

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Khider- Biskra

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département :Génie Mécanique

Ref :.....



جامعة محمد خيضر بiskra

كلية العلوم و التكنولوجيا

قسم:الهندسة الميكانيكية

المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention
du diplôme de
Doctorat en science en : : Génie Mécanique
Option: Métallurgie

**Caractérisations des alliages à base
d'aluminiumet étude de l'effet des
traitements thermiques sur la microstructure
et la taille des grains**

Présentée par :

Fatima Zohra LEMMADI

Soutenu publiquement le : 03/12/2014...

Devant le jury composé de :

Mr. Zakaria	Boumerzoug	Professeur	Président	Univ. Biskra
Mr. Abdelouahad	Chala	Professeur	Rapporteur	Univ. Biskra
Mr. Mohamed Salah	Aida	Professeur	Examineur	Univ. Constantine 1
Mr. Merzoug	Boucheur	Professeur	Examineur	Univ. Constantine 1
Mr. Boubakeur	Benhaoua	Professeur	Examineur	Univ. El Oued
Mr. Mosbah	Zidani	MC-A	Examineur	Univ. Biskra

Remerciements

Je remercie Dieu, le tout Puissant, pour tout.

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Métallurgie et physique de la Faculté des Sciences et sciences de technologie de l'Université –Biskra

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à monsieur le professeur **CHALA Abdelouhed**, mon directeur de thèse, et vice recteur d'université de Biskra pour la confiance qu'il m'a témoignée en m'acceptant comme doctorante dans son laboratoire de physique des couches minces et applications LPCMA, son aide précieuse dans le domaine scientifique.

Je voudrai également remercier monsieur **Z.Boumerzoug**, Professeur au Département de Génie mécanique de la Faculté des Sciences et sciences de technologie de l'Université – Biskra pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant la présidence de ce jury.

Mes vifs remerciements à Messieurs **M. BOUCHEAR**, Professeur au Département de Physique de l'Université Mentouri Constantine, qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.

Mes vifs remerciements sont distingués aussi vers Monsieur **M.S.AIDA**, professeur de l'université de l'Université de Mentouri, Constantine, qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.

J'adresse mes plus sincères remerciements à monsieur **B.BENHAOUA**, professeur de l'Université de El Oued qui accepté aussi d'examiner mon travail.

Sincèrement, je tiens à remercier Monsieur **M. ZIDANI**, professeur au département de Génie mécanique de l'Université de Biskra qui accepté aussi d'examiner mon travail.

Je suis également très reconnaissant au. Monsieur **I. GHASMI** ingénieur responsable du laboratoire des DRX.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Tableau de matière

LISTE DES FIGURES	i
LISTE DES TABLEAUX	ii
LISTES DES SYMBOLES	iii
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : Partie Bibliographique	
I.1. Généralités sur les alliages à base d'aluminium	3
I.1.1. Historique	3
I.1.2. L'Aluminium	3
I.1.2.1 L'Utilisation de l'aluminium et de ses alliages	3
I.2.2. les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium	4
I.2.2. a Effets spécifiques du cuivre	4
I.2.2. b Effets spécifiques du magnésium	5
I.3. Traitements thermiques des alliages de l'aluminium	6
I.3.1. Principaux traitements thermiques	6
I.3.2. Principales familles d'alliages de l'aluminium à durcissement structural	6
I. 4. Définition de la précipitation	7
I. 4.1 Les types de précipitation	9
I.4.1.1 La précipitation continue	9
I.4.1.2 La précipitation discontinue	10
I.4. 1.2.a Premier stade de la précipitation (germination)	10
I.4.1.2 .b Deuxième stade de la précipitation (croissance)	11
I.4. 1.2.c Troisième stade de la précipitation (coalescence)	12
I.5 L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température	14
I.6. Processus de précipitation dans les alliages Al-Cu, Al-Mg-Si	15
I.6.1 Précipitation dans les alliages du système Al-Cu	15

I.6.1.1	Précipitation des zones GP	16
I.6.1.2	Précipitation de la phase θ''	17
I.6.1.3	Précipitation de La phase θ'	18
I.6.1.4.	Précipitation de la phase θ	18
I.6.2.	Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	19
I.6.2.	Les séquences de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	21
I.7	La déformation plastique des matériaux métalliques	24
I.7. 1	Influence d'une déformation plastique juste après trempes sur la précipitation	25
	Références bibliographiques du chapitre I	26

CHAPITRE II : Choix de matériaux et technique expérimentales

II.1	Le choix des matériaux	30
II.2	La préparation des échantillons	32
II.3	Les méthodes expérimentales	32
II.3.1	Analyse métallographie	32
II .3.1.1	Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	32
II.3.1.2	L'analyse micrographique(MO)	33
II.3.1.3	Analyse micro-dureté Vickers	34
II.3.1.4	Analyse par diffraction des rayons X	36
II.3.1.5.	Analyse par microscope électronique à balayage	39
II.3.2.	Mesure de résistivité électrique	40
	Références bibliographiques du chapitre II	41

CHAPITRE III : Résultats expérimentaux et interprétations

III.1	Introduction	42
III.1.1	L'effet du temps de vieillissement à 300 °C aux deux alliages Al 6000, Al 2017	42
III.1.1.1.	L'effet du temps de vieillissement à 300 °C de l'alliage Al6000	43

III.1.1.2	l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)	46
III.1.1.2	Microscopie optique	45
III.1.1.3.	Les diffractions des rayons X	48
III.1.1.3.	a. La taille moyenne des grains	48
III.1.1.3.	b. Le paramètre cristallin	54
III.1.1.4	La microdureté	54
III.1.1.5	propriété électrique (résistivité)	55
III.1.2	L'effet du temps de vieillissement à 300 °C de l'alliage Al 2017	56
III.1.2.1	Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)	58
III.1.2.2.	Microscopie optique	58
III.1.2.3.	La diffraction des rayons X	59
III.1.2.3	a. La taille moyenne des grains	60
III .1.2.4	La microdureté	66
III.2	L'effet de vieillissement à température 180°C ,280°C	69
III.2.1	L'effet de vieillissement à température180°C ,280°C de l'alliage Al6000	69
III.2.1.1	Analyse de diffractions des rayons X	69
III.2.1.2.	Microscopie électronique à balayage	77
III.2.1.3	La microdureté	81
III.2.2.	L'effet de vieillissement à température180°C ,280°C de l'alliage Al2017	82
III.2.2.1	Le microscope électronique à balayage	84
III.2.2.2.	Diffractions des rayons X	86
III.2.2.3	La taille des grains	88
III. 2.2.4	La microdureté	88
III.3.	L'effet de la déformation de l'alliage Al6000	89
III.3.1	La Diffraction des rayons X	95
III.3.2	Microscopie électronique à balayage	97
II.3.3	La taille moyenne des grains	98

II.3.4	La microdureté	99
	Références bibliographiques du chapitre III	101
	CONCLUSION GENERALE	103
	PUBLICATIONS REALISEES AU COURS DE LA THESE	107

NOMENCLATURE

α	La phase de solution solide sursaturée	
β, θ	Les phases de précipitation	
CFC	Cubique à face centré	
S.S.S	Solution Solide Sursaturée	
zones GP	Zones de Guinier et Preston	
ΔG	La variation globale d'enthalpie libre	
Al	aluminium	
Mg	Magnésium	
Si	silicium	
Cu	cuivre	
Fe	Fer	
Mn	Manganèse	
k	facteur correcteur = 0.9	
λ	longueur d'onde de la radiation utilisé ($\lambda_{Cu} = 1,54060$)	Å°
β_D	la largeur à mi-hauteur du pic, positionné par l'angle θ	$^\circ$
DSC	analyse calorimétrique différentielle	
KAS	Kissinger-Akahira-Sunose	
E_{act}	L'énergie d'activation	[Kj/mol]
D (T.G)	Taille des grains	Å°
a	Paramètre cristallin	Å°
Hv	Microdureté Vickers	
ρ	résistivité électrique	Ohm /mm ²
Al6000	L'alliage Al-Mg-Si	
Al2017	L'alliage Al-Cu-Fe	
$T(C)$	Le coefficient de texture	

ε	Taux de déformation	(%)
<i>MEB</i>	Microscope électronique à balayage	
EDX	Analyse de dispersion d'énergie aux rayons X	

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1	La composition chimique de l'alliage Al.6000	30
Tableau II.2	La composition chimique de l'alliage Al2017	30
Tableau II.3	Tableau des traitements thermiques appliqués	31
Tableau II.4	Récapitulatif des paramètres des diffractions utilisées pour applications métallurgique.	37
Tableau III.1	Energie d'activation de formation des phases des précipités	45
Tableau III.2	les indices de Miller de chaque pic de la phase β	52
Tableau III.3	Les indices de Miller des nouveaux pics des précipités de l'alliage Al 2017	66
Tableau III.4	Variation de FWHM de principal pic de la phase θ en fonction de temps de vieillissement	67
Tableau III.5	Variation de la largeur à mi-hauteur et de position de pic principal de la phase β au cours du taux de déformation	99

LISTE DES FIGURES

Figure I.1	Diagramme d'équilibre des phases Al-Cu	5
Figure I.2	Diagramme d'équilibre aluminium –Magnésium	6
Figure I.3	Schéma d'un traitement de mise en solution, trempe et revenu, (Shackelford J.F., 1992).	9
Figure I.4	a-variations de ΔG dans un domaine où existe une lacune de miscibilité pour une température T_0 , b-Spinodale d'une solution solide binaire présentant une lacune de miscibilité.	14
Figure I.5	Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température	15
Figure I.6	Les structures cristallines des phases (a) les zones GP, (b) la phase θ'' , (c) la phase θ' et la phase θ	17
Figure I.7	Schéma de formation d'une zone GP (en haut à droite), (b) Schéma de l'évolution de la dureté en fonction du stade de précipitation dans le cas d'un alliage Al-Cu, (Barralis J., Maeder G., 1997).	19
Figure I.8	Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si	20
Figure I.9	Le cisaillement (a) et le maillage d'un cristal (b)	25
Figure II.1	Four	31
Figure II.2	L'analyse calorimétrique différentielle DSC utilisée (DSC) 13	33
Figure II.3	Microscope optique de type Hund	34
Figure II.4	micro-duremètre Vickers de 402MVD Z,	35
Figure II.5	Diffractomètre de type PANalytical X'Pert PRO (a) et schéma de principe du diffractomètre (b).	38
Figure II.6	Microscope Electronique à Balayage de type JEOL-JSM-6390 LV	39
Figure II.7	Appareil mesure la résistivité	40
Figure III.1	Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al600 homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse : $V= 10$ °C/min	44
Figure III.2	Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al6000 homogénéisé, trempé et chauffé avec différentes vitesses	44
Figure III.3	Courbes de Kissinger pour les pics exothermiques dus à la : (a) formation des Phases β'' et β' (b) formation de phases β .	44

Figure III.4	Microstructure de l'alliage Al 6000	46
Figure III.5	Microstructure de l'alliage Al6000 vieilli à 300°C : (a) pendant 24h, (b) pendant 48 h, (c) pendant 96 h	47
Figure III.6	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 à l'état brut	49
Figure III.7	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéisé 16 h à 530°C, trempé à l'eau glacée	49
Figure III.8	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli à 300°C à 24 h	50
Figure III.9	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 48h à 300°C	50
Figure III.10	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 72h à 300°C	51
Figure III.11	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 82h à 300°C	51
Figure III.12	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 96h à 300°C	52
Figure III.13	Diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 120h à 300°C	52
Figure III.14	Variations des intensités des différents pics de diffraction des rayons X en fonction du temps de vieillissement à 300°C de l'alliage Al6000	53
Figure III.15	Variation des positions ($\Delta 2\theta$) des pics de l'alliage Al6000 en fonction de temps de vieillissement à 300°C	54
Figure III.16	Variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al6000 en fonction du temps de vieillissement à température 300°C	55
Figure III.17	La variation de paramètre cristallin (a) d'alliage Al 6000 en fonction du temps de vieillissement à température 300°C	55
Figure III.18	Evolution microdureté Al6000 en fonction du temps de vieillissement 300°C	56
Figure III.19	Variation de résistivité de l'alliage Al6000 en fonction du temps de vieillissement	57
Figure III.20	Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al2017 homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse : $V= 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$	59
Figure III.21	Microstructures de l'alliage Al2017 vieilli à 300°C (a pendant 24h, b pendant 82h, c 120h)	60
Figure III.22	Diffraction des rayons X de l'alliage Al2017 à l'état brut	62
Figure III.23	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli à 300°C pendant 24h	62
Figure III.24	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli à 300°C pendant 48h	63
Figure III.25	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli à 300°C pendant 72h	63

Figure III.26	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli à 300°C pendant 82h	64
Figure III.27	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli à 300°C pendant 96h	64
Figure III.28	Diffractions des rayons X de Al2017 vieilli de 300°C pendant 120h	65
Figure III.29	Variations des intensités des différents pics de diffraction des rayons X en fonction du temps de vieillissement à 300°C de l'alliage Al2017.	65
Figure III.30	Variation du ($\Delta 2\theta$) des pics d'alliage Al2017 en fonction de temps de vieillissement à 300°C	66
Figure III.31	Variation de la taille moyenne des grains en fonction du temps de vieillissement à 300°C de l'alliage Al 2017	67
Figure III.32	Variation du paramètre cristallin d'alliage Al 2017 en fonction du temps de vieillissements à 300°C	67
Figure III.33	Evolution de micro dureté d'alliage Al2017 en fonction de temps de vieillissement à 300°C	68
Figure III.34	MEB et l'EDX de l'alliage Al6000 à l'état brut	69
Figure III.35	Diffraction des rayons d'Al 6000 trempé à température 180°C	72
Figure III.36	Diffraction des rayons X de Al6000 traité 2h à 280°C, vieilli 24 h à 300°C	72
Figure III.37	Diffraction des rayons x Al6000 traité 2h à 180°C, vieilli 24h à 300°C	73
Figure III.38	Diffraction des rayons X de Al 6000 vieilli 24 h à 300°C	73
Figure III.39	Vue en 3D de l'ensemble des diffraction des rayons X Al6000 (C) trempé à 280°C et vieilli à 300°C à 24h ;(j) trempé à 180°C et vieilli à 300°C à 24h (E) brut et vieilli à 300°C à 24h	74
Figure III.40	Diffraction des rayons X de Al 6000 traité 2h à 280°C vieilli 48h à 300°C	74
Figure III.41	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 traité à 180°C vieilli 48h à 300°C	75
Figure III.42	Diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 48h à 300°C	75
Figure III.43	Vue en 3D de l'ensemble diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 (C) trempé à 280°C et vieilli à 48h (H) trempé à 180°C et vieilli à 48h (A) Vieilli à 300°C à 48h .	76
Figure III.44	Micrographie d'échantillons Al6000 obtenu par MEB (a) trempé à 280°C et vieilli à 300°C à 24h (b) trempé à 180°C et vieilli à 300°C à 24h (c) vieilli à 300°C à 24h	78

Figure III.45	Micrographie d'échantillons AL6000 obtenu par MEB (a) trempé à 280°C et vieilli à 300°C à 48h (b) traité à 180°C et vieilli à 300°C à 48h (c) vieilli 300°C à 48h	79
Figure III.47	Variation de la taille des grains de l'alliage Al 6000 à divers traitements (A) l'état brut , (B) traité 2h à 180°C et vieilli à 300°C à 24h , (C) traité à 280°C et vieilli à 300°C à 24h et (D) vieillissement à 300°C à 24h de l'état brut	80
Figure III.48	Variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al 6000 à divers traitements (A) l'état brut , (B) traité à 180°C et vieilli 48h à 300°C , (C) de traité à 280°C et vieilli à 300°C à 48h et (D) vieillissement à 300°C à 48h de l'état brut	81
Figure III.49	Evolution de la microdureté de l'alliage Al 6000 à différents traitement (a): 24h, (b) : 48h	82
Figure III.50	Le MEB et L'EDX de l'alliage Al 2017 à l'état brut.	83
Figure III.51	Micrographie d'échantillons Al 2017 traité 2h à 280°C et vieilli 8h à 300°C obtenu par la microscopie électronique à balayage	83
Figure III.52	Micrographie d'échantillons Al2017 vieilli 8h à 300°C obtenu par la microscopie électronique à balayage	84
Figure III.53	Diffraction des rayons X de l'alliage Al2017 traité 2h à 180°C et vieilli 8h à 300°C	85
Figure III.54	Diffraction des rayons X de l'alliage Al2017 traité 2h à 280°C et vieilli 8h à 300°C	85
Figure III.55	Diffraction des rayons X de l'alliage Al2017 brut / vieilli 8h à 300h	86
Figure III.56	Vue ensemble 3D diffraction des rayons X des échantillons de l'alliage Al 2017	86
Figure III.57	Variation de la taille des grains d'alliage Al 2017 à divers traitements (A): état brut, (B): vieillissement à 300 ° C de traité 2h à 180 ° C, (C): vieillissement à 300 ° C /280 ° C et (D) de vieillissement 8h à 300 ° C	87
Figure III.59	Evolution de microdureté de l'alliage Al 2017 à différents traitements	88
Figure III.60	Diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 déformé à $\epsilon=15\%$	92
Figure III.61	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 homogéné 16h à 530°C et trempé à l'eau glacé	92

Figure III.62	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéisé, déformé avec taux de 15% et vieilli 20h à 400°C	93
Figure III.63	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéisé, déformé avec taux de 22% et vieilli 20 h à 400°C	93
Figure III.64	Diffraction des rayons X de l'alliage Al 6000 déformé et vieilli 20h à 400°C	94
Figure III.65	Variation des intensités relatives des différents pics de diffractions des rayons X en fonction de taux de déformation de la matrice Al d'un échantillon Al6000 homogénéisé 16 h à 530 °C, trempé à l'eau, vieilli 20h à 400°C	94
Figure III.66	Variation des positions des différents pics de diffractions des rayons X en fonction de taux de déformation de la matrice Al d'un échantillon Al6000 homogénéisé 16 h à 530 °C, trempé à l'eau, vieilli 20h à 400°C	95
Figure III.67	Micrographie de Al6000 homogénéisé 16 h à 530°C et trempé à l'eau glacé obtenu par le MEB	96
Figure III.68	Micrographie de l'alliage Al 6000 homogénéisation 16h à 530°C, trempé à l'eau glacée et déformé à $\epsilon=15\%$ obtenu par le MEB	96
Figure III.69	Micrographie de l'alliage Al 6000 trempé, déformé $\tau=15\%$ et vieilli 20h à 400°C obtenu par le MEB	97
Figure III.70	Variation de la taille des grains de l'alliage Al6000 en fonction de taux de déformation	98
Figure III.71	Variation de paramètre cristallin de l'alliage Al6000 en fonction de taux de déformation	98
Figure III.72	Evolution de microdureté de l'alliage Al6000 en fonction de taux de déformation	99

Introduction générale

Introduction :

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).

Aujourd'hui, les matériaux sont déterminant dans toutes les mutations technologiques, dans la plupart des cas les métaux sont utilisés sous forme d'alliages dont les propriétés mécaniques, dépendent de la microstructure déterminée par les caractéristiques des grains et des particules (nature, composition et arrangement atomique, quantité relative, morphologie et taille de grain, disposition et orientation ...).

La microstructure reflète l'état de l'alliage et joue un rôle essentiel dans le comportement des matériaux au cours du temps, le phénomène de vieillissement, menant à des transformations de ces derniers induit à des changements importants dans leurs propriétés, de ce fait ce phénomène doit être absolument maîtrisé, si on veut obtenir de ces matériaux les propriétés désirables.

Les alliages d'aluminium forment le centre d'intérêt de plusieurs travaux de recherche en sciences des matériaux voir leur grande utilisation dans l'industrie et leur caractérisation mécaniques et thermiques.

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural ont fait l'objet d'une recherche scientifique intense qui grâce à l'innovation industrielle et les récents progrès des instruments d'observation et de caractérisation, a connu un grand progrès et progresse encore.

La précipitation d'une nouvelle phase de manière extrêmement fine à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium, la taille, la cohérence, la morphologie et la densité numérique des particules de la phase précipitée contrôlent le durcissement de l'alliage, alors que la taille de grains de la matrice contrôle sa ductilité.

Ces caractéristiques microstructurales peuvent être affectées essentiellement par deux facteurs: la température de vieillissement et le taux de la déformation plastique généralement effectuée entre le traitement d'homogénéisation et de vieillissement.

L'objectif essentiel de notre travail est l'étude de l'effet du traitement thermique et de la déformation plastique sur la microstructure et la taille des grains et les caractérisations des alliages à base d'aluminium.

A cet effet, nous avons choisi deux types d'alliages à base d'aluminium.

Le premier alliage est Al 6000 (Al-Mg-Si) utilisé à l'usine des câbles électriques à Biskra. Le second alliage est Al 2017 (Al-Cu-Fe) utilisé dans la fabrication d'automobiles, horlogerie, rivets et les pièces forgées.

Nous avons suivi : Le comportement de ces alliages en fonction des traitements thermiques et des taux de déformation cela du point de vue de la réaction des précipitations, dissolutions et variations des propriétés mécaniques et électriques.

Le présent travail est organisé comme suit:

I. Dans la première partie, le chapitre I, nous comptons présenter d'une manière synthétique la partie bibliographique que dans laquelle nous allons faire un rappel des bases des théories existantes, pour décrire la décomposition d'une solution solide sursaturée et de réaliser un état des lieux des études publiées concernant la précipitation dans les alliages des deux systèmes Al6000, Al2017.

Chapitre II: dans ce chapitre nous allons voir le choix des matériaux et les méthodes expérimentales. C'est-à-dire, la diffraction des rayons X, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, les mesures de la microdureté et la mesure de résistivité.

Chapitre III: le dernier chapitre comportera les résultats expérimentaux qui concernent l'effet du traitement thermique et la déformation plastique sur les transformations de phases se produisant dans les alliages Al 6000, Al 2017 et leurs interprétations.

Et à la fin nous essayerons de résumer cet humble travail à travers une conclusion générale.

Chapitre I
Partie Bibliographique

I.1 Généralités sur les alliages à base d'aluminium :

I.1.1. Historique :

La première apparition de l'aluminium était 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte –Claire sous la forme de lingot .cette pièce avait été obtenue par voie chimique .en 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charls Martin Hall (USA) [1].

I.1.2. l'aluminium :

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [2].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2.7g/cm^3 , ses températures de fusion et d'ébullition sont 660°C ,

La bauxite est le minéral le plus utilisé dans l'obtention de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium, elle est formée par l'altération rapide des roches granitique en climat chaud et humide .Cependant la séparation de l'aluminium du minéral est un procédé délicat. Le procédé utilisé dans l'industrie «Hall Héroult) est un procédé de purification électrolytique. L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et a toutes modalités de soudage .Au chauffage il présente une aptitude au grossissement du grain, ce qui altère sa plasticité

L'aluminium s'avère comme un bon conducteur d'électricité non magnétique, il résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine Al_2O_3 qui le protège contre les ravages de l'air ,de la température de l'humidité et des attaques chimiques l'alumine est un composé très dur, mais a température ambiante l'alumine devient insoluble dans tous ses composés chimiques courants et mauvais conducteurs d'électricités.

I.1.2.1. 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 bâtiments (toitures ,façade ,aménagement

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/mm^2), 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.

I.2.2. Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium :

I.2.2. a -Effet spécifique du cuivre (Cu)

Le cuivre (Cu) est l'un des principaux éléments alliés de l'aluminium de fonderie, et il contribue de façon marquée à améliorer la résistance mécanique et la dureté des alliages soumis à des traitements thermiques [3 ,4]. Tel qu'il est illustré sur le diagramme d'équilibre de phase Al-Cu de la (fig.I.1), la plus grande proportion de cuivre est présente en solution solide à l'intérieur de la matrice d'aluminium, avec une limite de solubilité à l'équilibre du cuivre dans l'aluminium qui diminue de 5,5 % sur la courbe liquidus à 0,2% à la température de la pièce.

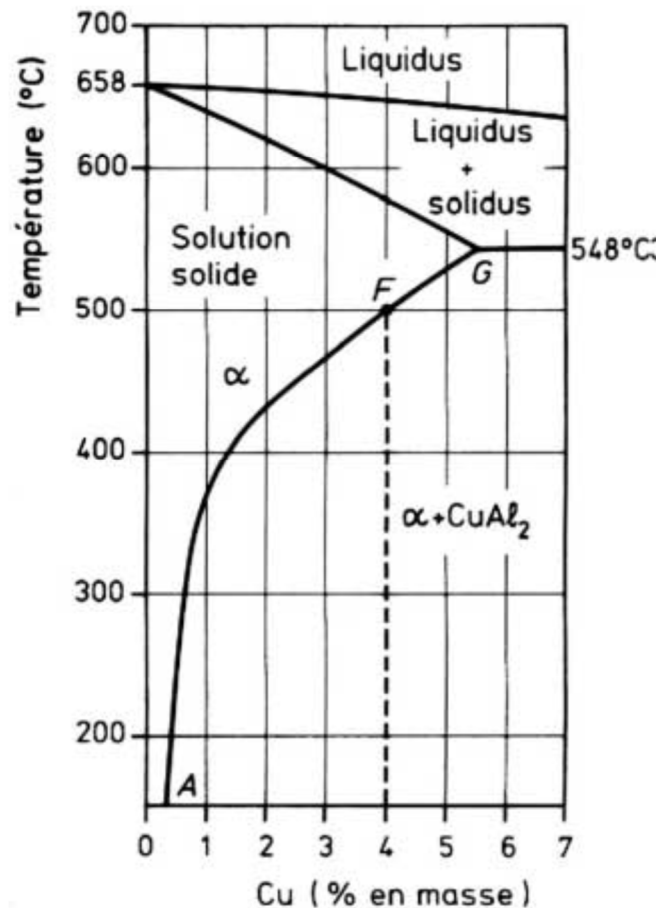


Figure I.1: Diagramme d'équilibre des phases Al-Cu [8].

I.2.2. b- Effet spécifique du magnésium (Mg) :

Le magnésium (Mg) est un élément de renforcement structural plus puissant que le cuivre, surtout dans la plage 0 à 0,4 en % d'éléments alliés d'addition. Le magnésium (Mg) est présent surtout sous la forme complexe Mg_2Si , dont une petite partie seulement va dans la matrice d'aluminium ou dans d'autres composés [5, 4,6]. Tel que démontre sur le diagramme d'équilibre des phases Al-Mg de la (fig.I.2). La limite de solubilité du magnésium est relativement élevée, se situant à 17,4% à une température de 450 °C. Au-dessus de la limite de solubilité, le magnésium apparaît typiquement, comme un constituant primaire grossier, sous la forme de caractère d'écriture [5 ,7], doit subir des traitements thermiques pour que son effet soit pleinement observable.

Cela est prévisible puisque le magnésium agit principalement lors de la précipitation en solution solide. Les alliages contenant du magnésium subissent une augmentation importante de leur dureté avec le vieillissement structural.

L'augmentation de la concentration en magnésium mène à une augmentation de la résistance mécanique et à une réduction de la ductilité, tandis que l'augmentation de la concentration en silicium a pour effet principal de réduire la ductilité [5,6].

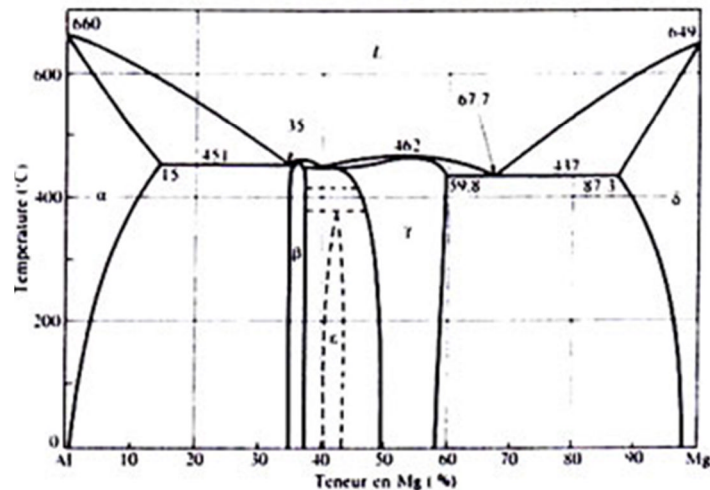


Figure I.2: Diagramme d'équilibre aluminium –Magnésium [8]

I.3. Traitements thermiques des alliages d'aluminium :

Les traitements thermiques ont pour objet de modifier les propriétés du matériau afin de l'adapter à une utilisation précise, généralement les traitements thermiques entraînent la variation des caractéristiques telle que : la conductivité électrique, la résistance mécanique, l'aptitude au filage à l'emboutissage, la résistance au fluage...etc

I.3.1.Principaux traitements thermiques :

Nous pouvons diviser les traitements des alliages aluminium en trois types :

- les traitements d'homogénéisation
- les traitements d'adoucissement
- les traitements de trempe structurale

C'est le dernier traitement que nous essayerons de développer, voir son importance et sa spécificité parmi les alliages d'aluminium susceptible de durcissement structural [9].

I.3.2.Principales familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural

Le durcissement structural de l'aluminium est obtenu par l'ajout des éléments d'addition,

Ces derniers peuvent être soit en solution soit en forme de précipités

Les éléments d'addition et en particulier, les éléments de transition jouent un rôle très important dans la métallurgie de l'aluminium [11].

Il existe évidemment un très grand nombre de types de précipitations pouvant être obtenues par décomposition d'une solution solide sursaturée à base d'aluminium. Toutefois, dans bien des cas, la précipitation ne peut entraîner qu'un durcissement faible de l'alliage (cas par exemple des systèmes Al-Mg, Al-Si, Al-Zn).

En outre, pratiquement, le nombre de systèmes de précipitation utilisés industriellement pour le durcissement structural des alliages d'aluminium est-il assez limité. En pratique, quatre systèmes sont utilisés essentiels:

Système	précipitation d'équilibre
Al-Cu	Al_2Cu
Al-Cu-Mg	Al_2CuMg
Al-Mg-Si	Mg_2Si
Al-Zn-Mg	MgZn_2

Le durcissement des alliages basés sur chacun de ces systèmes est alors lié à l'apparition des formes transitoires des précipitations correspondantes. Par ailleurs, divers types de précipités peuvent coexister dans un même alliage.

I. 4. Définition de la précipitation :

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 de particules créées lors de la germination augmente, alors que le nombre de précipités reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche du zéro, la seule force motrice qui permet au système d'évoluer est la diminution de la surface totale des précipités. Ce mécanisme se traduit par la croissance des plus gros précipités aux dépens des plus petits : c'est la coalescence, qui se traduit par une diminution du nombre de précipités.

Ces trois étapes peuvent intervenir simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation. Pour cela, il existe plusieurs méthodes qui permettent de simuler ces cinétiques, à différentes échelles.

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

-premièrement un traitement d'homogénéisation pour éliminer toute ségrégation dans l'alliage et arriver à un système monophasé homogène. La température d'homogénéisation est choisie au-dessus de celle de la limite de solubilité, dans le domaine monophasé et au dessous de celle de l'eutectique pour éviter les fusions partielles dues à une hétérogénéité de concentration.

- **deuxièmement** une trempe rapide est mise en œuvre pour obtenir une seule phase hors équilibre.

Elle est dite solution solide sursaturée, puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre à cette température en plus une autre sursaturation en lacunes peut être provoquée.

- **troisièmement** un vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases.

Il existe deux approches qui permettent de décrire la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée : la décomposition spinoïdale et la théorie classique de la germination et de la croissance [12,13].

