



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Department de chimie industrielle

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques
Filière : Génie des procédés
Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Présenté et soutenu par :
Chakhchoukh imane

Le : lundi 8 juillet 2019

L'effet du traitement thermique sur la cinétique de l'alliage Al-Mg-Si

Jury :

Dr. SMAIL Dalila	M.A.A Université de Biskra	Présidente
Dr. HAMDI Ines	M.C.A Université de Biskra	Encadreur
Dr. DIGHECHE Kelthoum	M.C.A Université de Biskra	Examineur

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 tous les étudiants de Chimie Industrielle.

À toute ma famille

À tous mes amis

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 à l'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.

Mes remerciements vont également à Melle Dalila Ismail à

l'enseignante à l'Université de Biskra et M^{me} Digheche Kelthoum à

l'enseignante à l'Université de Biskra d'avoir accepter de faire part de

mon jury de soutenance en qualité de Président et examinateur

respectivement.

Sommaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

Chapitre I: Généralités sur les alliages à base d'aluminium

I.1.Séries d'alliages d'aluminium.....	3
I.1.1.Généralités sur d'aluminium.....	3
a. Historique.....	3
b. Composition.....	3
I.2.Propriétés physiques et chimiques d'aluminium.....	4
I.3.Alliages de la série 6XXX.....	5
I.4.Influence des éléments d'addition.....	6
a. Magnésium.....	6
b. Silicium.....	6
c. Fer.....	7
d. Cuivre.....	7
I.5.Propriétés générales des alliages d'aluminium.....	7
I.5.1.Résistance à chaud.....	7
I.5.2.Résistance à basses températures.....	7
I.5.3.Résistance à la fatigue.....	7
I.5.4.Résistance à la corrosion.....	7
I.5.5.Mise en forme.....	8
I.6.Système ternaire Al-Si-Mg.....	8
I.6.1.Alliages du type A-GS.....	9
I.6.2.Alliages du type A-SG.....	9
I.7.Traitements thermiques des matériaux.....	9
I.7.1.Vieillissement thermique.....	9
a. Vieillissement naturel.....	10
b. Vieillissement artificiel.....	10
I.7.2.Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	10

a. Traitements d'homogénéisation.....	10
b. Traitements d'adoucissement.....	11
c. Traitements de trempe structurale.....	11
I.8.Utilisation d'aluminium et de ses alliages.....	11

Chapitre II: Cinétique de transformation des phases

II.1.Généralités sur les phénomènes de précipitation.....	12
II.2.Les types de précipitation.....	12
II.2.1.La précipitation continue.....	12
II.2.2.Précipitation discontinue.....	13
II.3.L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température.....	13
II.4.Mécanisme de précipitation.....	14
II.4.1.La germination.....	14
II.4.2.La croissance.....	15
II.4.3.Coalescence.....	16
II.5.La séquence de précipitation.....	16
II.6.Les phases précipitées.....	16
II.6.1.Les zones GP.....	16
II.6.2.La phase β''	17
II.6.3.La phase β'	17
II.6.4.La phase stable β	17
II.7.Théorie générale des cinétiques.....	19
II.7.1.Équation d'Arrhenius.....	19
II.7.2.Détermination de l'énergie d'activation.....	20
II.7.3.Méthode de Boswell.....	20

Chapitre III: Choix de matériaux et techniques expérimentales

III.1.Choix du matériau.....	21
III.2.Traitements thermiques appliqués.....	21
III.3.Préparation des échantillons.....	21
III.4.Méthodes et techniques expérimentales utilisées.....	21

III.4.1. Microscopie optique (MO).....	22
III.4.2. Analyse micro-dureté Vickers (Hv).....	23
III.4.3. Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	23

Chapitre IV: résultats et Interprétations

IV.1. Etude métallographique par microscopie optique.....	24
IV.1.1. Etat brut.....	24
IV.1.2. Traitement thermique	24
IV.2. Analyse micro-dureté Vickers.....	28
IV.2.1. Effet de température sur la micro-dureté de l'alliage.....	28
IV.3. Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	28
IV.4. Cinétique de transformation.....	30
IV.4.1. Détermination de l'énergie d'activation.....	30
IV.4.1.1. La méthode de Boswell.....	30
IV.4.1.2. Calcul de l'énergie d'activation des échantillons trempés puis chauffés.....	30

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I.1: Comparaison entre les propriétés Aluminium– Fer.....	4
Tableau I.2: Désignation numérique et phases principales des alliages à base d'aluminium...	5
Tableau III.1: La composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si.....	20
Tableau VI.1: Les températures maximales pour les différents pics de transformation.....	31
Tableau VI.2: Energie d'activation E_a (kJ/mol) de précipitation par différentes méthodes.....	33
Tableau VI.3: Les températures maximales pour les différents pics de dissolution.....	34
Tableau VI.4: Energie d'activation E_a (kJ/mol) de dissolution par différentes méthodes.....	36

Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1: Maille cubique à faces centres.....	3
Figure I.2: La variation de la résistance à chaud en fonction de la température.....	7
Figure I.3: Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg ₂ Si, coupe pseudo binaire.....	8
Figure II.1: Illustration schématique des deux types de précipitation.....	13
Figure II.2: Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température.....	14
Figure III.1: Le microscope optique de marque Olympus.....	21
Figure III.2: Micro-duremètre Vickers de type HVS -1000 Z.....	22
Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à l'état brut.....	24
Figure IV.2 : la microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 100°C.....	25
Figure IV.3 : la microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 200°C.....	26
Figure IV.4 : la microstructure de l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 % at. Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 300°C.....	27
Figure VI.5 : Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à 100,200 et 300°C pendant 30 min et 1h.....	28
Figure IV.6 : Courbe de DSC de l'alliage Al- 0.693 % at. Mg- 0.595 % at. Si homogénéisés à 550C pendant 6 h, puis trempé à l'eau, puis chauffés à vitesse de chauffage 20°C/min et 30 °C/min et 40°C/min.....	29
Figure IV.7.a: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone GP: $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	31
Figure IV.7.b: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone β'' : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	32
Figure IV.7.c: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone β' : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	32

Figure IV.7.d: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone	
β : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	33
Figure IV.8. a': Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la dissolution de zone	
GP: $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	34
Figure IV.8. b': Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la dissolution de zone	
β'' : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	35
Figure IV.8. c': Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la dissolution de zone	
β' : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	35
Figure IV.8. d': Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la dissolution de zone	
β : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).....	36

Introduction générale

Introduction Générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important pour tout développement industriel ou progrès technologique.

L'utilisation des matériaux est tributaire non seulement par leur disponibilité, mais aussi par leur cout qui est du à la facilité de leur mise en forme, et de leur compatibilité avec l'environnement, (par l'intermédiaire de leur propriétés mécaniques et chimiques).

L'aluminium et ses alliages se trouvent dans une grande variété d'applications grâce à leurs bon compromis densité/propriétés mécaniques. En plus de la faible densité, les alliages d'aluminium ont une bonne résistance à la corrosion, à la déformation et à la flexion. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium corroyés qui différent par leurs éléments d'addition principaux; Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000).

La précipitation qui se produit lors des traitements thermiques d'homogénéisation et de vieillissement est la transformation de phase à l'état solide la plus intéressante. En effet, la précipitation des particules modifie les caractéristiques mécaniques des matériaux de façon significative

Les transformations de phases où certaines transformations modifient les mécaniques des matériaux métalliques de façon, le plus souvent, non négligeable. les transformations de phases à l'état solide les plus intéressants et qui ont longtemps attirés un bon nombre de chercheurs c'est la précipitation qui se produits lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide d'une solution sursaturée, et la dissolution qui est une opération inverse de la précipitation.

Ce mémoire a été réalisé pour le but d'étudier les réactions de transformation de phase (précipitation et dissolution) dans les alliages d'aluminium, précisément dans les alliages de la série 6XXX (Al-Mg-Si). Il est divisé en deux grandes parties : la première partie est une étude bibliographique et la seconde est une partie expérimentale.

L'étude de la cinétique de changement de phase en utilise modèle permet de mieux cerner les mécanismes de réaction de précipitation et dissolution. Dans le présent travail nous avons décrit la méthode de Boswell, ce qui permet la détermination des paramètres cinétiques de précipitation.

Nous avons utilisé différentes techniques de caractérisation telle que l'analyse colorimétrique différentielle à balayage (DSC), la micro-dureté, après différents traitements thermiques.

La présente mémoire est organisée comme suit :

Après une introduction générale, le premier chapitre est un aperçu général sur les alliages à base d'aluminium et différentes propriétés et traitements.

Le deuxième chapitre généralités sur les phénomènes de la précipitation (la germination, la croissance et la coalescence des précipités), et donne un aperçu sur les cinétiques des transformations de phases et les méthodes de calcul des paramètres cinétiques.

Le troisième chapitre décrit la procédure expérimentale et les techniques de caractérisations. Nous présentons dans le dernier chapitre les résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations.

Enfin, nous terminons par une conclusion.

**Chapitre I:
Généralités sur les
alliages à base
d'aluminium**

I.1.Séries d'alliages d'aluminium.

I.1.1.Généralités sur L'aluminium.

a. Historique.

La première apparition de l'aluminium était en 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique. En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA).

Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attrait au transport: aviation, automobile, marine .Il est aussi employée dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité et la mécanique... [1].

b. Composition.

L'aluminium (Al) est un élément chimique ayant un numéro atomique $Z = 13$, est le troisième élément constitutif de l'écorce terrestre. L'aluminium est un métal dont la structure est et reste cubique à faces centrées [2].

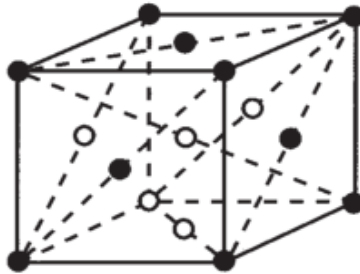


Figure I.1: Maille cubique à faces centrées [3].

L'aluminium est, après l'oxygène et le silicium, le troisième élément de l'écorce terrestre : il constitue 8 % de la lithosphère sous forme de silicates plus ou moins complexes à faible teneur en aluminium. Mais dans certaines régions, sous l'action prolongée de l'eau, l'élimination d'une partie importante de la silice a donné des roches riches en alumine (45 à 60 %), ce sont les bauxites qui constituent actuellement la source quasi exclusive d'aluminium.

