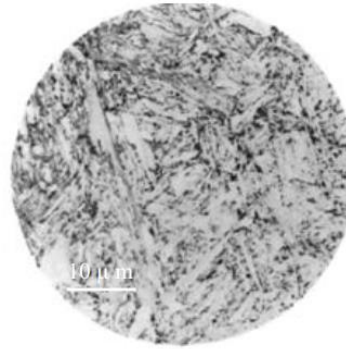


Figure II.2 : Microstructure de la phase martensitique [21].

II.3 Généralités sur les phénomènes de précipitation

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur, le métallurgiste dispose de plusieurs méthodes qui, toutes consistent à créer des obstacles à l'intérieur du métal qui s'opposeront à la création de nouvelles dislocations ou au déplacement des dislocations existantes [22].

Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir biphasé à des températures plus basses. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases, est habituellement désigné par le terme de précipitation. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés parfois dans un sens favorable [23].

Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation hétérogène et la précipitation homogène. Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente, dont l'une a une structure proche de la phase initiale (la matrice, ou phase mère) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance [24].

II.4 Différent type de la précipitation

Il existe deux types de précipitation : la précipitation discontinue et la précipitation continue.

II.4.1 Précipitation continue :

La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment 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.

II.4.2 Précipitation discontinue :

On dit qu'il y'a précipitation discontinue quand, pendant la transformation, le cristal est divisé en deux catégories de régions, les unes où la transformation est complète, les autres où la solution solide sursaturée reste inchangée. Elle nécessite donc la germination et la croissance de cellules constituées de produits biphasées (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

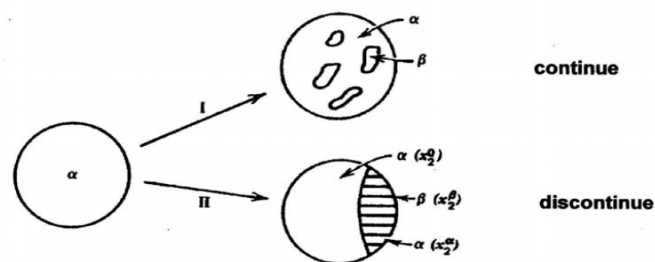


Figure II.3: Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [25].

II.5 Mécanisme de précipitation

II.5.1 Germination

La germination, étape initiale de la précipitation, suppose la formation, à partir de la matrice, de germes stables, riches en soluté (de composition très différente de celle de la solution solide) et dotés d'une interface définie avec la matrice. La germination semble se faire au hasard et être due aux fluctuations naturelles de concentration de la phase mère.

On distingue deux types de germination:

- La germination homogène : qui ne peut théoriquement exister que dans un cristal parfait. Les germes peuvent résulter de fluctuations statistiques de composition de taille suffisante (de l'ordre du nanomètre) au sein de la solution solide avec une cinétique de formation très rapide en présence de lacunes en sursaturation.
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
- La germination hétérogène : la germination démarre presque toujours sur des hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant, soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation, soit les deux. Ces imperfections peuvent être les joints de grains, les surfaces de polygonisation, les dislocations isolées, les défauts d'empilement et les défauts ponctuels [26].

II.5.2 Croissance

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la phase β se fait à l'aide de deux types de flux: un échange d'atomes A et d'atomes B à travers l'interface α/β et la diffusion en volume des atomes B. Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface α/β par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est limitée et parce que la distance sur laquelle la diffusion doit se produire est voisine de zéro, c'est donc la traversée de l'interface qui est la plus lente. Mais lorsque les précipités sont plus gros, c'est l'inverse qui est vrai : le flux de diffusion diminue progressivement parce que la disparition continue du soluté de la solution solide réduit le gradient de concentration qui est la force motrice de la diffusion tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de ce dernier [27].

II.5.3 Coalescence

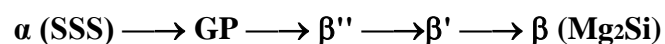
Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent aux dépens des plus petites particules car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces [24].

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 depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

II.6 Séquence de précipitation :

Dans la majorité des cas des alliages binaires et ternaires d'aluminium, le premier stade de décomposition qui prend place immédiatement après trempe à la température ambiante est la formation des zones Guinier-Preston (GP). Il est cru que l'excès de lacunes piégées au cours de la trempe d'un alliage donné à partir d'une région monophasée à une autre biphasée dans le diagramme de phase d'équilibre joue un rôle important dans la formation de petites zones sphériques dans les alliages Al-Mg (zones GP) et la séquence de précipitation [29].

Dans l'alliage équilibré, la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si est généralement la suivante :



α : solution solide sur saturée

GP : amas de solutés

β'' : Phase métastable sous forme de bâtonnets

β' : phase métastable sous forme d'aiguilles

β : Phase stable, Mg₂Si sous forme de plaquettes

II.7 Phases précipitées

a. Zones GP

Bien que démontrée indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, la formation des zones GP à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. On suppose que ces amas 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 amas d'atomes sont plus ou moins sphériques. Ces amas 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 [30].

b. Phase β''

La phase β'' a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP-II, car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de la matrice. Elle est responsable de la microstructure présente au pic de dureté dans les modèles industriels des alliages Al-Mg-Si-(Cu) à faible teneur en cuivre. 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. Celui-ci rend difficile le mouvement des dislocations. Cette phase précipite sous la forme d'aiguilles, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 1 et 5 nm de diamètre et 10 et 50 nm de longueur, et elle a une structure monoclinique. Le rapport stœchiométrique Mg : Si des précipités, qui est le rapport correspondant à la phase stable Mg_2Si , est inférieur à 2. Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7 et semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage (autour de 1,7 pour des alliages Al Mg₂Si et autour de 1 dans des alliages à excès de Si) [30].

c. Phase β'

La phase β' précipite sous forme de bâtonnets, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres : $a = 0,705\text{nm}$ $c = 0,405\text{nm}$. Comme les aiguilles β'' , les bâtonnets β' sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe. 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) [30].

d. Phase stable β

La phase stable Mg_2Si précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées ordonnée comme CaF_2 . Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est $a = 0,639\text{nm}$. La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [30].