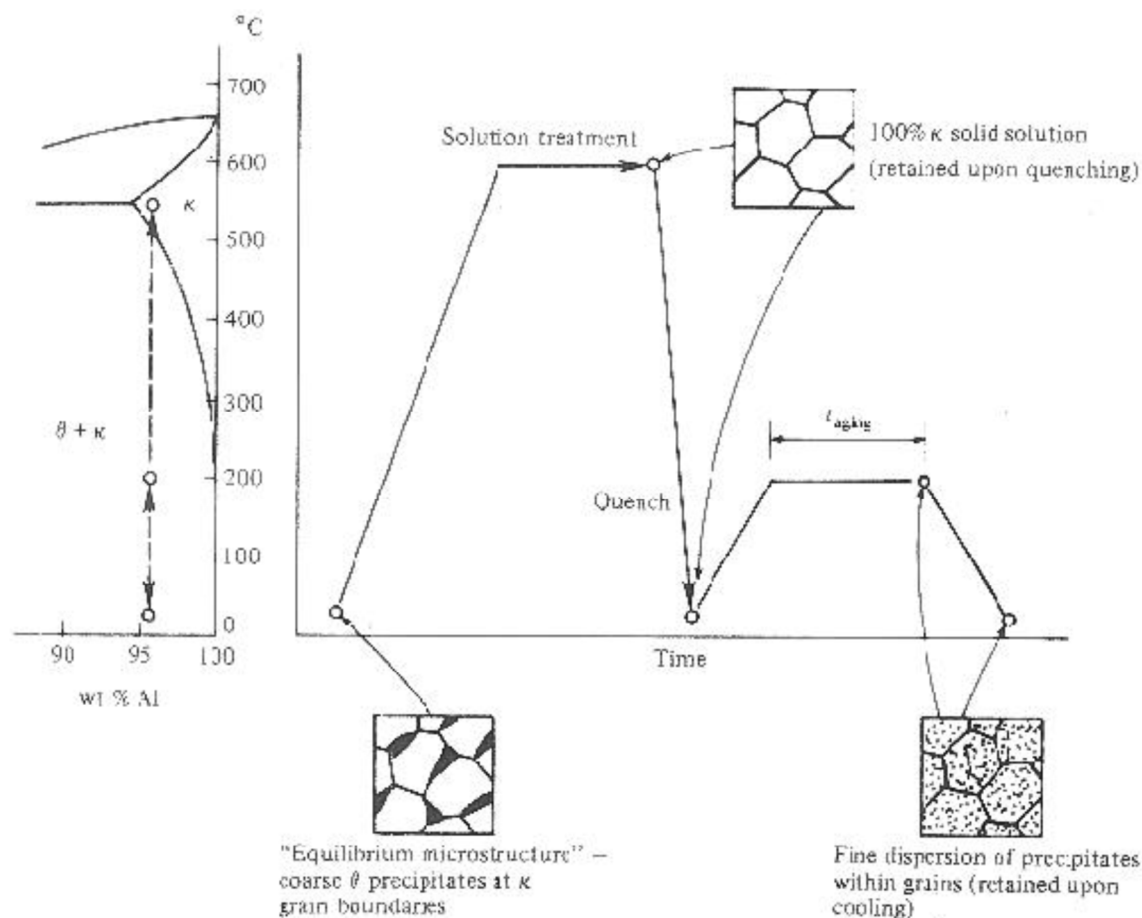


Figure I.3: Schéma d'un traitement de mise en solution, trempe et revenu, [10]

I.4.1. Les types de précipitation :

On distingue en général deux grands types de précipitation.

I.4.1.1. La précipitation continue :

C'est au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice.

Nous observons, alors, un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue. Parfois la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement, elle est, alors, appelée précipitation localisée ou hétérogène.

I.4.1.2. La précipitation discontinue :

Auparavant, la précipitation discontinue était connue sous l'appellation le « phénomène énigme », car elle présentait une réaction inconnue. La précipitation est dite discontinue lorsqu'au cours de la transformation deux régimes apparaissent :

- une où la transformation est complète, et l'autre où la solution solide est encore sursaturée.

La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules (d'où l'appellation précipitation cellulaire). Lors de cette précipitation le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes [14].

I.4.2. Premier stade de la précipitation (germination) :

I.4.2. a- Germination homogène :

Lorsqu'une phase α , supposée initialement homogène est portée à une température où elle devient instable, tend à donner naissance à une nouvelle phase β , cette dernière ne devient effectivement stable que lorsqu'elle atteint un certain volume critique que l'on peut évaluer de la façon suivante : l'enthalpie libre de formation du germe initial doit être négative pour que ce germe soit stable. Or, celle-ci comporte deux composantes, l'une effectivement négative représentant la variation d'enthalpie libre volumique DG_v , associée à la formation de phase β à partir de α , l'autre positive représentant la variation d'enthalpie libre superficielle DG_s associée à la création de l'interface entre les deux phases (et auxquelles on doit normalement ajouter l'énergie de déformation élastique qu'on néglige pour faciliter les calculs). Dans le cas d'un germe sphérique de rayon r , on a :

$$DG_v = 4/3 \cdot \pi r^3 (G_\beta - G_\alpha) \quad (I.1)$$

$$DG_s = 4 \pi r^2 \cdot \sigma \quad (I.2)$$

Avec G_β et G_α les enthalpies libres spécifiques volumiques de β et de α et σ étant

L'enthalpie libre superficielle spécifique de l'interface α/β .

La variation globale d'enthalpie libre liée à la formation du germe s'écrit donc :

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

La courbe de variation de ΔG en fonction de r . Elle présente un maximum pour une valeur r_0 de r donnée par la relation :

$$\Delta(\Delta G)/dr=0... \quad (I.4)$$

En effet, si $r > r_0$, on a $d(\Delta G)/dr < 0$ ce qui signifie que pour tout germe dont le rayon est supérieur au rayon critique une augmentation du rayon doit entraîner une diminution de l'enthalpie libre du système c-à-d un accroissement de la stabilité.

En résumé la théorie de la germination et croissance tient compte du fait qu'une « barrière d'énergie » doit être franchie afin que les embryons puissent se stabiliser. Cette « barrière d'énergie » est le compromis existant entre une énergie de volume qui stimule la germination et une énergie de la création de l'interface qui retarde celle-ci.

I.4.2. b- Germination hétérogène :

Une transformation hétérogène, au contraire implique la présence de deux régions distinctes dont l'une est transformée et l'autre elle ne l'est pas. En effet, la germination s'opère de préférence, et en premier lieu, 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 encore les deux. Ces hétérogénéités peuvent être des impuretés, inclusions, des dislocations, des surfaces ou des joints de grains.

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 suivante [1] :

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - 3 \cos\theta + \cos^3\theta) \quad (I.5)$$

Où θ est l'angle d'équilibre des tensions.

Les deux germes sont donc critiques pour une même valeur du rayon, mais l'enthalpie libre des germes critiques est beaucoup plus faible dans le joint que dans la matrice. Cette différence entre les enthalpies libres de formation des embryons fait que la germination hétérogène démarre bien avant le commencement de la germination homogène.

I.4.3. Deuxième stade de la précipitation (croissance) :

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par l'adjonction d'atomes ou de molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Ou il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement, cette dernière phase à une composition différente de celle de la phase mère. Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est aussi 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 cristaux 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'air de ce dernier. La vitesse de croissance dépend alors de la vitesse à laquelle les atomes sont apportés vers ou éloignés de l'interface par diffusion (croissance commandée par la diffusion dans la phase mère), et de la vitesse à laquelle ils traversent l'interface (croissance commandée par la traversée de l'interface). Dans le cas d'une croissance contrôlée par la diffusion en volume, des calculs ont permis de supposer que la croissance devrait obéir à une équation de la forme :

$$r = \alpha(Dt)^{1/2} \quad (I.6)$$

Où :

r : le rayon du précipité après un temps t ,

D : le coefficient de diffusion en volume,

α : est fonction de la sursaturation.

La majorité des résultats expérimentaux. Sont en accord avec cette formule. Pour les précipités de forme aplatie, des calculs similaires ont donné lieu à une évolution parabolique analogue au premier cas. Cependant dans le cas d'une structure de Widmanstätten la vitesse de croissance se révèle plus lente que la prédiction théorique, à cause justement du fait que cette structure se caractérise par une bonne correspondance entre la matrice et les précipités, ce qui favorise l'apparition d'interfaces cohérents ou semi-cohérents présentant une mobilité réduite.

I.4.4. Troisième stade de la précipitation (coalescence) :

A la fin de la croissance, la force motrice disponible à faire croître les précipités par un apport de soluté de la matrice devient très faible. Les précipités vont alors coalescer pour minimiser leur énergie de surface, les petits précipités auront une solubilité plus importante que les gros. Ainsi, Ils vont se dissoudre alors que les gros précipités vont croître, ce phénomène est expliqué comme suit : au voisinage des particules fines, la concentration des atomes de soluté est plus grande, alors que dans les volumes adhérent aux grosse particules, cette concentration est plus faible, la différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grosses particules et les atomes du composant de base, de la particule grosse à la particule

fine. Une telle distribution des composants de diffusion fait que à côté des gros cristaux de la seconde phase la solution solide devient sursaturée, ce qui conduit à leur croissance. Par contre, au voisinage des particules plus dispersées, la solution solide devient insaturée et les particules se dissolvent, c'est le phénomène de coalescence [15,16,17].

I.4.4. 1. Décomposition spinoïdale :

Dans toutes les théories classique de germination les transformations se déclenchent lorsque la phase mère est métastable vis-à-vis d'une succession de fluctuation localisées qui y créent des zones ayant la structure d'une nouvelle phase ,la décomposition spiroïdale est une alternative elle se produit lorsque la phase mère est instable vis-à-vis de fluctuations à longue distance les variations de l'enthalpie libre en différents points de la phase mère peuvent être données par la (fig I.4-a) .Le point H de la matrice monophasé de composition C_j est nettement moins stable que tout état biphasé (comme celui représenté par le point I).le passage de l'état monophasé H à l'état biphasé J se fait par diminution de l'énergie globale du système et la décomposition devient donc spontanée .on estime que l'augmentation de l'énergie globale due à la formation de l'interface phase mère –précipité est négligeable.

La décomposition de l'état monophasé M, en deux phases de concentration $C_{M'}$ et $C_{M''}$, nécessite au contraire un apport d'énergie et ne se fait donc pas spontanément, le passage à l'état M'' entraine une augmentation de ΔG . Les limites entre les deux types d'états H et M correspondent aux deux points d'inflexions K'et K'' .les lieux de ses points aux différentes températures de recuits possibles constituent une courbe appelée spinoïdale (fig I.4-b) à l'intérieure de laquelle la décomposition de la solution solide est spontanée [18,19].

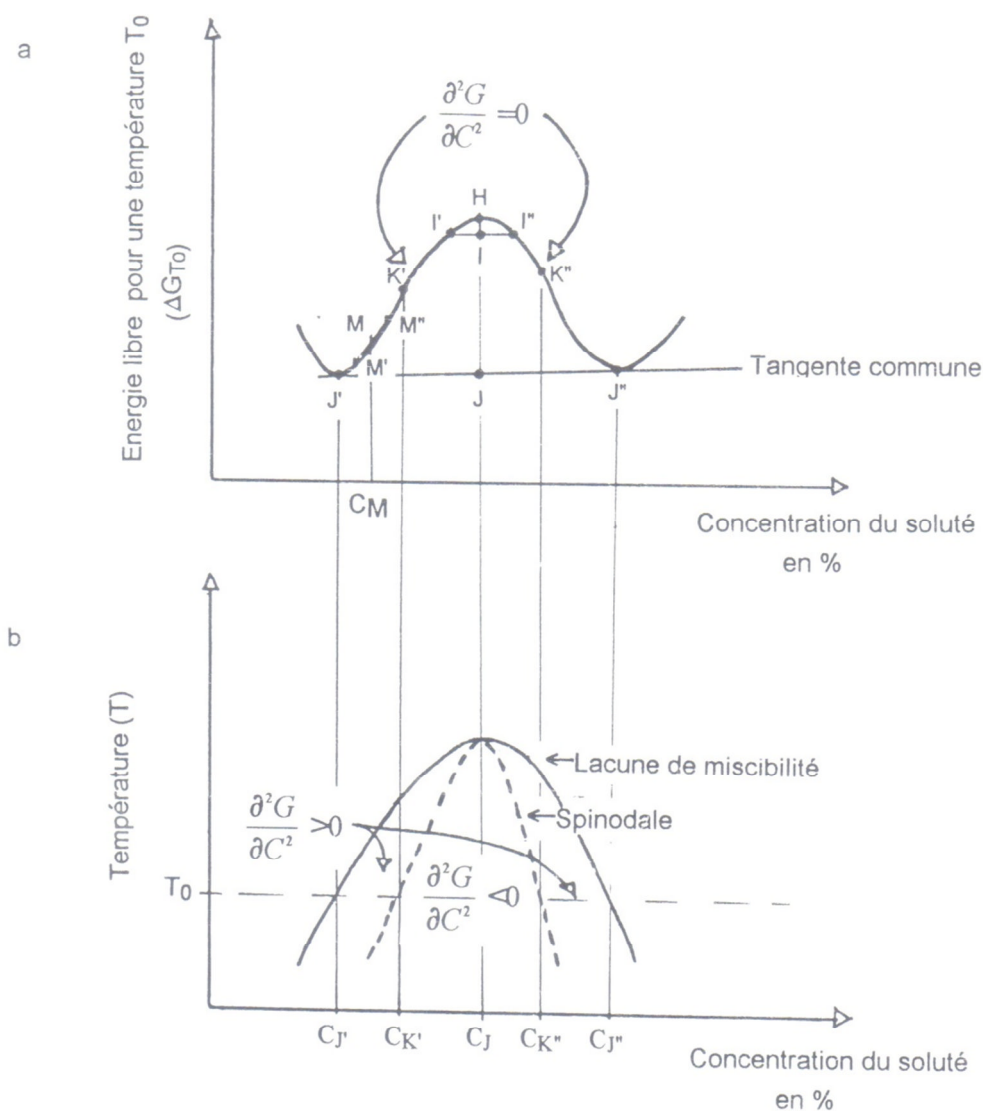


Figure I.4: a-variations de ΔG dans un domaine où existe une lacune de miscibilité pour une température T_0 .

b-Spinodale d'une solution solide binaire présentant une lacune de miscibilité [19]

I.5.L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température :

Les cinétiques globales, c'est à dire l'évolution temporelle du volume de phase transformé (aspect caractérisé par un taux de transformation) peuvent être obtenues par des méthodes expérimentales différentes (calorimétrie, dilatomètre,...).

Chaque mécanisme de transformation est caractérisé par une courbe, ces 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 (Fig I.5).

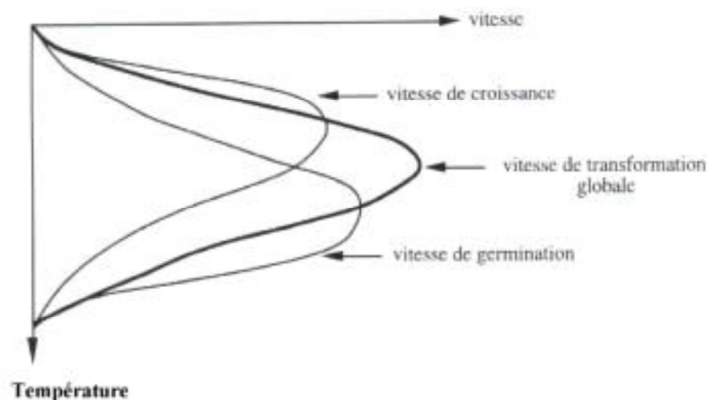


Figure I.5: Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température

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 cette fois-ci d'un nombre important de cristaux de petite taille. 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 sera liée à la faible vitesse de croissance [20].

I.6. Processus de précipitation dans les alliages Al-Cu, Al-Mg-Si :

I.6.1. Précipitation dans les alliages du système Al-Cu :

Le diagramme d'équilibre du système binaire Al-Cu (Figure I.1) laisse prévoir, pour le côté riche en aluminium, la séquence de précipitation suivante: observées et leurs domaines d'existence déterminés ce sont θ'' , θ' , θ [9].

La séquence de précipitation dans les alliages du système Al-Cu est l'une des séquences de précipitation les plus complexes dans les alliages d'aluminium à durcissement structural [21, 22]. La solubilité du cuivre dans l'aluminium de structure CFC est maximale (de 2.48 ± 0.05 at. %) à la température de l'eutectique (548°C) et diminue avec la diminution de la température [23]. Quand un alliage de composition chimique est compris entre 0,5 et 2,48 %

at. Cu, est homogénéisé à une température de 540 °C puis rapidement refroidi à une basse température, le cuivre sera retenu dans la solution solide et donne ainsi une solution solide sursaturée (Fig. I. 1,3).

Durant les traitements thermiques ultérieurs, cet alliage monophasé se décompose en une séquence des phases métastables et stables. Plusieurs investigations ont été consacrées à l'étude des détails de la précipitation dans les alliages de ce système [22,24], en utilisant des modèles théoriques ainsi que des techniques expérimentales sophistiquées [25]. Il est connu que la séquence de précipitation varie avec la composition de l'alliage et la température du traitement thermique appliqué, mais la séquence de précipitation communément admise pour ces alliages est comme suit:

Solution Solide Sursaturée (S.S.S) \longrightarrow zones G.P. \longrightarrow Phase θ'' \longrightarrow phase θ' \longrightarrow
Phase d'équilibre θ (Al_2Cu)

Cependant, malgré cette intense recherche nous constatons que dans la littérature beaucoup de contradiction en ce qui concerne le nombre des phases métastables, leurs compositions chimiques ainsi que les cinétiques et les mécanismes de leur formation et de leur croissance [22, 26]. Les structures de ces phases qui se forment dans la matrice de l'aluminium, ont été intensivement examinées par les méthodes de la diffraction, depuis leurs découvertes. La figure I.6 illustre les structures atomiques généralement acceptées, pour les différentes phases de la séquence de précipitation dans les alliages du système Al-Cu [27].

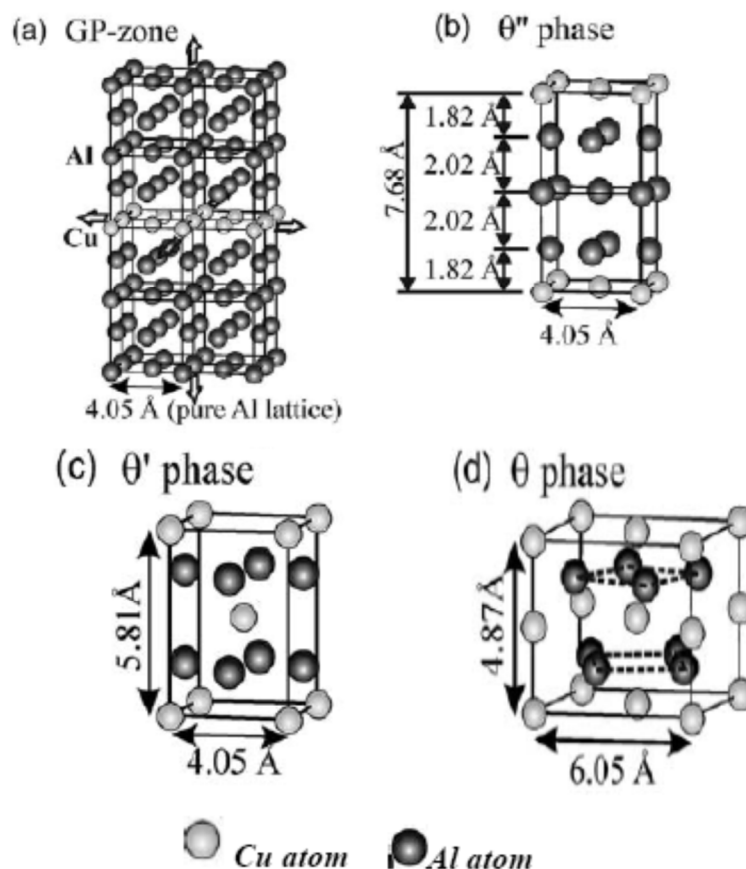


Figure. I.6: Les structures cristallines des phases (a) les zones GP, (b) la phase θ'' , (c) la phase θ' et la phase θ [27].

I.6.1.1. Précipitation des zones GP:

Elles se forment durant les premiers stages de la décomposition des solutions solides sursaturées de plusieurs alliages sous différentes formes (plaquettes, sphériques et aiguilles) selon la différence entre les diamètres atomiques des atomes du soluté et du solvant [25].

Dans les alliages Al-Cu, les premières structures des zones G.P, ont été proposés par Guinier et Preston [28, 29,30] qui ont interprété leurs résultats de diffraction des rayons X par la présence de plaquettes riches en Cu situées dans les plans $\{100\}$ de la matrice. Gérold [31] a proposé un modèle, également, obtenu par diffraction des rayons X qui reste toujours l'un des plus cités dans la littérature. Il propose une structure monocouche ne contenant que des atomes de cuivre.

I.6.1.2. Précipitation de la phase θ'' :

La phase θ'' (ou G.P.II) qui apparaît à des températures comprises entre 130 et

200 °C correspond au début de la mise en structure quadratique (Fig. 1.6-b). Elle se présente sous forme de plans riches en Cu (dans les plans $\{100\}$ de la matrice) séparés par deux (G.P.II (2)) ou trois (G.P.II (3)) plans riches en Al [32]. Cette phase qui est toujours cohérente est en partie responsable du maximum de durcissement des alliages du système Al-Cu.

I.6.1.3. Précipitation de la phase θ' :

La phase θ' qui se présente sous forme de plaquettes dont les grandes faces sont cohérentes et parallèles aux plans $\{100\}$ de la matrice a une structure tétragonale ($a = 0,404$ nm et $c = 0,581$ nm) (Fig. 1.6-c). Les petites faces sont semi-cohérentes et présentent des dislocations de désaccord de type $b=a/2\langle 100 \rangle$. L'énergie d'interface est d'ordre de 0,1 à 0,23 J.m⁻² [33].

Aaronson et Laird [34] ont démontré, par exemple, que les champs de contraintes des plaquettes de θ' ne sont pas entièrement relâchés quand ces dernières deviennent incohérentes. Ces chercheurs mettent en évidence la présence de boucles de dislocations avec un vecteur de Burgers normal aux plaquettes $b=n(001) \theta'$. Les dislocations d'accommodation dans les coins des plaquettes sont étroitement espacées et leur présence est associée avec une grande anisotropie de l'énergie libre interracial. Il est, cependant, clair que les grandes contraintes élastiques obtenues au cours du stade de germination de la phase θ' font en sorte qu'elle germe préférentiellement sur les dislocations, puis dans les champs de contraintes des plaquettes existantes. Headley et Hren [35] ont affirmé que beaucoup de précipités θ' germent au cours de la trempe à partir de la solution solide sursaturée. Après la germination, les plaquettes θ' croissent par le processus de diffusion à longue distance.

I.6.1.4. Précipitation de la phase θ :

La perte de cohérence des précipités au cours du vieillissement est due au grossissement des germes, suivi de l'apparition de réseaux de dislocations parallèles à la direction $[100] \alpha$ sur les larges faces des précipités θ' . Ces dislocations sont des dislocations de « désaccord de structure » ou d'accommodation qui minimisent les tensions internes dans la matrice. Le processus de perte de cohérence des précipités de la phase θ' conduit à la formation d'autres précipités de la phase stable θ (Al₂Cu).

Au-dessus de 300 °C, les derniers précipités se forment très rapidement et les particules de la phase d'équilibre θ de stoechiométrie Al₂Cu totalement incohérente et de structure tétragonale ($a = 0.607$ nm et $c = 0.487$ nm) (Fig.I. 6-d) prennent place. L'énergie d'interface est de l'ordre de 1 à 2 J m⁻² [33]. Les précipités de cette phase se trouvent sous forme de bâtonnets sans orientation déterminée et leurs sites préférentiels sont les joints de grains.

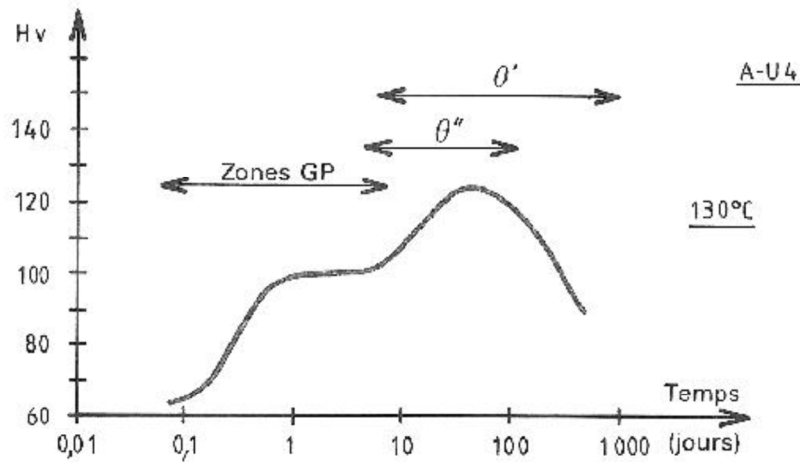


Figure I.7: Schéma de formation d'une zone GP (en haut à droite), (b) Schéma de l'évolution de la dureté en fonction du stade de précipitation dans le cas d'un alliage Al-Cu, (Barralis J., Maeder G., 1997).

I.6.2. Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si :

Les alliages Al-Mg-Si sont le plus fréquemment, utilisés comme étant des alliages structuraux à contrainte moyenne. Ils conçoivent des avantages cumulés d'une bonne soudabilité et d'une bonne résistance à la corrosion, notamment à la corrosion sous contraintes [36]. Ils sont surtout utilisés comme profile de structure (radelles de camions, pylônes, panneaux de signalisation routière), dans l'industrie automobile. Ils sont aussi utilisés dans la fabrication des câbles aériens pour les lignes de transport et de distribution d'électricité.

Les alliages Al-Mg- Si possèdent des propriétés mécaniques moyennes par rapport aux autres alliages d'aluminium à durcissement structural. En plus, ils ont une excellente aptitude à la mise en forme à chaud et une bonne soudabilité. Leur comportement à basses températures est acceptable malgré leur résistance à chaud limitée à 150° C [37]. Ils font preuve d'une excellente résistance à la corrosion atmosphérique, tout en étant insensibles à la corrosion sous tension.

Les alliages Al-Mg-Si font partie de la famille des alliages à durcissement structural, qui peuvent durcir par précipitation de plusieurs phases métastables, la compréhension et le contrôle du processus de précipitation durant le chauffage du matériau, sont très importants

dans la recherche et l'acquisition des propriétés mécaniques et thermodynamiques optimales. Même si la séquence de précipitation a été extensivement étudiée, il existe néanmoins, beaucoup de zones d'incompréhension sur la nature de la structure, et sur la composition des phases présentes lors de la décomposition de la solution solide sursaturée.

Le durcissement structural des alliages d'aluminium de la série 6xxx est du principalement a la formation de phase durcissant Mg_2Si [38]. La figure I.8 représente le diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si déterminant le domaine de la formation de la phase d'équilibre β (Mg_2Si).

L'excès de silicium améliore les propriétés mécaniques au détriment de la résistance à la corrosion, certains alliages comportent d'autres éléments d'addition tels que Fe,Cu,Si,Mn et Cr. Les éléments Mn et Cr ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur ténacité, et d'affiner la taille des grains [38,39], Le fer est l'élément le plus présent dans la plupart des composés intermétallique, Il facilite la formation de la plupart des composants intermétalliques à cause de sa grande affinité avec le Si,Mn et Cu [40,3]. L'addition du cuivre améliore également les propriétés mécaniques ces alliages en affinant la taille des grains, mais nous limitons sa teneur à 0,5 % masse car il diminue leur résistance à la corrosion [41]

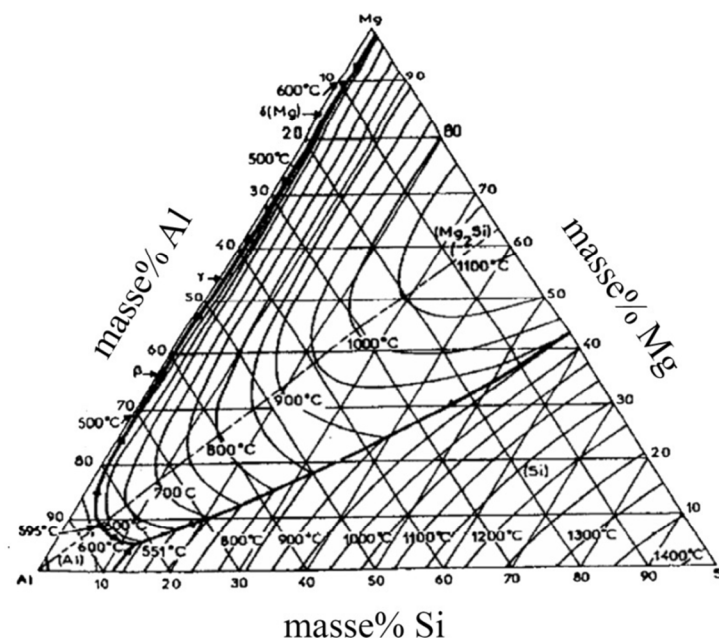


Figure I.8: Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si

I.6.2.1 Les séquences de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si :

Les séquences de précipitation et l'analyse des précipités ont fait l'objet de beaucoup d'études, les principales réactions de précipitation qui se produisent dans les alliages Al-Mg-Si peuvent être récapitulées comme suit.

Solution solide sursaturée \rightarrow zones G.P \longrightarrow β'' (aiguilles) \longrightarrow β' [précipité intermédiaire](bâtonnets) \longrightarrow β (Mg₂Si) [β sous forme de plaques].

La première étape de la décomposition de la solution solide sursaturée a été étudiée par Geisler et Hill [42], Guinier et Lambot [43] en utilisant les techniques des rayons X. Ils ont trouvé que les zones précipitent sous la forme d'aiguilles après vieillissement aux températures en dessous de 200°C. Lutts [44] a étudié les séquences de précipitation des alliages Al-0.7% mass.Mg₂Si et Al 1.4%mass. Mg₂Si pendant le vieillissement isotherme à 135, à 150, à 200 et à 250° C en utilisant la dispersion des rayons X de faible angle, il a observé la formation d'agrégats riches en silicium contenant un grand nombre de lacunes avant la formation des zones G.P.

Pendant le vieillissement subséquent une périodicité identique à celle de la matrice a été progressivement établie avec une diminution de la concentration des lacunes.

Les zones se transforment en précipités sous forme de perte apparente de la cohérence, la dureté maximale est associée à la formation des précipités en aiguilles qui se transforment à leur tour en phase d'équilibre après vieillissement à température élevée.

Les premières observations détaillées par microscope électronique ont été rapportées par Thomas [45] sur la décomposition de la solution solide sursaturée d'un alliage Al -1.53% mass-Mg₂Si la première étape de la précipitation aux températures en dessous de 200°C consiste en la précipitation des zones G.P sous forme d'aiguilles, le long de directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice d'aluminium avec une densité moyenne de $2-5 \times 10^{15} / \text{cm}^3$. elle s'étendent entre 20 et 100 nm de longueur. après une augmentation de la température de vieillissement, les aiguilles prennent la forme de bâtonnets avec une augmentation de leur diamètre et de leur longueur et une diminution de leur densité jusqu'à environ $10^{15} / \text{cm}^3$

Il a proposé que sous l'effet d'un vieillissement prolongé aux températures élevées, les zones G.P sous forme d'aiguilles peuvent agir comme des sites germination pour les précipités β' sous forme de bâtonnets les relations d'orientation trouvées partir de la diffraction des rayons X ont confirmé les résultats obtenus par Geisler et Hill [42].

La structure cristallographique de la phase d'équilibre β sous forme de plaques est analogue à celle de la phase Mg₂Si c'est-à-dire la structure CFC, avec $a=0.639$ nm.