Le procédé utilisé pour obtenir l'alumine à partir de la bauxite est le procédé Bayer. Après broyage, la bauxite est attaquée à chaud, sous pression, par de la soude, ce qui permet d'obtenir une liqueur d'aluminate de soude avec insolubles en suspension. Cette liqueur est ensuite décantée : les oxydes de fer et de silicium forment une boue rouge, chimiquement inerte, qui est évacuée vers un site de déversement approprié, la liqueur restante est envoyée dans

des décomposeurs pour précipitation de l'alumine, qui est ensuite récupérée par filtration et calcinée [4].

I.2. Propriétés physiques et chimiques d'aluminium.

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendéléiev, la masse atomique 26.98 (uma) et la température de fusion 660°C. Il se cristallise dans le système cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 kg/cm³, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de 23.10⁻⁶ K⁻¹, son module de Young de 6600 bar. 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.

L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al > 99.99%). Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques et mécaniques [5].

Tableau I.1: Comparaison entre les propriétés Aluminium– Fer [20].

Propriétés	Unité	Aluminium	Fer
Masse atomique	g/mol	29.98	55. 84
Masse volumique	g/cm ³	2.70	7.87
Module d'élasticité	N/mm ²	71.10 ³	210.10 ³
Coefficient de dilatation	1/ ⁰ K	24.10 ⁻⁶	12.10 ⁻⁶
Chaleur de fusion	KJ/kg	396	270
Limite élastique	N/mm ²	Env.10	Env.100
Résistance à la traction	N/mm ²	Env.50	Env.200
Oxydes		Al ₂ O ₃	FeO, Fe ₂ O ₃ , Fe ₃ O ₄
Point de fusion des oxydes	⁰ C	2046	1400, 1455, 1600
Point de fusion	⁰ C	658	1536

L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et à toutes les modalités de soudage. Au chauffage, il présente une aptitude au grossissement du grain qui altère la plasticité. Les applications de l'aluminium sont très limitées en raison de sa faible résistance mécanique.

On a souvent intérêt à l'utiliser sous forme d'alliages. L'amélioration des caractéristiques mécaniques et électriques par rapport à celles des propriétés de l'aluminium pur est liée au choix des éléments d'additions et des traitements thermomécaniques [6].

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche épaisse et adhérente d'oxyde Al_2O_3 (alumine), qui protège le métal. Par contre, ce film d'oxyde n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation: il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse de cet oxyde mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage [5].

I.3. Alliages de la série 6XXX.

L'alliage, dont il est question dans ce travail de thèse, est un alliage d'aluminium. Il s'agit d'un alliage très répandu de la série 6XXX. Ses éléments d'addition principaux sont le magnésium et le silicium.

Tableau I.2: Désignation numérique et phases principales des alliages à base d'aluminium [7].

Série	Désignation	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au mini.	Pas de phase
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al_2Cu - Al_2CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al_6Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	Pas de phase
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	Autres éléments	Pas de phase

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX sont très nombreux. Ils se différencient par leur teneur en magnésium (qui peut varier de 0,3 à 1,5 %) et leur teneur en silicium (de 0,3 à 1,4 %). Ils comportent également des éléments d'alliage secondaires comme le chrome, le manganèse,

le cuivre, le plomb, etc. qui jouent également un rôle dans les propriétés des alliages de cette série [7].

I.4. Influence des éléments d'addition.

a. Magnésium.

Le magnésium est la base du développement de la résistance et de la dureté lors des traitements thermiques des alliages Al-Si. Il est en général utilisé dans les alliages Al-Si plus complexes qui contiennent du cuivre, du nickel et d'autres éléments dont le but est également de durcir l'alliage. La phase de Mg_2Si qui durcit l'alliage montre une solubilité limite de 0,70 % de magnésium. Au-delà de cette limite, il n'y a pas davantage de durcissement et il peut même survenir un adoucissement de l'alliage. La composition de magnésium habituellement employée pour les alliages de la famille Al-Si varie de 0,070 à 0,40 %. D'un côté plus négatif, le magnésium contribue à accélérer l'oxydation de l'aluminium liquide et les précipités aux frontières des grains rendent l'alliage susceptible à la fissuration intergranulaire. Finalement, selon Morgan l'ajout de magnésium peut augmenter la microdureté de la matrice d'aluminium de 100 à 115 KHN (dureté Knoop).

b. Silicium.

L'effet le plus remarquable du silicium dans les alliages d'aluminium, c'est l'amélioration des caractéristiques de mise en forme (moulage). L'addition du silicium à l'aluminium pur augmente de beaucoup la fluidité, la résistance au craquage à chaud et les caractéristiques de l'écoulement du métal liquide. La composition la plus utilisée dans les alliages d'aluminium de fonderie est d'ailleurs celle de la famille Al-Si. Les alliages commerciaux hypo eutectiques et hypereutectiques ont une proportion de silicium qui peut varier jusqu'à environ 25 % en poids.

c. Fer.

Le fer accroît la résistance au craquage à chaud et réduit la tendance de l'alliage à se coller ou à se souder aux parois du moule. Or, l'augmentation de la proportion de fer est normalement accompagnée d'une réduction de la ductilité.

d. Cuivre.

Cet élément forme avec l'aluminium le $CuAl$ servant au durcissement des alliages. De plus, il contribue de plus à l'augmentation de la résistance mécanique, à la réduction du retrait lors de la coulée et à l'amélioration de l'usinabilité. Toutefois, il diminue généralement la résistance à

la corrosion. Les alliages contenant de 4 à 6 % de cuivre sont ceux qui répondent le plus fortement aux traitements thermiques [8].

I.5. 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.

Parmi celles-ci, citons ce qui suit :

I.5.1. Résistance à chaud.

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

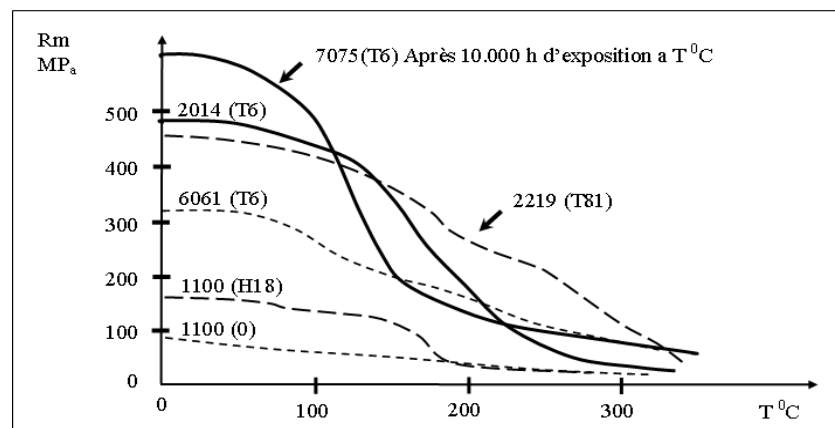


Figure I.2: La variation de la résistance à chaud en fonction de la température [9].

I.5.2. Résistance à basses températures.

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

I.5.3. 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.5.4. 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.

I.5.5. 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'érouissage $n = 0.2$ 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 [9].

I.6. 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) [10].

La température de cet eutectique appelé pseudo binaire est de $595\text{ }^{\circ}C$. 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 [11].

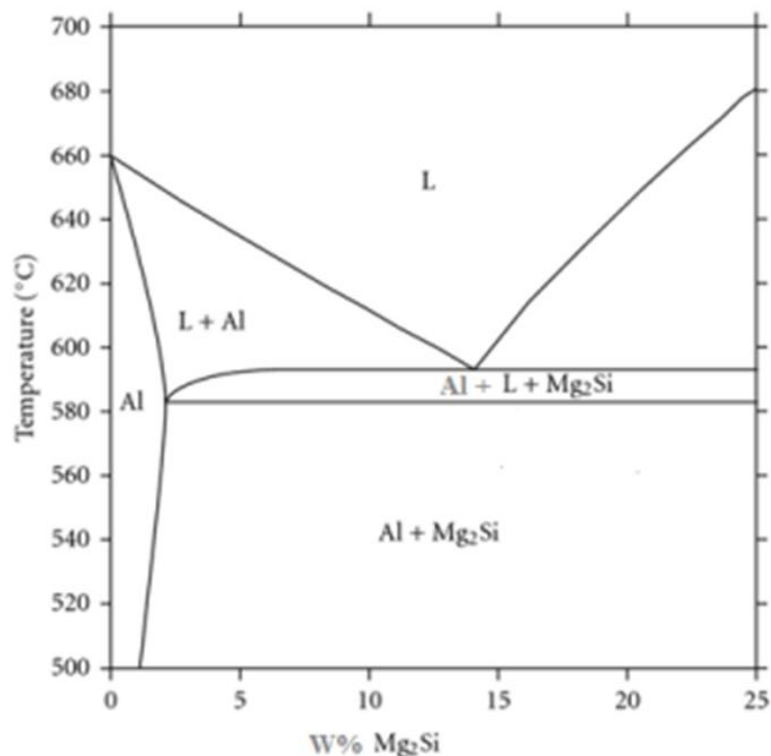


Figure I.3: Partie du diagramme d'équilibre Aluminium- Mg_2Si , coupe pseudo binaire [10].

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-Mg₂Al₃-Mg₂Si à une température de 450°C et Al-Si-Mg₂Si à 555 °C. La solubilité à l'état solide de la phase Mg₂Si 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 Mg₂Si non cohérent [9].

I.6.1. Alliages du type A-GS.

Ces alliages ont une teneur en magnésium (0.35-1%) supérieure à celle du silicium (0.25-0.8%). Il n'y a donc pratiquement pas d'excès de silicium par rapport à Mg₂Si. Les alliages représentatifs sont l'alliage 6060 qui peut être filé à de très grandes vitesses (140 m.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 ≤0.3).

I.6.2. Alliages du type A-SG.

Dans ces alliages, il y a une teneur en silicium supérieure à celle en magnésium, et le niveau de résistance mécanique est atteint grâce à Mg₂Si et à Si. Des additions de chrome, de manganèse peuvent améliorer la résistance à la rupture fragile. Les principaux alliages normalisés sont l'alliage 6005 A (A-SG 0.5), 6081 (A-SGM 0.3) ou 6082 (A-SGM 0.7) [12].

I.7. Traitements thermiques des matériaux.

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 et le vieillissement [13].

I.7.1. Vieillessement thermique.

Le terme de vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnement. 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 Tfusion par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [14].

a. Vieillissement 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 [15].

b. Vieillissement 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 [14].

I.7.2. Traitements thermiques des alliages d'aluminium.