II.8 Influence de la précipitation sur les propriétés mécanique

L'évolution de la précipitation au cours du revenu d'un alliage, il est nécessaire de relier aux propriétés mécaniques que présente le matériau en questions. 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 de types 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 des propriétés mécaniques améliorées. L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement conditionnée par les mêmes étapes dans de durcissement de la structurale ulster dans la figure I.4 On observe 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 [31].

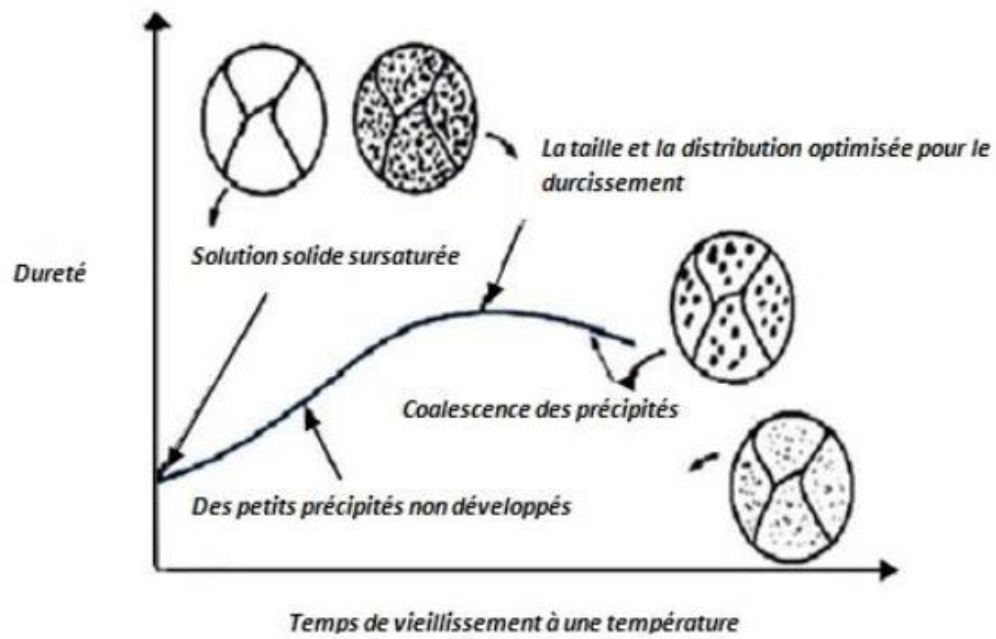


Figure II.4 : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage durcissement structural pendant le vieillissement [31].

Chapitre III :
Méthodes
expérimentales

III.1 Introduction

Dans ce chapitre seront d'abord présentées les techniques de préparation des échantillons pour les différents essais, ensuite nous citons les différents traitements thermiques suivis au cours de notre travail.

On a également décrit les techniques d'analyse utilisée pour la caractérisation des échantillons telles que le microscope optique, le micro-duromètre. La diffraction des rayons X et Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

III.2 Choix du matériau

Pour réaliser cette étude nous avons opté pour l'alliage Al-Mg-Si (AGS) utilisé dans l'industrie de câble à l'entreprise (ENICAB) Biskra. La composition chimique de cet alliage est donnée dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : La composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si.

| Eléments | Al | Mg | Si | Cu | Fe |
|----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| at % | 98.45 | 0.653 | 0.595 | 0.014 | 0.215 |

III.3 Préparation des échantillons

Pour l'étude métallographique, l'observation par microscope optique ou électronique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons traités ont subi un polissage mécanique et ensuite une attaque chimique.

III.3.1 Polissage des échantillons

Les échantillons subissent un polissage en utilisant des papiers émeri de granulométrie décroissante 600, 800, 1000 et 1200, placés sur un disque rotatif. Les échantillons sont lavés à l'eau et séché à l'air comprimée.

III.3.2 Attaque chimique

L'observation des échantillons en microscope optique ou électronique nécessite une attaque chimique pour révéler sa structure, on utilise un réactif suivant: HF (Acide fluorhydrique) 58 % pendant 10 s.

III.4 Traitements thermiques

Pour provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, les alliages ont été traités comme suit :

- Homogénéisation à 500°C pendant 1 heure.
- Tous les traitements thermiques des échantillons sont faits toujours après homogénéisation, suivis d'une trempe dans l'eau.
- Vieillissements artificiels à différentes températures 100, 150 et 200°C pendant les différentes durées suivantes: 5 min, 30 min, 1h, 2h, 4h.

III.5 Techniques expérimentales utilisées

III.5.1 Microscope Optique

Nous avons utilisé le microscope optique pour suivre l'évolution de la microstructure des échantillons. Les observations métallographiques sont effectuées sur un microscope optique de marque Hund, contenant 4 objectifs x4, x16, x40, x 100; et équipé d'un appareil photo numérique. Cette technique nous permet d'observer les phases et de commenter leurs morphologies respectives.



Figure III.1: Le microscope optique de marque Hund.

III.5.2 Analyse micro-dureté Vickers

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. La dureté est le rapport de la force appliquée **F** à la surface en cours **S** de l'empreinte.

$$H = F/S \quad \text{III.1}$$

Nous avons utilisé un micro-duremètre Vickers de type HVS -1000 Z, équipé d'un oculaire pour permettre de positionner l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir d'un double clic sur le bouton de HV de l'appareil, où bien à l'aide de la formule suivante :

$$H_v = 1854.4 P/d^2 \quad \text{III.2}$$

Avec :

P : charge appliquée.