Des observations similaires ont été aussi établies par Pashley et al [46] qui ont entrepris des études par M.E.T sur les réactions de précipitation dans un alliage Al-1.2% mass Mg₂Si. La transformation des précipités sous forme de bâtonnets aux précipités sous forme de plaques a été observée après un vieillissement à 300°C.

La structure du précipité β' déterminée par Jacobs [47] est hexagonale avec $a=b=0.705$ nm et $c=0.405$ nm. Comme aucun changements structuraux discrets, pendant la transformation des précipités sous forme d'aiguilles aux précipités semi-cohérents sous forme de bâtonnets n'a pas été observé, il a déduit que la transformation des zones G.P à β' est continue.

Une étude détaillée du processus d'agrégation dans un alliage Al-1.4% mass Mg₂Si a été effectuée par Panseri et Federighi [48], où ils ont affirmé que le regroupement constitue le mécanisme initial à la décomposition en dessous de 160°C et ont confirmé que les zones G.P étaient riches en lacunes, et qu'il y avait une très forte énergie de liaison entre les zones G.P et les lacunes. La structure interne des zones G.P est responsable de l'augmentation de la dureté et de leur densité ce qui leur a permis de conclure que l'amélioration de la structure interne des zones était due à la formation de l'ordre interne avec la présence de liaisons Mg-Si.

Le rôle d'excès du silicium, sur le comportement en vieillissement de l'alliage Al-0.8% mass Mg₂Si et dans l'augmentation de la densité des zones G.P qui se forment pendant le vieillissement artificiel ou naturel a été rapporté par Ceresara et al [49].

La composition des précipités intermédiaires dans les alliages Al-Mg-Si était estimée par Edwards et al [50] en utilisant l'EDS. Ils ont constaté que le rapport atomique de Mg/Si dans les précipités β'' et β' est proche de 1.1 et le rapport atomique dans β est proche de 0.9. Ce dernier rapport a été estimé par Lynch et al [51] de l'ordre 0.44 et par Matsuda et al [52] de l'ordre de 1.68. Lynch et al [51] ont utilisé les techniques de micro diffraction et des rayons X pour étudier la formation des précipités pendant un vieillissement des alliages Al-1.16% mass-Mg₂Si et Al-1.16 % mass-Mg₂Ge à 250° après traitement d'homogénéisation, ils ont observé un nouveau précipité β'' avec une structure monoclinique ($a=0.33$ nm, $c=0.40$ nm, $\alpha=\beta=90^\circ$, $\gamma=71^\circ$, $[001]_{\beta''} // [001]_{\beta'} [100]_{AL} = 5^\circ$) formée après trois heures de vieillissement. Ils ont également confirmé la structure hexagonale des précipités β' sous forme de bâtonnets qui a été suggéré par Jacobs [47] pour le précipité intermédiaire β' . Les paramètres du réseau sont : $a=b=0.708 \pm 0.005$ nm, et $c=0.405 \pm 0.004$ nm.

La phase métastable β' (Mg₂Si) dans un alliage Al-1.0% mass. Mg₂Si – 0.4% Mass.Si était mise par Matsuda et al [53]. Ils ont rapporté la formation de trois nouveaux types de précipités avec différentes structures cristallographiques à partir de la phase β' (Mg₂Si) (réseau

hexagonale compact [HCP], $a=0.407$ nm, $c=0.405$ nm) dans l'alliage Al-1.0% mass-Mg₂Si vieilli à 250° C. Le premier précipité a un réseau hexagonal avec $a=0.405$ nm, $c=0.47$ nm, le deuxième a un réseau orthorhombique avec $a=0.684$ nm, $b=0.703$ nm et $c=0.405$ nm, et le troisième avec un réseau hexagonale compact[HCP] avec $a=1.040$ nm et $c=0.405$ nm.

Matsuda et al [54] ont étudié la structure cristallographique du précipité sous forme de bâtonnet dans un alliage Al-1.0% mass. Mg₂Si-0.4% mass.Si en utilisant la diffraction électronique. la structure cristallographique du précipité a été déterminée hexagonale simple avec $a=0.405$ nm et $c=0.67$ nm. les paramètres de réseau sont différents de ceux de la phase métastable formée dans un alliage pseudo-binaire Al-Mg₂Si [54].

La structure cristallographique de la phase β' d'un alliage vieilli Al-1.0% mass. Mg₂Si qui a été vue par Matsuda et al [52] en utilisant les diagrammes de diffraction des rayons X à dispersion d'énergie, les spectres et les images de haute résolution. Ils ont proposé la structure cristalline de cette phase comme HCP ayant Mg/Si=1.68, et les paramètres de réseau ($a=0.407$ nm et $c=0.4905$ nm), le système cristallin de β' (Mg₂Si) a été rapporté être un CFC par Thomas [56] et un hexagonal par Jacobs [47].

Les relations d'orientation des particules β observées dans l'alliage Al-1.0 % mass. Mg₂Si trempés dans l'eau après traitement d'homogénéisation pendant 1 heure à 550°C et vieillis pendant 2 min à 350°C ont été reportées par Westengen et Ryum [57] comme :

$(\beta(001) // (001)AL$

$\langle\beta\langle 001 // \langle 001\rangle AL$

L'excès de lacunes a été proposé avoir un important dans la germination de ces précipités, Matsuda et [54]. ont proposés aussi la séquence dans les alliages Al-Mg-Si comme suit:

Des agrégats séparés d'atomes de Mg et de Si \rightarrow agrégats binaires atomes de Mg et de Si
 petit précipité équiaxe \rightarrow précipité β'' \rightarrow précipité β' \rightarrow $\beta(MgSi)$.

Une nouvelle structure pour le précipité β'' , monoclinique base centré, $a=1.534$ nm, $b=0.405$ nm $c=0.689$ nm, $\gamma=106^\circ$ a été mise par Burger et al [58]. la structure proposée pour β'' est différente de la phase β'' précédemment rapportée [51].

Dans une étude récente, Edwards et al [59] ont proposé la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si:

Al(SSS) \rightarrow agrégats d'atomes de Si et de Mg \rightarrow dissolution de l'agrégat d'atomes de Mg
 formation des agrégats binaires de Mg/Si \rightarrow petits précipités de structure inconnue \rightarrow β''
 β'' et β'' \rightarrow $\beta(Mg_2Si)$.

Où ils ont constaté que les rapports de Mg/Si dans les précipités, dans la séquence de β'' vers β' étaient proches de 1.1.

Zhen et al [60] ont aussi proposé trois séquences de précipitation pour les alliages Al-Mg-Si :

1. Solution solide sursaturée → Zones de Guinier et Preston → phase β'' (aiguilles) → phase β' (bâtonnet) → Phase d'équilibre β (Mg_2Si)
2. Solution solide sursaturée → agrégats des atomes de Si → zones C.P.I → C.P.II/phase β'' → phase β' → phase β (Mg_2Si) sous forme de plaques.
3. Solution solide sursaturée → agrégats indépendant d'atomes de Si et d'atomes de Mg agrégats binaire d'atomes de Mg et Si → zones G.P de structure inconnue → phase β'' → phase β' (des lamelles) et β' (des plaques) → phase β (Mg_2Si).

I.7. La déformation plastique des matériaux métalliques:

La limite élastique exacte d'un matériau donné ne peut pas être déterminée, mais, elle peut être considérée comme la contrainte au-dessous de laquelle la plasticité irréversible est négligeable et au-dessus de laquelle la déformation plastique induite est plus grande que la déformation élastique. Une fois que cette limite élastique est dépassée, il se produit une déformation plastique permanente [21]. Il est établi que la déformation plastique peut avoir lieu par l'un des deux mécanismes simples suivants: le glissement (ou la montée) et le maclage. Durant le processus du glissement montré sur la (fig I. 9. a), la partie supérieure du cristal se déplace par rapport à la partie inférieure, le long de certains plans cristallographiques, dits les plans de glissement, de telle sorte que les atomes avancent par un nombre entier de vecteurs du réseau, et comme une conséquence, la continuité du réseau cristallin est maintenue. Durant le maclage (Fig. I.9-b) les déplacements atomiques ne sont pas de l'ordre des distances interatomiques, bien que le réseau de la zone déformée soit identique au réseau mère, avec une autre orientation cristallographique. Contrairement à la déformation par glissement, la formation des macles, conduit au cisaillement de plusieurs plans atomiques: les atomes de chaque plan sont décalés par une valeur relative au déplacement des atomes du plan situé au dessous de ce plan [21, 61].

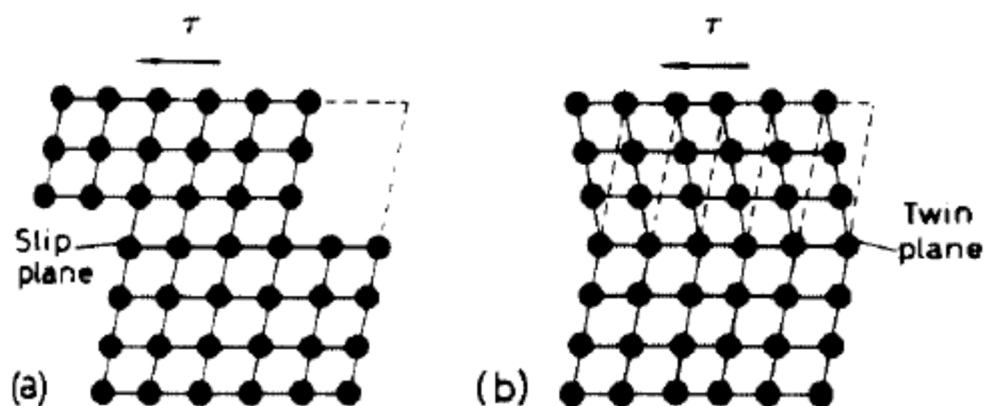


Figure I.9: Le cisaillement (a) et le maillage d'un cristal (b) [48].

I.7. 1. Influence d'une déformation plastique juste après trempes sur la précipitation dans les alliages Al.Mg

La déformation plastique d'une solution solide sursaturée (contenant déjà un excès de défauts de la trempe) augmente davantage la quantité de défauts au sein de celle –ci nous devrions nous doit s'attendre par conséquent a ce que le processus de précipitation soit accéléré : les défauts en excès facilitant la diffusion des atomes de soluté étant en abondance.

Cependant le vieillissement de la solution solide sursaturée déformé peut déclencher en plus du processus de la précipitation une réaction de restauration ou de recristallisation durant la restauration il y a diminution du taux de lacunes et d'interstitiels issus de la trempe par annihilation mutuelle et par réarrangement des dislocations introduites en forte densité par la déformation en réseaux plus stables si les conditions thermiques sont suffisantes les dislocations peuvent aussi être éliminées par les joints de grains au cours de leur migration dans la matrice.

Le vieillissement à des températures favorisant la restauration de l'alliage peut entraîner un ralentissement des processus de précipitation gouvernés par la diffusion (par exemple, la formation des zones G.P), les processus de germination et de croissance des particules de la seconde phase peuvent aussi être ralentis si l'agitation thermique permet l'élimination des dislocations par migration des joints de grain. Quand la recristallisation se produit elle élimine considérablement les défauts par une remise à neuf de l'alliage déformé ,en effet une formation de nouveau grains non déformés aux dépens des grains écrouis se produit par germination et croissance dont le résultat appelé recristallisation primaire qui est une nouvelle

matrice contenant beaucoup moins de dislocations et à grains plus fins que ceux de l'alliage écroui, l'augmentation du nombre de grains peut donc agir en faveur des processus de germination et de croissance.

D'un autre côté la formation de germes d'une nouvelle phase au sein d'une solution solide sursaturée déformée après trempe peut s'opposer au mouvement des joints de grains et par conséquent retarder la recristallisation.

Nous pouvons donc conclure que la connaissance des limites de stabilité des différentes phases de la séquence de précipitation donnée pour les alliages Al-Mg est une condition nécessaire mais pas suffisante pour la création de la structure hétérogène souhaitée, en effet l'alliage peut subir une déformation accidentelle après sa trempe qui peut modifier les domaines de stabilité des différentes phases qui peuvent se former durant le vieillissement ultérieur. La détermination des intervalles de températures dans lesquels la solution solide sursaturée et déformée est restaurée ou recristallisée est donc nécessaire.

Les mécanismes de restauration et de recristallisation étant aussi gouvernés par le processus de diffusion, ils dépendent donc de la densité de défauts ponctuels plans ou linéaires et nous pouvons penser que les deux processus se produisent dans les mêmes conditions thermiques que le phénomène de précipitation, il est connu qu'un matériau déformé commence sa restauration tout suite après déformation (il tente de retrouver son équilibre thermodynamique). La restauration peut se faire donc à l'ambiante (spontanément). La recristallisation par contre nécessite une agitation thermique pour se produire [19].

Référence chapitre I :

- [1] J.Philibert ,A.vignes ,YBréchet ,P.Combrade ,Métallurgie du matériaux au matériaux Ed.Masson ,1998.
- [2] L.F.Mondolfo,AluminiumAlloys, structures and proprietes ,Butterworth ,1st edition ,London 1976.
- [3] M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao et D.E. Laughlin, Metallurgical and Materials Transactions *A*, vol. 32A, 2001, 239–246.
- [4] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra, International Journal of Cast Metals Research, 2002, vol. 14, 235–253.
- [5] J.E. Gruzleski et B.M. Closset, *The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*, American Foundrymen's Society Inc, Des Plaines, IL, 1990, 142–164.
- [6] John E. Hatch (éd.), Aluminum - Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, 84–115.
- [7] J.E. Gruzleski et B.M. Closset, The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys, American Foundrymen's Society Inc., Des Plaines IL, 1990, 142–164
- [8] Carle Lepage thèse, Université du Québec à chicoutimi 2003
- [9] Jean Barrlis,Gérard Maeder ,métallurgie :élaboration structures propriétés ,normalisation janvier 2001.
- [10] Bruno BARLAS, thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris ,2004
- [11] R.Kaibystkov,F.Musin ;D.Gromov ,T.G.Nieh and D.R.lusuer ,Metals trans4310 (2002)2392–2399
- [12] J.W. Christian, The theory of transformations in metals and alloys, Pergamon press, 2nd Ed. (1995).
- [13] K.T. kashyapande ,T.Chadrahkar ,Bull.Mater .sci24-4(2001) ,345–350.
- [14] B. Dubost , P.Sainfort, Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, chapitre M240-M242. Les Techniques de l'Ingénieur (1991).
- [15] P.G. Shewmen, Mc Graw series in materials science and engineering transformations in metals (1969).
- [16] M. Hillert, Acta Metall, 9, p. 525 (1961).
- [17] W.F .Miao ,D.E.Laughlim,Met .Mater.Trans,31(A),(2000),361–371
- [18] J.W.Cahn ,Acta Mét ,9 ,795 ,(1961) .
- [19] S. Nebti, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie (1995).

-
- [20] Boulemzaoud Khadija mémoire de magister à l'université de Constantine (2012)
- [21] R.E. Smallman, R.J. Bishop, Modern Physical Metallurgy and Materials, Engineering. Science, process, applications, Sixth Edition Butterworth-Heinemann press (1999).
- [22] S.K. Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo, Materials Letters 59 (2005) 629– 632.
- [23] L. Loechte, A. Gitt, G. Gottstein, I. Hurtado, Acta mater. 48 (2000) 2969–2984.
- [24] S.Q. Wang, M. Schneider, H.Q. Ye, G. Gottstein, Scripta Materialia 51 (2004) 665– 669.
- [25] M. Karlik and B. Jouffrey, Acta mater. Vol. 45, No. 8 (1997) 3251–3263.
- [26] J. Wang, C. Wolverton, S. Müller, Z.Liu, L. Chen, Acta Materialia 53 (2005) 2759– 2764.
- [27] T.J. Bastow, S. Celotto, Acta Materialia 51 (2003) 4621–4630.
- [28] A. Guinier, Journal de physique et de Radium, 6 (1938) 124.
- [29] A. Guinier, Journal de Physique et de Radium, 8 (1938)122.
- [30] G. D. Preston, Proc. R. Soc., A167 (1938) 526.
- [31] V. Gerold, Z. Metallk, 45 (1954) 599.
- [32] Fujita et Lu, Mater. Trans. 33 (1992) 892.
- [33] E. Hornbogen, Aluminium, 43 (2) (1967) 115.
- [34] H. I. Aaronson et C. Laird, Trans. Metall. Soc. AIME 242 (1958) 1393
- [35] T. J. Headley et J. J. Hren, J. Mater. Sci 11 (1976)1867
- [36] G.B.Gurger.A.K.Gupta ;P.W.Jeffuy,and D.J.Lloyd,Mater 35(1995)23–39
- [37] O.Beffort,C.Solemthaler and P.J.Uggowitzzer .Mat.Sci.Eng,191(1951)121–130.
- [38] S.G.Shabestari Materials,science and EngeningA383(2004)289–298
- [39] S.Hamamda,A.Boubertakh and R.Guemini,Eur,phy.JAP.13(2001)167–170
- [40] D.E.laughlim and W.F.Miao ,AutomativeAlloys .II.Edited by S.K.Das .The Minerals Metals and materials society (1980)63–80
- [41] G.W.Lorimer, précipitation in aluminium alloys in précipitation processus in solids,TEM-AIME Warendale ,p.A,(1978)87–119.
- [42] A.H.Geisler and J.K.Hill,Acta.Crysta, 1(1948)238
- [43] A.Gunier and H.G.Lambot.Cr,acad,Sci,227(1948)74
- [44] A .Lutts .Acta ,Met,9(1961)577
- [45] G.J. Thomas, J Inst Met 90 (1961-62) 57–63.
- [46] D.W.Pashley,M.H.jacobs and J.T.Viats,phil.Mag,16(1967)51 .

-
- [47] M.H.Jacobs ,phil.Mag 26(1972) 1-7
- [48] C.Penasri and T.Federighi J.Inst Met (1966)94 –99.
- [49] S.Ceresara, E.O.Russo ,P.Fiorini and A.Giarda,Mater. Sci .Eng, 5(1969-1970)220
- [50] G.A.Eedwards.G.L.Dunlap and A.couper the 4^{eme} inter conf on Al Alloys,Atlanta, Georgia ,USA september 11-16 (1994)620.
- [51] J.P.Lynch L.M.Brown and M.H.Jacobs Acta .Met,30(1982)1389
- [52] K.Mutsuda,S.Tada,T.sato and A.Kawo,Mater sci forum,598(1996)217–222
- [53] K.Mutsuda,S.tamiduchi,K.Kido y.Uetani and S.Ikino, Material trans 43–11,(2002) ,2789–2795.
- [54] K. Mutsuda,Lkino and kamio, scripta Metall .Mater, 32(1995)1175 .
- [55] K.Mutsuda ,S.Tada et S.Ikeno ,J.Electronic Microscopy ,42 (1993)8–14
- [56] G.Thomas J.Inst Metals 89, (1960 -961) 287.
- [57] H.Westengen and N.R.Rym.Z.Metallikde,8(1979)528.
- [58] G.Burger ,A.K.Gupta.L.Sutak and D.J.Lloyd.Mater scr forum ,917-222(1996)461
- [59] G.A.Edwards.K.S .tiller,G.L.Dunlop and M.J.couper .Acta Mater ,46.-11(1998) 3893–3904.
- [60] L.Zhen .W.D.Fei,S.B.Kang and H.W Kim,J.Mater Sci 32(1997)1895–1902
- [61] R.E. Smallman, A. H.W. Ngan, Physical Metallurgy and Advanced Materials, 7th ed. Elsevier, Amsterdam, 2007.

Chapitre II

Choix de Matériaux et Techniques Expérimentales

II.1. Choix de matériau :

Pour réaliser cette étude nous avons choisi deux alliages à base d'aluminium Al6000, Al2017.

1. **Al6000** : alliage Al-Mg-Si (AGS) sous forme de fil machine utilisé dans l'industrie de câble à l'entreprise (ENICAB) Biskra. La composition chimique de cet alliage est classée dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : La composition chimique de l'alliage Al6000 (Al-Mg-Si).

Eléments	Al	Mg	Si	Cu	Fe
% (mass)	98.5	0.564	0.59	0.015	0.184

2. **Al 2017** : Alliage Al-Cu-Fe sous forme des cylindres utilisés dans l'industrie d'automobiles, horlogerie, rivets, les pièces forgées.

Tableau II.2 : La composition chimique de l'alliage Al2017 (Al-Cu-Fe).

Eléments	Al	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn	Ti	Cr
% (mass)	94	4	0.7	0.6	0.7	0.25	0.12	0.1

Les températures d'homogénéisation et de trempe et de vieillissement sont choisies à partir du diagramme d'équilibre.

1-Dans le but d'obtenir des solutions solides sursaturées les deux alliages AL6000, Al2017 homogénéisés à température 530 °C pendant 16 h et trempés à l'eau glacée afin de dissoudre tout le magnésium, et le cuivre respectivement dans leurs solutions solides, puis portés à un vieillissement pendant ces différents horaires (24 h, 48 h, 72 h, 82 h, 96 h et 120 h) à température 300 °C.

2-Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four (figure II.1). Le tableau II.3 rassemble les traitements thermiques appliqués sur nos alliages :

Tableau II.3 : Tableau des traitements thermiques appliqués

Al2017	Vieillissement 180°C pendant 2h	vieillissement 280°C pendant 2h
300°C à 8 h	Vieillissement à 300°C pendant 8 h	Vieillissement à 300°C pendant à 8 h

Al6000	traitement de 180°C pendant 2 h	traitement de 280°C pendant 2h
Vieilli 24h à 300°C	Vieillissement à 300°C pendant 24 h	Vieillissement à 300°C pendant 24 h
Vieilli 48h à 300°C	Vieillissement à 300°C pendant 48h	Vieillissement à 300°C pendant 48h

**Figure II.1** : four programmable

3- Cas de déformation pour l'alliage Al 6000 :

Après homogénéisation Al 6000 (530°C à 16 h trempé à l'eau glacée) nous pouvons déformer l'échantillon par compression a deux taux de déformation $\epsilon=15\%$, 22% puis traité à température 400°C pendant 20 h, et suivre les caractérisations de chaque étape de ce cas.

II.2.Préparation des échantillons :

Pour les observations aux microscopes optiques, les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs de différentes granulométries de 240 à 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 les réactifs suivants [3]:

- Pour l'alliage Al6000 est Acide fluorhydrique HF 58%.
- pour l'alliage Al 2017 nous avons préparé l'attaque chimique suivant (Keller):
 - Acide fluorhydrique : 10 ml.
 - Acide nitrique : 34 ml.
 - Eau distillée : 156ml.

La durée d'attaque dans les deux bains varie de 2 à 3 secondes.

II.3.Méthodes expérimentales :

La partie expérimentale est réalisée : au sein du laboratoire de Métallurgie, laboratoire de physique et le laboratoire du RX et MEB de l'université M^{ed} Kheider Biskra.

II.3.1.Analyse métallographie :

II .3.1.1.Analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

Cette analyse permet de mesurer les chaleurs libérées ou absorbées par un échantillon Durant un cycle thermique, avec des thermocouples situés au voisinage immédiat de l'échantillon.

Ces flux de chaleurs mesurés sont représentatives des modifications microstructurales qui s'opèrent : précipitation, restauration et recristallisation.

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) permet de suivre les évolutions des matériaux dans le temps dans des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée.

L'analyseur utilisé est de type SETARAM DSC 131 (figure II.2). Les échantillons de l'analyse calorimétrique ont été préparés mécaniquement sous la forme de disque de 6mm et 1mm d'épaisseur.

Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de l'ambiante à 530 °C pour l'étude de l'alliage Al6000 avec une vitesse de chauffage 10 °C/min, suivi d'un maintien d'une heure. Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase), la DSC enregistre un pic au-dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase), elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base ; le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme.



Figure II.2.: L'analyse calorimétrique différentielle DSC utilisée (DSC) 131.

II.3.1.2. L'analyse micrographique(MO) :

L'utilisation du microscope optique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons [1]. 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 (Figure. II.3). Cette technique nous permet d'observer les phases et de commenter leurs morphologies respectives.



Figure II.3: Microscope optique de type Hund

II.3.1.3. Analyse de la micro-dureté Vickers (HV) :

La micro-dureté Vickers est une caractéristique mécanique des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques. En général 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. Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté [1]

$$H = F/S \quad (\text{II.1})$$

Nous avons utilisé un micro-duremètre Vickers de type 402MVD

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 (Figure. II.4), où bien à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1854.4 p/d^2 \quad (\text{II.2})$$

Où :

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 200 g. Chaque mesure correspond à une moyenne de 5 points.



Figure II.4: Micro-duremètre Vickers de 402MVD Z,

II.3.1.4. 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.

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

L'ensemble des spectres de diffraction ont été réalisés sur un diffractomètre « PAN alytical X' Pert PRO », lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractions (Fig. II.5).

La diffraction des rayons X permet l'analyse qualitative et quantitative de la matrice condensée ; la forme des pics de diffraction peut être reliée à la microstructure cristalline la connaissance des positions des pics et l'intensité du faisceau diffracté permettent l'identification des phases présentes, la DRX permet aussi la mesure des contraintes résiduelles, le paramètre de la maille, la taille des grains, et l'étude des textures données dans le tableau II.4

Tableau II.4 : Récapitulatif des paramètres des diffractions utilisées pour applications métallurgique.

Position de pics de diffractions (2θ)	Nature et structure d'un métal, d'une phase ou d'un composé intermétallique, composition d'une solution solide transformation order – désordre -
Variation de position d'un pic de diffraction (2θ)	Contraintes résiduelle
Intensités des pics de diffraction(I)	Dosage de phase (concentration)
Variation de l'intensité d'un pic	Texture cristallographique mesure d'épaisseur.
Forme d'un pic de diffraction	Taille de grain cristallite micro déformation (taux d'écrouissage).



Figure II.5 : Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO

II.3.1.5. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB) :

Le Microscope Electronique à Balayage employé pour ce travail est de type JEOL-JSM-6390 LV (Fig .II.6). Il permet d'accéder à des échelles très différentes. Les observations réalisées par le MEB sont les plus précis qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) équipé par un système(EDAX) a permis d'établir qualitative.



Figure. II.6: Microscope Electronique à Balayage de type JEOL-JSM-6390 LV

II.3.2. Mesure de résistivité électrique :

nous avons utilisé la méthode des quatre points pour mesurer la résistivité électrique, deux des quatre contacts permettent l'arrivée d'un courant continu constant de 0.9mA, tandis que les deux autres servent à mesurer la différence de potentiel correspondante.

Les échantillons pour les mesures ont été préparés mécaniquement sous forme de plan de 20 mm de diamètre



Figure II.7: Resistivimétrie électrique (quatre points)

Référence chapitre II :

- [1] Jean Barrlis, Gérard Maeder , métallurgie :élaboration structures propriétés , normalisation janvier 2001.
- [2] S. Benramache, B. Benhaoua, and F. Chabane, *Matériaux and Techniques* 100-573 (2012).
- [3] S. Nebti, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie (1995).

Chapitre II

Résultats Expérimentaux et Interprétations

Introduction :

Durant le traitement de la plupart des alliages d'aluminium, la précipitation anisotherme et isotherme joue un rôle clé, car elle peut être envisagée dans plusieurs stades des traitements, la précipitation de dispersions durant les traitements d'homogénéisation ou les traitements thermomécaniques, la trempe durant les rampes de chauffage d'un traitement de plusieurs étapes, la dissolution des phases métastables pouvant se produire en compétition avec la précipitation des phases stables et le comportement des alliages durant les traitements isothermes, dépend de la vitesse de chauffage jusqu'aux températures de ces paliers isothermes, il est important de prendre en compte la stabilité des différents précipités durant un traitement anisotherme rapide.

Du point de vue thermodynamique, la précipitation durant les traitements anisothermes diffère de la précipitation classique qui se produit durant les traitements isothermes en plusieurs points :

- la variation de la température durant le traitement anisotherme fait varier tous les paramètres de la précipitation et la germination, donc les précipités formés à un moment donné peuvent être déstabilisés après un certain temps,
- la précipitation dans la plus part des alliages d'aluminium se fait à travers une séquence de plusieurs phases métastables et la variation de la température durant un traitement anisotherme peut altérer cette séquence.

III.1. L'effet du temps de vieillissement à 300 °C pour les deux alliages Al 6000, Al 2017 :

Dans la première partie nous avons étudié l'effet du temps de vieillissement après une homogénéisation à température 530°C pendant 16 h , trempé à l'eau glacée , sur les caractérisations des deux alliages à base d'aluminium Al6000, Al2017 , pour cette étude nous avons fixé la température de vieillissement ,et varié le temps à 24 h , 48 h , 72 h , 82 h, 96 h et 120 h et étudié les caractérisations de chaque durée.

III.1.1. L'effet du temps de vieillissement à 300 °C de l'alliage Al 6000

Le vieillissement de l'alliage Al 6000 à température 300 °C après une trempe à 530°C pendant 16 h, a conduit à la précipitation de la phase d'équilibre β (Mg_2Si) de structure CFC. L'apparition de nouvelles phases dans cet alliage est selon la séquence suivante :



β'' et β' étant des phases de transition métastables [4].

Le processus de cette décomposition α sol.sol.sur $\longrightarrow \alpha_{\text{eq}} + \beta$ est surtout gouverné par la diffusion des atomes de magnésium et silicium dans la matrice.

Le vieillissement naturel (mûrissement à température ambiante) ou artificiel (revenu à basse températures) ne révèle pas la décomposition de la solution solide avec isolation de la seconde phase, les atomes de Mg et Si se déplacent seulement à l'intérieur du réseau cristallin de la solution solide α à de très faibles distances, ils s'accumulent en agrégats dites zones de Guinier-Preston (G.P.I). Le séjour de grande durée à basses températures (mais supérieur à la température ambiante) conduit en général à la formation de grandes zones G.P.II est d'usage de noter ces zones G.P.II[4,10].

Avec l'élévation de la température de vieillissement, les processus de diffusion et par la suite les processus de transformation structurale deviennent plus rapides.

III.1.1.1. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

La figure III.1, montre l'analyse calorimétrique différentielle au cours du chauffage avec une vitesse $10^\circ\text{C}/\text{min}$, d'un échantillon Al6000 homogénéisé à 530°C pendant 16 h et trempé à l'eau glacée, montre deux pics exothermiques, et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés à l'intervalle I= $[230 - 300^\circ\text{C}]$, II= $[390 - 410^\circ\text{C}]$.

Le premier pic exothermique, situé à l'intervalle T= $[230 - 300^\circ\text{C}]$, est probablement lié à l'apparition des phases β'' , β' qui se sont formés rapidement et successivement.

Les travaux de Miao et al [26], Laughlin et al [27] et Jacob et al [22] confirment l'existence de la phase β'' à 240°C , 250°C et à 180°C respectivement, et dans différents travaux [25,26,27] Matsuda et al [25], ont démontré l'existence de la phase β' à température 250°C par microscopie électronique à transmission, Laughlin et al [27] ont observé cette phase à la température 300°C . Le deuxième pic exothermique sur le thermogramme est dû probablement à la présence de la phase d'équilibre β (Mg_2Si).