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium peuvent être classés en trois groupes :

- les traitements d'homogénéisation;
- les traitements d'adoucissement;
- les traitements de durcissement structural.

a. Traitements d'homogénéisation.

Ce sont des traitements comportant un chauffage à des températures relativement élevées appliqués à certains produits bruts de fonderie et 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 principal but de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide

b. Traitements d'adoucissement.

Les traitements d'adoucissement ont pour but d'adoucir un métal ou un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. Dans le cas de l'écrouissage, ce sont les traitements de restauration ou des recuits de recristallisation.

- Le traitement de restauration est effectué à 200-300 °C pendant de 1 à 8 heures;
- Le traitement de recristallisation est effectué à 300-400 °C pendant de 0,5 à 3 heures.

c. Traitements de trempe structurale.

La trempe structurale des alliages d'aluminium a des buts et des effets totalement différents de la trempe martensitique des aciers. Le cycle thermique de ce traitement comprend :

- Le chauffage jusqu'à la température de dissolution totale ou partielle des phases intermétalliques en excès dans l'aluminium.
- Le maintien à cette température.
- Le refroidissement suffisamment rapide (hypertrempe) jusqu'à la température ambiante pour obtenir un solide sursaturé.
- Le maintien isotherme ultérieur qui conduit au durcissement de l'alliage. Celui-ci est réalisé, soit à la température ambiante (vieillissement naturel ou maturation), soit à une température supérieure (appelé vieillissement artificiel ou simplement vieillissement)[14].

I.8.Utilisation d'aluminium et de ses alliages.

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines que ce soit industriel ou dans l'usage quotidien : construction aéronautique, automobile, ferroviaire et navale (superstructures et équipements), dans le bâtiment (toitures, façade, aménagements intérieur), dans l'industrie électrique (câble et appareillage) pour la fabrication des appareils ménagers, emballage, la décoration.

L'aluminium est peu utilisé à l'état brut sauf miroiterie du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20Kg/mm²), d'où son utilisation sous forme d'alliages.

En effet l'addition contrôlé des éléments d'alliages tels que, le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc et le cobalt améliore les propriétés mécaniques [16].

Chapitre II: Cinétique de transformation des phases

II.1. Généralités sur les phénomènes de précipitation.

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 [17]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phase, 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 de l'alliage. 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 continue et la précipitation discontinue [18].

La précipitation peut être décrite par la succession de trois étapes : germination, croissance et coalescence. Pendant la germination, une augmentation du nombre de précipités a lieu du fait d'une sursaturation importante de la solution solide. Lorsque la barrière de germination devient élevée, la germination s'arrête et les précipités existants vont croître. Pendant cette étape de croissance, le rayon des particules formées lors de la germination augmente, alors que le nombre de précipités reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche de 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 dépens des plus petits : c'est la coalescence. Elle se traduit par une diminution du nombre de précipités [19].

II.2. Les types de précipitation.

On distingue en général deux grands types de précipitation.

II.2.1. La précipitation continue.

Au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue et homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue figure(II.1.a). Parfois, la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement. Elle est alors appelée précipitation hétérogène.

II.2.2. Précipitation discontinue.

La précipitation discontinue était une réaction inconnue. Ce type de précipitation est dite discontinue lorsqu'au cours de la transformation, on observe deux régions :

- ✓ Une où la transformation est complète.
- ✓ L'autre où la solution solide reste encore sursaturée.

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules. Lors de cette précipitation, le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes Figure II.1.b.

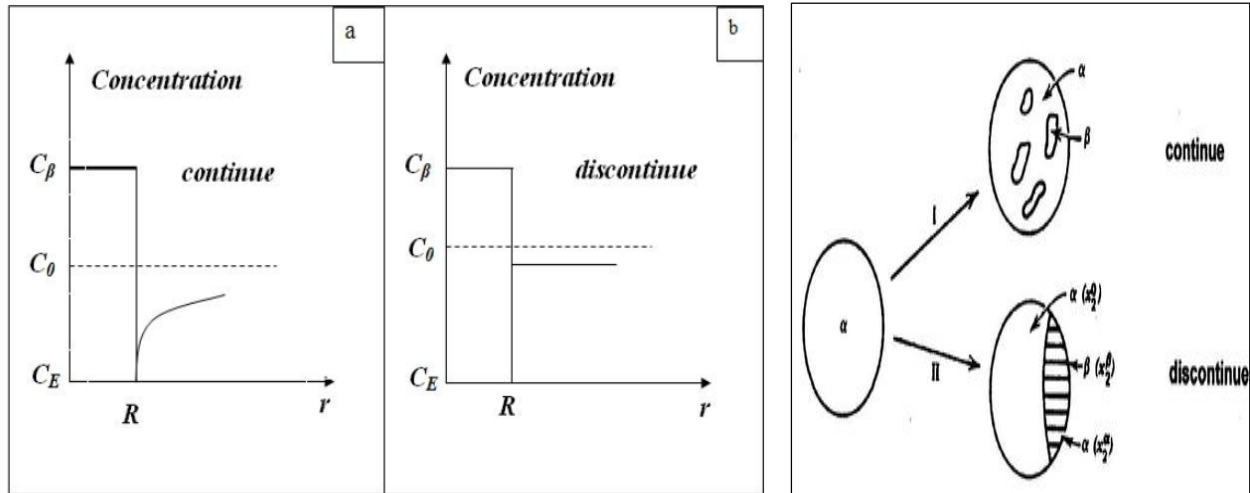


Figure II.1: Illustration schématique des deux types de précipitation [20].

II.3.L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température.

Les cinétiques globales, (l'évolution temporelle du volume de phase transformée) peuvent être obtenues par des méthodes expérimentales différentes (calorimétrie, dilatomètre,.....). Chaque mécanisme de transformation est caractérisé par une courbe. Les courbes trouvent leur explication dans le fait que les vitesses de germination et de croissance varient en fonction de la température en passant par un maximum Figure II.2.

A haute température, la vitesse de germination est faible par rapport à la vitesse de croissance. Un nombre réduit de germe apparaît et ces derniers croissent à une vitesse importante. Cela conduit généralement à une structure finale à gros grains.

Au contraire, à basse température, la vitesse de croissance est relativement faible par rapport à la vitesse de germination et la structure finale sera donc formée, dans ce cas, d'un nombre important de cristaux de petites tailles. Pour des températures intermédiaires, l'existence d'un compromis conduit à une vitesse globale de transformation maximale.

Ainsi, d'une manière générale, cette forme de compétition entre germination et croissance se trouve à l'origine des courbes en C. Dans la partie supérieure de ces courbes en C, la réaction est contrôlée par la faible vitesse de germination tandis que dans la partie inférieure, elle est liée à la faible vitesse de croissance [21].

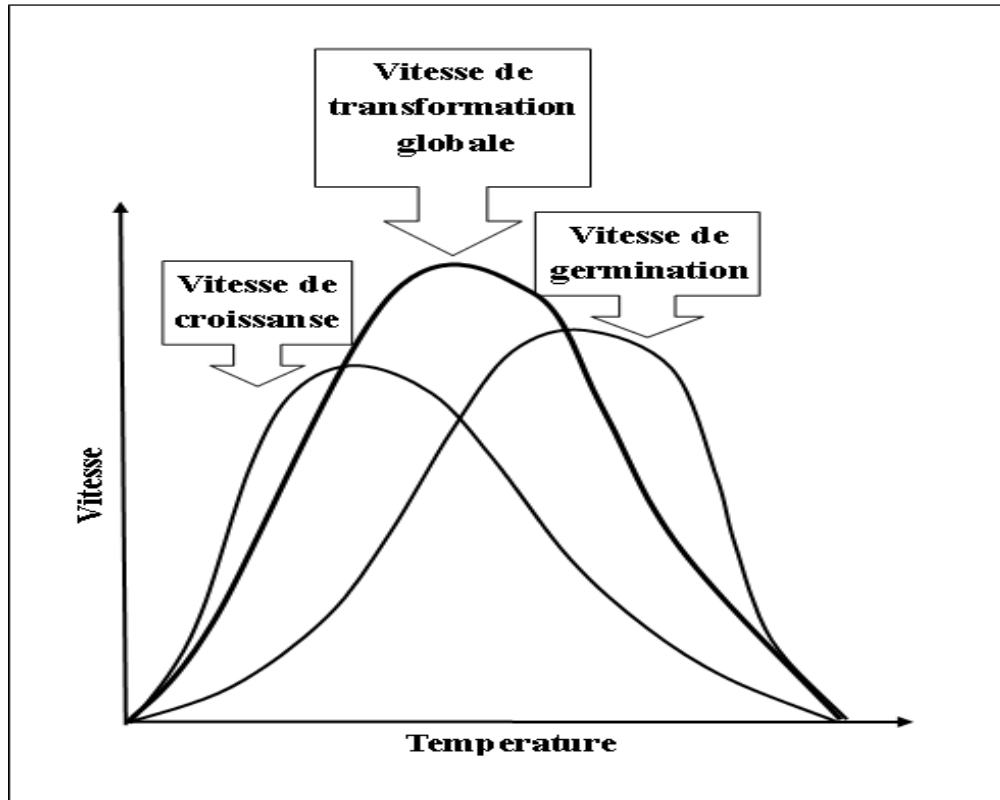


Figure II.2: Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température [21].

II.4.Mécanisme de précipitation.

II.4.1.La 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. La variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe s'écrit sous la forme suivante :

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s + \Delta G_d \dots\dots\dots \text{II.1}$$

Où:

ΔG_v : la variation d'enthalpie libre volumique.

ΔG_s : la variation d'enthalpie libre superficielle.

ΔG_d : la variation d'enthalpie de déformation.

Le terme ΔG_p est négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination (germe de très petite dimension).

Les deux autres termes de variations d'enthalpie libres sont étroitement liés aux dimensions du germe.

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.

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

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

Où θ est l'angle d'équilibre de tensions superficielles [22].

II.4.2. La 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 [23].

II.4.3. Coalescence.

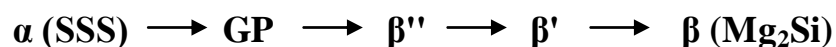
Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent aux dépens des plus petites particules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

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 [24].

II.5. La 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-reston (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.

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 d'aiguilles.

β' : phase métastable sous forme de bâtonnets.

β : Phase stable, Mg_2Si sous forme de plaquettes [25].

II.6. Les phases précipitées.