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μm).

Les mesures de dureté ont été effectuées par la méthode de Vickers et sous une charge de 100 g. Chaque mesure correspond à une moyenne de 2 points.



Figure III.2 Micro-duremètre Vickers de type HVS -1000 Z.

III.5.3 Analyse par diffraction des rayons X

La technique d'analyse par diffraction des rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. La diffraction résultante aboutit à l'obtention d'un diffractogramme et permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction.

La loi de Bragg définit la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident (λ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller (d_{hkl}) et l'angle de diffraction (θ), l'entier naturel n représentant l'ordre de diffraction.

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin (\theta) \quad \text{III.3}$$

L'ensemble des spectres de diffraction ont été réalisés sur un diffractomètre « PANalytical X'Pert PRO », lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractogrammes. Le traitement des spectres de DRX est effectué par le logiciel X'pert Highscore.



Figure III.3: Diffractomètre Panalytical X'pert (D8 ADVANCE) BRUKER.

III.5.4 Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'on les chauffe ou on les refroidit, on a utilisé l'analyse calorimétrique différentielle.

La DSC est utilisée pour une analyse rapide et quantitative d'une évolution microstructurale et peut déterminer les stades de précipitation et/ ou de recristallisation

développées pour différents alliages. Les fractions volumiques de phases sont proportionnelles de changement d'enthalpie, ces dernières sont données par les mesures des aires de chaque pic.

La technique de DSC représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités dans les alliages. Cette technique peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation.

Elle permet de mesurer la différence de flux thermique entre l'échantillon et la référence en fonction de la température ou du temps au cours d'un cycle thermique programmé. Une différence de température est mesurée entre l'échantillon et la référence à l'aide de thermocouples. Cette technique permet de suivre l'évolution structurale des matériaux dans des conditions prédéfinies et sous atmosphère contrôlée. Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase) qui dégage de la chaleur, la courbe DSC enregistre un pic situé au-dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase) qui absorbe de la chaleur, elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base.

Les mesures de calorimétrie ont été effectuées sur un appareil de type DSC Q 20 TA, qui permet de mesurer le flux de chaleur. Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de l'ambiante à 550 °C avec différentes vitesses de chauffage variant 20°C/min.

Chapitre IV :
Résultats et
interprétations

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons déterminer la séquence de précipitation et aussi nous identifions la nature et la forme des phases dans l'alliage Al-Mg-Si.

Les résultats expérimentaux rapportés dans ce chapitre, sont obtenus par différentes techniques expérimentales telles que le microscope optique, la mesure de micro dureté Hv, la diffraction des rayons X et analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

IV.2 Etude métallographique :

IV.2.1 Etat brut :

La figure IV.1 représente la microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à l'état brut. Cette figure illustre des particules qui ont des formes et tailles différentes et qui sont distribués aléatoirement. Ces particules sont formées durant l'élaboration des alliages étudiés et qui seront discutés ultérieurement.

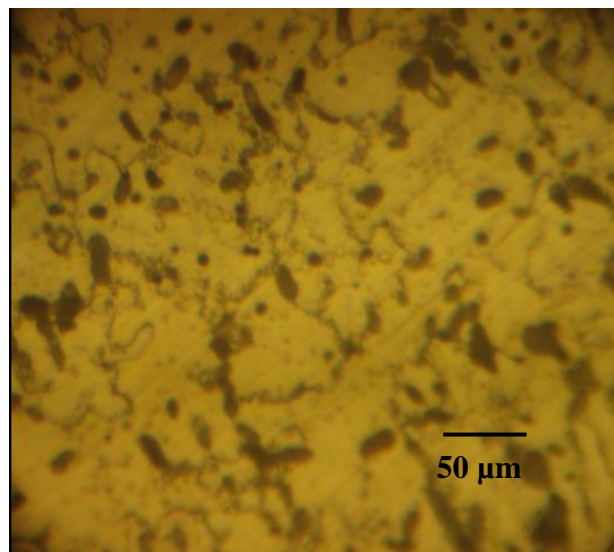


Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à l'état brut.

IV.2.2 Vieillissement artificiel :

La figure VI.2 représente la microstructure de l'alliage Al-0.652 % Mg-0.595 %-Si à homogénéisé à 550°C pendant 1h et trempé à l'eau froide puis vieilli à 150 et 200°C pendant 2 h. Nous pouvons observer, une nouvelle microstructure qui est due à la formation de la nouvelle phase β .

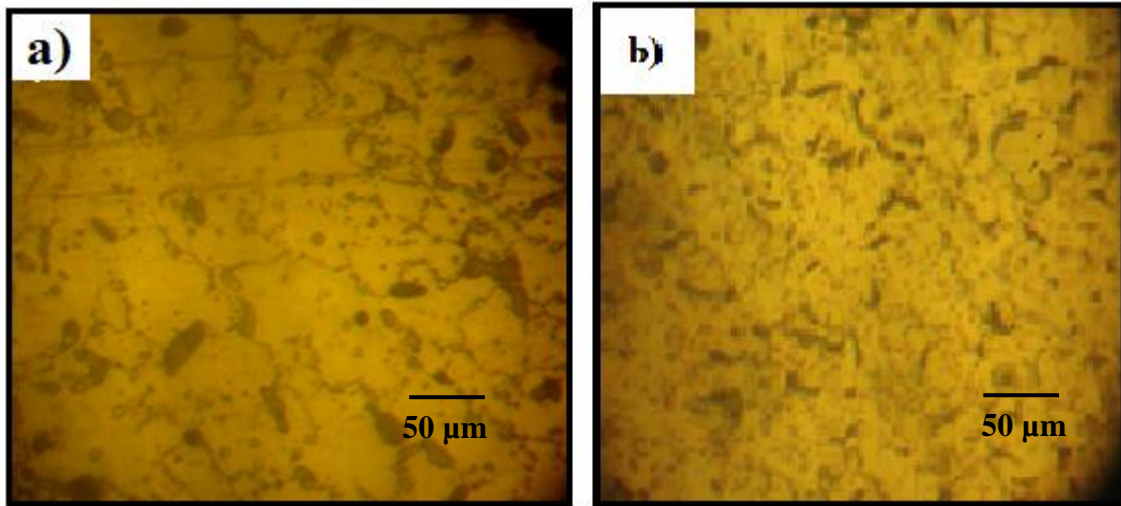


Figure VI.2 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant 1h puis vieilli a) 150°C et b) 200°C pendant 2 h.