Les pics endothermiques situés aux intervalles 1= $[50-200^\circ\text{C}]$, 2= $[300-380^\circ\text{C}]$ et 3= $[490-510^\circ\text{C}]$, représentent la dissolution des zones G.P formées au cours de la trempe, (β'' , β'), (β) respectivement [18], donc, nous pouvons conclure que la séquence est la suivante :



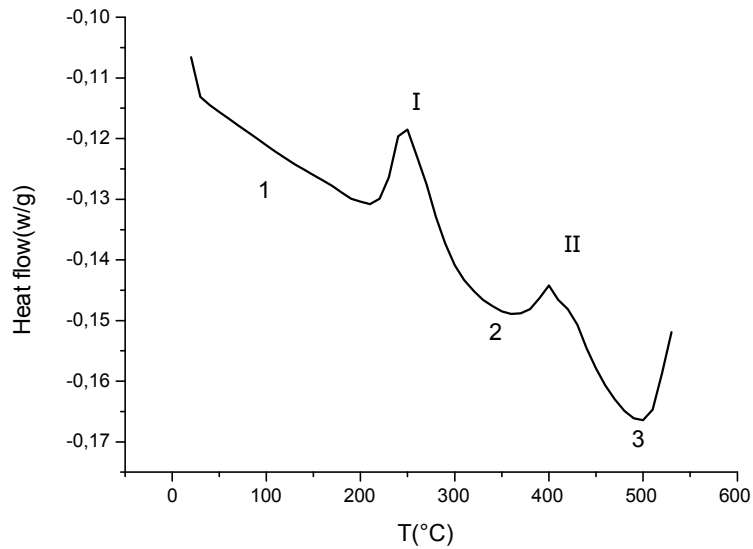


Figure III.1: Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al6000 homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse : $V= 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$

-La figure. III.2, représente une supposition des courbes DSC, nous pouvons remarquer que les pics exothermiques sont décalés, ce décalage est dû à la vitesse de chauffage qui accélère les réactions de précipitations et à la vitesse $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ nous avons un dédoublement du pic I qui confirme la formation des deux phases β'' , β' dans même intervalle [10].

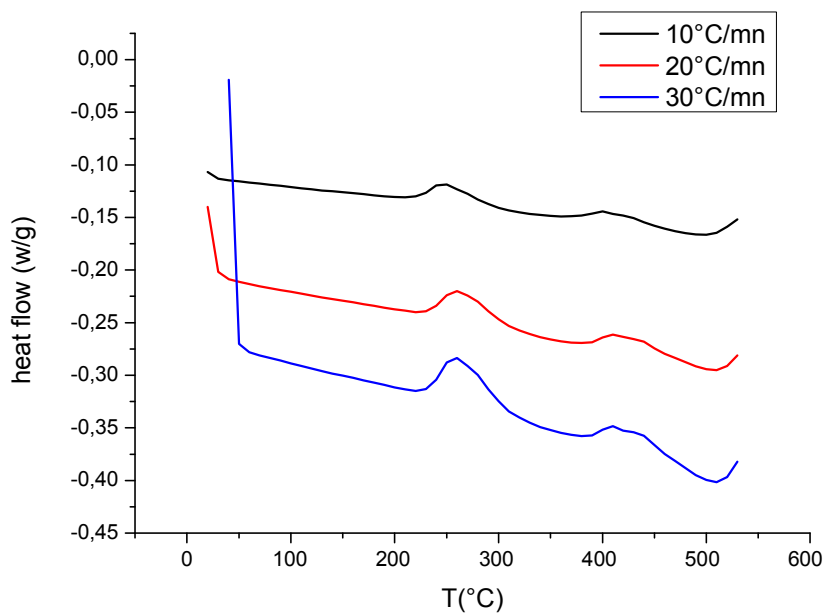


Figure III.2: Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al6000 homogénéisé, trempé et chauffé avec différentes vitesse

III.1.1.1. a. détermination L'énergie d'activation par méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) :

Cette méthode repose sur l'hypothèse qui, au cours de la montée en température, la réaction passe par un maximum avant de décroître, grâce à la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{v}\right) = \frac{E_a}{RT_p} + C \quad (\text{III.1})$$

L'énergie d'activation E_{act} est obtenue à partir de la pente de la droite Y en fonction de $(1000/T_m)$ où C , $C1$ et $C2$ qui sont toujours constantes. La droite a été tracée à l'aide du logiciel Origin par l'option de Fit Linear (fig. III.3). Cette méthode a donné des valeurs proches dont la valeur moyenne est prise pour analyser les résultats. Le calcul de l'énergie d'activation de l'alliage Al6000 est présenté dans le tableau (III .1), qui montre que l'énergie d'activation est grande. Cet agrandissement est dû à la formation de deux phases dans le même pic [3].

Tableau III.1: Energie d'activation de formation des phases des précipités

Formation des précipités	Energie d'activation (Kj/mole)
Formation de deux phases : β'' , β'	161.017
Formation de la phase : β	127.254

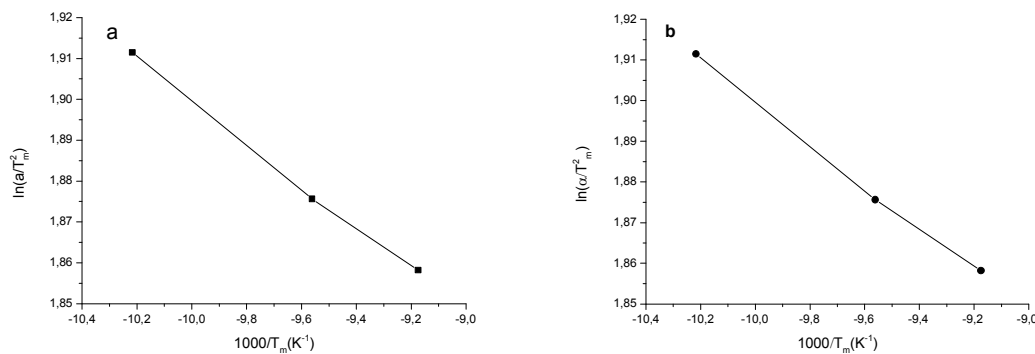


Figure III.3: Courbes de Kissinger pour les pics exothermiques dus à la : (a) formation des Phases β'' et β' (b) formation de phases β .

III.1.1.2 .Microscopie optique :

La figure (III.4) illustre la microstructure typique à l'état brut des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur où elle montre qu'il ya une distribution non uniforme des tailles des grains, des précipités stables aux les joins des grains.

Effet de temps de vieillissement sur les microstructures est présenté dans la figure (III. 5) de mise en solution de l'alliage qui a donné essentiellement, un grand Mg_2Si (la phase β) avec l'augmentation de temps de vieillissement il s'est diminué.

Les particules intermétalliques AlFe (A) observées sur les microstructures possèdent des formes irrégulières et des tailles variables, ceci prouve que celles-ci existaient déjà avant à l'état brut, car le vieillissement provoque uniquement le changement de composition chimique.

Les microstructures montrent que le type de précipitation est continue, nous remarquons l'apparition de petites (fines) particules situées plus particulièrement à l'intérieur des grains dans les temps 48 h, 96 h où dans la dernier durée nous avons obtenu une forte densité des particules plus fines [1, 3, 4,38]

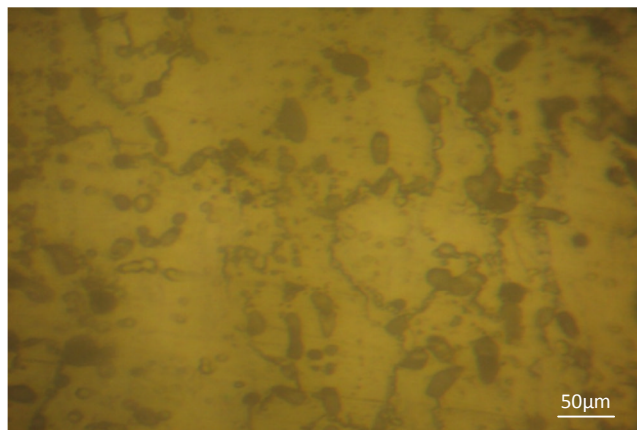


Figure III.4: Microstructure de l'alliage Al6000 à l'état brut

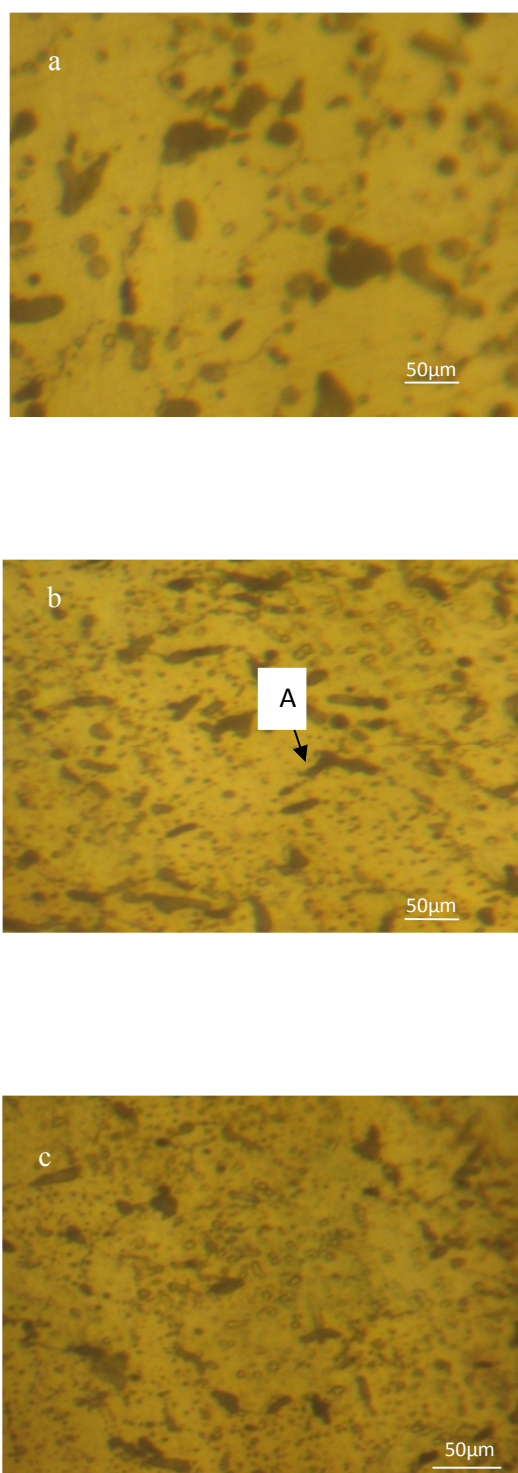


Figure III.5: Microstructure de l'alliage Al6000 vieillis à 300 °C : (a) pendant 24 h, (b) pendant 48 h, (c) pendant 96 h

III.1.1.3. Les diffractions des rayons X :

La diffraction des rayons X est le moyen le plus adapté pour mettre en évidence la présence de phases dans les divers matériaux, elle est très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin.

L'essentiel avantage de cette technique est d'observer tous les changements qui peuvent avoir lieu au cours des différents traitements, en suivant les caractéristiques des pics de diffraction des nouvelles phases.

Le diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 étudié à l'état brut est représenté sur la figure (III. 6) , selon la fiche ASTM, les pics présentés correspondant à la structure cubique à face centrée FCC de la matrice d'aluminium , nous a donné des résultats montrant que le pic le plus intense est celui (111) de la matrice de l'aluminium pur, et des autres pics d'aluminium (200) ,(311) , (222) et (220) avec des différentes intensités.

D'après le diagramme de diffractions des rayons X de Al6000 à l'état trempé représenté dans la figure (III.7), nous pouvons remarquer l'apparition de nouveaux pics à $2\theta = 31.81^\circ$ avec une grande intensité et à $2\theta = 21,99^\circ$ avec une faible intensité, ces pics montrent la précipitation des phases, selon l'étude de Minoda et al [37] ,les pics des phases intermétalliques β -AlFeSi , α -AlFeSi respectivement , et un autre pic à $2\theta = 40,12^\circ$ avec une faible intensité, qui illustre la présence de la phase β (Mg_2Si) qui est formée à la température ambiante après l'homogénéisation, où le temps intermédiaire de la trempe et l'analyse de diffraction des rayons X a duré un mois [8].

Les diagrammes de diffractions des rayons X de l'alliage Al6000 homogénéisé, trempé et vieilli à température $300^\circ C$ aux différents temps (24, 48, 72, 82, 96 et 120 h) sont représentés dans les figures (III 8, 9,10, 11, 12 et 13). Nous pouvons remarquer tout d'abord la diminution de l'intensité des pics de diffraction de la phase intermétallique ($2\theta = 21,99^\circ$, 31.81°) , et l'apparition des autres pics de la phase AlFeSi ($11,2^\circ, 12^\circ, 33^\circ, 36^\circ$) dans tous les diagrammes et au même temps , nous avons vu l'apparition des pics à $2\theta = 24.24^\circ, 28.07^\circ, 58.03^\circ, 72.90^\circ, 86.63^\circ$ de la phase β et l'augmentation de l'intensité de pic principale de la phase β ($2\theta = 40.12^\circ$) aux temps de vieillissement 24 h, 48 h ,72 h , 82 h et 96 h avec des intensités différentes. Ces pics disparaissent dans les temps les plus élevés (120 h), ce qui implique la coalescence de cette phase qui peut être liée à l'augmentation de la solubilité des atomes de Mg et Si dans la matrice de l'aluminium.

Nous avons pu remarquer aussi une variation d'intensités des pics pour chaque temps de vieillissement (figure III.14). Nous avons aux temps 82 h, 96 h et 120 h une diminution importante de l'intensité des pics, ceci pourrait être dû à une recristallisation [4, 14,21].

La figure (III.15) représente la variation des positions des pics en fonction de temps de vieillissement, montre clairement que les pics sont décalés vers les grands angles avec un petit 2θ aux premiers temps. Au temps 120 h on a un grand décalage par rapport aux autres temps, ce déplacement qui est causé par la réorganisation des grains, le réarrangement des dislocations, et leur disparition au cours de recristallisation.

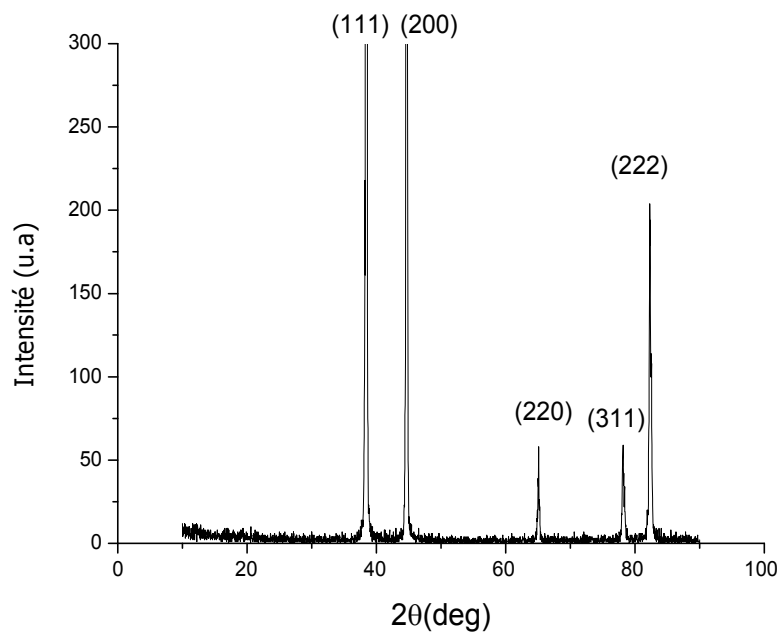


Figure III.6: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 à l'état brut

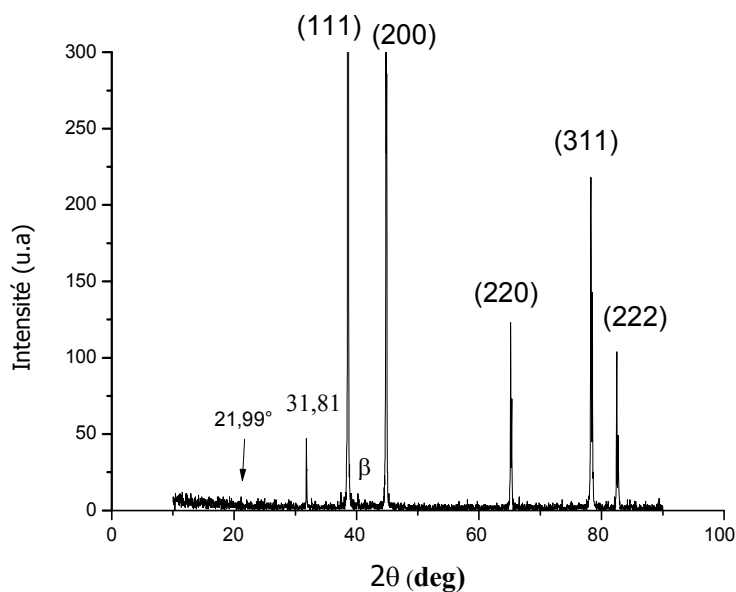


Figure III.7: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéisé 16 h à 530 °C, trempé à l'eau glacé

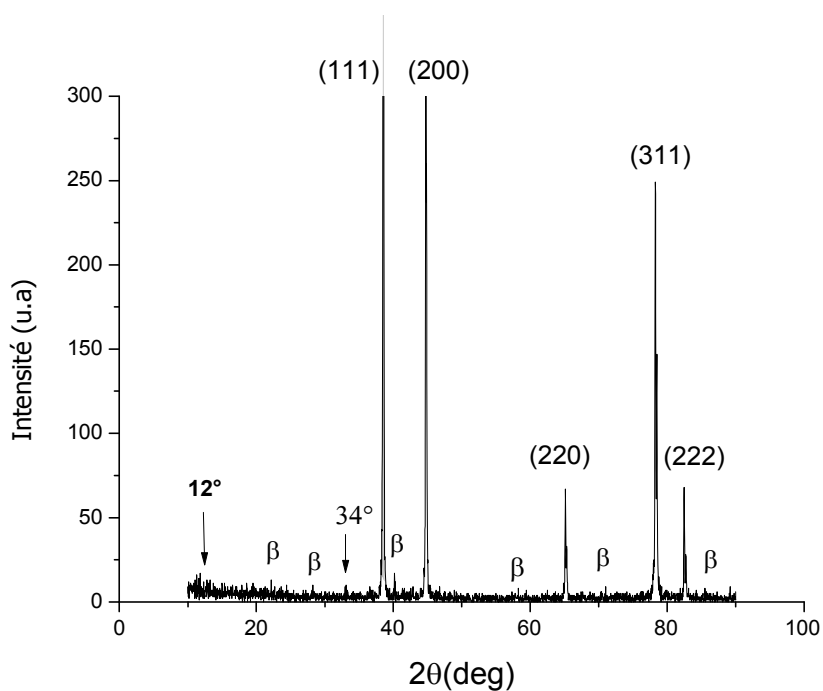


Figure.III.8 : Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 24 h à 300°C

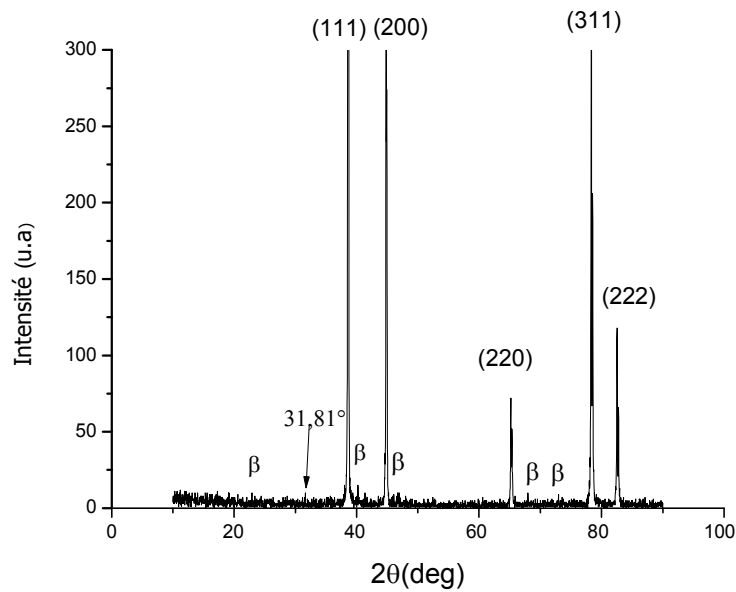


Figure. III.9 : Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 48h à 300°C

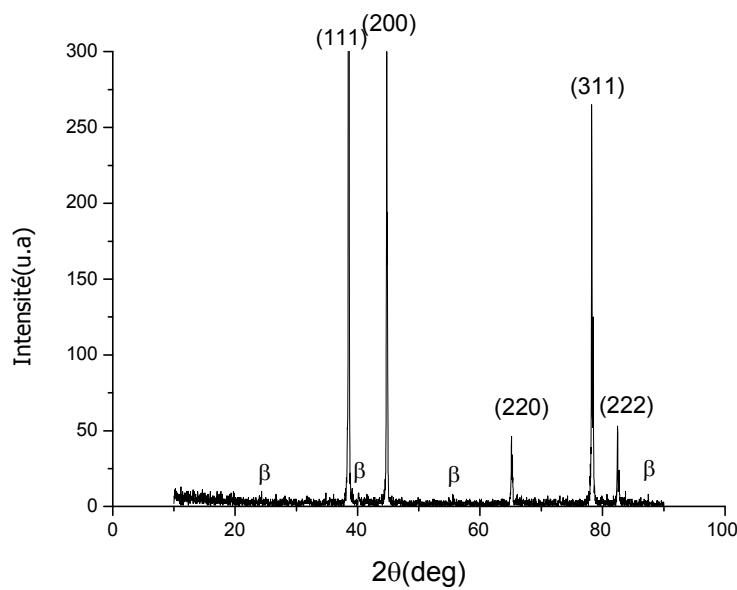


Figure III.10: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 72 h à 300 °C

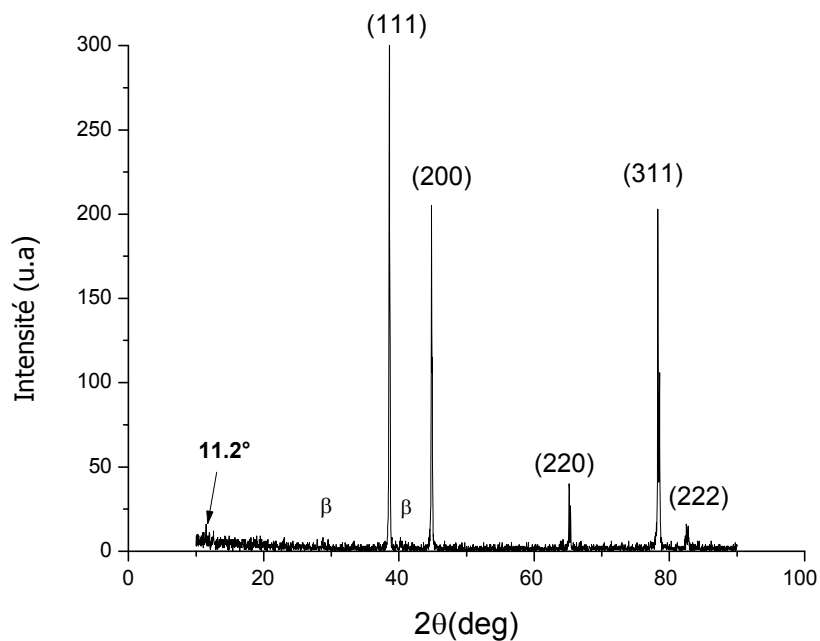


Figure III.11: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 82 h à 300 °C

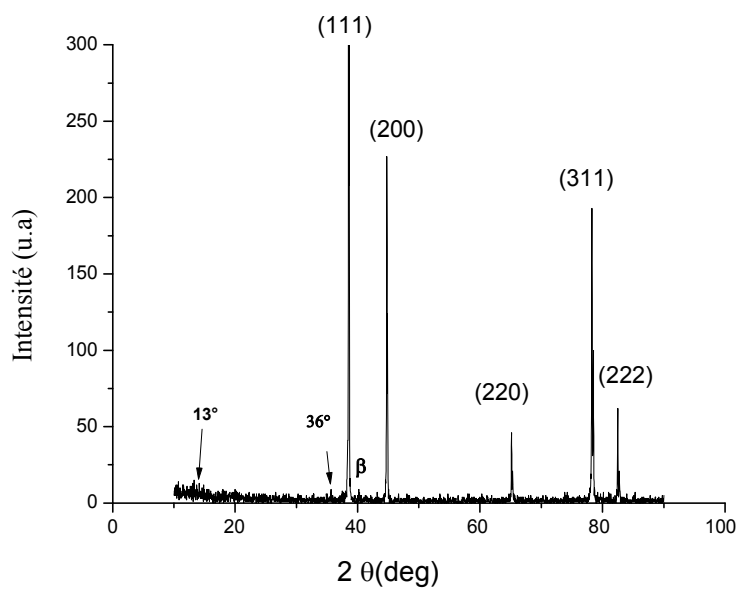


Figure III.12: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 vieilli 96 h à 300 °C

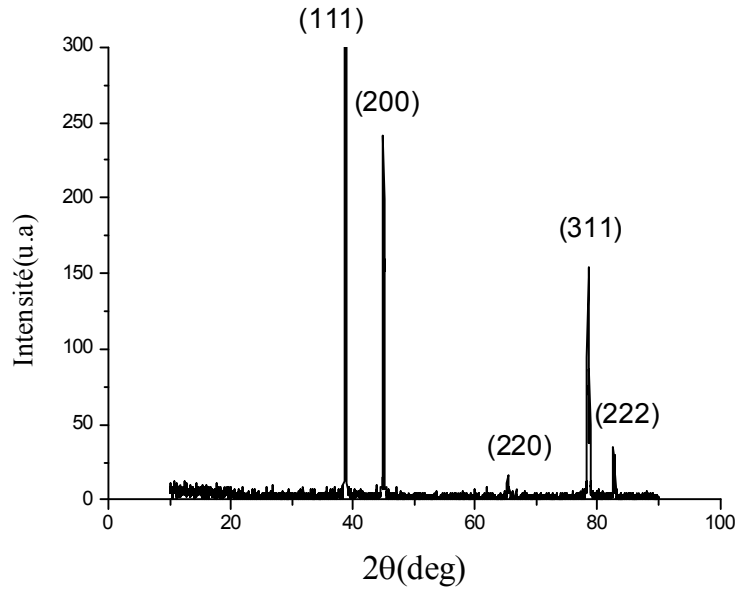


Figure III.13: Diffractogramme des rayons X de l’alliage Al6000 vieilli 120 h à 300 °C

Tableau III.2: les indices de Miller de chaque pic de la phase β

2θ	24 ,24°	28 ,07°	40 ,12°	58,03°	72 ,90°	86,63°
(hkl)	(111)	(200)	(220)	(400)	(422)	(440)

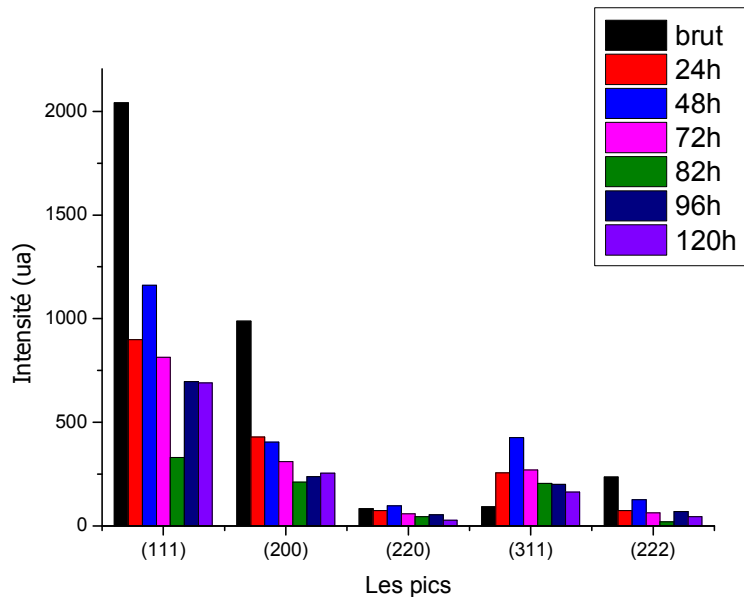


Figure III.14: Variations des intensités des différents pics de diffraction des rayons X en fonction du temps de vieillissement à 300 °C de l’alliage Al6000

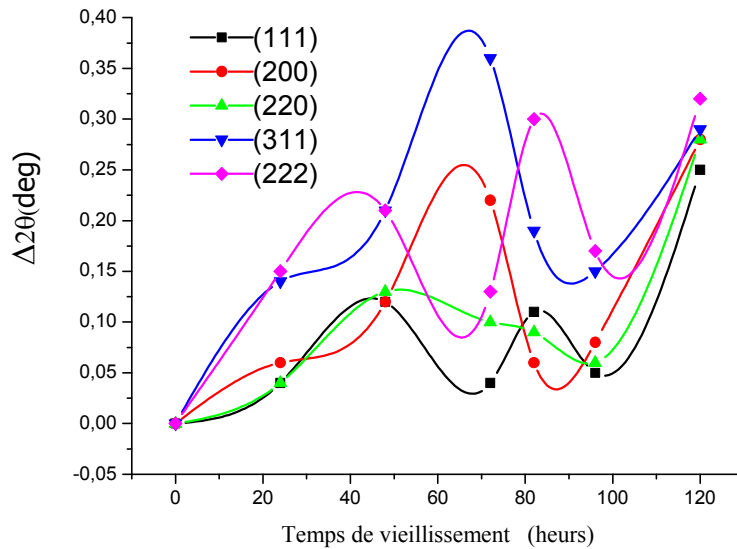


Figure III.15: Variation des positions ($\Delta 2\theta$) des pics de l'alliage Al 6000 en fonction de temps de vieillissement à 300°C

III.1.1.3. a. La taille des grains :

A partir de la figure III.16 qui représente la variation de taille moyenne des grains en fonction de temps de vieillissement, nous pouvons déduire l'affinement de la taille de grains à 48 h de vieillissement par contre l'augmentation de la taille de grain à 120 h de vieillissement est dû à la recristallisation. Aux temps intermédiaires, nous avons distingué une augmentation dû probablement à celle de la solubilité des atomes de Mg, Si dans la matrice d'aluminium.

III.1.1.3. b. Le Paramètre cristallin (a):

A partir des diffractions des rayons X et la loi de Bragg nous avons calculé le paramètre cristallin (a)

Il est rigoureusement établi depuis bien longtemps qu'il existe deux types essentiels de précipitations :

- La précipitation continue ou nous observons seulement deux phases, la première est la solution solide initialement sursaturée appauvrie en soluté (solution solide d'équilibre) et la seconde la phase précipitée.

La différence entre ces deux types de précipitation est la nature de la variation du paramètre du réseau cristallin de la matrice durant le vieillissement. Dans le premier cas la

variation est discontinue caractérisée par la coexistence simultanée de deux valeurs du paramètre du réseau de la matrice pendant un duré bien déterminée du vieillissement (dans un certain intervalle de temps) .dans le second cas, le paramètre du réseau de la matrice sursaturé varie d'une façon continue au fur et à mesure qu'elle s'appauvrit en soluté.

Dans la figure III.17 qui représente la variation de paramètre cristallin de l'alliage Al6000 en fonction de temps de vieillissement, nous pouvons remarquer que Les valeurs sont proches les uns des autres, ce qui indique que la précipitation dans ce cas est continue. Ce changement léger explique l'effet du temps de vieillissement sur la taille de grain (figure III.16) Lorsque la taille des grains affecte les paramètres cristallins [8 ,20].