II.6.1. Les 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.

II.6.2. La 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).

II.6.3. La 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).

II.6.4. La 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 [26].

II.7. Théorie générale des cinétiques.

La cinétique de transformation (précipitation et dissolution des précipités) est toujours reliée aux concepts des énergies d'activation et de l'ordre de réaction. Des études des processus de précipitation sont associées aux processus de germination et de croissance qui dominent dans les alliages sursaturés. En général, des énergies d'activation séparées doivent être identifiées à chaque étape de germination et de croissance dans une transformation, bien qu'elles aient été habituellement combinées en une énergie d'activation représentative du processus global de précipitation [27].

Généralement, l'étude de la précipitation dans les solutions sursaturées au cours du chauffage est par l'analyse calorimétrique différentielle. Dans cette méthode (anisotherme), l'échantillon est chauffé avec différentes vitesses de chauffage et l'évolution du flux de la chaleur en fonction de la température est ainsi enregistrée. Le degré de transformation f ($0 \leq f \leq 1$) peut être calculé à partir de telles données. La fraction transformée α qui détermine le degré de transformation dépend du temps ou de température d'une manière indirecte. Cette dernière peut être donnée par l'expression (II.3):

$$f = F(\alpha) \dots \dots \dots \text{II.3}$$

alors que :

$$\alpha = \int f(\alpha) k(T) dt \dots \dots \dots \text{II.4}$$

II.7.1. Équation d'Arrhenius.

La manière générale de traiter la complexité des réactions thermiquement activées est que le taux de transformation pendant une réaction soit le produit de deux fonctions, l'une dépendant seulement de la température T et l'autre dépendant seulement de la fraction transformée α [28] :

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha) k(t) \dots \dots \dots \text{II.5}$$

Expérimentalement, on voit que la vitesse des réactions augmente généralement avec la température. la dépendance de la vitesse vis-à-vis de la température se trouve dans l'expression de k selon la loi d'Arrhenius:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \dots \dots \dots \text{II.6}$$

Avec,

E : Energie d'activation de la réaction.

R : Constante des gaz.

k₀ : Facteur pré exponentiel [29].

II.7.2.Détermination de l'énergie d'activation.

Pour l'analyse d'une réaction thermiquement activée, utilisant l'approche décrite par les équations (II.5) et (II.6), nous devons obtenir le triplet cinétique : E, k₀, et la fonction f(α). En effet, généralement f(α) n'est pas connue au début de l'analyse, et le facteur pré-exponentiel, k₀, peut être ajusté d'une manière relativement facile, mais après que les deux autres éléments du triplet soient déterminés. En général, l'analyse est commencée après l'obtention de la valeur de l'énergie d'activation, E, de la réaction. La combinaison de la valeur de E est une courbe simple de transformation fournit essentiellement la solution de la détermination du triplet cinétique, et détermine ainsi la cinétique de la réaction dans le cadre simplifié fourni par les équations (II.4) et (II.5). De là, il sera clair que la détermination de l'énergie d'activation soit l'étape cruciale dans analyse [30].

II.7.3.Méthode de Boswell.

Dans le cas de la méthode de "Boswell" s = 1 et A = 1. Cette Méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln \frac{\alpha}{T_p} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_2 \quad \dots\dots\dots \text{II.7}$$

Et elle est aussi basée sur l'évolution de la température T_p du pic exothermique et ou endothermique en fonction de la vitesse V de chauffage ; donc la courbe du ln (V/T_p) contre 1/T_p rapporte une ligne droite approximative avec une pente de (-E_a/R) [31].

La fraction α transformée à n'importe quelle température T est égale à :

$$\alpha = \frac{S_T}{S} \quad \dots\dots\dots \text{II.8}$$

où : S est la surface totale des pics exothermiques (ou endothermiques) entre la température T_i (début du pic c-à-d début de la transformation) et la température T_f (fin du pic c-à-d fin de la transformation), S_T est la surface partielle des pics exothermiques (ou endothermiques) entre la température T_i et T [31].

Chapitre III: Choix de matériaux et techniques expérimentales

III.1.Choix du matériau.

Dans le cadre de ce travail, cet alliage à base d'aluminium Al-Mg-Si (*série 6xxx*), ont fait l'objet de notre étude. Utilisé dans l'industrie de câble à l'entreprise (ENICAB) Biskra. Ces alliages sont destinés principalement pour l'industrie automobile et aéronautique et pour d'autres applications demandant une bonne résistance mécanique et coulabilité. La composition chimique de cet alliage est donnée dans le tableau suivant:

Tableau III.1: La composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si [23].

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

III.2.Traitements thermiques appliqués.

Pour provoquer le processus de la précipitation de la solution solide sursaturée, les alliages ont subi différents traitements thermiques.

- Les alliages sont homogénéisés à la température 550°C pendant 30 min.
- Tous les traitements thermiques des échantillons sont faits toujours après homogénéisation, suivis d'une trempe dans l'eau.
- Vieillessement artificiel à différentes températures 100,200 et 300°C pendant les différentes durées suivantes : 30min, 1h.

III.3.Préparation des échantillons.

Pour les observations au microscope optique, les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs de granulométries décroissante 180 , 320 , 600, 800, 1000, 1200, en suite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par le réactif suivant: HF 58 % pendant 10 s.

III.4.Méthodes et techniques expérimentales utilisées.

Les différentes procédures expérimentales utilisées dans cette étude sont :

III.4.1. Microscopie optique (MO).

L'étude métallographique donne une idée sur la microstructure de l'échantillon étudié. La microstructure peut être modifiée par les traitements thermiques et chimiques que subit le métal indépendamment des transformations physico-chimiques qui peuvent résulter de ces traitements. Pour faire l'étude métallographique des échantillons, nous avons utilisé dans ce travail un microscope métallographique de marque Olympus, contenant 4 objectifs x10, x20, x50, x125.



Figure III.1: Le microscope optique de marque Olympus

Le microscope optique sert à observer les échantillons la taille et forme des grains,..., ainsi que l'évolution microstructurale des échantillons ayant subit des traitements thermique.

III.4.2. Analyse micro-dureté Vickers (Hv) [23].

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.

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

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 cliquer sur le bouton de HV de l'appareil, où bien à l'aide de la formule suivante :

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

Où :

P : charge appliquée.

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



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

III.4.3. Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

La calorimétrie différentielle est devenue un outil très largement utilisé pour l'étude des cinétiques de transformation des phases en conditions non-isothermes. Sa mise en œuvre est facile et ne demande qu'une faible masse de l'échantillon. La DSC est utilisée pour une analyse rapide et quantitative d'une évolution microstructurale et peut déterminer les stades de précipitation et/ ou recristallisation développée pour différents alliages. Les fractions volumiques de phases sont proportionnelles au changement d'enthalpie ; ces dernières sont données par les mesures des aires de chaque pic.

Cette technique représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités dans les alliages et peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation. Elle permet de mesurer la différence de flux thermique (déséquilibre thermique instantané) 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. 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. Le logiciel associé à l'appareillage peut nous fournir la température de chaque pic et le résultat de calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme, qui correspond en principe à la quantité de phase précipitée ou dissoute[32].

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 chauffage variant entre 20 °C/min et 30 °C/min. et 40 °C/min.

Chapitre IV: résultats et Interprétations

V.1. Etude métallographique par microscopie optique.

L'observation métallographique, des échantillons étudiés à l'état de réception (état brut) et aux traitements thermiques (vieillessement), permet d'avoir principalement une idée sur la microstructure de l'alliage Al-Mg-Si aux différentes températures et temps de maintien.

IV.1.1. Etat brut.

La figure IV.1 représente la microstructure de l'alliage (Al-0.652 %), (Mg -0.595 %). Si à l'état brut.

Cette figure illustre des particules qui ont des formes et tailles différentes et qui sont distribuées aléatoirement. Ces particules sont formées durant l'élaboration des alliages étudiés

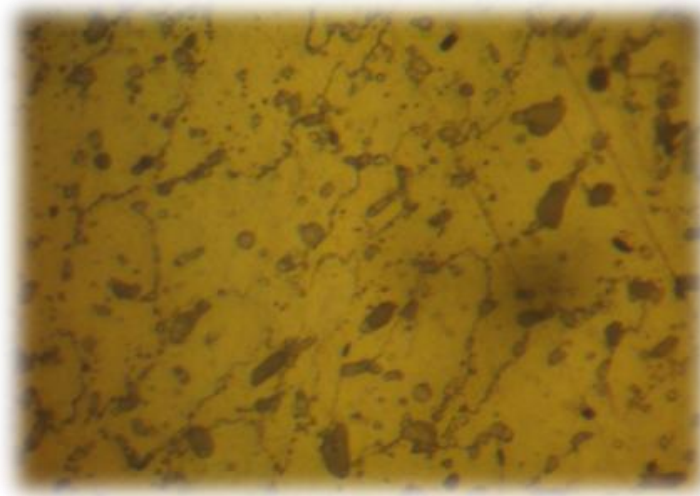


Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage (Al-0.652 %), (Mg -0.595 %) si à l'état brut.

IV.1.2. Traitement thermique.

La figure IV.2 représente la microstructure de l'alliage (Al-0.652 %), (Mg -0.595 %) si à homogénéisé à 550°C pendant 30 min et trempé à l'eau froide puis vieilli à 100°C et 200°C et 300°C pendant 30min. Nous pouvons observer, une nouvelle microstructure qui est due à la formation de une nouvelle phase β formés lors de vieillissement artificiel à 100 et 200 et 300°C, ces particules apparaître à l'intérieure des grains et des joints des grains. On peut remarquer aussi que la quantité de ces particules augmente avec l'augmentation de la température et de le temps de vieillissement (figure IV.2 ,3 et 4).