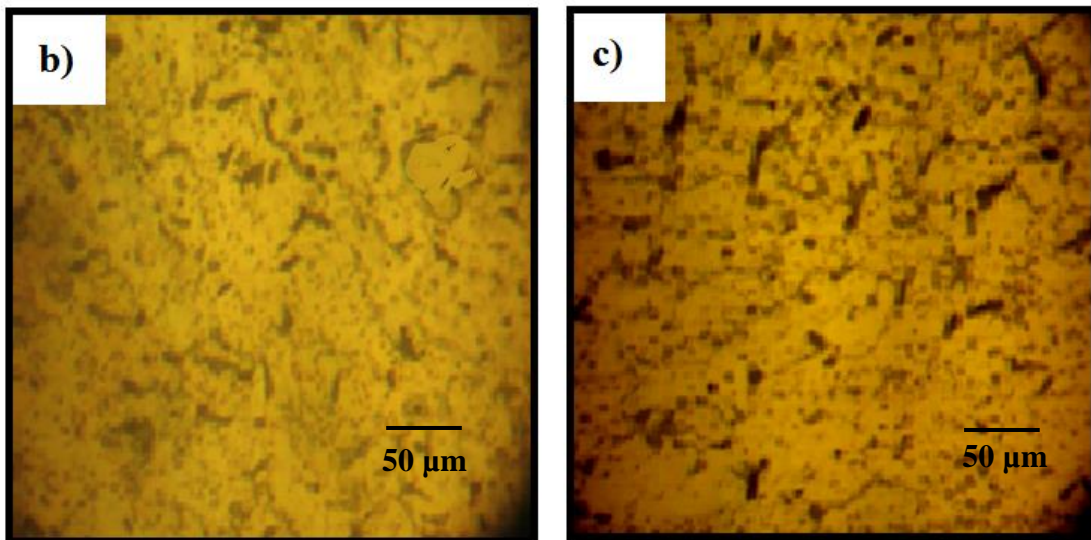


Figure VI.3 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant 1h puis vieilli a) 200°C pendant b) 2h et c) 4h.

Dans cette figure nous pouvons observer des particules à l'intérieur des grains et joints des grains. Ces particules sont les précipités (β) formés lors de vieillissement artificiel à 150 et 200°C. On peut remarquer aussi que la quantité de ces particules augmente avec l'augmentation de la température (figure IV.2 a et b) et de le temps de vieillissement (figure IV.3 a et b).

IV.3 Analyse micro-dureté Vickers

IV.3.1 Effet de temps de vieillissement artificiel sur la micro-dureté de l'alliage:

a. $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$

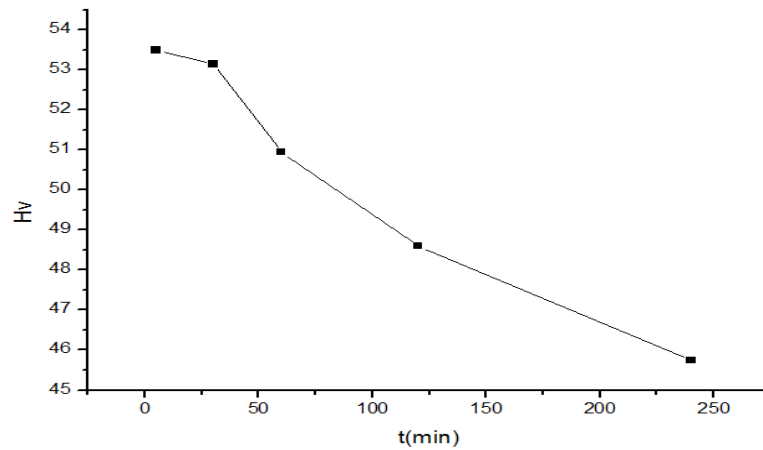


Figure IV.4: Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 2 h.

b. $T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$

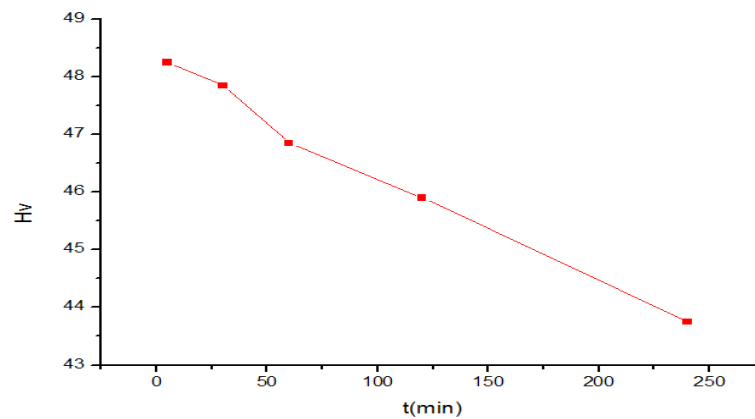


Figure IV.5: Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 2 h.