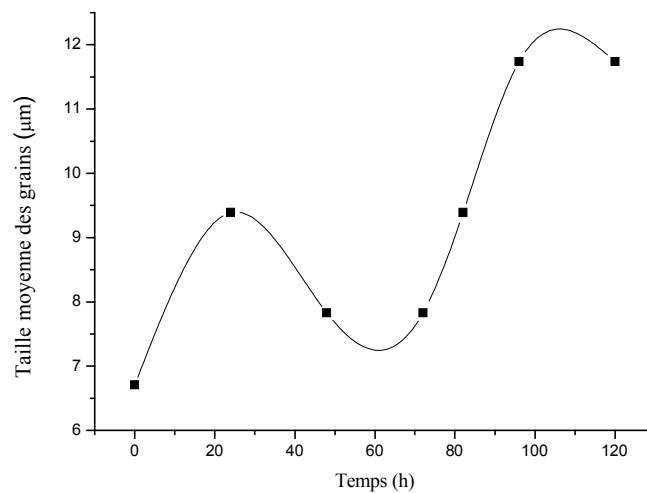


Figure III.16: Variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al6000 en fonction du temps de vieillissement à 300 °C

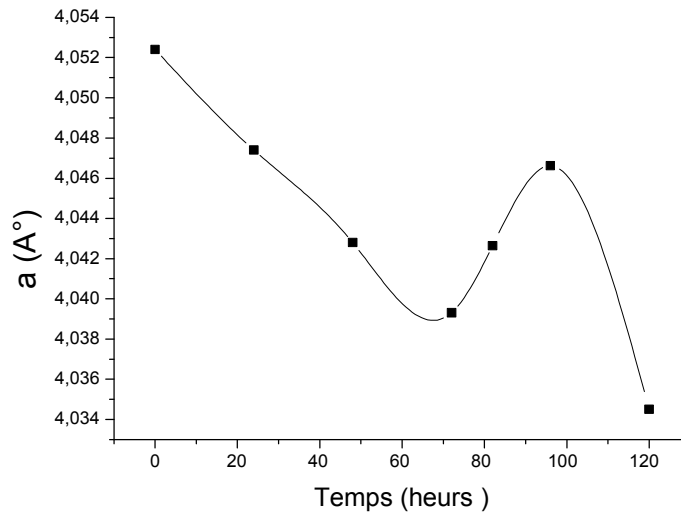


Figure III.17: La variation de paramètre cristallin de la matrice de l'alliage Al6000 en fonction du temps de vieillissement à 300 °C

III.1.1.4 .La microdureté :

Le durcissement structurel de l'alliage Al6000 a été suivi par l'essai de microdureté Vickers Hv, au cours du vieillissement à 300 °C aux différents temps 24 h, 48 h, 72 h, 82 h, 96 h et 120 h (figure III.18). Nous pouvons remarquer que le meilleur durcissement, présenté en 24 h liée à la présence de la phase intermétallique AlFeSi et d'une quantité de la phase β'' qui est le responsable de durcissement quand la dissolution de la phase β'' n'est pas fini et au même temps la phase β' métastable se forme [4, 35,37, 38].

Nous remarquons que la microdureté diminue avec l'augmentation au temps de vieillissement après 24h, cette diminution est due à la formation de les phases β' , β stable Mg₂Si et leur dissolution et les domaines de recristallisation comme nous l'avons vue dans les diffractions des rayons X et l'augmentation de la taille des grains dans les langues durées. [1, 15, 21,37].

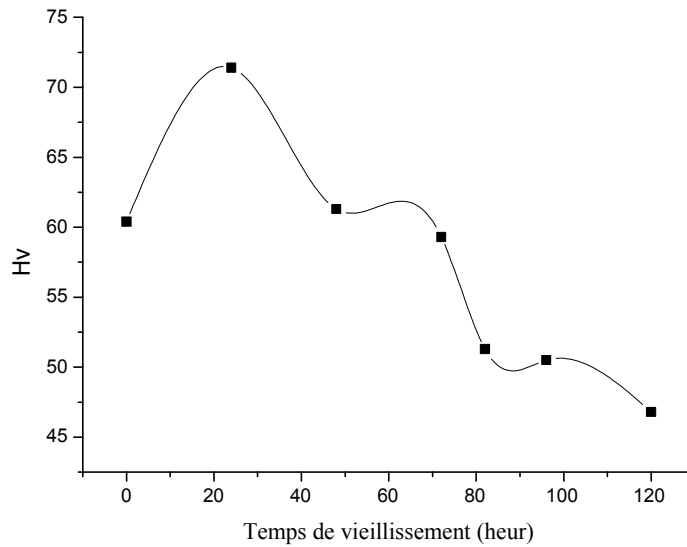


Figure III.18: Evolution microdureté Al6000 en fonction du temps de vieillissement 300 °C

III.1.1.5 .Propriété électrique (résistivité) :

Dans cette partie du travail, nous avons étudié l'effet des traitements de vieillissement sur les propriétés électriques de l'alliage Al6000. Pour cela, nous avons utilisé la méthode des quatre points pour mesurer la résistivité électrique

La résistance électrique du métal apparaît avec l'existence des imperfections dans le réseau cristallin. Si les atomes du métal étaient positionnés dans les nœuds d'un réseau parfait la résistance sera nulle. En réalité, la résistance électrique apparaît avec l'existence des dislocations des joints des grains des impuretés des autres types de défauts [32].

La figure III.19 présente l'évolution de la résistivité électrique de l'alliage en fonction du temps de vieillissement. Les échantillons d'alliage ont vieillis sous la température de 300°C pendant différents temps (24 h, 48 h, 72 h, 82 h et 120 h).

D'autre part, il a été montré que, lors de la trempe de vieillissement d'une solution solide sursaturée, la résistivité électrique diminue dans (48 h, 72 h, 82 h). Cette diminution peut être due à la dissolution des clusters (agrégats) des atomes de solutés et la formation des fines précipités au même temps. Cependant, dans certains cas, la résistivité augmente dans les premiers stades de précipitation. Ce dernier phénomène a été observé dans le premier temps qui est 24 h expliquée par la diffusion des électrons conduits par les précipités [15,23]. Les

calculs ont montré que la résistivité est maximal lorsque la taille des grains est augmenté aux temps de vieillissement 24 h, 96 h et 120 h.

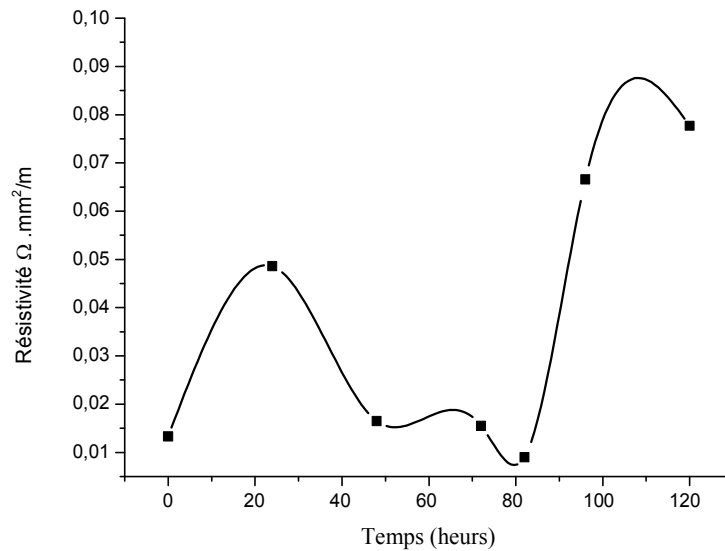


Figure III.19: Variation de résistivité de l'alliage Al6000 en fonction du temps de vieillissement

III.1.2.L'Effets du temps de vieillissement à 300 °C de l'alliage Al 2017

III.1.2.1. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

La figure III.20, montre l'analyse calorimétrique différentielle au cours du chauffage avec une vitesse 10°C/min, d'un échantillon Al2017 homogénéisé à 530°C pendant 16 h et trempé à l'eau glacée.

Nous pouvons distinguer cinq effets thermiques, qui ont été, effectués dans travaux précédents [16, 28,29, 30,31], interprétés comme suit:

- un pic exothermique (I) dans l'intervalle de température [60 -120 °C], avec un autre cas situé vers 95 °C, attribué à la formation des zones GP.
- Un pic endothermique (1) entre 120 °C et 225 °C, qui a une forme asymétrique (qui devient de plus en plus clair quand on augmente la vitesse de montée en température) , en réalité ce pic est le résultat de la compétition entre au moins deux processus qui peuvent se produire simultanément qui sont la dissolution et la croissance des zones GP après la formation complète des zones GP (premier pic exothermique I), le chauffage ultérieur conduit à la dissolution des plus petites zones GP, un tel processus produit un faible pic endothermique, simultanément, évolue en produisant alors un pic exothermique, ces dernières vont se dissoudre aux plus hautes températures en donnant naissance à un pic endothermique plus important, la production de tous ces processus à des domaines de températures très proches conduit à l'apparition d'un pic endothermique asymétrique [30,16]. Si l'on compare les quantités de chaleur dues à la formation et la dissolution des zones GP, il est évident que la plus grande partie des zones est formée au cours du maintien à la température ambiante avant la réalisation de l'essai DSC.
- un grand pic exothermique (II) étalé sur l'intervalle de température [225– 370 °C] qui dans notre cas est situé vers 347°C, suivi immédiatement par deux pics endothermiques situés respectivement, entre 370 °C et 435°C (2) et entre 435 °C et 520 °C (3) , la présence de ces deux derniers pics permet de conclure que le grand pic exothermique (III) ne peut être attribué qu'à la formation des phases θ' et θ , tandis que, ces deux derniers pics sont respectivement dus à leurs dissolutions.

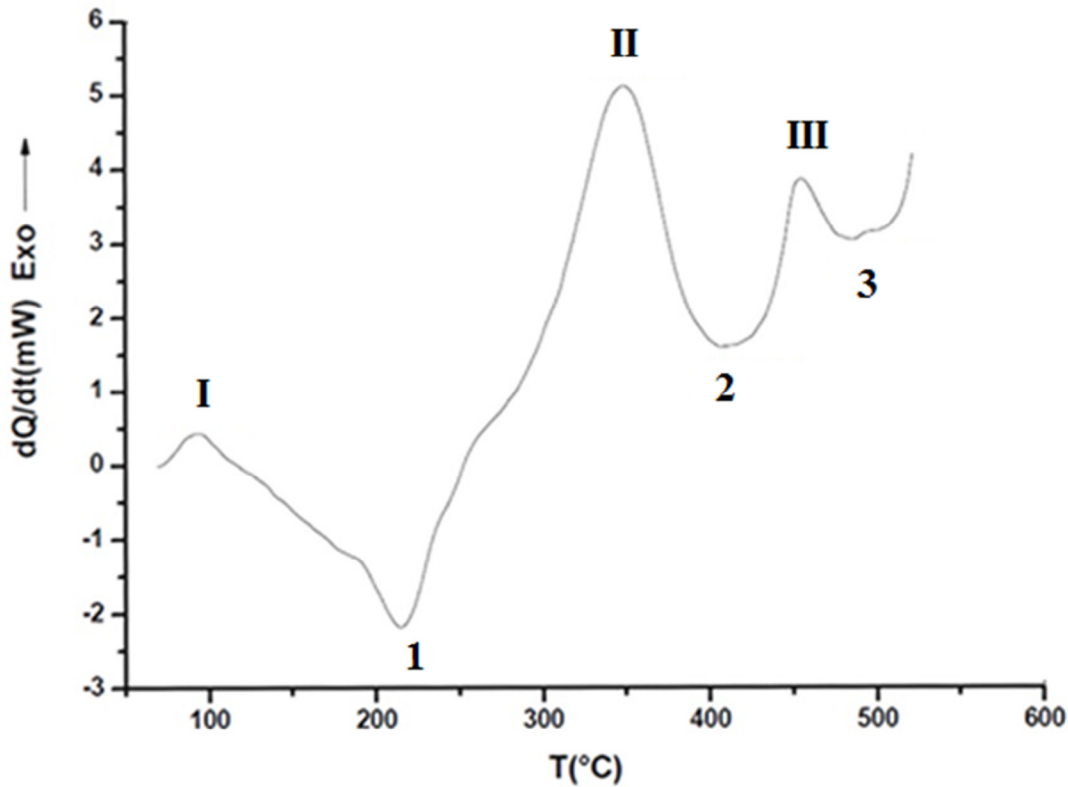


Figure III.20: Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al2017 homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse : $V=10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$

III.1.2.2. Microscopie optique :

La figure III.21 représente les microstructures de l'alliage Al2017 après un vieillissement à température $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant trois temps différents, nous pouvons remarquer au temps 24h, les précipités θ sous forme sphérique avec faible quantité. (Figure III.21. a), tandis que aux temps 82 h ,96 h la microstructure est caractérisée par une distribution aléatoire de fines particules allongées de la phase θ (Figure III.21. b,c).

Comme nous avons observé l'apparition des petites particules intermétallique β

Dans ce traitement, il est très important de noter la présence de la précipitation hétérogène sur les joints des grains [14 ,16]

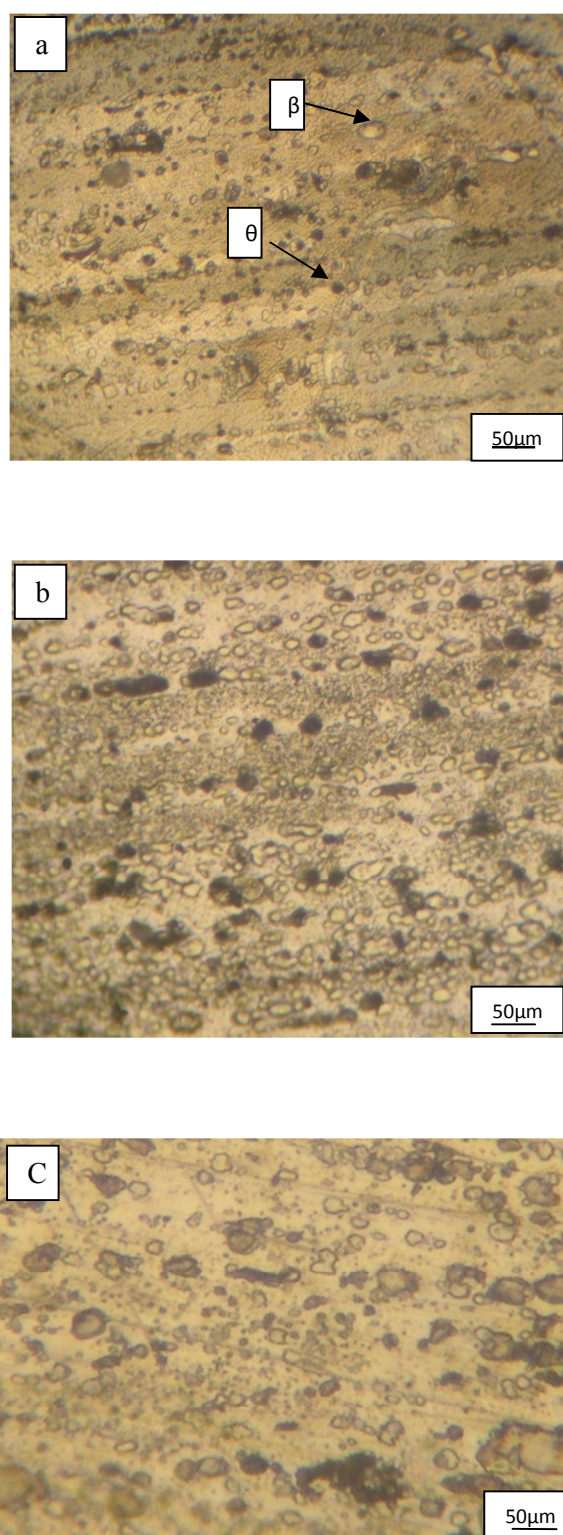


Figure III.21: Microstructures de l'alliage Al2017 vieilli à 300 °C (a : pendant 24 h, b : pendant 82h, c : pendant 96h)

III.1.2.3. La diffraction des rayons X :

Nous avons procédé à cette étude qui est concentrée sur l'illustration de l'influence du temps de vieillissement sur les quantités des différents précipités au cours des traitements.

Nous avons également pu réaliser des expériences de diffraction des rayons X qui permettent directement de :

- avoir une idée sur les cinétiques de formation et de dissolution des différentes Phases au cours du traitement,
- déterminer les quantités des différentes phases formées,
- la mesure des positions angulaires 2θ , la largeur à mi-hauteur $\Delta\theta$ et les intensités I des pics de diffraction de la matrice donnent des informations importantes sur la structure cristallographique et la teneur en soluté de la matrice. L'avantage essentiel de cette technique est l'observation de tous les changements qui peuvent avoir lieu au cours des différents revenus en suivant les caractéristiques des pics de diffraction des nouvelles phases.

La diffraction des rayons X à l'état brut représenté dans la figure (III.22), nous avons montré que les quatre pics de matrice α (111), (200), (220) et (311) se superposent respectivement sur $2\theta = 38.60^\circ$, $2\theta = 45.01^\circ$, $2\theta = 65.43^\circ$ et $2\theta = 78.42^\circ$.

La réflexion la plus intense est celle due aux plans (200) et non celle due aux plans (111), prescrite par les fiches ICDD. Ceci est lié à l'existence d'une orientation privilégiée (texture). En effet, les alliages étudiés sont des tôles obtenues par laminage.

Dans les (figures III.23, 24, 25, 26, 27, 28), nous avons représenté les spectres de diffractions des rayons X de l'alliage Al 2017 en fonction de temps de vieillissement à 300 °C aux temps 24 h, 48 h, 72 h, 82 h, 96 h et 120 h respectivement. Ces spectres montrent la formation et la coalescence des différentes phases au cours du temps de vieillissement.

Si nous comparons les spectres avec l'état brut ou l'état trempé nous avons remarqué qu'en temps 24 h on a des nouveaux pics se sont formés. Ce résultat constitue un grand nombre des précipités qui sont formés et présentés dans les pics suivants : ($2\theta = 40.50^\circ$, 82°) de la phase intermétallique β (Al riche en fer AlFe), et les pics [$(2\theta = 20.84^\circ)$, $(2\theta = 29.40^\circ)$, $(2\theta = 42.79^\circ)$, $(2\theta = 47.57^\circ)$ et $(2\theta = 69.46^\circ)$] de la phase d'équilibres θ Al_2Cu , où θ est la phase la plus stable (tétraгонаle phase).

Avec l'augmentation du temps de vieillissement (48 h, 72 h) nous avons remarqué la diminution d'intensité des pics de la phase θ Al_2Cu ($2\theta = 20.84^\circ$), et la phase β ($2\theta = 40.50^\circ$), et la disparition de pic ($2\theta = 69.46^\circ$) de la phase θ , et au temps 72 h nous avons l'apparition de nouveaux pics à ($2\theta = 13^\circ$, 19.61°) de la phase β , par contre dans 82 h, 96 h et 120 h nous

avons observé la disparition des pics de la phase θ ($2\theta=29.18^\circ$), ($2\theta=69.46^\circ$), nous pouvons interpréter cela par le processus de coalescence de la phase θ . La transformation de la phase θ ou sa coalescence qui peuvent être liées à l'augmentation de la solubilité des atomes de Fe, Cu dans la matrice d'aluminium.

D'un autre côté nous avons remarqué l'apparition d'un nouveau pic d'aluminium avec l'indice de Miller (222) qui est illustré dans la position ($2\theta=82.50^\circ$) dans 96 h, 120 h est dû probablement au domaine de la recristallisation.

La variation de l'intensité des pics en fonction de temps de vieillissement est illustrée dans La figure (III.29), nous pouvons observé que le pic (311) est de faible intensité dans tous les temps de vieillissement par contre au temps 120 h nous avons gardé particulièrement les plus faibles intensités par rapport aux autres temps ,et aux temps 96 h et 120 h un nouveau pic d'aluminium ($2\theta=82.50^\circ$) est apparu . Tout cela est attribué au domaine de la recristallisation, où la morphologie des grains change avec l'augmentation de temps et la transformation de phase dans la matrice [33,38].

La variation des positions des pics de la matrice α de l'alliage Al2017 en fonction de temps de vieillissement est représentée dans la figure (III.30). Nous avons observé un déplacement des pics (200), (111) vers les petits angles aux temps 72h, 82 h, 96h , dus à l'expansion thermique de la matrice, et un léger déplacement vers les grands angles pour les autres pics montre l'existence d'une grande densité des précipitée ,cela signifie que le paramètre de maille des phases θ , β est diminué au cours du temps de vieillissement [7,17,21,38].

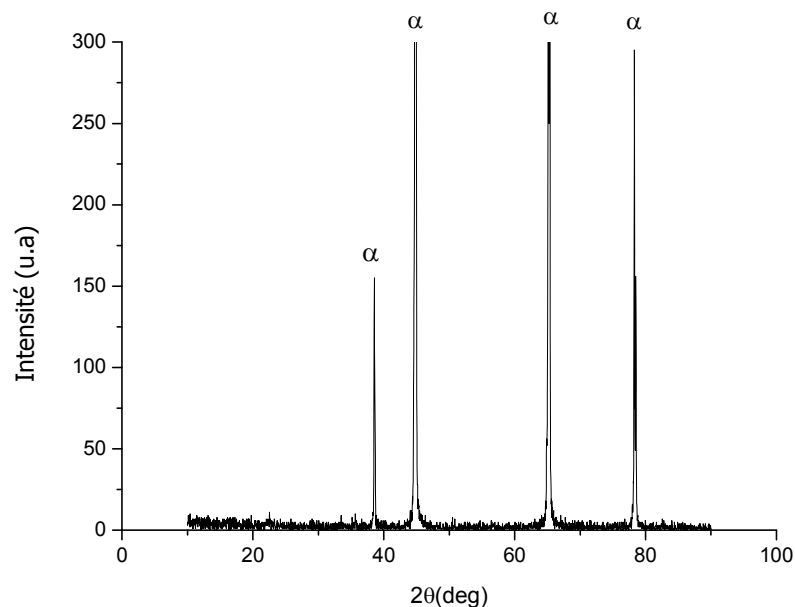


Figure III.22: Diffractogrammes des rayons X de l'alliage Al2017 à l'état brut

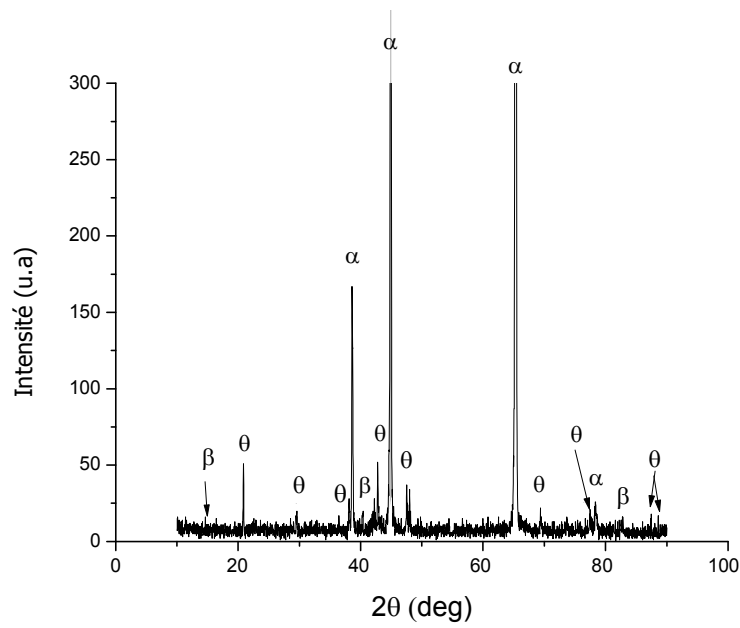


Figure III.23: Diffractogrammes des rayons X de Al2017 vieilli 24 h à 300 °C

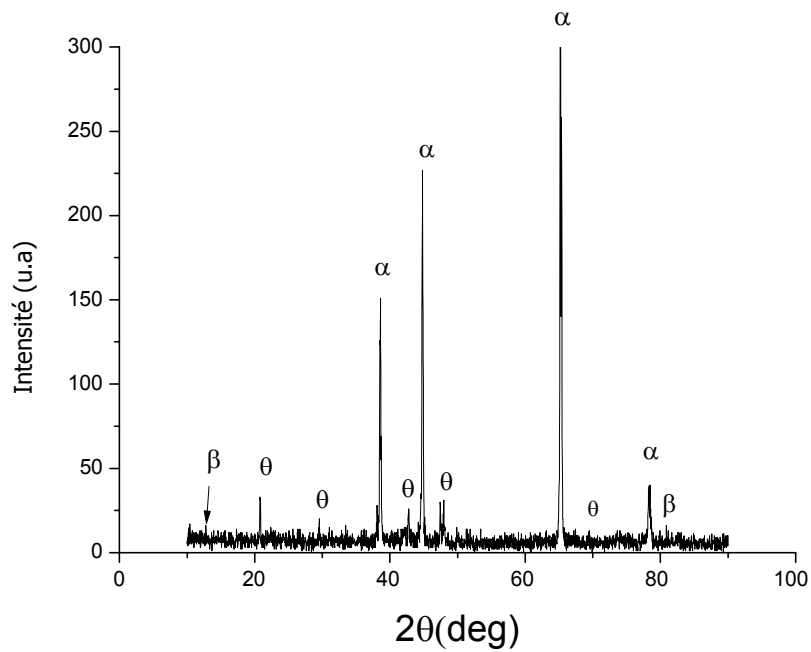


Figure III.24 : Diffractogrammes des rayons X de l'alliage Al2017 vieilli 48 h à 300 °C

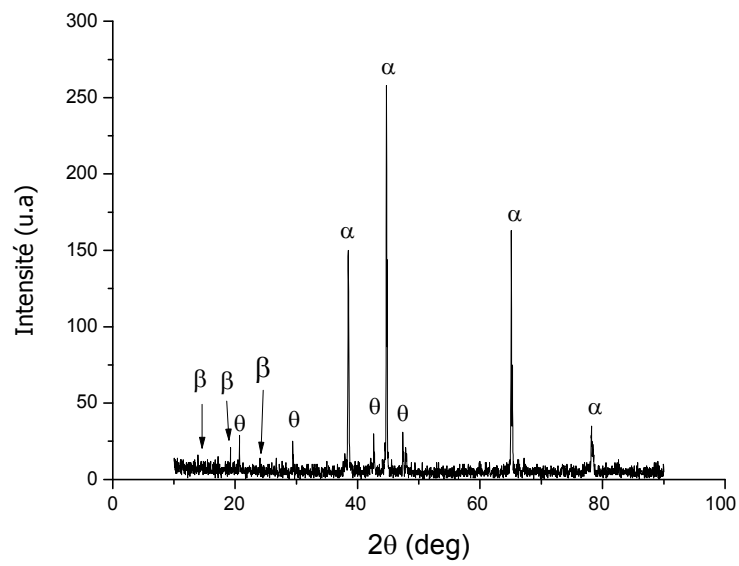


Figure III.25: Diffractogrammes des rayons X de Al2017 vieilli 72 h à 300 °C

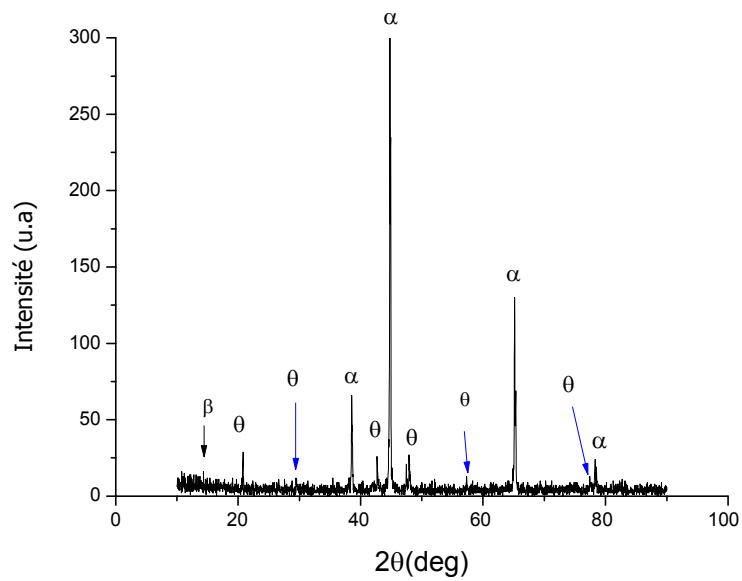


Figure III.26: Diffractogrammes des rayons X de Al 2017 vieilli 82 h à 300 °C

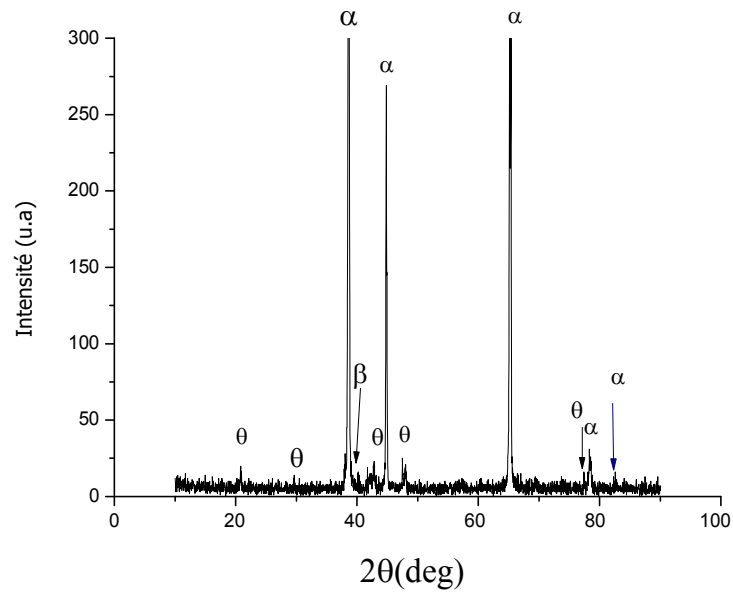


Figure III.27: Diffractogrammes des rayons X de Al2017 vieilli 96 h à 300°C

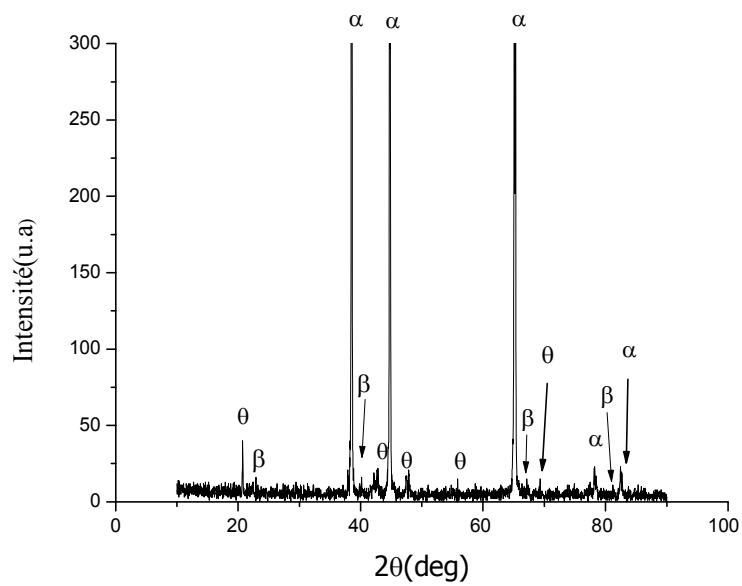


Figure III.28: Diffractogrammes des rayons X de Al2017 vieilli 120 h à 300 °C

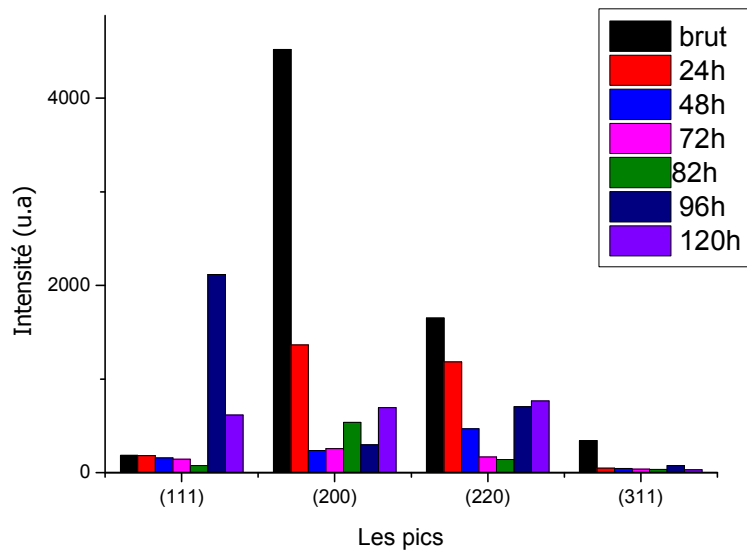


Figure III.29: Variations des intensités des différents pics de diffraction des rayons X en fonction du temps de vieillissement à 300 °C de l’alliage Al2017.