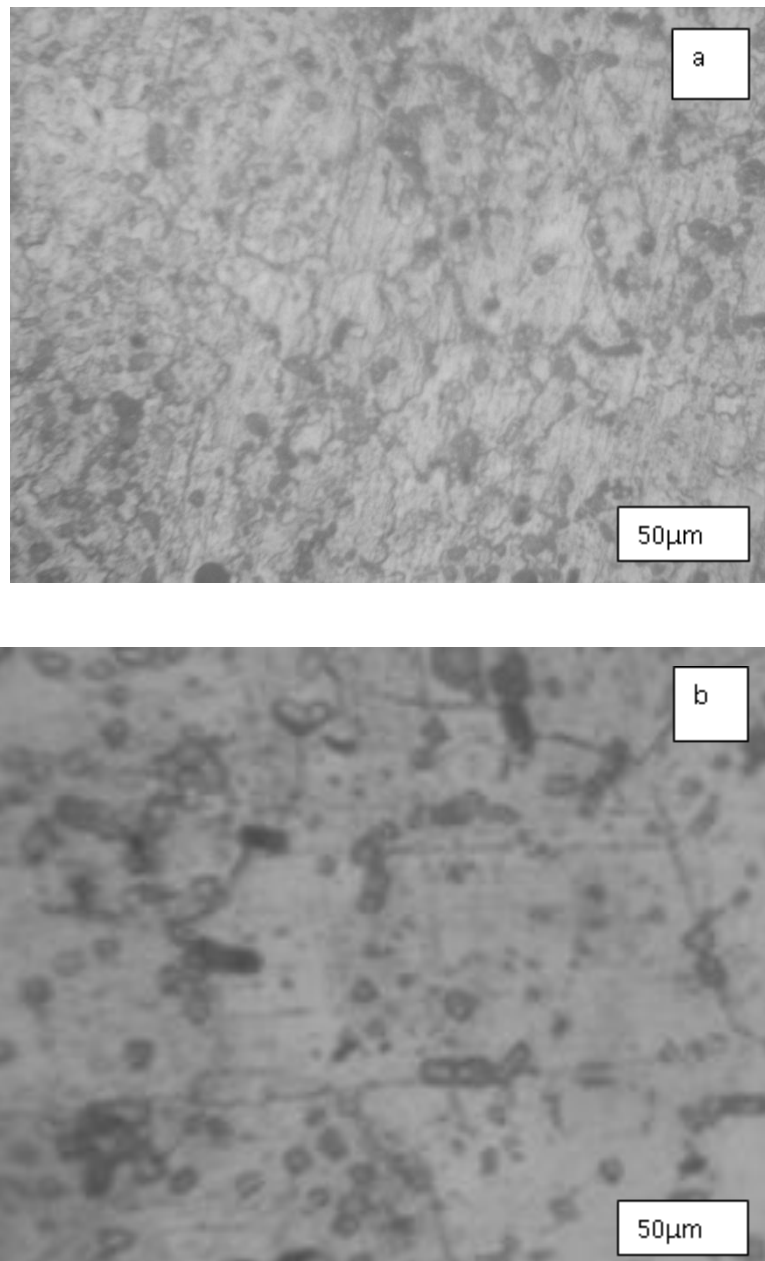


Figure IV.2 : la microstructure de l'alliage (Al-0.652 % at), (Mg -0.595 % at). Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 100°C.

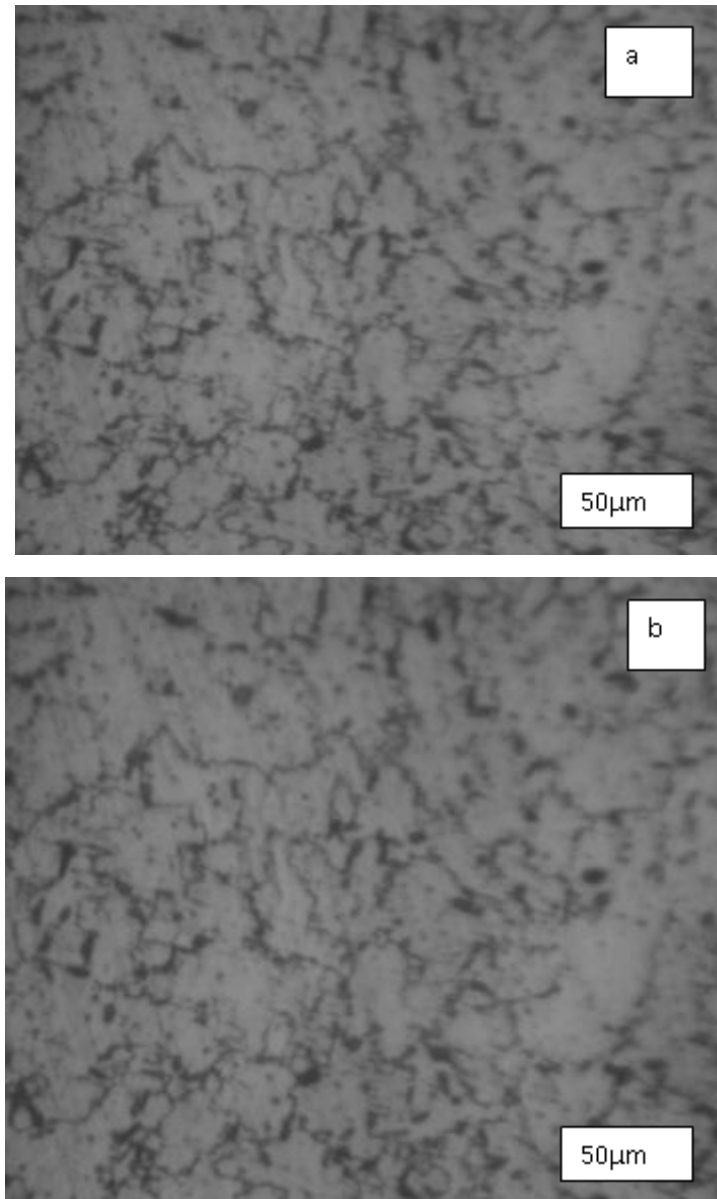


Figure IV.3 : la microstructure de l'alliage (Al-0.652 % at), (Mg -0.595 % at). Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 200°C.

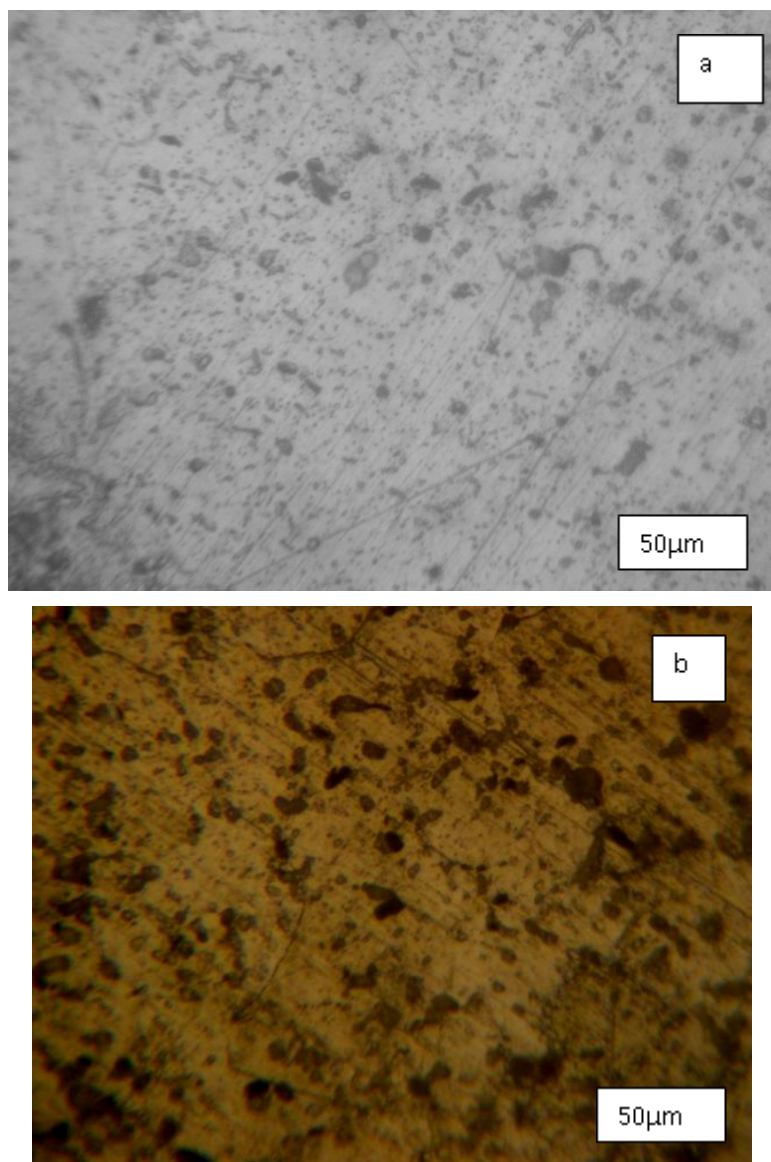


Figure IV.4 : la microstructure de l'alliage (Al-0.652 % at), (Mg -0.595 % at). Si à homogénéisé à 550°C pendant a) 30 min et b) 1 h ; trempé à l'eau froide puis vieilli à 300°C.

IV.2. Analyse micro-dureté Vickers.

IV.2.1. Effet de température sur la micro-dureté de l'alliage

La figure IV.5 représente la variation de la micro-dureté des échantillons lors du vieillissement artificiel à 100, 200 et 300°C pendant 30 min et 1h. Nous avons remarqué que les valeurs de la micro-dureté diminuent avec l'augmentation de la température au temps de maintien de 30 min, par contre à $t = 1h$ on remarque qu'à $T = 200^\circ C$ la microdureté a la valeur maximale c'est d'après la formation de la phase durcissant β .