Les figures IV.1 et IV.2 représentent la variation de la micro-dureté lors du vieillissement artificiel à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ des échantillons pendant 2 h. Nous avons remarqué que les valeurs de la micro-dureté diminuent avec le temps.

IV.4.2 Effet de température de vieillissement artificiel sur la micro-dureté de l'alliage:

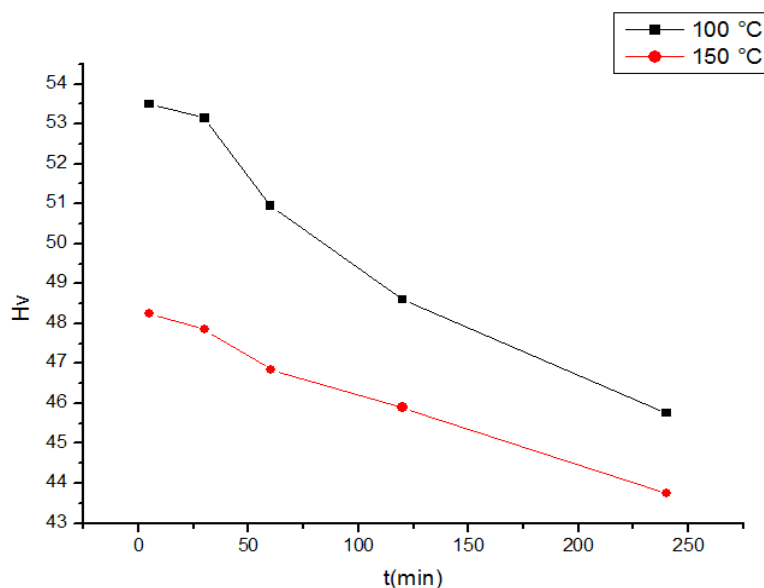


Figure IV.6: Variation de micro-dureté des échantillons lors du vieillissement artificiel à 100 °C et 150 °C pendant 2 h.

La figure IV.3 représente la variation de la micro-dureté des échantillons lors du vieillissement artificiel à 100 °C et 150 °C pendant 2 h. Nous avons remarqué que les valeurs de la micro-dureté diminuent avec l'augmentation de la température.

IV.4 Analyse par diffraction des rayons X

IV.3.1 Spectre de DRX :

La figure IV.5 illustre les spectres de diffraction des rayons X des échantillons étudiés à l'état brut. Selon les fiches ICDD de l'aluminium (Tableau IV.1), les pics enregistrés et les plus apparents correspondent à la structure de la matrice α -aluminium (C.F.C.). Le pic le plus intense correspond aux plans (111).

Tableau IV.1: Fiche ICDD de l'aluminium.

| No. | h | k | l | d [Å] | 2Theta [deg] | I [%] |
|-----|---|---|---|---------|--------------|-------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 2,33800 | 38,473 | 100,0 |
| 2 | 2 | 0 | 0 | 2,02400 | 44,740 | 47,0 |
| 3 | 2 | 2 | 0 | 1,43100 | 65,135 | 22,0 |
| 4 | 3 | 1 | 1 | 1,22100 | 78,230 | 24,0 |
| 5 | 2 | 2 | 2 | 1,16900 | 82,438 | 7,0 |
| 6 | 4 | 0 | 0 | 1,01240 | 99,081 | 2,0 |
| 7 | 3 | 3 | 1 | 0,92890 | 112,046 | 8,0 |
| 8 | 4 | 2 | 0 | 0,90550 | 116,574 | 8,0 |
| 9 | 4 | 2 | 2 | 0,82660 | 137,463 | 8,0 |

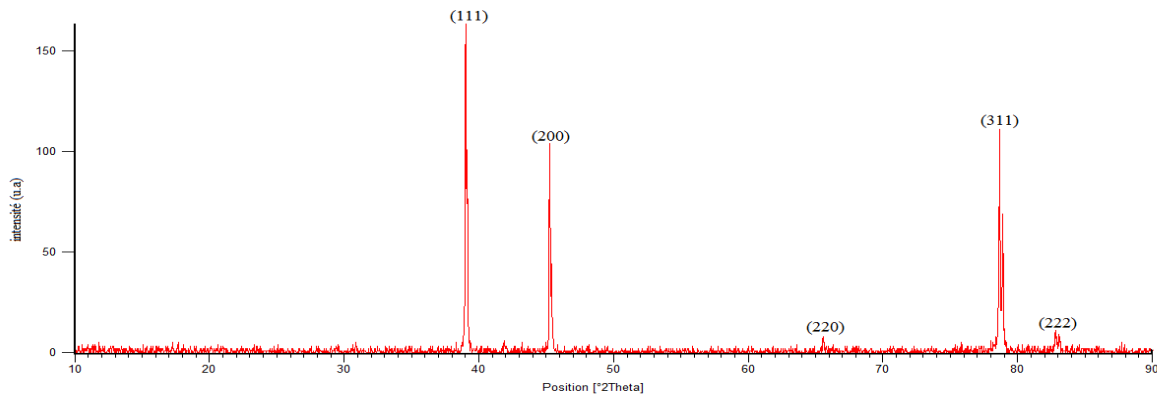


Figure IV.7: Spectres de diffraction de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. A état brute

IV.3.2 Identification de la phase β :

En utilisant le logiciel High Score, on peut visualiser les petites pics de la phase d'équilibre β (Fig. IV.8), dans l'alliage Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si vieilli artificiellement à 100,150 et 200°C pendant 2 h, et ceci en exploitant la fiche ICDD (Tableau IV.2) de la phase Mg_2Si . On peut remarquer qu'il y a un décalage de position de 2theta vers la gauche s'implique que il y a un gonflement de la maille donc cette résultat confirme la formation de la phase β stable lors de vieillissement artificielle (100,150 et 200°C). On peut remarquer aussi quand la température de vieillissement augment la position d'angle (2 theta) décalé vers la gauche en plus, c.à.d. que la quantité de la phase stable augmente avec la température.