Tableau III.3 : Les indices de Miller des nouveaux pics des précipités de l’alliage Al 2017

2θ	20,84°	29,18	42,79°	47,57°	57,16	69,46°	78,24	88,89	89,90
θ : (hkl)	(110)	(200)	(112)	(202)	(222)	(420)	(004)	(512)	(413)

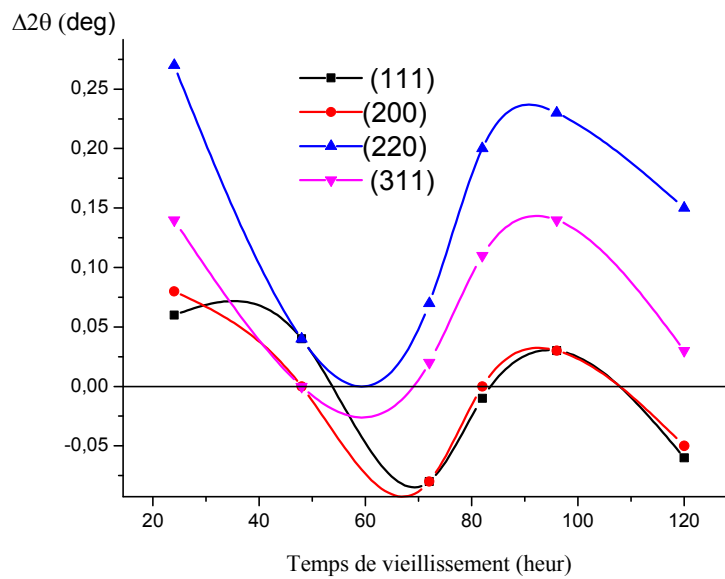


Figure III.30: Variation du ($\Delta 2\theta$) des pics d’alliage Al2017 en fonction de temps de vieillissement à 300°C

- Le suivi des variations de la largeur à mi-hauteur (FWHM) de pic principal de la phase θ (tableau III.3) qui peut nous servir comme un indice de la variation de la taille des précipités, a permis de constater une décroissance de la taille des précipités avec l'augmentation de temps de vieillissement .

Tableau III.4: Variation de FWHM de principal pic de la phase θ en fonction de temps de vieillissement

temps	24 h	48 h	72 h	82 h	96 h
FWHM θ (110)	0.1181	0.2362	0.2464	0.1771	0.3542

III .1.2.3.a. La taille moyenne des grains :

La figure III.31 représente la variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al2017 en fonction des temps de vieillissement, nous pouvons remarquer que la taille des grains est augmentée à 24 h, 48 h

Nous avons la taille maximale de grain au temps de vieillissement 48 h, et diminue aux temps de vieillissements 72h ,82 h, cette diminution est liée au déplacement de les angles des pics vers les petites angles causé par l'apparition des contraintes internes,

Nous avons un affinement des grains dans le temps 96 h puis un agrandissement de la taille à 120h. Nous avons expliqué cette dernière variation à la coalescence de la phase θ et au réarrangement des grains ainsi que le changement de la morphologie des grains au temps 96 h, qui confirme la présence du domaine de recristallisation à la durée de maintien la plus longue comme nous l'avons la vue dans la diffractions des rayons X

Dans la figure III.32 représente la variation du paramètre cristallin en fonction du temps de vieillissement, le paramètre a varié dans l'intervalle [4.05- 4.09Å] nous pouvons remarquer une différence dans le paramètre cristallin qui est pratiquement due à une dissolution de la phase β et une croissance de la phase d'équilibre θ ce qui implique que la précipitation est continue .

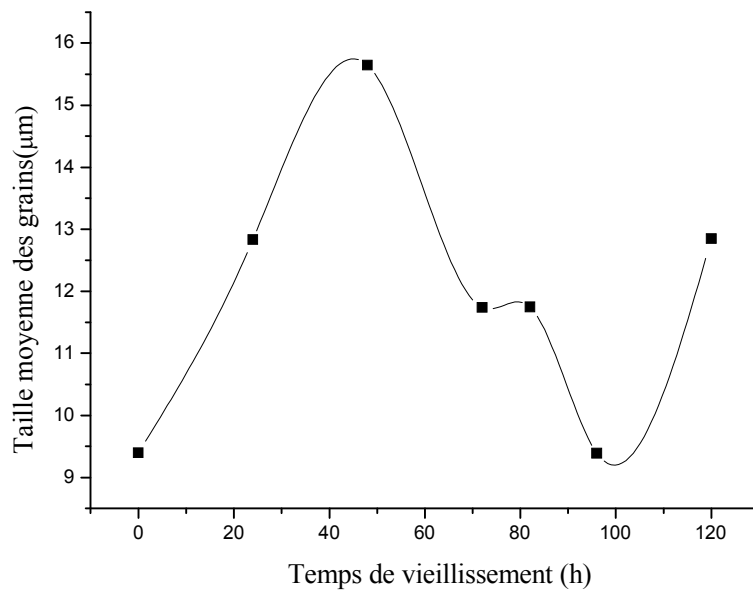


Figure.III.31: Variation de la taille moyenne des grains en fonction du temps de vieillissement de l'alliage Al 2017

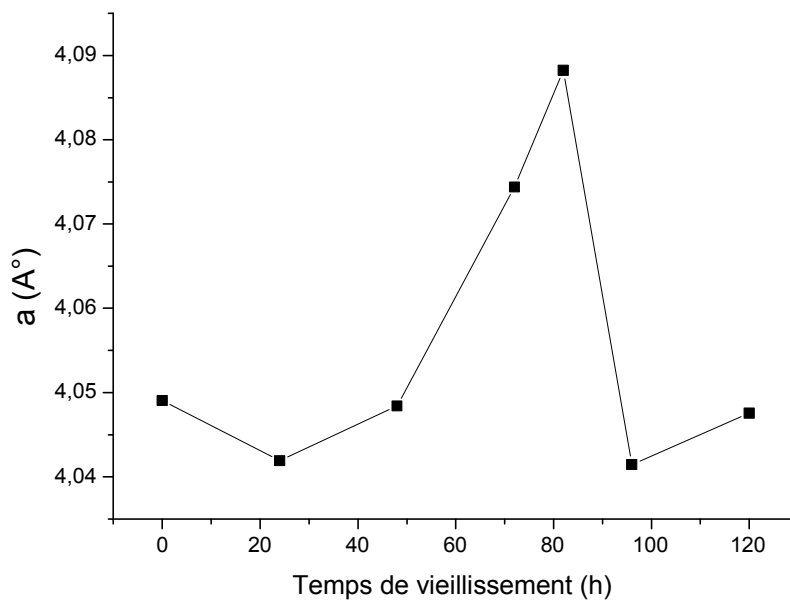


Figure III.32: Variation du paramètre cristallin d'alliage Al 2017 en fonction du temps de vieillissements à 300 °C

III.1.2.4.La microdureté :

La variation de la microdureté Hv en fonction du temps de vieillissement à 300°C de l'alliage Al2017 est illustrée dans la figure (III.33).

La diminution des valeurs de la microdureté établie dans 24 h, 48 h de vieillissement est directement attribuée à la diminution des contraintes internes qui se produit à l'effet du trempe, et la présence de grande quantité de phase stable θ (Al_2Cu) et à la présence de la phase β , d'un autre côté nous pouvons expliquer que cette diminution est causée par la grandeur de la taille des grains dans ces mêmes temps [7,16]

Un point assez surprenant qui provient de ces expériences c'est que l'augmentation de la microdureté dans un temps assez long de vieillissement (72 h) a donné lieu à un pic qui diminue progressivement avec l'augmentation du temps de vieillissement.

Ce point peut être expliqué sur la base des résultats des diffractions des rayons X et la microscopie optique qui montrent le début de domaine de recristallisation où nous avons le réarrangement des grains, et l'apparition de pic à ($2\theta=19.61^\circ$) le plus intense par rapport à les autres positions qui illustre la phase β dû probablement durcir l'alliage au ce temps.

Pour les derniers temps la diminution de la microdureté est liée à la diminution de la densité des précipités et l'augmentation, de leur taille [14, 16,38].

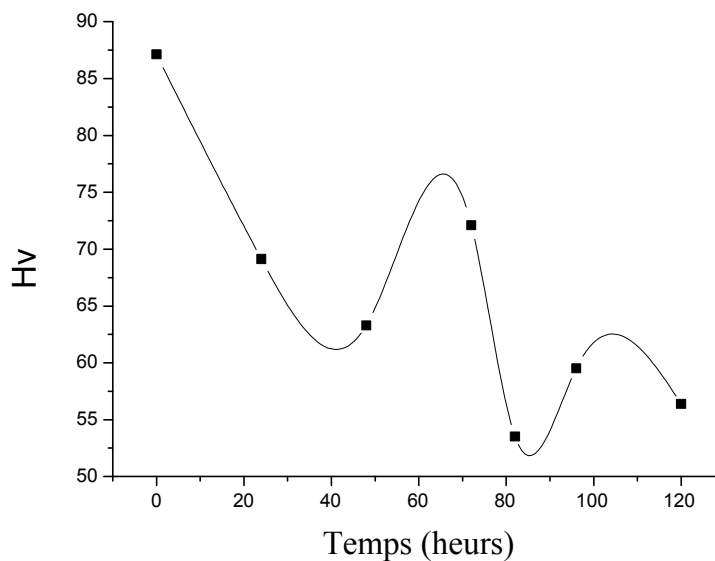


Figure III.33: Evolution de micro dureté d'alliage Al2017 en fonction de temps de vieillissement à 300 °C

III.2.L'effet de vieillissement a partir de deux température 180°C ,280°C :

Dans cette partie du travail nous avons étudié l'effet de vieillissement 180°C ,280°C, sur les caractérisations des deux alliages à base d'aluminium Al6000, Al2017.

Nous avons vieilli les deux alliages à deux températures différentes 180°C, 280°C puis vieillis à température 300 °C, mais le temps de maintien est différent pour l'alliage Al 6000, on a opté pour 24 h, 48 h et pour l'alliage Al2017 nous avons opté pour 8 h.

III.2.1. L'effet de vieillissement à température 180°C ,280°C de l'alliage Al6000 :

L'image de MEB et l'analyse EDX de l'alliage Al 6000 à l'état brut dans la figure (III. 34) présentent une structure dendritique avec quelques précipités sous forme de petites plaquettes qui illustrent les phases β et des particules de la phase intermétallique [1,3].

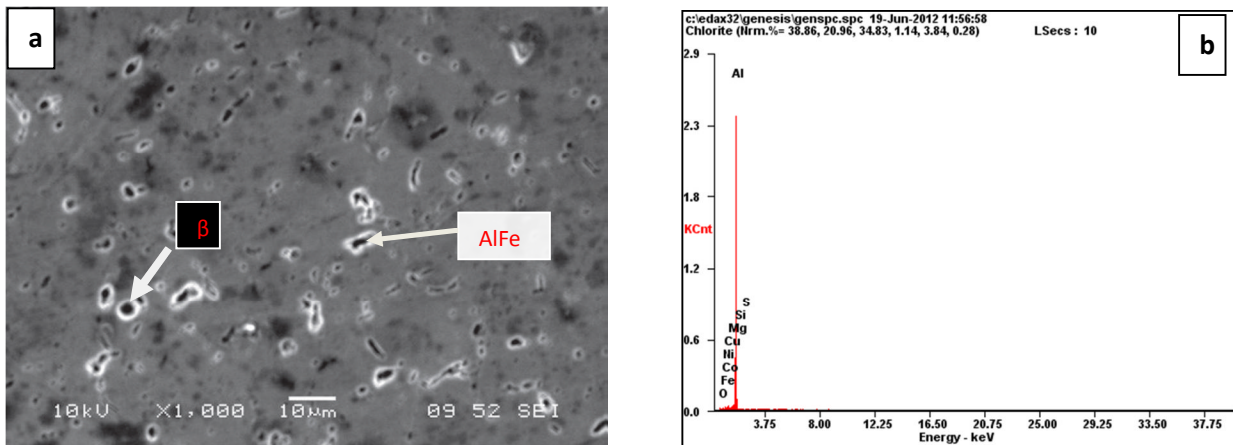


Figure III.34:Analyse chimique par l'EDX d'un point dans l'alliage Al6000

(a) Image obtenu par le MEB

(b) Spectre des pics des éléments identifiés de l'état brut

III.2.1.1Analyse de diffractions des rayons X :

Le diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 étudié à l'état brut est présenté dans la figure (III. 6), les pics présente est correspondant à la structure cubique à face centré CFC de la matrice d'aluminium.

Dans la figure (III.35) nous allons présenter la diffractions des rayons X de l'état trempé, qui montre l'existence des même pics, les pics d'aluminium mais avec des intensités différentes à l'état brut.

➤ cas du vieillissement à 300 °C pendant 24 heures :

Nous pouvons remarquer à l'état traité à 280°C et vieilli à 300 °C pendant 24 h, (figure III. 36) les trois pics de la matrice d'aluminium (111), (200) et (311) et la disparition du pic (220), concernant le pic que (222) son intensité est devenu très faible, et tous cela est dû au domaine de recristallisation. D'où la présence d'un nouveau pic à ($2\theta=40.12^\circ$) illustrent la phase du précipité $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ avec des quantités notables et un autre à ($2\theta=72.06$) qui illustre la phase intermétallique AlFeSi , comme nous l'avons vu dans la microscopie électronique à balayage (figure III.46.a) La phase d'équilibre $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ qui habituellement se forme sur le plan (100) sous forme de petit plaquette de la matrice (100) et d'une structure CFC [1,3, 37,38].

L'état vieilli à 180°C puis vieilli à 300°C à 24h représenté dans la (figure III.37) où nous avons remarqué les pics de α (111), (200), (311), (222), avec des intensités plus faible par rapport aux états précédentes (brut, état traité à 280°C puis vieilli à 300°C), et l'absence de pic (220), et l'apparition d'un nouveau pic à $2\theta = 40,12^\circ$ de la phase β . Celle-ci représente la présence de nouvelle phase de β comme nous l'avons vu dans la (figure III. 45.b). La phase d'équilibre $\beta \text{Mg}_2\text{Si}$, nous pouvons observée un petit décalage vers le grand angle du pic de la phase β . Ce déplacement est causé par la réorganisation des grains, le réarrangement des dislocations, et leur disparition au cour de recristallisation, tous cela est dû probablement à une recristallisation et une précipitation, [1, 16, 21, 23,37]

Dans le cas de vieillissement à 300 °C pendant 24 h, (figure III.38) nous pouvons observer les mêmes pics de matrice à l'état brut (111), (200), (311), (222) avec des intensités plus faible et la disparition du pic (220), et l'apparition des nouveaux pics à ($2\theta=40.12^\circ$) de $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ et des autres pics à ($2\theta=68,7^\circ, 71,06$) de la phase intermétallique AlFeSi qui c'est grâce au domaine de précipitation et recristallisation.

Dans la figure (III.39), qui représente une vue d'ensemble des diffractions des rayons X des états précédentes, nous remarquons un élargissement des pics de cas trempé à température 280 °C et vieilli à 300°C à 24 h par rapport aux autres cas, nous pouvons expliquer cet élargissement par un gonflement de la taille des grains.

➤ cas de vieillissement à 300 °C pendant 48 heures :

Nous pouvons remarquer à l'état vieilli à 280° puis vieilli à 300°C pendant 48 h (figure III.40) les trois pics de la matrice d'aluminium (111), (200) et (311) et la disparition du pic (220), Et l'apparition de nouveaux pics à ($2\theta=40.12^\circ, 72.06$) avec une très faible

intensité (sous forme de tache) qui est la précipité β (Mg_2Si) et la phase $AlFeSi$ respectivement, comme nous l'avons vu dans la microscopie électronique à balayage (figure III 46.a). La phase d'équilibre β (Mg_2Si), se forme habituellement sur le plan (100) sous forme de petites plaquettes et d'une structure CFC. [1, 3, 24,38]

Dans l'état vieilli à $180^\circ C$ puis vieilli à $300^\circ C$ pendant 48 h (figure III. 41) : nous avons remarqué les pics (111), (200) et (311), avec des intensités supérieures aux états précédents et l'absence de pic (220), c'est ce qui explique cette différence par contre le manque du pic de la matrice est probablement dû à la recristallisation dans les deux températures de tremp, la présence d'une forte fraction volumique de la phase correspondante au domaine de précipitation comme nous l'avons vu dans la figure (III.46-b) Celle-ci représente la présence d'une nouvelle phase de β [1, 14,21]

Dans le cas de vieillissement à $300^\circ C$ pendant 48h, la figure (III .42) nous observons les pics (111), (200) et (222) avec des intensités inférieures et dans cet état la disparition du pic (220) par contre le pic (311) existe mais avec une intensité très faible et l'apparition des pics à ($2\theta = 24.2^\circ, 40.12^\circ, 58.03^\circ$) de la phase β , dans ce cas nous pouvons l'expliquer par une précipitation et la recristallisation.

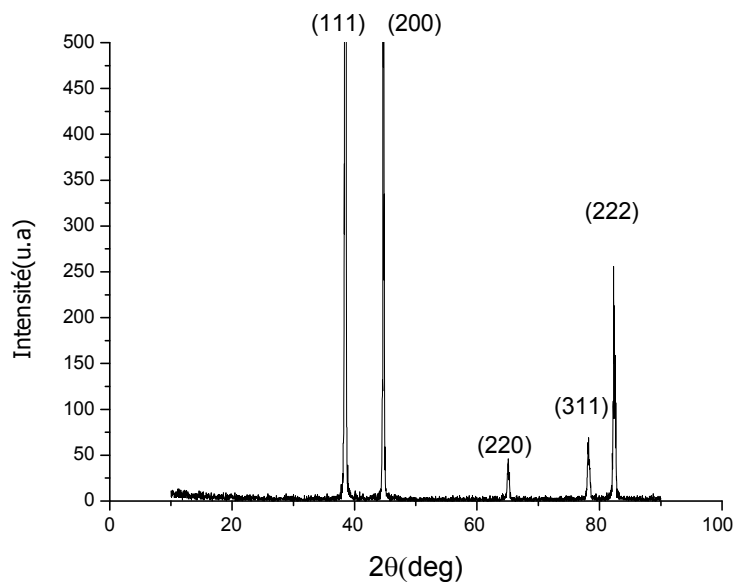


Figure III .35: Diffractogrammes des rayons X d'Al 6000 vieilli 2h à $180^\circ C$

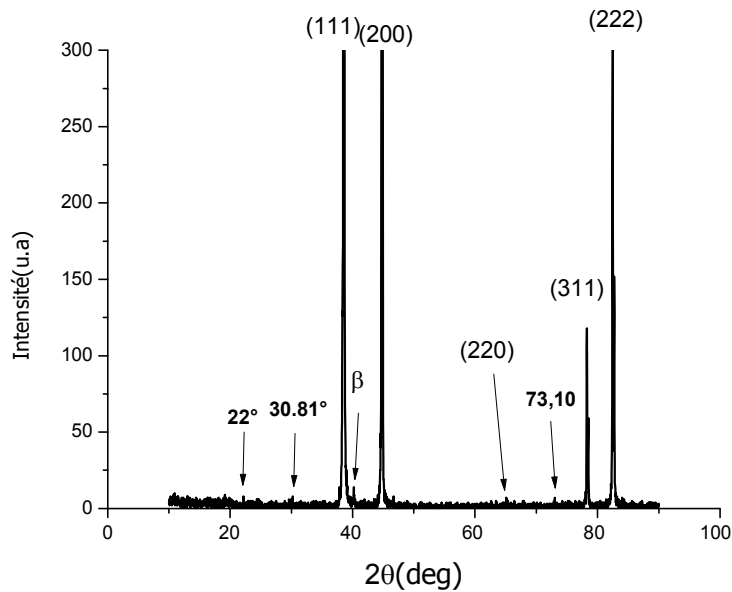


Figure III.36: Diffractogrammes des rayons X de Al6000 vieilli 24h à 300°C,

Dans la (figure III.43) représente une vue d'ensemble des diffractions des rayons X afin de comparer les positions, les formes des pics, nous observons un élargissement des pics à l'état de 180°C par rapport aux deux états précédentes, qui suppose un gonflement dans la taille de grains et un appauvrissement du magnésium

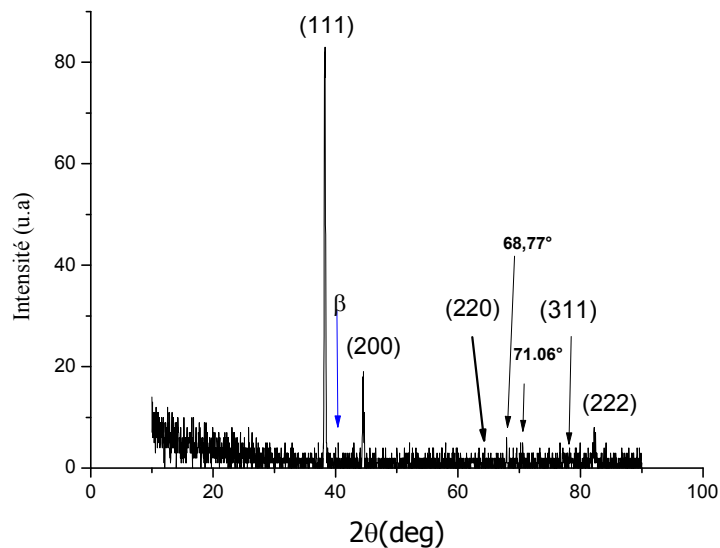


Figure III.38: Diffractogrammes des rayons X de Al 6000 vieilli 24h à 300 °C

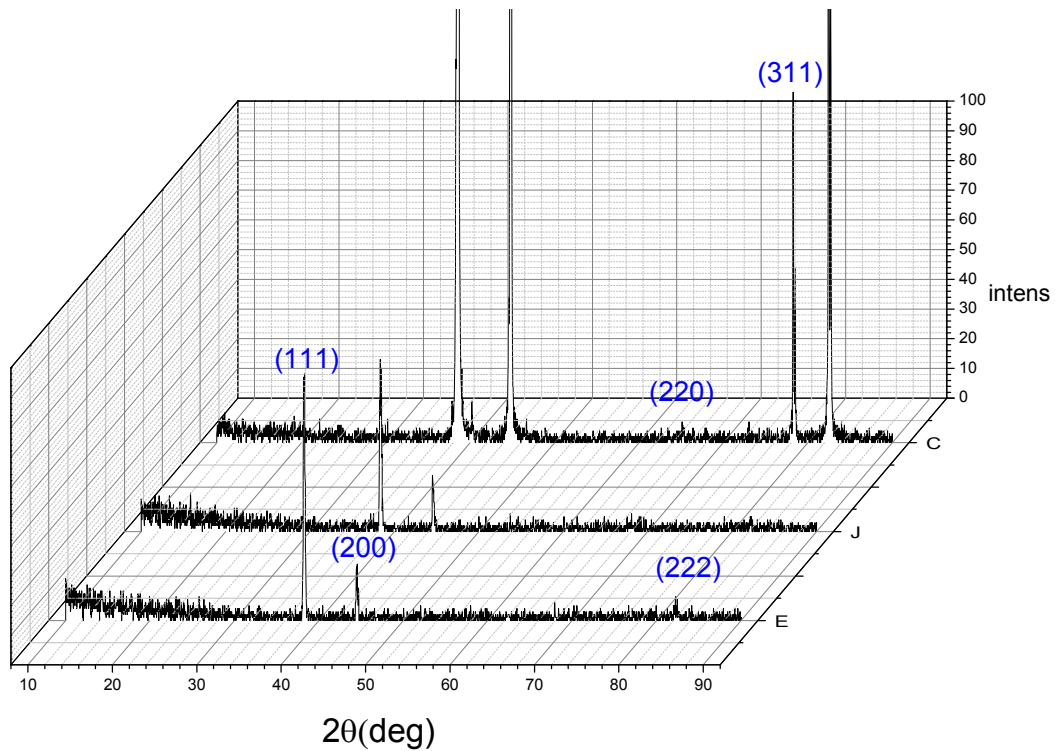


Figure.III.39 : Vue en 3D de l'ensemble des diffraction des rayons X Al 6000 (C) traité à 280 °C et vieilli à 300°C à 24h ;(j) traité à 180°C et vieilli 24 h à 300 °C (E) brut et vieilli à 300 °C à 24h

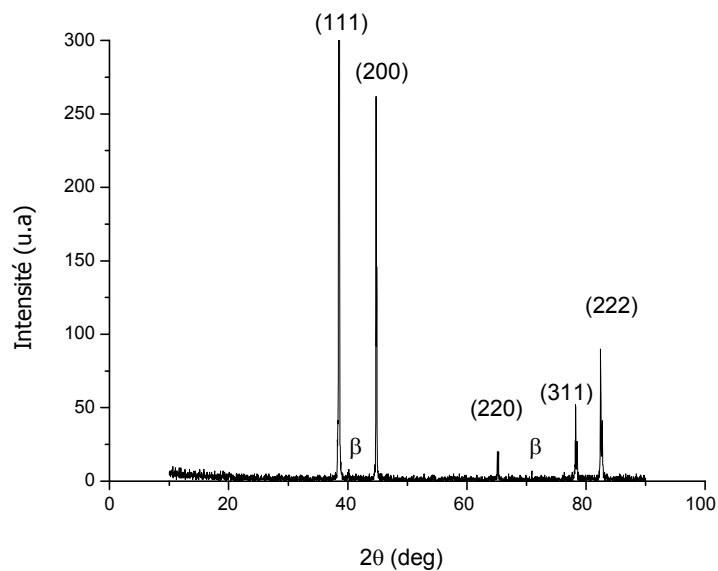


Figure. III.40: Diffractogrammes des rayons X de Al 6000 traité / 280°C et vieilli 48 h

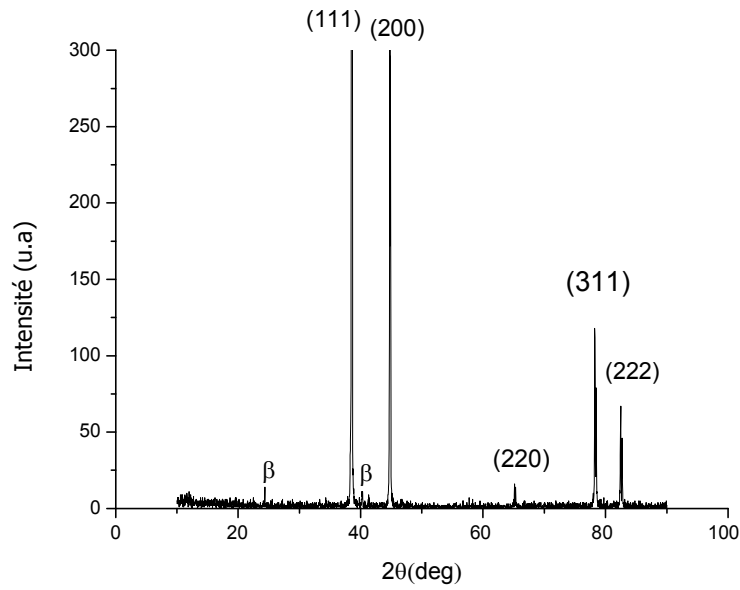


Figure III.41: Diffractogrammes des rayons X de Al 6000 traité /180°C et vieilli 48h

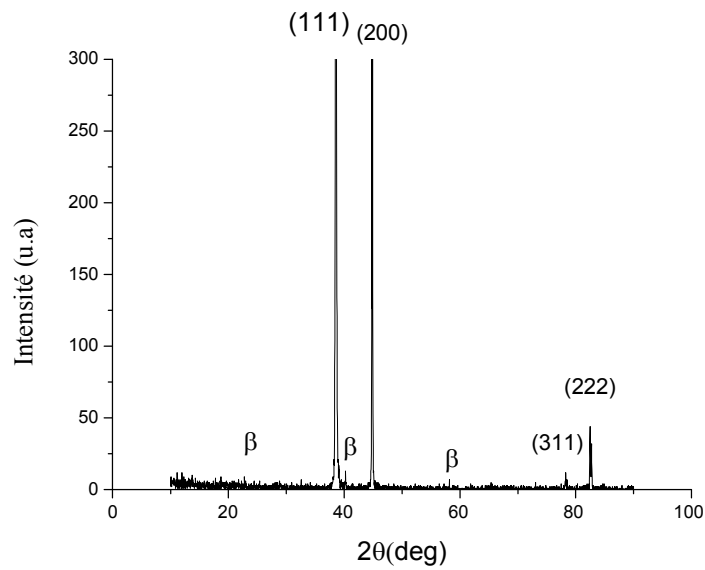


Figure III.42: Diffractogrammes des rayons X de Al 6000 vieilli 48h à 300 °C

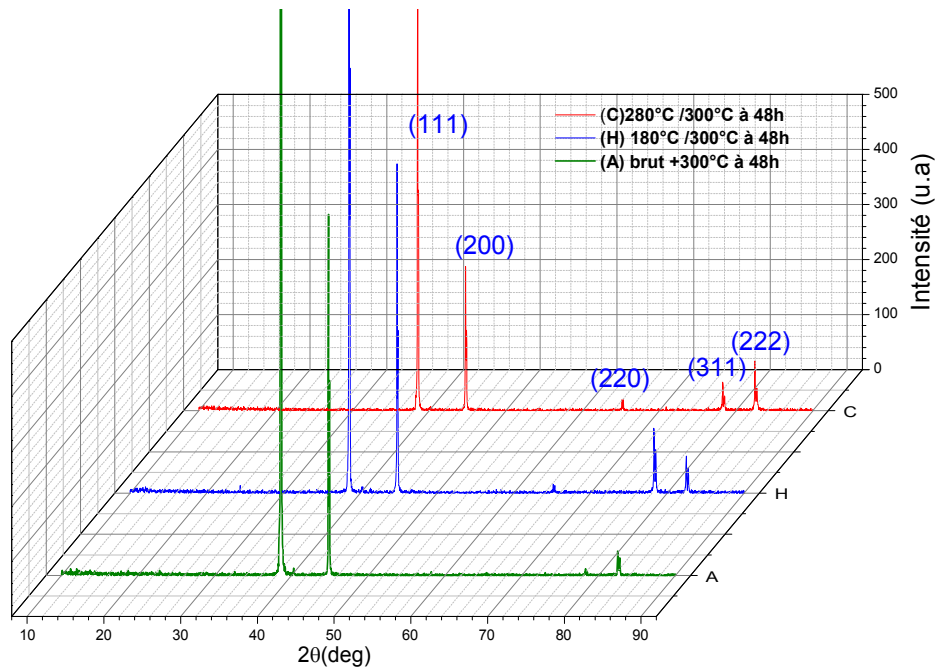


Figure III.43 : Vue en 3D de l'ensemble diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 (C) traité à 280°C et vieilli à 300°C (H) traité à 180°C et vieilli à 300°C (A) Vieilli à 300°C pendant 48h.