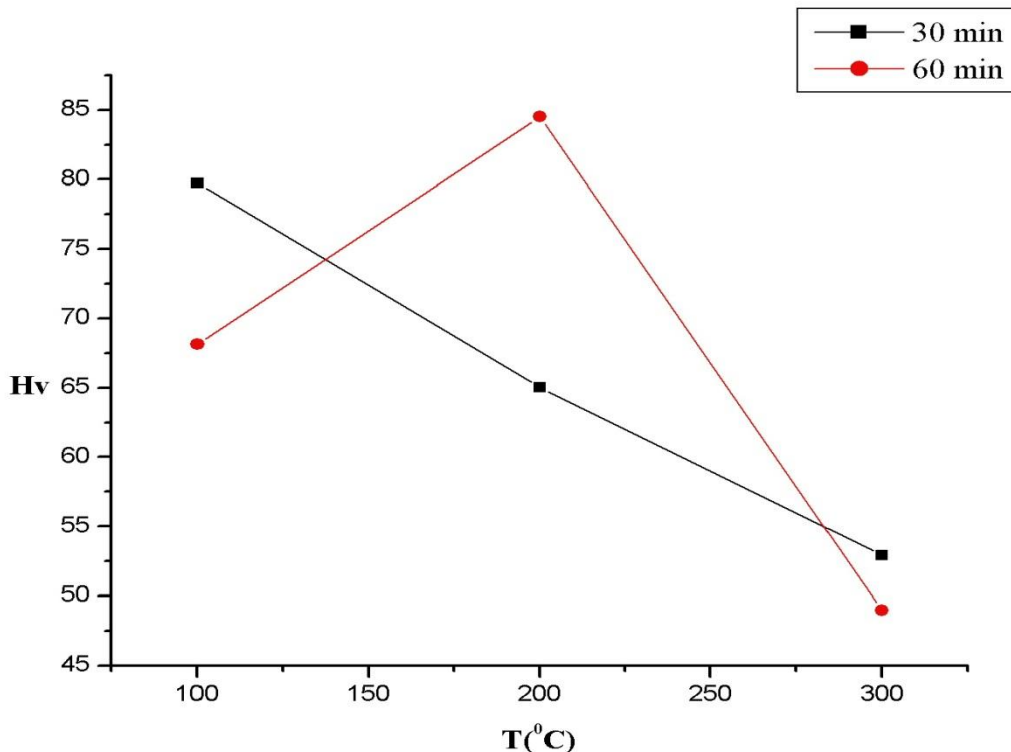


Figure VI.5 : Variation de micro-dureté d'échantillon lors du vieillissement artificiel à 100, 200 et 300°C pendant 30 min et 1h.

IV.3. Analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) permet de détecter les réactions exothermiques et endothermiques qui se produisent lors des changements d'état des alliages étudiés après un traitement d'homogénéisation pendant 30 min à la température 550°C suivi de la trempe à l'eau froide.

Le cycle thermique appliqué dans les essais de DSC est constitué d'une montée en températures à

partir de l'ambiante avec plusieurs vitesses (qui varient entre 20°C/min et 30°C/min et 40°C/min), jusqu'à une température de 550 °C.

La figure IV.6 montre qu'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 90 °C, est attribué à la formation de zones G.P. Le pic exothermique (C), situé à la température 261°C est attribué à la formation de la phase β'' . Le pic (E) situé aux environs de 315°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 (237, 292, 381 et 491°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:

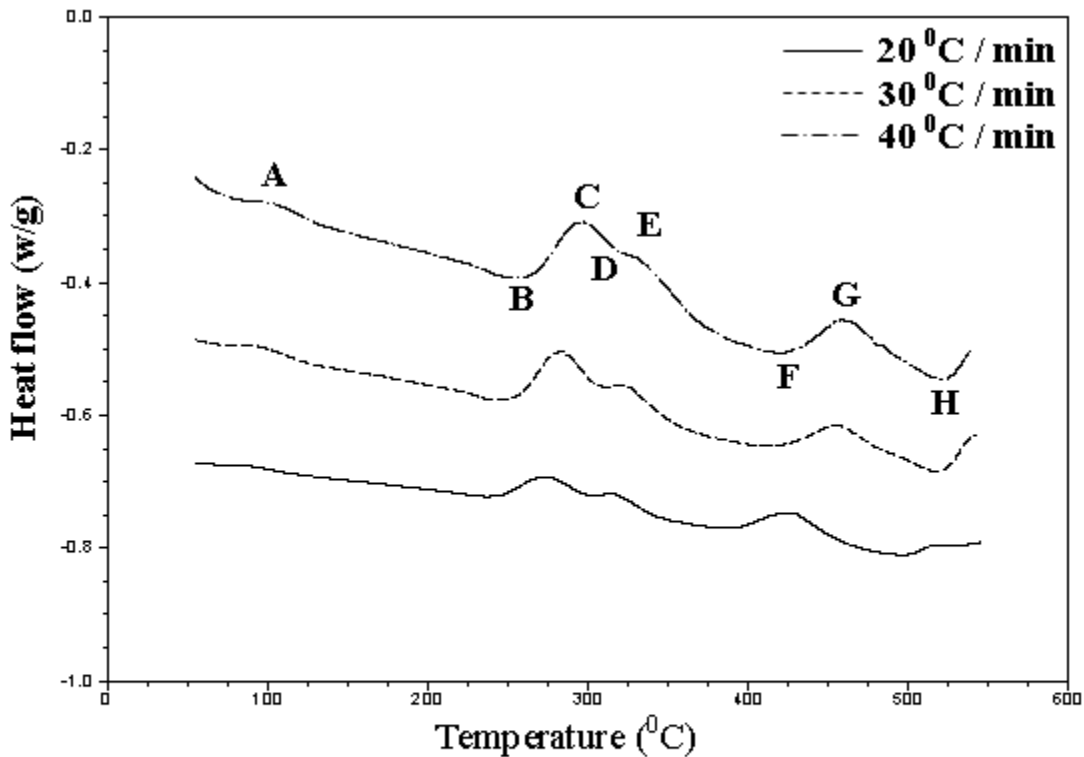


Figure IV.6 : Courbes de DSC de l'alliage (Al -0.693%), (Mg -0.595%). Si homogénéisés à 550°C pendant 6 h, puis trempé à l'eau, puis chauffés à vitesse de chauffage 20°C/min et 30°C/min et 40°C/min

IV.4. Cinétique de transformation.

L'étude de la cinétique de précipitation des phases nécessitent la connaissance des paramètres cinétiques à savoir l'énergie d'activation du processus de précipitation. Différentes méthodes ont été appliquées pour évaluer les énergies d'activation efficaces pour la précipitation et la dissolution. Parmi ces méthodes, nous avons utilisé deux méthodes de calcul (méthode de Boswell) pour déduire l'énergie d'activation du processus de transformation.

IV.4.1. Détermination de l'énergie d'activation.

IV.4.1.1. La méthode de Boswell :

La méthode de Boswell est aussi basée sur l'évolution de la température T_p du pic de précipitation en fonction de la vitesse V de chauffage. Cette Méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\alpha}{T_p}\right) = -\frac{E_\alpha}{RT_p} + \text{constante}$$

La courbe $\ln(V/T_p) = f(1/T_p)$ donne donc une ligne droite avec une pente égale à $(-E_a/R)$.

IV.4.1.2. Calcul de l'énergie d'activation des échantillons trempés puis chauffés.

Les figure (IV.7 et 8) représentent Y en fonction $1000/T$ (pour les pics dus à la précipitation et dissolution de zone GP, β'' , β' et β : $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell), qui est une droite dont la pente permet de déduire l'énergie d'activation.

Les tableaux IV.1 et 3 présentent les températures maximales pour les différents pics de formation et de dissolution respectivement .

D'après le tableau 2, les énergies d'activation sont respectivement : 69.959 KJ /mole, 45.3135 KJ/mol, 148.006 KJ/mol et 68.784KJ/mol pour la réaction de précipitation de la phase : zones GP, β'' , β' et β . Ces valeurs obtenues montrent que la valeur de l'énergie d'activation de la phase β'' est minimale et maximale pour la phase β' .

Tableau VI.1: Les températures maximales pour les différents pics de transformation.

Phase V	GP	β''	β'	β
20°C/min	90 ⁰ C	261 ⁰ C	315 ⁰ C	425 ⁰ C
30°C/min	94 ⁰ C	281 ⁰ C	323 ⁰ C	454 ⁰ C
40°C/min	100 ⁰ C	295 ⁰ C	330 ⁰ C	460 ⁰ C

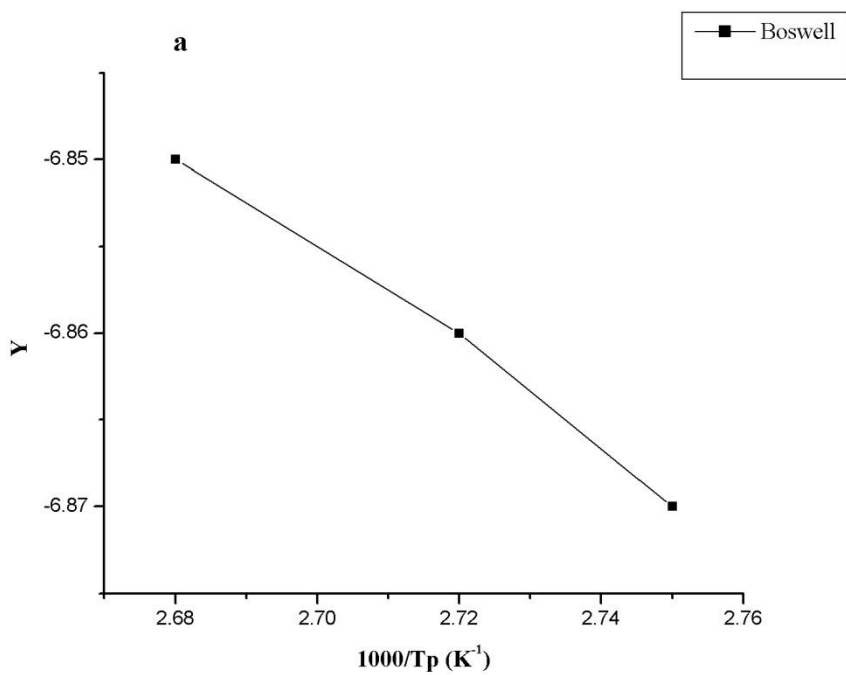


Figure IV.7.a: Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la précipitation de zone GP: $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).