Tableau IV.2 : Fiche ICDD de la phase Mg_2Si

| No. | h | k | l | d [Å] | 2Theta [deg] | I [%] |
|-----|---|---|---|---------|--------------|-------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 3,66849 | 24,242 | 41,0 |
| 2 | 2 | 0 | 0 | 3,17619 | 28,071 | 12,0 |
| 3 | 2 | 2 | 0 | 2,24564 | 40,122 | 100,0 |
| 4 | 3 | 1 | 1 | 1,91512 | 47,434 | 15,0 |
| 5 | 2 | 2 | 2 | 1,83377 | 49,677 | 2,0 |
| 6 | 4 | 0 | 0 | 1,58812 | 58,030 | 13,0 |
| 7 | 3 | 3 | 1 | 1,45697 | 63,835 | 6,0 |
| 8 | 4 | 2 | 0 | 1,42006 | 65,700 | 3,0 |
| 9 | 4 | 2 | 2 | 1,29649 | 72,903 | 21,0 |
| 10 | 5 | 1 | 1 | 1,22244 | 78,120 | 4,0 |
| 11 | 4 | 4 | 0 | 1,12281 | 86,636 | 4,0 |
| 12 | 5 | 3 | 1 | 1,07358 | 91,698 | 2,0 |
| 13 | 6 | 0 | 0 | 1,05861 | 93,380 | 1,0 |
| 14 | 6 | 2 | 0 | 1,00422 | 100,182 | 3,0 |
| 15 | 5 | 3 | 3 | 0,96854 | 105,371 | 1,0 |
| 16 | 6 | 2 | 2 | 0,95754 | 107,116 | 1,0 |

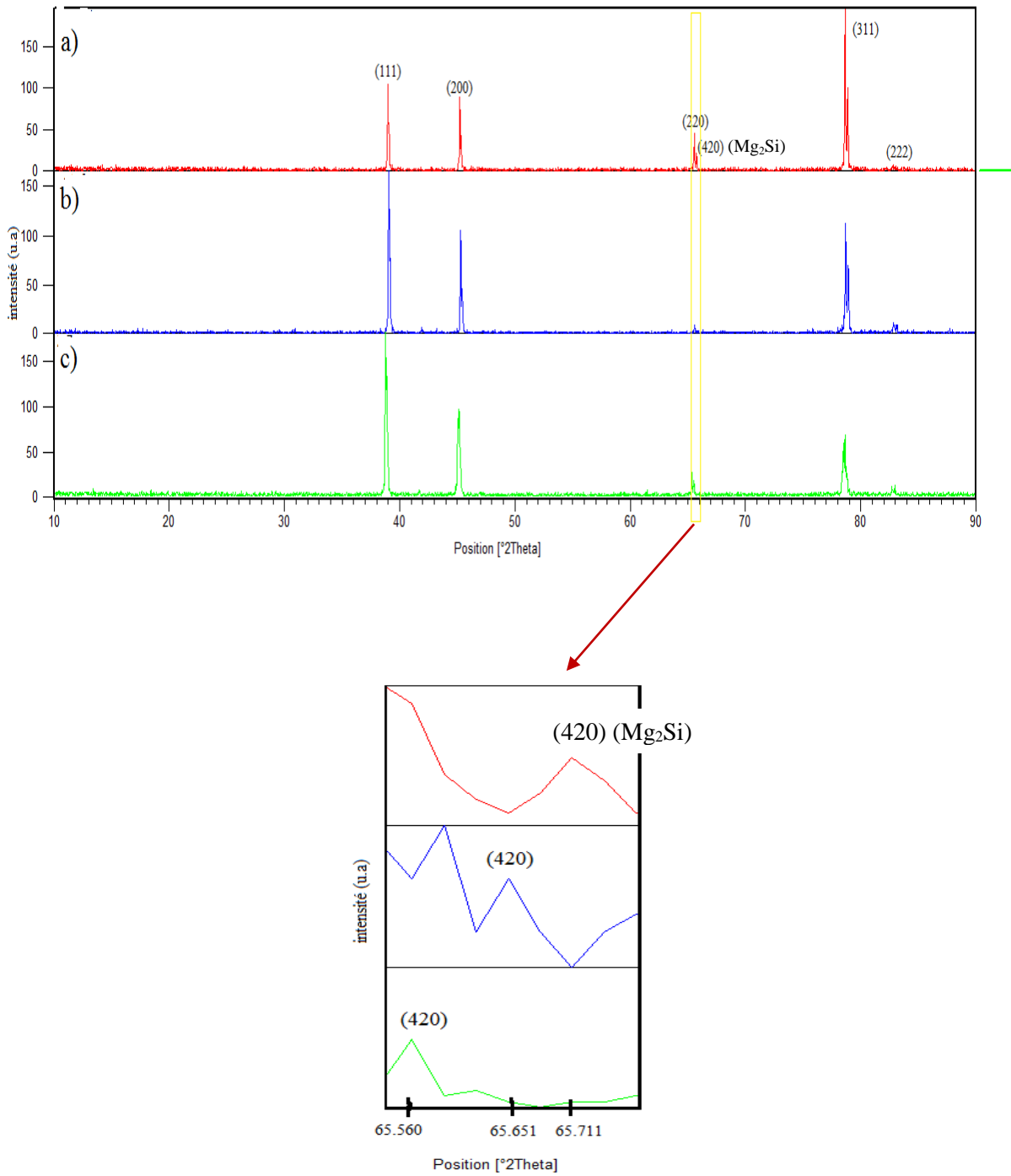


Figure IV.8 : Spectres de diffraction de l'alliage Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si vieilli artificiellement a) 100°C b) 150°C c) 200°C pendant 2 h.