III.2.1.2 .Microscopie électronique à balayage :

Dans les figures (III.44 ,45) présentant les microstructures de l'alliage Al6000 par microscopie électronique à balayage. Les images (III.45.a, b) de l'alliage Al6000 traité à 280°C ,180°C et vieilli à 300°C pendant 24h respectivement, nous avons remarqué la phase β de Mg_2Si qui habituellement se forme sur le plan (100) sous forme de petit plaquette de la matrice (100) une structure CFC et la phase intermétallique A [1, 3,38].

Dans la figure (III.45.c) nous avons l'alliage Al6000 à état brut, vieilli à 300°C pendant 24h nous avons observé dans cette image les phases A ($AlFeSi$), $\beta(Mg_2Si)$, nous avons signalé des déformations qui seraient expliquées par une force de procédure de tréfilage,

La figure (III.46.a,b) qui représente deux images de l'alliage Al6000 / 280°C,180°C et vieilli à 300 °C pendant 48h, on observe les petites plaquettes qui illustrent la phase Mg_2Si , avec de faibles quantités , nous avons observé un phénomène de précipitation présenté dans la figure (III.46.a)

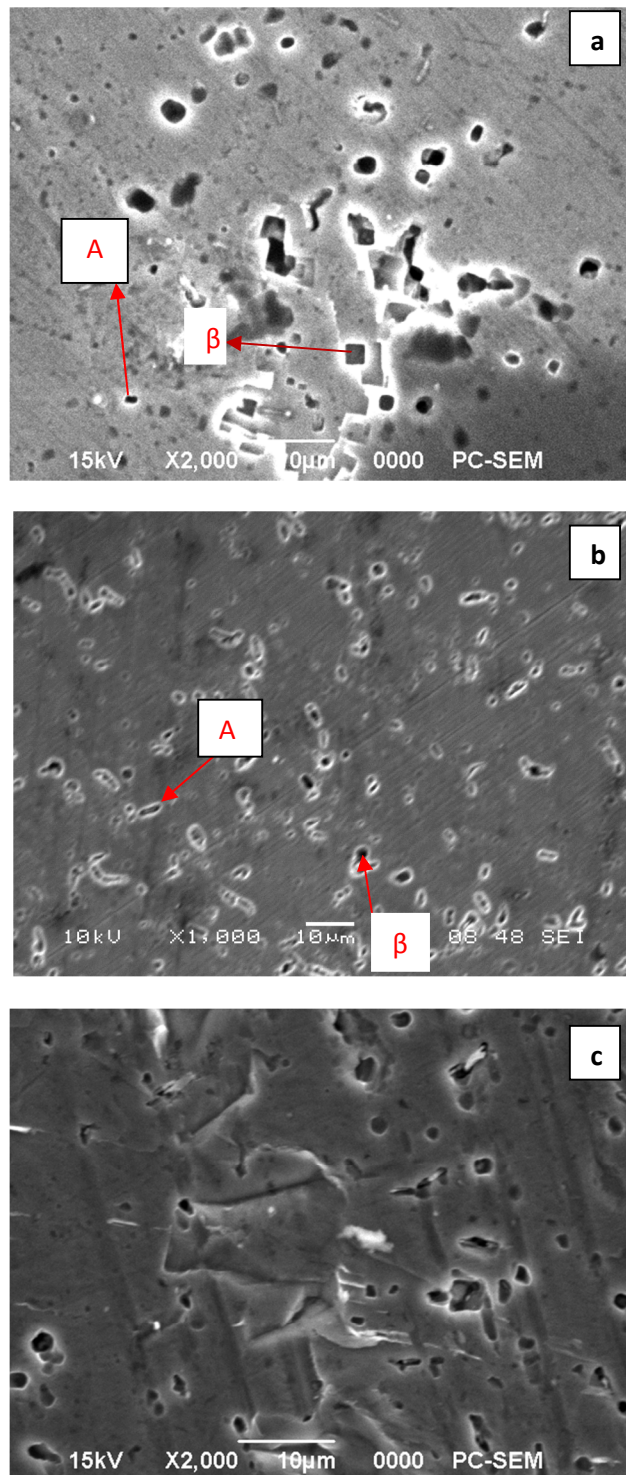


Figure III.45 : Micrographie d'échantillons de l'alliage Al6000 obtenu par MEB (a) traité à 280 °C et vieilli à 300 °C (b) traité à 180 °C et vieilli à 300 °C (c) vieilli à 300 °C pendant 24h

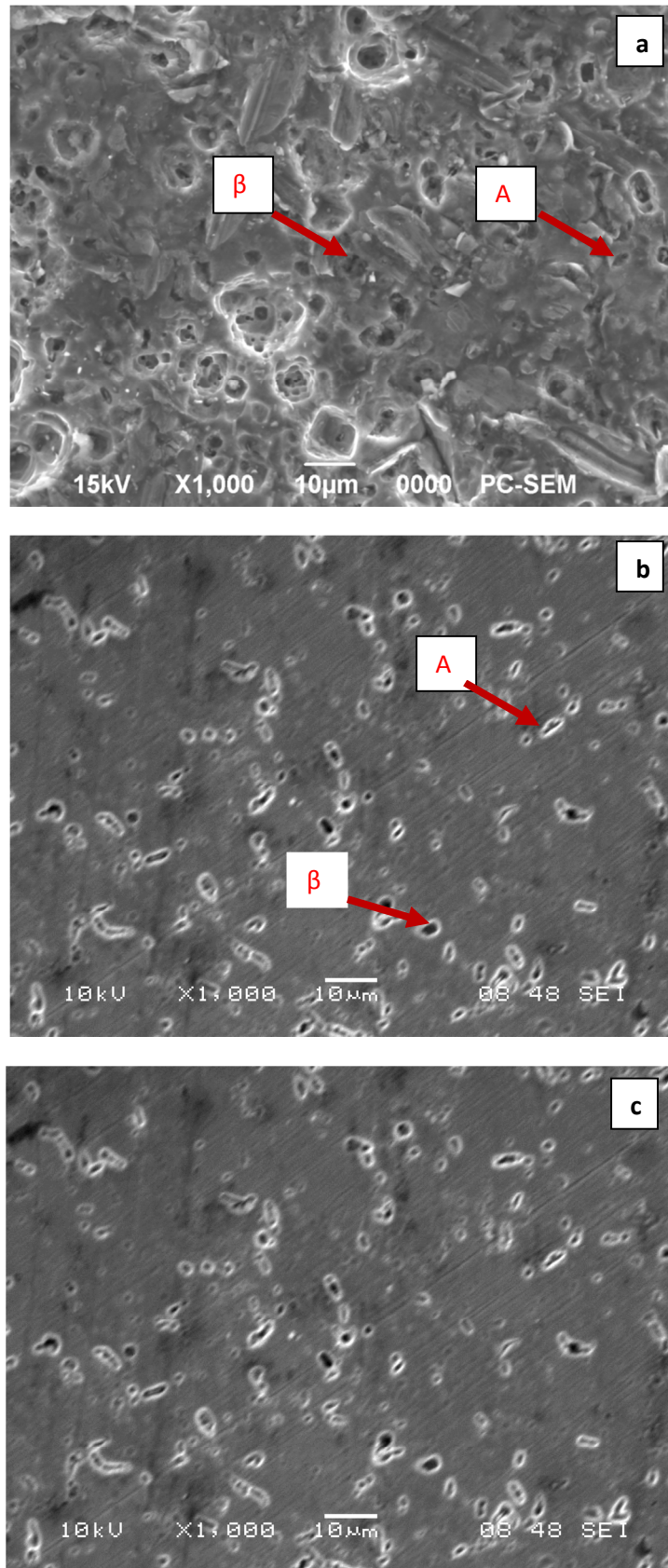


Figure III.46: Micrographie d'échantillons de l'alliage Al6000 obtenu par MEB (a) traité / 280°C et vieilli à 300 °C (b) traité / 180 °C et vieilli à 300 °C (c) vieilli 48h à 300 °C

III.2.1.3. La taille moyenne des grains de l'alliage Al6000 :

La taille moyenne de grains de l'alliage Al 6000 illustré dans les (figures III.47,48) qui représentent la variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al6000 vieilli à 300 °C pendant 24 h, 48 h, respectivement, après et avant traitement à partir deux températures 180°C ,280°C, nous avons retiré la variation de la taille moyenne des grain des quatre échantillons.

Nous pouvons remarquer la plus grande de taille moyenne des grains dans le cas de l'état brut après le vieillissement à 300 °C pendant 24 h 48 h, cela indique l'amélioration de la cristallinité de phase α , interprétée par la faible quantité des précipités et la recristallisation [14]. Comme nous avons remarqué une diminution de la taille moyenne à 24 h traité à 180 °C par rapport à l'état brut liée à la quantité de précipités comme on la voit dans la (figure III.45.b)

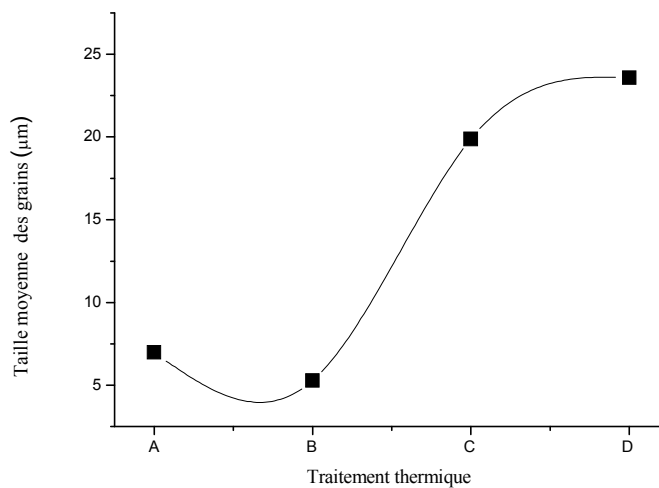


Figure III.47 : Variation de la taille des grains de l'alliage Al 6000 à divers traitements (A) l'état brut , (B) traité/ 180°C et vieilli à 300°C à 24h , (C) de traité/ 280°C et vieilli à 300°C à 24h et (D) vieillissement à 300°C à 24h de l'état brut

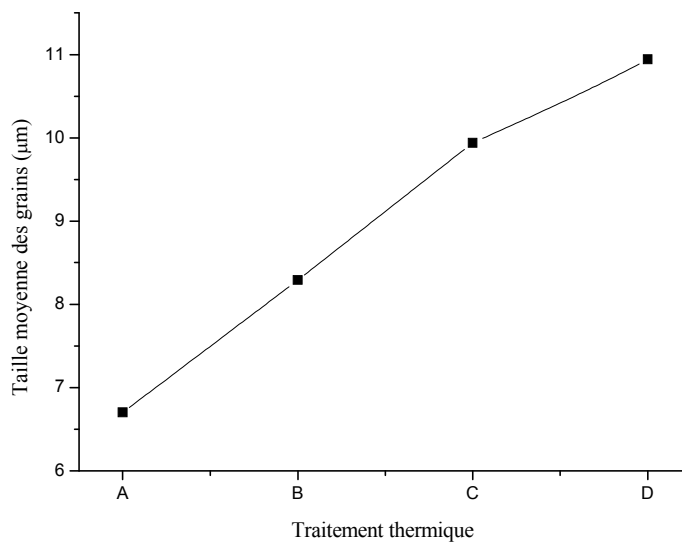


Figure III.48: Variation de la taille des grains de l'alliage Al 6000 à divers traitements (A) l'état brut , (B) traité à 180°C et vieilli à 300°C à 48h , (C) de traité à 280°C et vieilli 48 h à 300 °C et (D) vieilli 48 h à 300°C de l'état brut

III.2.1.4. La microdureté :

Les courbes de variation de la microdureté en alliage Al6000 à différents traitements de l'échantillon de l'état brut traité à partir deux températures de 180°C, 280°C sont illustrée dans la figure (III.49).

Le vieillissement à température 300 °C pendant 48 h, 24 h. La microdureté est élevée à l'état trempé est interprété par la présence d'une quantité de la phase β'' est la responsable de durcissement dans cet alliage [24,35].

Dans le cas de vieillissement pendant 24 h (figure III.49. a) nous avons obtenu la microdureté la plus élevée à l'état brut et vieilli à 300°C malgré que la taille moyenne des grains est grande , à cause des déformations qui ont durci l'alliage comme nous avons vu dans l'image (III.45.c) et aux états traités et vieillis nous avons remarqué que la dureté de l'échantillon vieilli à 180°C et plus grande que celle de 280°C parce que dans ce dernier il n'ya pas des grandes précipités formé comme nous avons vu dans les diffractions des rayon X et la microscopie électronique à balayages.

Donc l'alliage est doux dans cet état ($H_v=35.36$). La variation de la microdureté pour nos trois échantillons soumis à (180°C/300°C48h, 280°C/300 °C48 h, brut/300°C48h) est représenté dans la figure(III.49.b). Nous constatons que la dureté est presque égale mais dans l'état de (280°C/300°C48h) est plus dur.

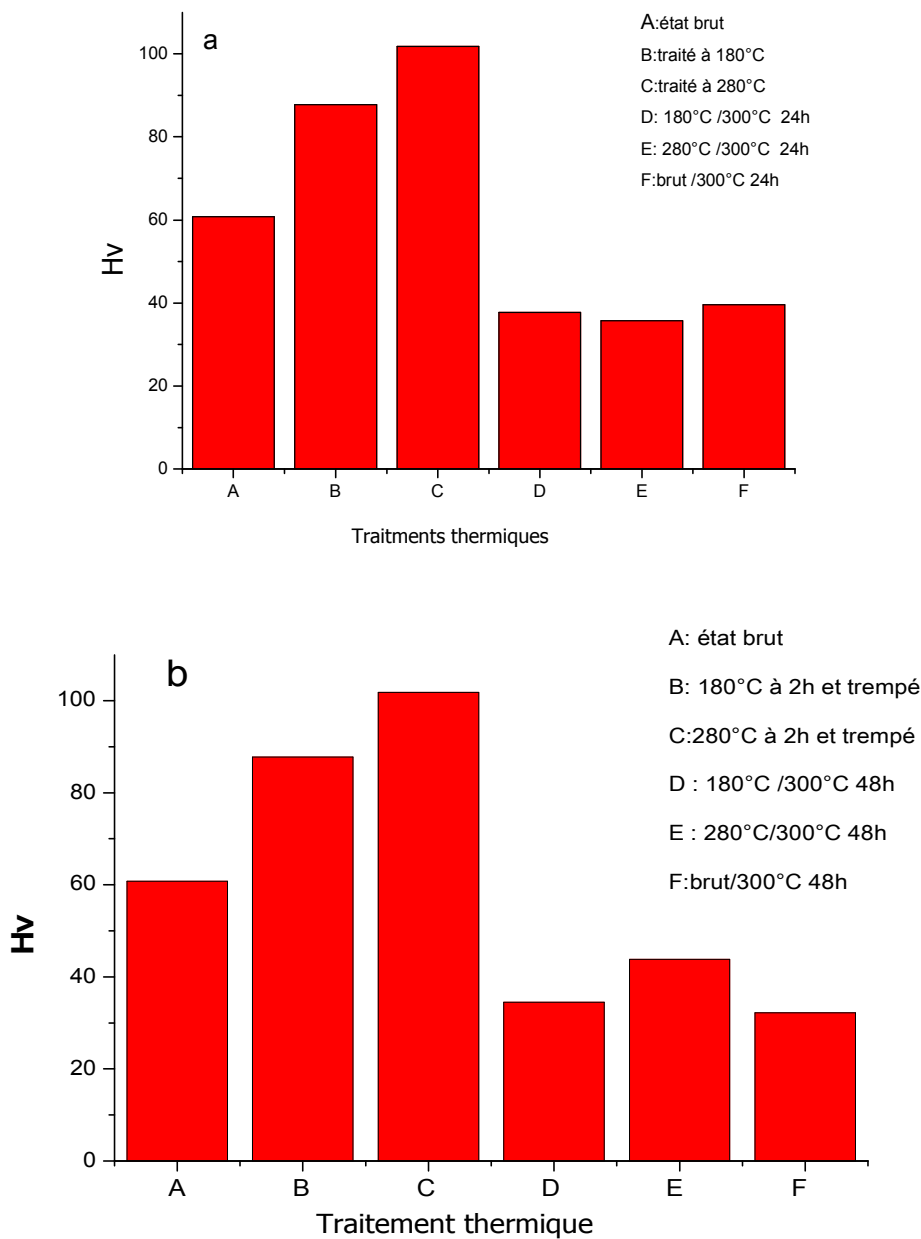


Figure III.49: Evolution de la microdureté de l'alliage Al 6000 à différents traitement

(a): 24 h, (b) : 48 h

III.2.2. L'effet de vieillissement à 300 °C vieilli à partir deux températures 180 °C ,280 °C de l'alliage Al 2017 :

III.2.2.1. La microscope électronique à balayage :

La figure III.50 représente la microstructure par la microscopie électronique à balayage de l'alliage Al2017 à l'état brut, la microstructure illustre quelques précipités de la phase θ

(Al_2Cu) sous forme de sphères .L'analyse de EDX montre que nous avons une phase riche en Fer .

Dans la figure (III.51) nous avons en la microstructure de l'alliage Al 2017 à l'état brut et vieilli à 300°C pendant 8h ,nous avons pu remarquer la présence des précipité sous forme de plaquette (β) où cette phase est une phase intermétallique riche en fer AlFe et un autre type sous forme de sphère qui illustre la phase θ (Al_2Cu).Nous pouvons remarqué dans la même figure que la plus part des précipités sont alignés successivement , nous observons que à l'état traité à 280°C et vieilli nous avons les mêmes types de précipités de β , θ [34].

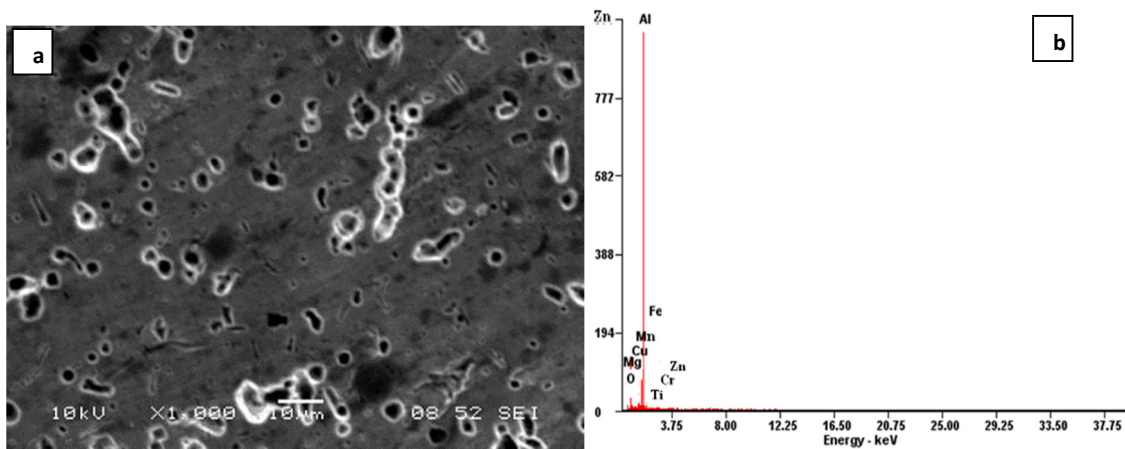


Figure III.50: Analyse chimique par l'EDX de l'alliage Al2017

(a)Image obtenu par le MEB à l'état brut

(b) Spectre des pics des éléments identifiés d'un point à l'état brut

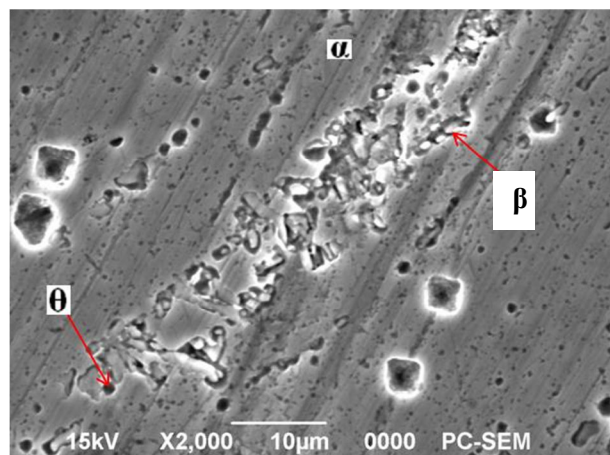


Figure III.51: Micrographie d'échantillons Al 2017 traité à 280°C / vieilli 8h à 300°C obtenu par la microscopie électronique à balayage

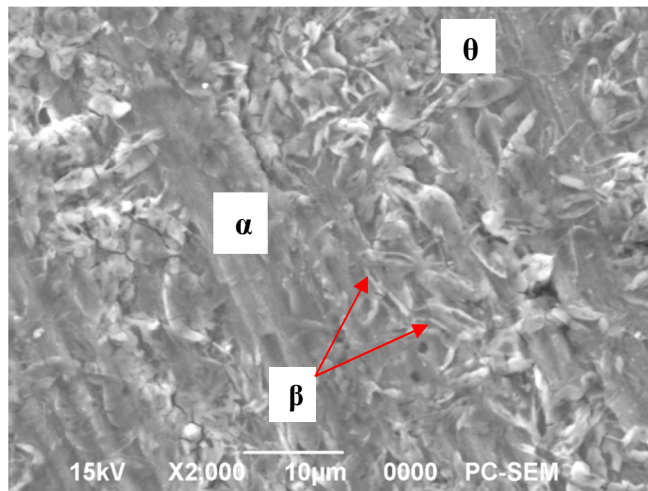


Figure III.52: Micrographie d'échantillons Al2017 vieilli 8h à 300 °C obtenu par la microscopie électronique à balayage

III.2.2.2. La Diffractions des rayons X :

D'après le spectre de diffraction des rayons X d'un échantillon d'Al 2017 à l'état brut présente dans la figure III.22 qui montre des pics de α (Al) (111), (200), (220) et (311).

Nous allons essayer de faire une comparaison entre l'état brut et les trois états de vieillissement à 300°C pendant 8 h par le biais de la fiche ASTM

Dans les diffractions des rayons X à l'état traité à 180°C et vieilli à 300°C pendant 8h (figure III.53), nous avons remarqué des pics de la matrice et l'apparition de nouveaux pics à ($2\theta=20.84^\circ$), ($2\theta=69.46^\circ$) ($2\theta=47.57^\circ$) et ($73,02^\circ$) qui illustrent la phase θ (Al_2Cu , tétragonale phase), et des autres pics de ($2\theta=24.2, 40.50^\circ$) qui sont probablement de la phase intermétallique β (AlFe Al riche en fer) et cela peut être confirmé dans le spectre de l'Edx et la microscopie électronique à balayage. Par contre dans le cas de traité à température 280°C et vieilli à 300°C pendant 8h (figure III.54), nous avons distingué l'apparition de nouveaux pics à [($2\theta=20.84^\circ$), ($2\theta=42.79^\circ$) ($2\theta=47.57^\circ$) et ($2\theta=69^\circ$)] de la phase θ .

L'alliage Al 2017 vieilli à 300°C pendant 8 h (figure III.55) nous permet de distinguer les plus grands et nets pics de diffraction de phase θ qui indique est une amélioration de l'intensité de phase par rapport aux autres échantillons et l'apparition de nouveau pic à $2\theta=19,61^\circ$ qui illustre la phase intermétallique β .

La figure III.56 présente une vue d'ensemble 3D de la diffraction des rayons X des échantillons de l'état précédent est montrée l'évolution de l'intensité des pics de la matrice α et des phases β , θ dans l'alliage Al 2017 avec traitement. Les motifs de diffraction des rayons X indiquent que l'alliage Al 2017 comporte trois phases différentes $\alpha = \text{Al-Cu-Fe}$ (phase icosaédrique), β (phase cubique, intermétallique) et $\theta = \text{Al}_2\text{Cu}$ (phase quadratique). Comme nous pouvons voir la variation de l'intensité des pics des phases α , β et θ .

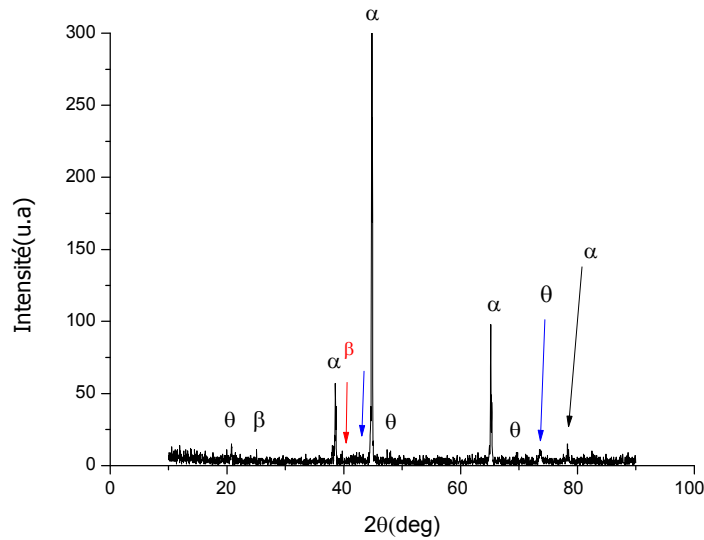


Figure III.53 : Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al2017 traité / 180°C / vieilli 8h à 300°C

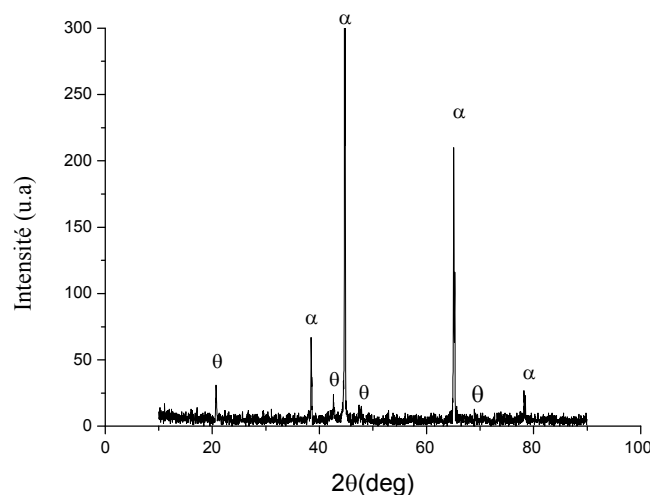


Figure III.54 : Diffractogrammes des rayons X de l'alliage Al2017 traité 280°C /vieilli 8 h à 300°C

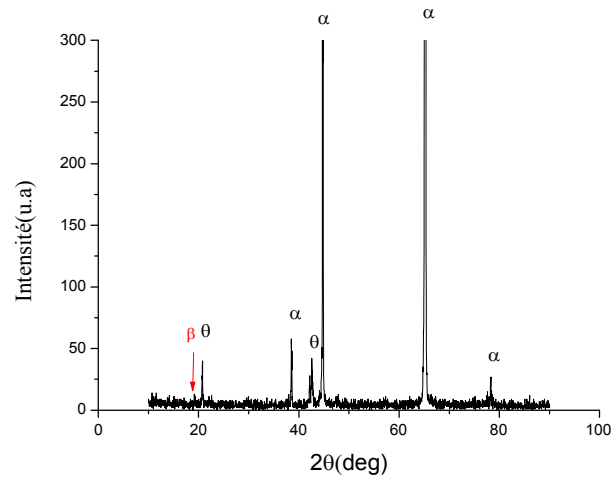


Figure III.55: Diffractogrammes des rayons X de l'alliage Al2017 vieilli 8h à 300°C

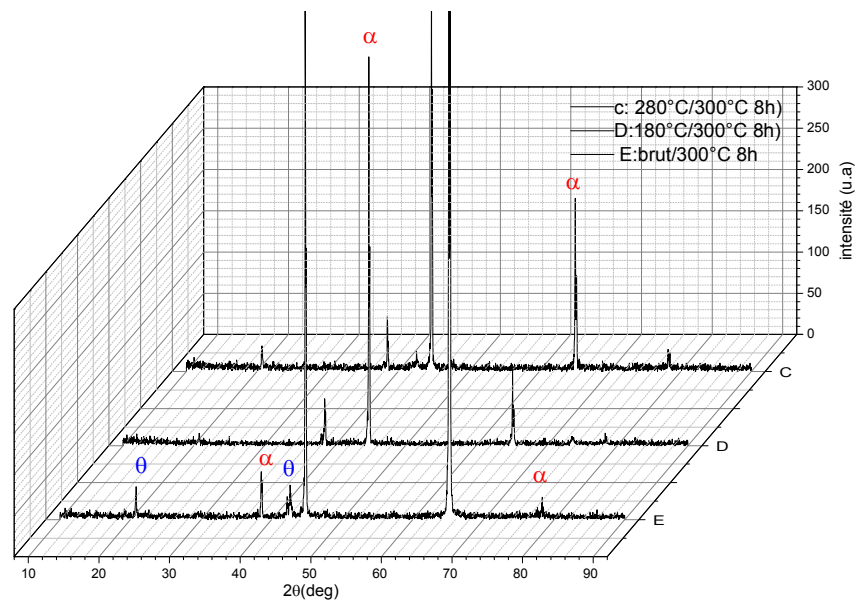


Figure III.56 : Vue ensemble 3D des diffractions des rayons X des échantillons de Al 2017

Il est clair que les deux régions ont la même structure cristalline mais de paramètre de maille différent. Il est évident que β a une composition différente de celle de α et θ [7].

-Selon la caractérisation précédente de l'alliage (Al -Cu- Fe), ces pics correspondent à α : (Al -Cu- Fe) phase de matrice, et β (AlFe), θ : (Al₂Cu) phases de précipitations [7,8,9]

III.2.2.3 La taille moyenne des grains :

Dans la figure (III.57) nous allons présenter l'évolution de la taille moyenne des grains de l'alliage Al 2017 (nous calculons la taille moyenne des grains selon le pic de $2\theta = 65^\circ$ le plus intense dans cet alliage) nous avons remarqué que la taille moyenne des grains varie selon le traitement où la grande valeur de taille est à l'état brut et par la suite un grain de taille assez grande à l'état de vieillissement à 300°C pendant 8 h ensuite avec traité à 180°C , 280°C . Cette dernière qui est de petite taille est dû aux précipités, comme nous l'avons mentionné précédemment dans la diffraction des rayons X et la microstructures par la microscopie électronique à balayages.

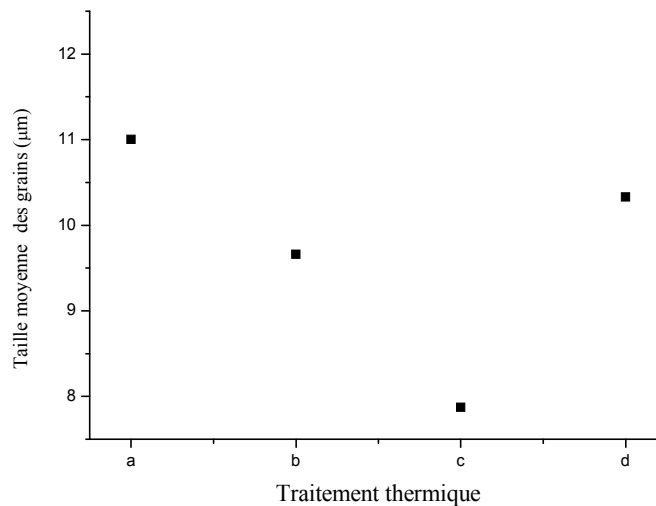


Figure III.57 : Variation de la taille moyenne des grains d'alliage Al 2017 à divers traitements (a): état brut, (b): vieilli / traité à 180°C , (c): vieilli/traité à 280°C et (d) de vieilli 8h à 300°C

III.2.2.4. La microdureté :

Dans la figure III.59 nous comptons présenter la courbe de la microdureté de l'alliage Al2017 à différents traitements. Nous observons une diminution de la dureté après le traitement à partir des deux températures 180°C , 280°C

Pour le vieillissement à 300°C pendant 8 heures, les mesures sont proches malgré que la température est différente.