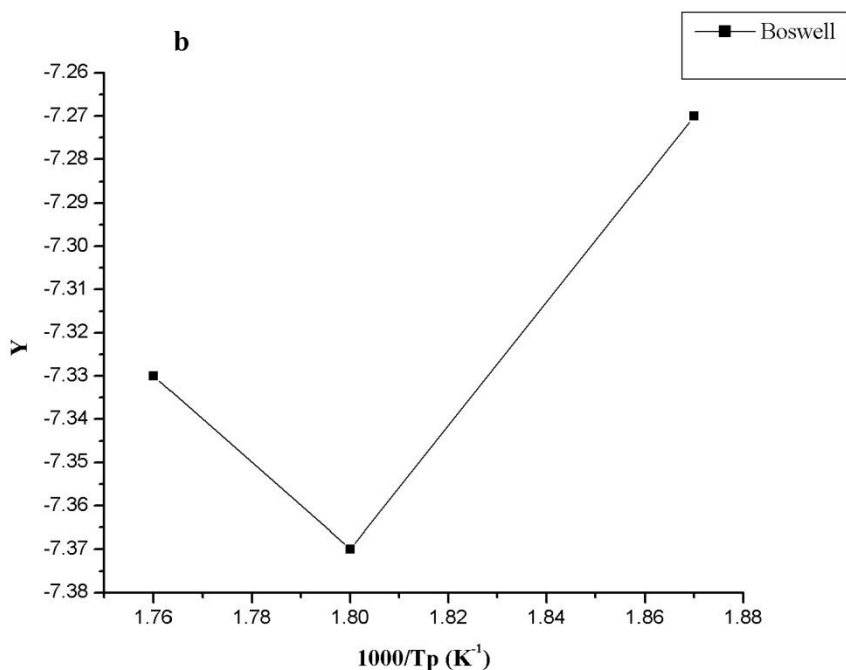


Figure IV.7.b: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone β'' :

$$Y = \ln(\alpha/T_p) \text{ (méthode de Boswell).}$$

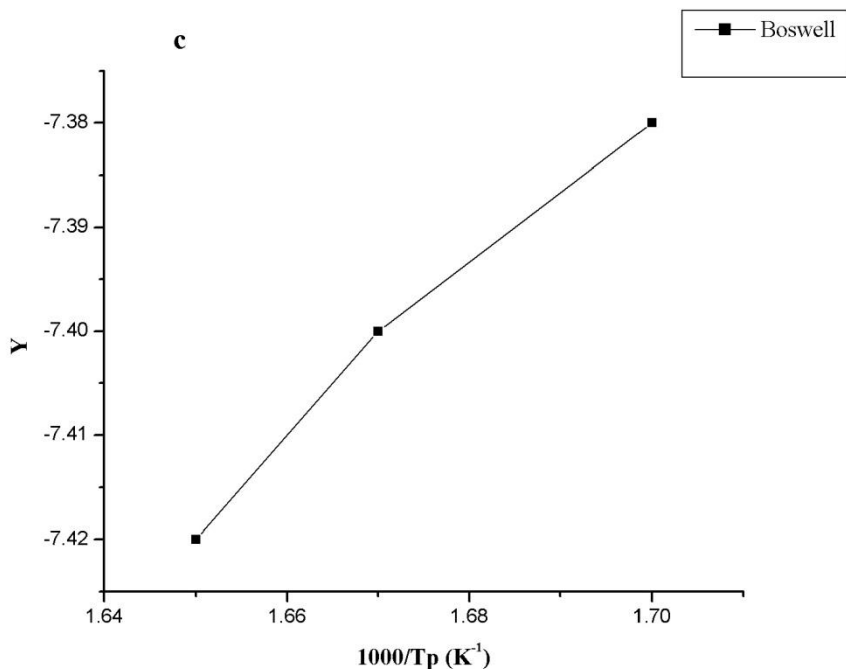


Figure IV.7.c: Courbes Y en fonction 1000/T pour les pics dus à la précipitation de zone β' :

$$Y = \ln(\alpha/T_p) \text{ (méthode de Boswell).}$$

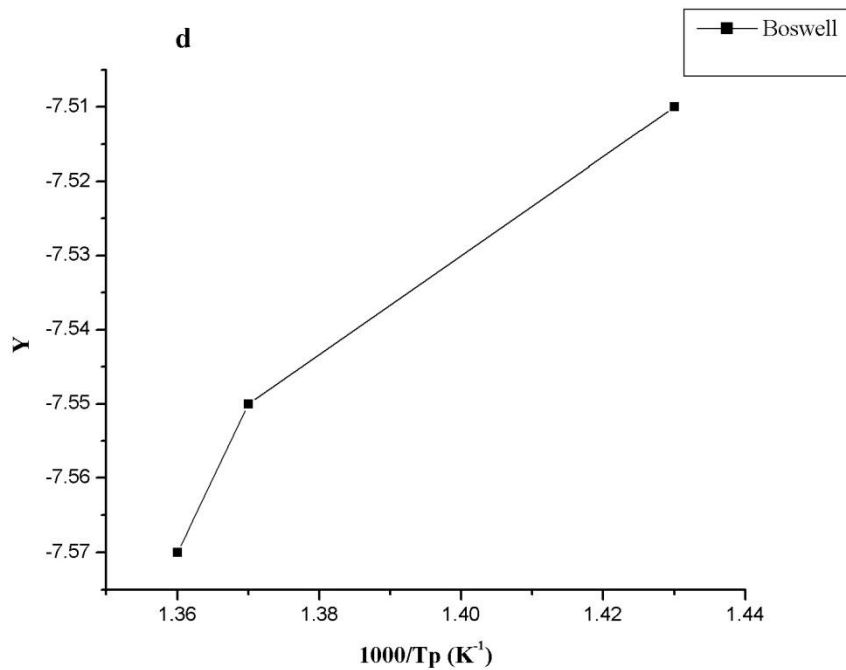


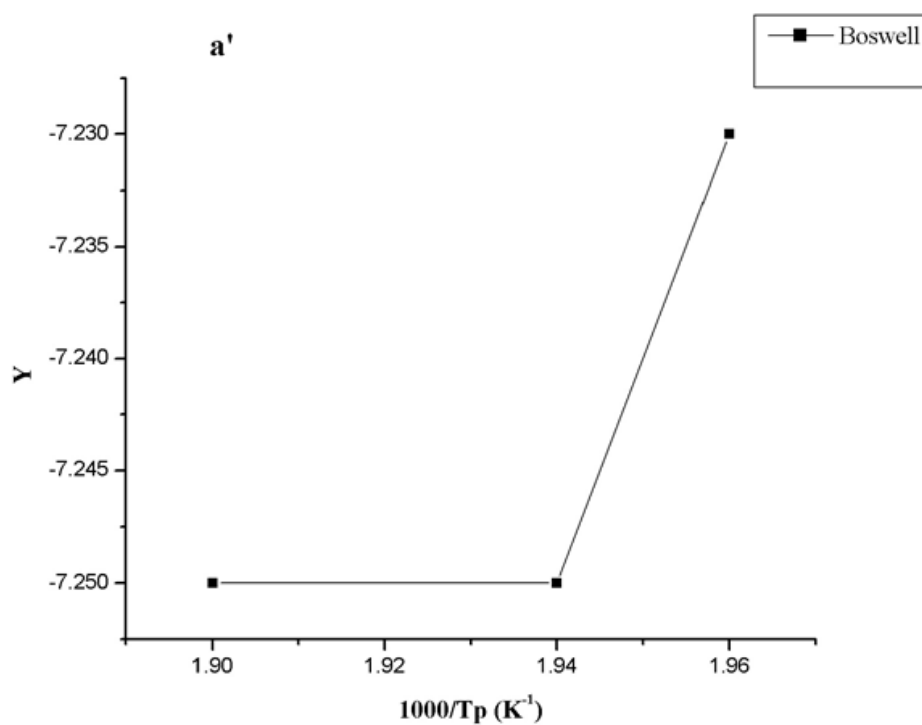
Figure IV.7.d: Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la précipitation de zone β :
 $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell)

Tableau VI.2: Energie d'activation E_a (kJ/mol) de précipitation par différentes pics.

Phase \ Méthode	Boswell
GP	69.959
β''	46.135
β'	148.006
β	68.784

Tableau VI.3: Les températures maximales pour les différents pics de dissolution.

Phase \ V	GP	β''	β'	β
20°C/min	237°C	292°C	381°C	491°C
30°C/min	241°C	304°C	416°C	516°C
40°C/min	252°C	318°C	419°C	519°C

**Figure IV.8. a':** Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la dissolution de zone GP: $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).

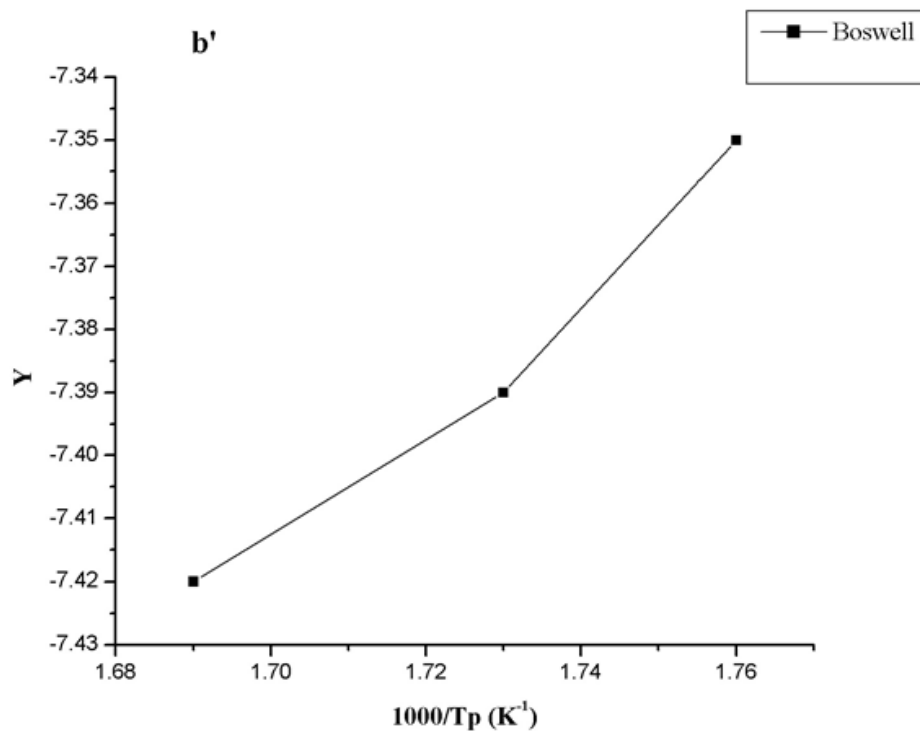


Figure IV.8. b': Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la dissolution de zone β'' :