IV.5 Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Pour identifier la séquence de l'alliage, nous avons homogénéisé des échantillons de l'alliage Al- 0.693 % at. Mg- 0.595 % at. Si 500 °C pendant 1 h puis trempé dans l'eau.

Le cycle thermique appliqué dans les essais de DSC est constitué d'une montée en températures à partir de l'ambiante avec une vitesse (20 °C /min) jusqu'à une température de 550 °C.

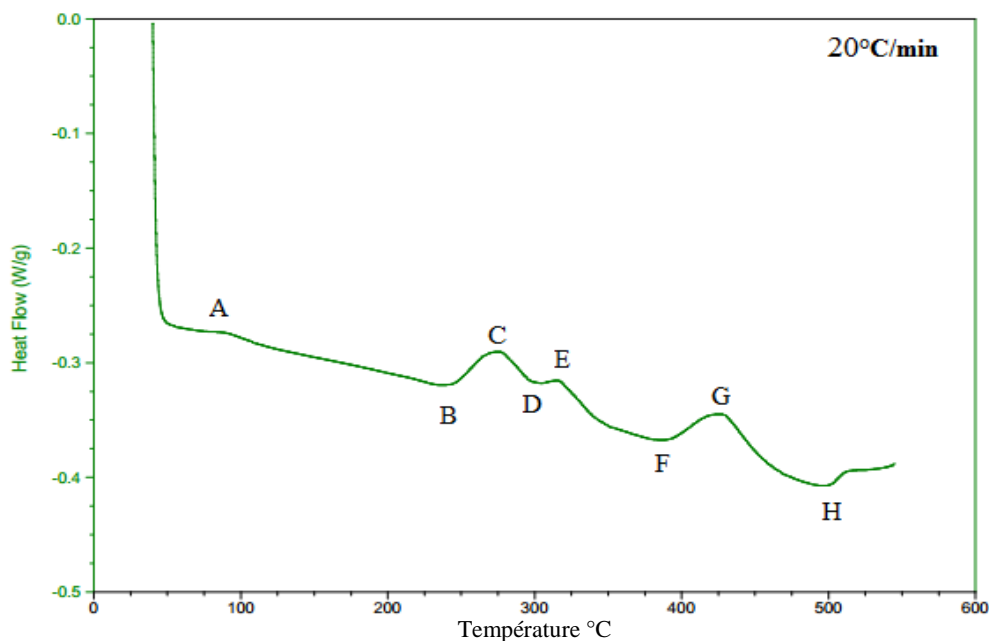


Figure IV.9 : Courbe de DSC de l'alliage Al- 0.693 % at. Mg- 0.595 % at. Si homogénéisés à 500 °C pendant 1 h, puis trempé à l'eau, puis chauffés à vitesse de chauffage 20°C/min.

La figure IV.9 montre les courbes de DSC de échantillon de l'alliage Al- 0.693% at. Mg- 0.595% at. Si homogénéisés à 550°C pendant 6 h, puis trempé à l'eau, ensuite chauffés vitesses de chauffage 20°C/min.

Globalement, il y a quatre pics exothermiques (A, C, E, G) et quatre pics endothermiques (B, D, F, H). Le premier pic exothermique (A), situé aux environs de 85 °C, est attribué à la formation de zones G.P. Le pic exothermique (C), situé à la température 275°C est attribué à la formation de la phase β'' . Le pic (E) situé aux environs de 320°C, et qui est dû à la formation de la phase durcissant β' et le dernier pic (G) est situé à la température 425°C et qui correspond à la formation de la phase stable β . Les pics endothermiques (B, D, F, H) situés respectivement à la température (225, 290, 375 et 500°C) sont attribués respectivement à la dissolution de : zones G.P, la phase β'' , la phase β' , et la phase stable β . Par conséquent, nous pouvons conclure que la séquence de précipitation est la suivante :

$$\alpha (\text{SSS}) \rightarrow \text{zones GP} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$$

Cette séquence est en accord avec les travaux de Hirth et al et Ohomori [32 ,33]. Car ils ont proposé cette séquence : $\alpha (\text{SSS}) \rightarrow \text{zones GP} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$.

*Conclusion
générale*

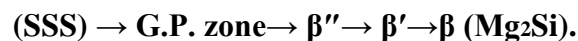
Conclusion général

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif l'étude des réactions et la séquence de transformations de phases et aussi l'étude de l'influence du vieillissement artificiel dans l'alliage sur la précipitation dans l'alliage Al-Mg-Si.

Pour aboutir à nos objectifs, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentiellement, le microscope optique, les mesures de la micro dureté, la diffraction des rayons X, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

Les principaux résultats de ce travail peuvent se résumer de la manière suivante :

- L'analyse par microscopie optique montre l'existence de la phase β stable.
- L'Analyse micro-dureté nous a permis de conclure que les valeurs de la micro-dureté diminuées avec l'augmentation de la température et le temps.
- D'après les résultats de diffraction des rayons X on peut remarquer que la phase β stable formé lors de vieillissement artificielle.
- l'augmentation de la température augment la quantité de formation de la phase β stable.
- L'analyse calorimétrique différentielle nous a permis d'identifier la séquence de précipitation de l'alliage étudié lors d'un vieillissement artificiel :



*Liste des
références*

Liste de références :

- [1] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55.
- [2] G. Jouvin, thèse de doctorat, Paris 296 (1999) p. 62-64.
- [3] S. Thibault ; « Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés » thèse de doctorat; Université De Caen/Basse-Normandie; France(2006).
- [4] B. Barlas ; « Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie » thèse de doctorat ; Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris ; France (2004).
- [5] R. Develay; «Données numériques sur l'aluminium non allié»; Techniques de l'ingénieur M443.
- [6] J. Barralis, G. Maeder « Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation » AFNOR-Nathan, Paris(1997).
- [7] L. F. Mondolfo, Aluminum Alloys, Structures and Properties, Butterworth, London, vol. 12, p. 14-18, (1976).
- [8] B. Dubost, p. Sain fort, Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques, Paris, vol. 240, p. 2-37, (1994).
- [9] M. E. Redjaimia, licence génie mécanique CL, Université Mohamed Khider Biskra, (2008).
- [10] Marc- Jan de Haas. Université de Groningen (2002).
- [11] J.P. Bailon et J. M. Dorlot, Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques,pp. 227-242 et 512-520, réimpression, automne,2004, Canada.
- [12] J. Barralis, G. Maeder, *Précis de métallurgie*, Communications actives 5eme édition (Paris, 1975), pp. 128-134.
- [13] M. Nicolas, Thèse de doctorat, Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques GRENOBLE, 2002.
- [14] R. Develay, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol. M440, (1999) pp. 2-26.

- [15] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang and B. L. Zhou, materials sciences and technology 17 (2001) 494-497.
- [16] Y.Aouabdia. Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [17] M. Dupeux, Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, Paris (2004), pp.105-148.
- [18] F.D.Geuser. Thèse de doctorat, Université de ROUEN (2005).
- [19] S. Esmaeili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, *Met. Mater. Trans.*, **34(A)**, 2003, pp. 751-762.
- [20] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Introduction à la Science Des Matériaux*, 2eme édition, Presse Polytechnique. Suisse Lausanne, (1995), pp. 191-203.
- [21] E.C. Bain, American Society for Metals, Cleveland, Ohio, (1939).
- [22] A.Hässner, Leipzig, p 41, (1970).
- [23] M.Hillert, Series N° 33, Institut of Metals, London, p.231, (1969).
- [24] M.Hillert, *Met. Trans.* 3, p. 2729, (1972).
- [25] A. Azizi, Mémoire de magister, Université de Constantine, Algérie, (2007).
- [26] C. Y. Zahra, A. M. Zahra, *Thermochim. Acta*, 276 (1996) pp 161-174.
- [27] S. P. Ringer, S. K. Caralrer, I. J. Polmear, *Scripta Mater*, vol. 39, (1998) p. 1559.
- [28] P. Zieba. Polish Academy of Sciences, Committee of Metallurgie, Archives of Metallurgy, Krakow, Poland, (1991) p 655-662.
- [29] A. Gaber, N. Afify, A. Gadallah, A. Mossad, *H. Temp.H Per.*, 31, (1999). pp. 613-625.
- [30] F.D.Geuser. Thèse de doctorat, Université de ROUEN (2005).
- [31] A. Azizi, These de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie, (2012).
- [32] C. Vargel, Paris: Dunod, ISBN 2-100-04191-6 (1999), p 501.
- [33] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang and B. L. Zhou, materials sciences and technology 17(2001) 494-497.

Résumé

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet du vieillissement artificiel sur la transformation des phases dans l'alliage Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si.

L'analyse par microscope optique montre l'existence de la phase β stable, et l'augmentation de la température augmente la quantité de formation de la phase β stable.

L'Analyse micro-dureté nous a permis de conclure que les valeurs de la micro-dureté diminuent avec l'augmentation de la température et le temps.

Les résultats de la diffraction des rayons X montrent la présence des pics correspondant à la structure C.F.C. de la matrice α d'aluminium et la phase β et montre l'effet de la température sur la taille cristallite.

L'analyse calorimétrique différentielle nous a permis d'identifier la séquence de précipitation de l'alliage étudié lors d'un vieillissement artificiel : α (SSS) \rightarrow Zones G.P \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β (Mg₂Si).

Mots clé : Al-Mg-Si, précipitation, phase, activation énergie, β stable, vieillissement artificiel.

Abstract

In this work, we studied the effect of artificial aging on the phase transformation in alloys Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si.

Analysis by optical microscope shows the existence of stable β phase. And the increase the temperature increases the formation of this stable phase.

The micro-hardness analysis allowed us to conclude that the values of micro-hardness decreased with the increase in temperature and time.

The results of X-ray diffraction show the presence of the peaks correspond to the structure C.F.C. of the aluminum α matrix and the β phase. And shows the effect of temperature on the crystallite size.

Differential calorimetric analysis allowed us to identify the sequence of precipitation of the alloy studied during an artificial Aging α (SSS) \rightarrow G.P. zones \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β (Mg₂Si)

Key words: Al-Mg-Si, precipitation, phase, activation energy, β stable, artificial aging.

ملخص

في هذا العمل، قمنا بدراسة تأثير التعتيق الاصطناعي في مرحلة التحول في سبيكة الألومنيوم 0.652 % - المغنيزيوم 0.595 % - السليسيوم

تحليل المجهر الضوئي بين وجود الطور β المستقر وكلما ارتفعت درجة الحرارة زادت كمية الطور β المتشكلة.

وقد سمحت لنا تحليل الصلادة باستنتاج أن القيم إنخفضت مع زيادة درجة الحرارة و زمن التعتيق.

نتائج الأشعة السينية تظهر وجود قمم تتوافق مع هيكل C.F.C من مصفوفة الألومنيوم α والطور β المستقر.

كما سمحت لنا نتائج التحليل بالتفاضل الحراري بتحديد تسلسل الترسيب الذي تمت دراسته خلال التعتيق الاصطناعي:

α (SSS) \rightarrow zones G.P \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β (Mg₂Si)

الكلمات المفتاحية: Al-Mg-Si الترسيب، الطور، المعالجة الحرارية، طاقة النشاط، β المستقر، التعتيق الاصطناعي.