$$Y = \ln(\alpha/T_p) \text{ (méthode de Boswell).}$$

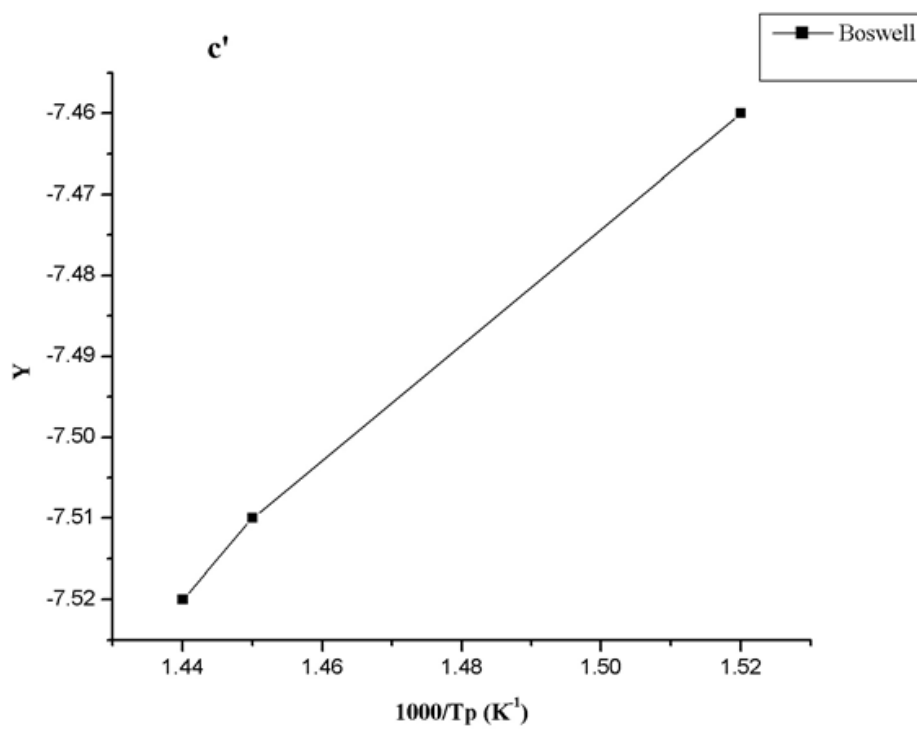


Figure IV.8. c': Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la dissolution de zone β' :

$$Y = \ln(\alpha/T_p) \text{ (méthode de Boswell).}$$

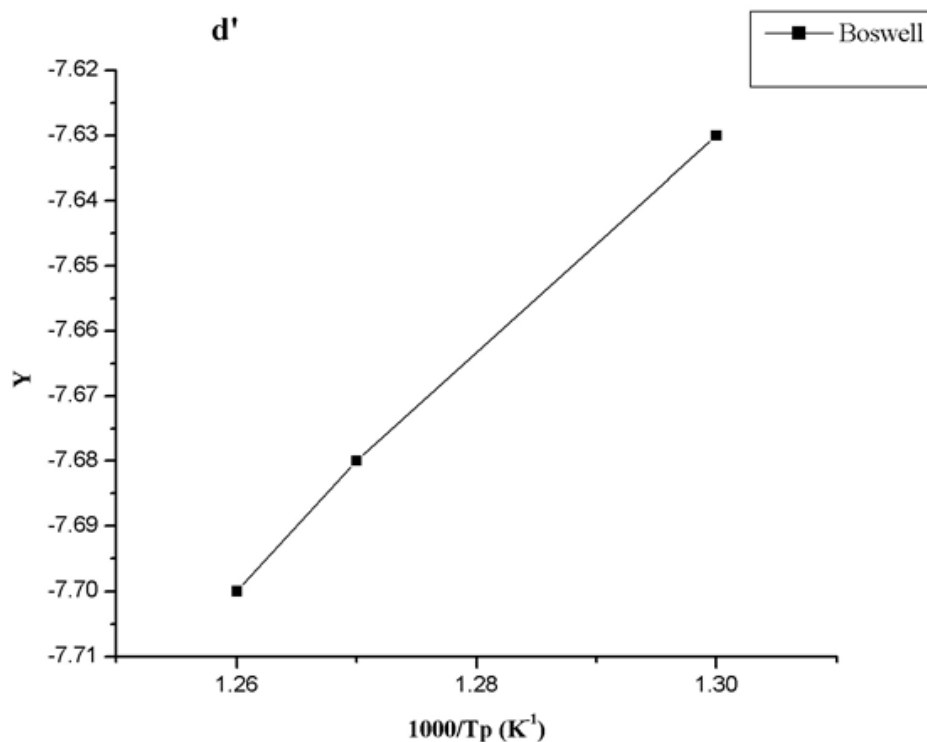


Figure IV.8. d': Courbes Y en fonction $1000/T$ pour les pics dus à la dissolution de zone β :
 $Y = \ln(\alpha/T_p)$ (méthode de Boswell).

Tableau VI.4: Energie d'activation E_a (kJ/mol) de dissolution par différentes pics.

Méthode	Boswell
Phase	
GP	31.17
β''	35.57
β'	42.05
β	49.76

Conclusion générale

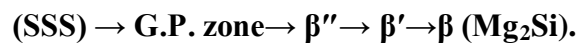
Conclusion générale

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif essentiel l'étude de traitements thermiques sur la cinétique de précipitation et dissolution et aussi d'étudier les réactions et la séquence de transformations de phases dans l'alliage Al-0.652 % at. Mg -0.595 %at.

Pour aboutir à nos objectifs, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentiellement, le microscope optique, les mesures de la micro dureté, 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.
- ✓ L'analyse calorimétrique différentielle nous a permis d'identifier la séquence de précipitation de l'alliage étudié lors d'un vieillissement artificiel :



❖ Le calcul de l'énergie d'activation montre que :

- ✓ La formation de la phase β'' est la plus rapide par contre la formation de la phase β' est la plus lente dans l'alliage Al-Mg-Si.
- ✓ La dissolution des précipités lors un vieillissement artificiel est rapide par rapport leurs formation lorsque le processus de précipitation est thermiquement activé.

Liste des références

Liste de références

- [1] A. Haddouche, Mémoire de master. Université de Biskra, (2014).
- [2] G. Murry, Aide mémoire métallurgie, 2^e édition, Dunod, (Paris 2004, 2010), p 202.
- [3] G. Murry, R. L'évêque, Aide-mémoire métallurgie, 3^e édition, Dunod, (Paris 2004, 2010,2015), p 12.
- [4] D. Albert, M. Bonin, G. Gardès, D. Robert, C. Vargel, Matériaux métalliques; Michel Colombié et coll. 2^e édition, Dunod, (Paris 2001,2008), p348.
- [5] Y. Aouabdia, Thèse de Doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2014).
- [6] F. Serradj, Thèse de Doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2014).
- [7] D. Maisonnette, thèse de doctorat, l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2010).
- [8] D.Laadjl, Mémoire de master. Université d'Annaba, (2018).
- [9] S.Mecheri, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2007).
- [10] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang and B. L. Zhou, materials sciences and technology 17 p 494-497(2001).
- [11] K.Djabri, Mémoire de master. Université de Tébessa, (2016).
- [12] S.Hamzaoui, Mémoire de master. Université d'Oum El Bouaghi, (2012).
- [13] Y.Aouabida, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2007).
- [14] M. Durpeux, Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, Paris 2004, pp 105-148.
- [15] H. Farh, Thèse de Doctorat, Université d'Oum El Bouaghi, Algérie, (2012).
- [16] F. Lemmadi, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, Algérie, (2014).
- [17] W.F.Miao, D.E.Laughlin, Journal of Materials Science Letters., vol.19, 2000, pp. 201-203.
- [18] S.Bensaada, Thèse d'état, université El-Hadj Lakhdar, Batna, (2005).
- [19] H.Filali, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2012).
- [20] A.Chahdane, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2012).
- [21] K.Boulemzaoud, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2012).
- [22] A.Meghazi, Mémoire de master. Université de Biskra, (2015).
- [23] Z.Zouaid, Mémoire de master. Université de Biskra, (2017).
- [24] D.Far, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2012).
- [25] M. Bayarassou, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, Algérie, (2018).

- [26] S. Yahi, Mémoire de master. Université d'Oum El Bouaghi, Algérie, (2012).
- [27] M. Chami, Mémoire de master. Université de M'sila, Algérie, (2013).
- [28] I. Hamdi, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, Algérie, (2014).
- [29] M.Benamira, Cours de cinétique de chimique, Université de Pierre et Marie Curie Paris France.
- [30] A.Ayadi, Mémoire de magister. Université de Constantine, (2006).
- [31] M. Fatmi, Z. Boumerzoug, Physica B 405 (2010) 4111–4115.
- [32] C. Amrane, Thèse de Doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2018).

Résumé

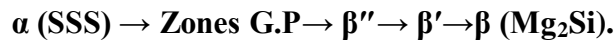
Dans ce travail, nous avons étudié l'alliage Al-Mg-Si de la série 6000, qui a un grand intérêt vu leur utilisation privilégiée dans l'industrie.

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet du vieillissement artificiel sur la transformation des phases dans l'alliage et la cinétique de transformation des phases par de paramètre descriptif (E)

L'analyse par microscope optique montre l'existence de la phase β stable, et l'augmentation de la température augment 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 diminuées avec l'augmentation de temps de maintien. Et la phase β'' est durcissante.

L'analyse calorimétrique différentielle nous a permis d'identifier la séquence de précipitation de l'alliage étudié lors d'un vieillissement artificiel :



Mots clés : Al-Mg-Si, précipitation, dissolution, énergie d'activation, β stable, vieillissement artificiel.

Abstract

In this work, we have undertaken the studied on an Al-Mg-Si alloy of 6000 series. These alloys arouse great interest for their privilege use in the industry.

In this work, we studied the effect of artificial aging on the phase transformation in alloys and kinetics of phase transformation by descriptive parameter (E)

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 the aging time. And β'' has the biggest value of Hv.

Differential calorimetric analysis allowed us to identify the sequence of precipitation of the alloy studied during an artificial Aging $\alpha \text{ (SSS)} \rightarrow \text{G.P. zones} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta \text{ (Mg}_2\text{Si)}$

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

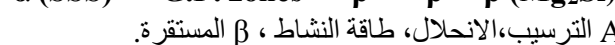
ملخص

درسنا في اطار هذا العمل سبيكة الالمنيوم -المغنيزيوم -السليسيوم و التي تنتمي لفصيلة 6000. للعلم فإن لهذه السبيكة فائدة كبيرة في مجال الصناعة.

في هذا العمل، قمنا بدراسة تأثير التعتيق الاصطناعي في مرحلة التحول لطور في السبائك وحركية تحول الطور بواسطة المعلمة الوصفية (E).

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 انخفضت مع زيادة زمن التعتيق و أعلى قيمة للصلادة كانت عند تشكل β'' . كما سمحت لنا نتائج التحليل بالتفاضل الحراري بتحديد تسلسل الترسيب الذي تمت دراسته خلال التعتيق الاصطناعي:



الكلمات المفتاحية: Al-Mg-Si، الترسيب، الانحلال، طاقة النشاط، β المستقرة.