Nous avons une grande valeur dans le cas de traitement à 280°C , cela est expliqué par l'affinement des grains, et l'alignement des précipités comme nous l'avons vu dans l'image de microscopie électronique à balayage. Dans le cas de vieillissement à 300°C et pendant 8h

sans traitement, nous obtenons la plus petite valeur de dureté, cet adoucissement est liée à la l'augmentation de la taille moyenne des grains [6].

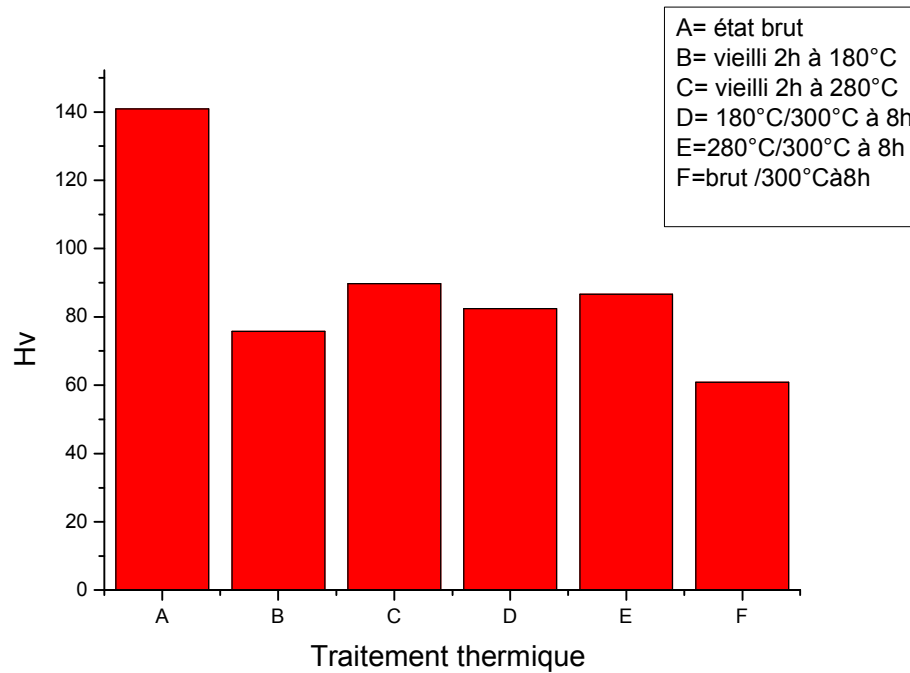


Figure III. 59 : Evolution de microdureté de l'alliage Al 2017 à différents traitement

III.3. L'effet de la déformation de l'alliage Al6000 :

La déformation plastique est généralement faite entre les traitements d'homogénéisation et de vieillissement pour les alliages à durcissement structural. Cette étape fait durcir le matériau par l'introduction d'une forte densité de dislocations et par la création d'une solution solide sursaturée qui possède alors un potentiel non seulement pour la précipitation mais aussi pour les processus de restauration et de recristallisation au cours du vieillissement à une température élevée.

Malgré le grand nombre des recherches académiques et industrielles [11, 12]. L'interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation n'est pas encore bien compris à cause des complications dues au chevauchement de ces processus durant le vieillissement.

L'objectif de cette étude est d'établir le comportement de la précipitation et des processus de restauration et de recristallisation durant les traitements isothermiques.

Pour cette étude, nous avons quatre étapes, pour chaque étape nous prenons un échantillon et nous étudions les caractéristiques et les transformations de la métaphase :

- homogénéisation 16 h à 530 °C et trempé à l'eau glacé.
- déformation d'un échantillon à l'état brut $\epsilon = 15\%$,
- déformé par comprissions aux taux de déformations $\epsilon = 15\%$, puis vieillissement à 400 °C pendant 20 h
- homogénéisation à 530 °C pendant 16h et trempé a l'eau glacé puis déformé aux deux taux de déformation 15%, 22% puis vieillissement à 400 °C pendant 20h.

III.3.1. La Diffraction des rayons X :

La figure III.60 représente la diffraction des rayons X de l'alliage Al6000 déformé à $\epsilon = 15\%$, nous pouvons remarquer les mêmes pics à l'état brut (figure III .6) avec un élargissement dans le pic (111) et une diminution des intensités des (200), (220), (311) et (222).

Cette variation est expliquée par une modification des formes des grains dus à leurs compressions et les contraintes de déformations (présence d'une faible fraction volumique de la phase correspondante).

- Le cas de l'alliage Al 6000 trempé (homogénéise 16 h à 530°C et trempé) (figure III.61), nous avons obtenus avec les mêmes pics de matrice ,la solution solide sursaturé et nous avons deux nouveaux pics, ces pics peuvent être dus aux les phases AlFeSi , Mg₂Si qui se sont formé dans une température ambiante [8 ,17,37,38].

Le cas des échantillons homogénéise, déformés aux deux taux de déformation 15%,22% et vieilli 20 h à 400°C représenté dans les figures (III.62, 63).Nous pouvons remarquer de nouveaux pics à ($2\theta = 24.28^\circ, 40.27, 72,90^\circ$), dans le cas de déformation 15%.

Et des nouveaux pics à ($2\theta = 24.50^\circ, 40.25^\circ, 73.1^\circ$) dans le cas de déformation 22%, ces pics qui illustrent la phase β avec petit décalage vers un grand angle.

Dans le cas du taux de déformation faible (15 %), la densité de dislocations induite est un peu importante de telle sorte qu'on peut observer la formation directe de la phase d'équilibre, qui donne lieu à une expansion, une telle réaction fait diminuer la concentration en atomes solutés de la matrice, ce qui facilite le processus de restauration qui donne une contraction à cause de l'annihilation d'un important nombre de dislocations, pour une déformation moyenne (22%) à cause de la forte densité de dislocations produite, la précipitation sera rapide et donc nous pouvons observer l'augmentation de l'intensité des pics de la phase β , la déroulement simultané des deux processus ,comme la restauration est le processus le plus

dominant pour déformer son effet sera le plus prépondérant de telle façon que nous verrons la formation d'une légère expansion suivie d'une contraction.

D'autre part le suivi de la variation des intensités relatives des différents pics de diffraction de la matrice enregistrés aux différents taux de déformation Figure (III.65) montre que dans le cas de (15%) nous avons obtenu de faibles changements et donc l'absence du processus de recristallisation est faible, mais dans le cas de 22% nous avons obtenu un fort changement ce qui prouve l'existence du domaine de recristallisation dans ce cas [10,36].

Dans ce cas la température de vieillissement est plus élevée (400 °C) ce qui implique que la déformation et le vieillissement accélère la formation de la phase β , le processus de précipitation est accélère par la présence d'une forte concentration de défauts introduits par déformation plastique après trempe, mais si la recristallisation se produit elle élimine considérablement ces défauts et la déformation n'aura plus d'effet aussi important sur la précipitation [17].

-Au cours de la déformation et du vieillissement, les pics (111), ((200), (220), (311) et (222) se déplacent pour avoir une nouvelle position par rapport à l'état brut où la nouvelle position est $2\theta = (2\theta_{\text{brut}} + \Delta 2\theta)$, comme nous l'avons affirmé précédemment dans la figure (III.66) qui montre clairement que le pic se déplace vers de grands angles dans le cas de taux de déformation 15%, et se déplace vers de petits angles dans le cas de taux de déformation 22% ce déplacement est causé par l'apparition des contraintes internes par la déformation plastique, et engendrant des distorsion dans le réseau du matériau. Ces changements observés dans les spectres sont dus principalement à la réorganisation des grains causées par le réarrangement des dislocations lors de la restauration, et leur disparition au cours de la recristallisation.

-La figure III.64 représenté l'alliage Al6000 déformé à taux de déformation 15% puis vieilli à 400°C pendant 20 h, nous avons observé les pics de la phase β avec une faible intensité et l'apparition d'un nouveau pic à $2\theta = 17.10$ qui illustre la phase intermétallique AlFeSi , nous avons observé une diminution des intensités des pics de ce spectre dû probablement à une domaine de précipitation et de recristallisation [10,14,37].

Donc : La déformation plastique d'une solution solide sursaturée (contenant déjà un excès de défauts de la trempe) augmente davantage la quantité de défauts au sein de celle-ci On doit s'attendre, par conséquent, à ce que le processus de précipitation soit accéléré : les défauts en excès facilitant la diffusion des atomes de soluté, étant en abondance.

Cependant, le vieillissement de la solution solide sursaturée déformé peut déclencher en plus du processus de précipitation une réaction de restauration ou de recristallisation. durant la

restauration il y a diminution du taux de lacunes et d'interstitiels issus de la trempe par annihilation mutuelle et par réarrangement des dislocations introduites en forte densité par la déformation en réseaux plus stables, si les conditions thermiques sont suffisantes les dislocations peuvent aussi être éliminées par les joints de grains au cours de leur migration dans la matrice [13].

Le vieillissement à des températures favorisent la restauration de l'alliage, peut donc entraîner un ralentissement des processus de précipitation gouvernés par la diffusion (par exemple ; la formation des zones G.P).les processus de germination et de croissance des particules de la seconde phase peuvent aussi être ralentis si l'agitation thermique permet l'élimination des dislocations par migration des joints des grains.

Quand la recristallisation se produit elle élimine considérablement les défauts par une remise à neuf de l'alliage déformé en effet une formation de nouveaux grains non déformés aux dépens des grains écrouis se produit par germination et croissance dont le résultat appelé recristallisation primaire est une nouvelle matrice contenant beaucoup moins de dislocations et des grains plus fins que ceux de l'alliage écroui. L'augmentation du nombre de grains peut donc agir en faveur des processus de germination et de croissance.

D'un autre coté la formation de germes d'une nouvelle phase au sein d'une solution solide sursaturée déformée après trempe peut s'opposer au mouvement des joints de grains et par conséquent retarder la recristallisation.

En effet nous pouvons, donc, conclure que la connaissance des limites de stabilité des différentes phases de la séquence de précipitation donnée pour les alliages Al-Mg-Si, est une condition nécessaire mais pas suffisante pour la création de la structure hétérogène souhaitée en effet l'alliage peut subir une déformation accidentelle après sa trempe qui peut modifier les domaines de stabilité des différentes phases qui peuvent se former durant le vieillissement ultérieur, la détermination des intervalles de températures dans lesquels la solution solide sursaturée et déformée est restaurée ou recristallisée est donc nécessaire.

Les mécanismes de restauration et de recristallisation ayant été aussi gouvernés par le processus de diffusion dépendent donc de la densité de défauts ponctuels, plans ou linéaires et nous pouvons croire que les deux processus se produisent dans les mêmes conditions thermiques que les phénomène de précipitation, il est connu qu'un matériau déformé commence sa restauration tout de suite après déformation (il tente de retrouver son

équilibre thermodynamique).la restauration peut se faire donc à une température ambiante (spontanément) .la recristallisation par contre ,nécessite une agitation thermique pour se produire .

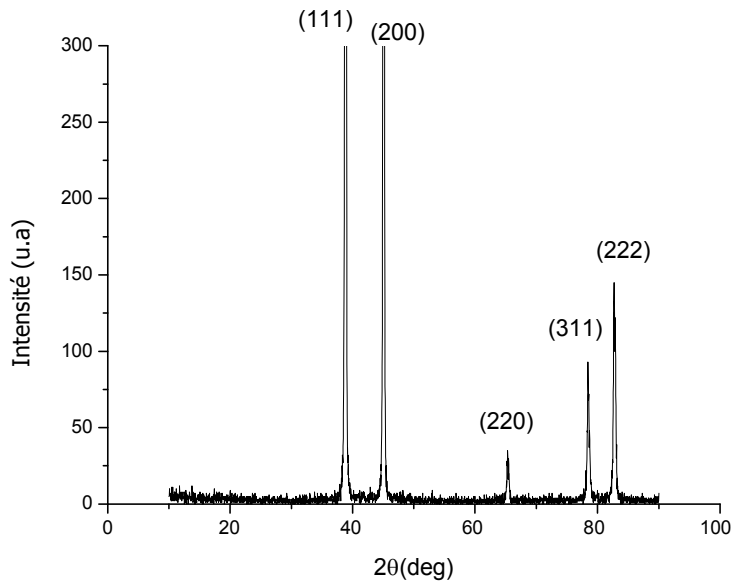


Figure III 60: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al6000 déformé à $\epsilon=15\%$

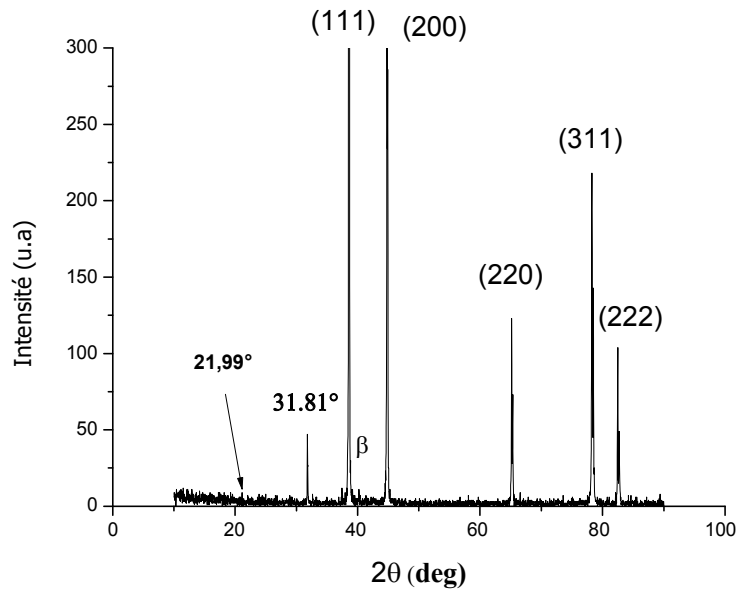


Figure III.61: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéisé 16 h à 530°C et trempé à l'eau glacé

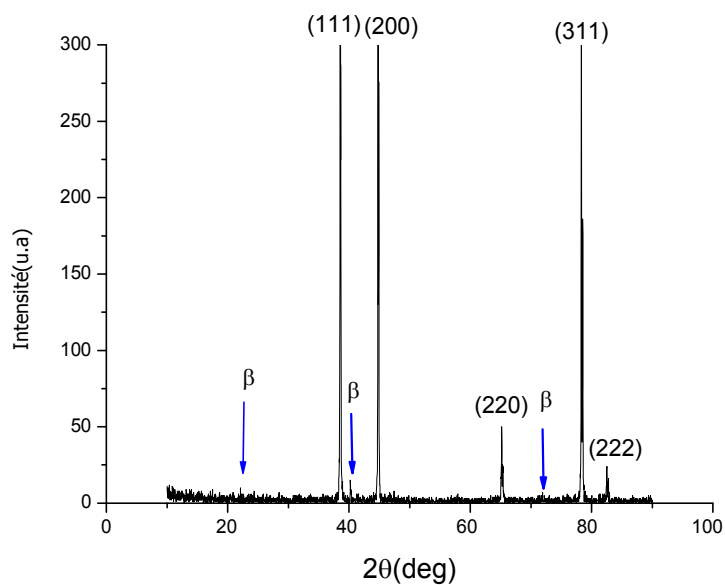


Figure III.62: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéise, déformé avec un taux de 15% et vieilli 20h à 400°C

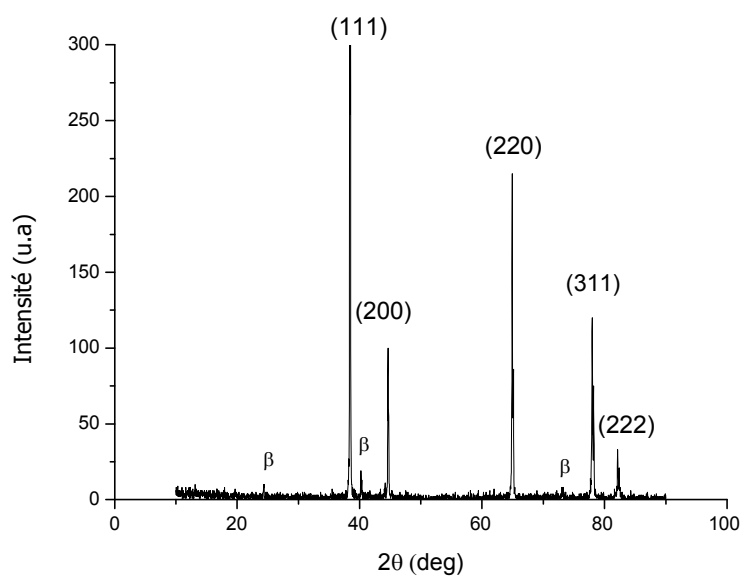


Figure III.63: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 6000 homogénéise, déformé avec un taux de 22% et vieilli 20 h à 400°C

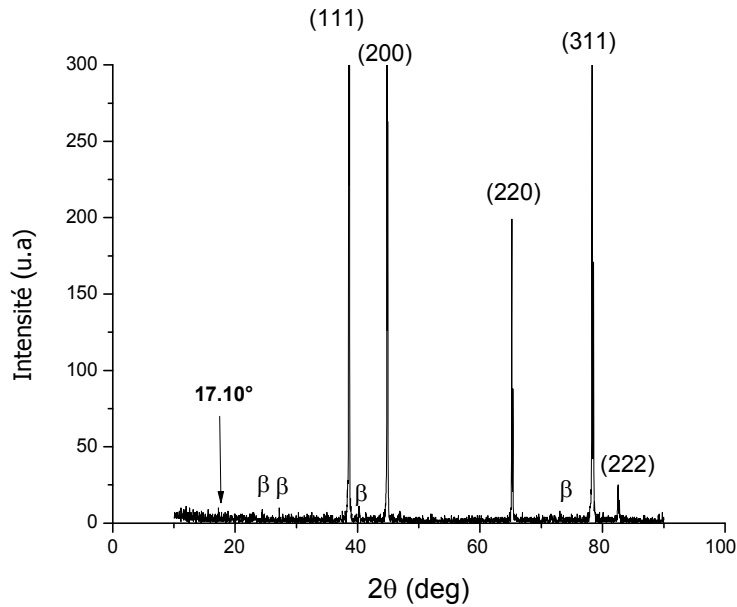


Figure III .64: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 6000 déformé 15% et vieilli 20h à 400°C

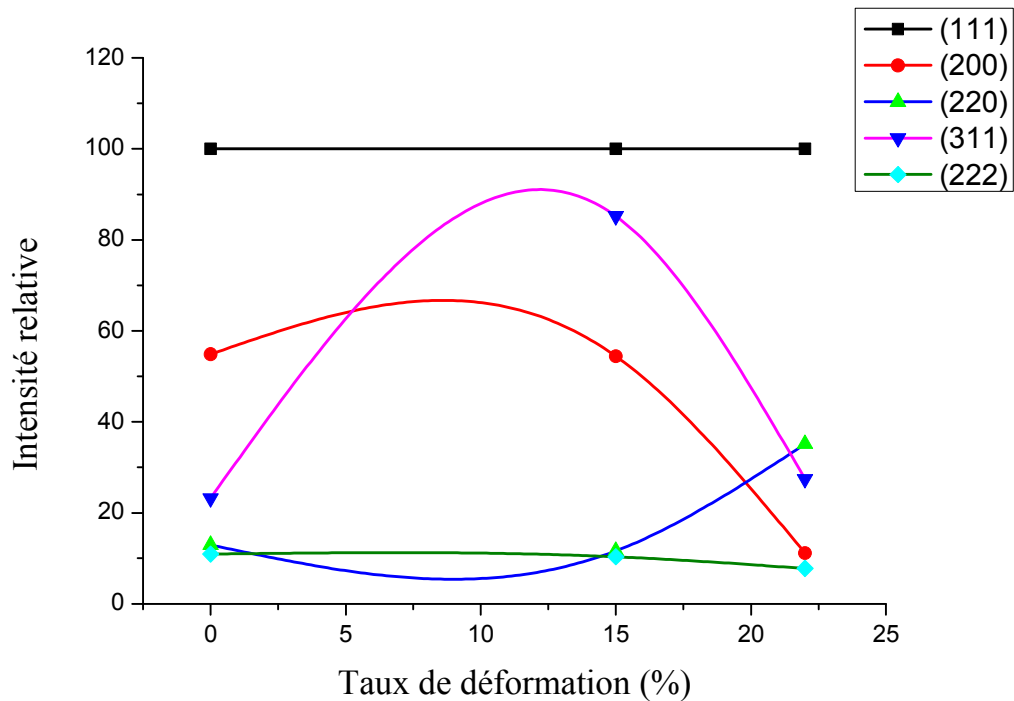


Figure III.65 : Variation des intensités relatives des différents pics de diffractions des rayons X en fonction de taux de déformation de la matrice Al d'un échantillon Al6000 homogénéisé 16 h à 530 °C, trempé à l'eau, vieilli 20h à 400°C

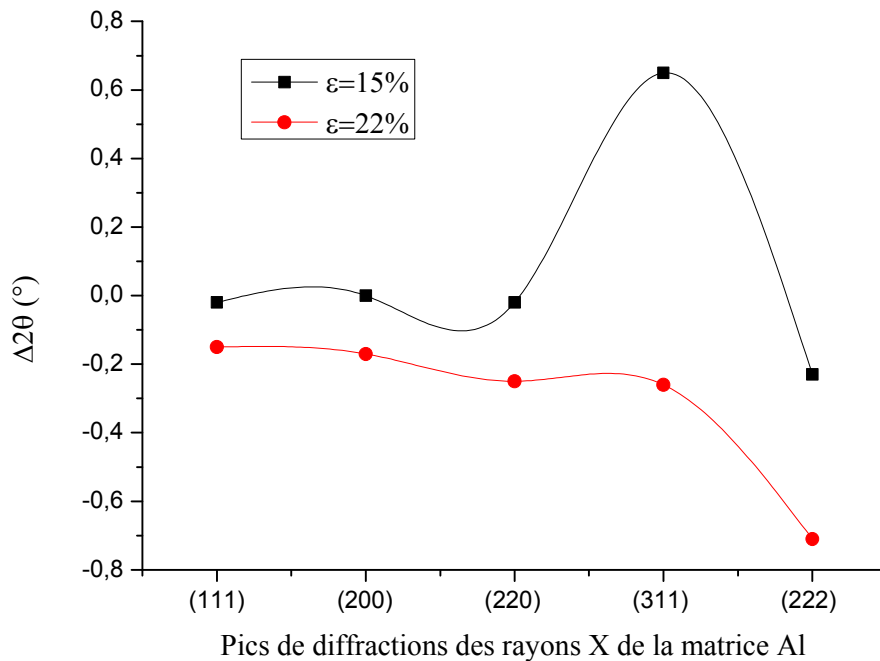


Figure III.66 : Variation des positions des différents pics de diffraction des rayons X en fonction de taux de déformation de la matrice Al d'un échantillon Al6000 homogénéisé 16 h à 530 °C, trempé à l'eau, vieilli 20 h à 400°C

III.3.2. Microscopie électronique à balayage :

La figure III.67 présente l'état trempé nous observons quelque précipité dans la phase α Parce que l'image qui nous a pris un mois après la trempe. Donc avec le passage du temps la phase β , et la phase intermétallique AlFeSi se sont formées. C'est ce qui explique leur apparition dans ce cas, où nous considérons que l'échantillon a subi un vieillissement naturelle pendant 1 mois.

C'est ce que nous avons remarqué auparavant dans les analyses des diffractions des rayons X (figure III.61) du même échantillon [8, 37,38].

La figure III.68 représente l'état homogénéisé et déformé a taux de déformation 15%, nous pouvons bien remarquer les traits de déformation et quelques précipité sous forme de plaquette qui illustre la β [1, 3,8].

La figure III.69 présente la microscopie électronique à balayage de l'alliage Al6000 trempé et déformé (15%) puis vieilli à 400°C pendant 20 h, nous avons aussi remarqué que

l'image est divisé en deux zones différentes de point de vue composition : l'une enrichie en phase précipités sous forme des plaquettes et l'autre sans précipités est recristallisé. Le processus de recristallisation accompagné par une altération des orientations cristallographiques du matériau déformé ne commence qu'au-delà d'une température de 400 °C [1.9].

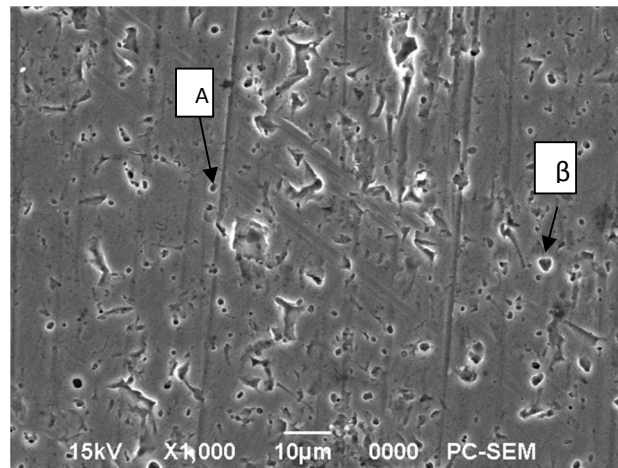


Figure III.67: Micrographie de Al6000 homogénéisé 16 h à 530°C et trempé à l'eau glacé obtenu par le MEB

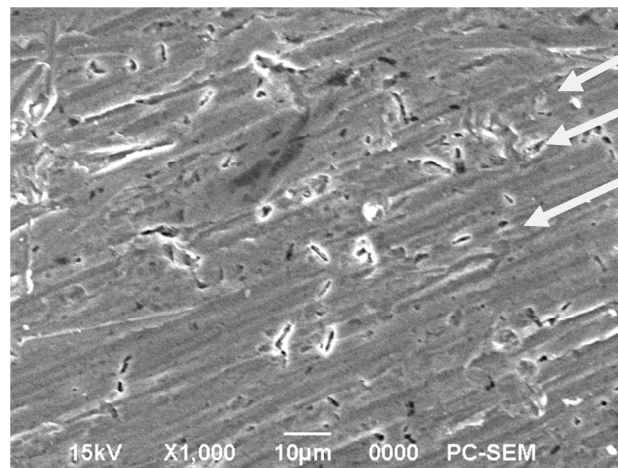


Figure III. 68 : Micrographie de l'alliage Al 6000 homogénéisé 16h à 530°C et trempé à l'eau glacée et déformé (15%) obtenu par le MEB

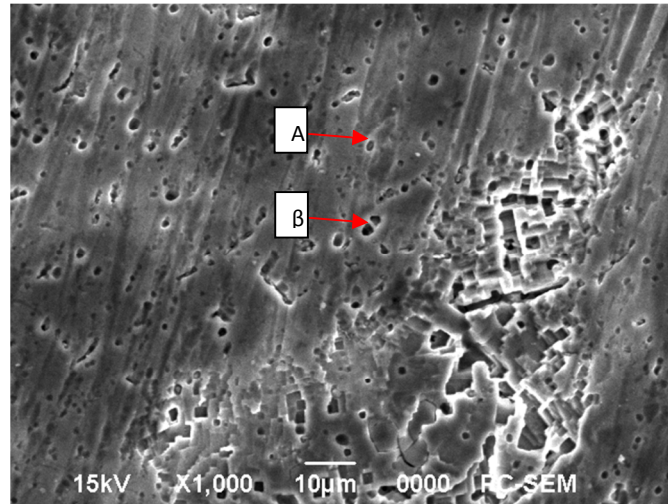


Figure III.69: Micrographie de l'alliage Al 6000 trempé, déformé (15%) et vieilli 20 h à 400 °C obtenu par le MEB

III.3.3. La taille moyenne des grains, le paramètre cristallin:

Dans les (figures III 70.71) , nous représentons la variation de la taille moyenne des grains et les paramètres cristallins (a) en fonction de taux de déformation ,nous pouvons remarquer à l'état trempé possède le petit paramètre cristallin qui donne automatiquement la plus grande taille des grains qui signifie qu'on ait à l'état normal c'est-à-dire quand la taille de grain augmente le paramètre cristallin diminue (figure 6 chapitre I) ,mais dans les deux taux de déformation et vieilli 20h à 400 °C, les valeurs sont compatibles les unes avec les autres en parallèle et cela est dû à l'effet de déformation sur la morphologie des grains , et l'apparition du phénomène de précipitation suivit par le phénomène de recristallisation où la taille des grains diminue dans le taux 15% [16].

La différence entre le paramètre cristallin de la matrice et celui des précipités qui vont provoquer d'une part un changement de volume qui a pour conséquence une déformation dans l'une ou l'autre des deux phases et d'autre part l'apparition d'une surface entre le précipité et la matrice de sorte que la différence entre les énergies de liaison atomique dans deux milieux donne ce qu'on appelle l'énergie d'interface .ces deux termes énergétiques (énergie de déformation, énergie d'interface) jouent un rôle important dans le type d'interface séparant le germe et la phase mère et sur la forme des précipités

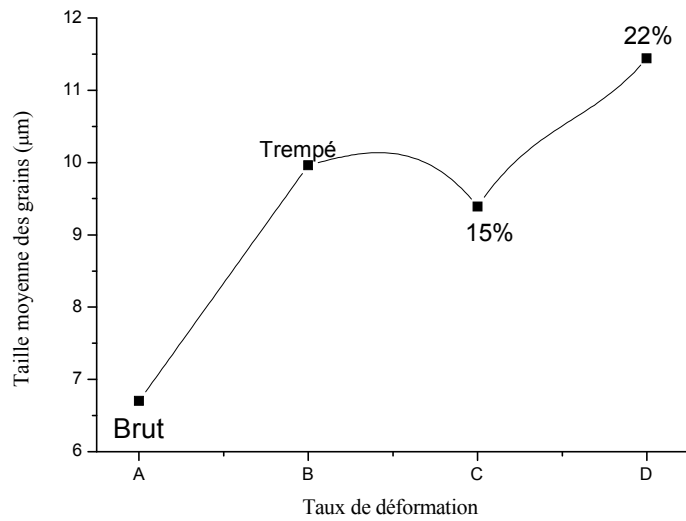


Figure III .70 : Variation de la taille moyenne des grains de l'alliage Al 6000 en fonction de taux de déformation

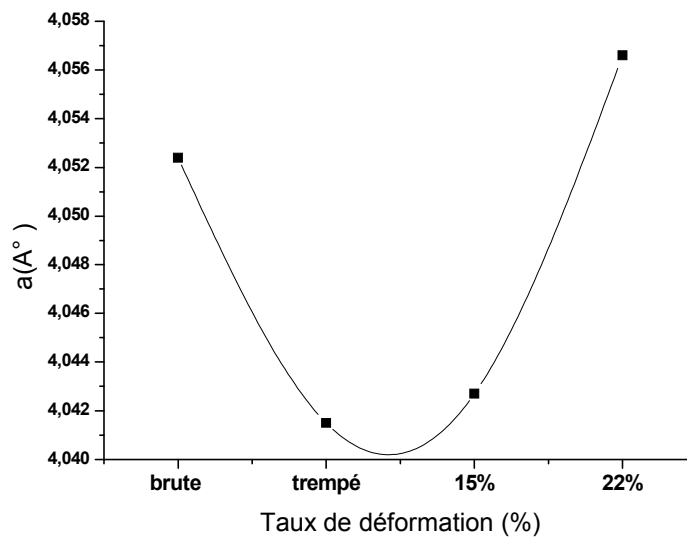


Figure III.71 : Variation de paramètre cristallin en fonction de taux de déformation

-Le suivi des variations de la largeur à mi-hauteur (FWHM) de pic principal de la phase β (tableau III.6) qui peuvent nous servir comme un indice de la variation de la taille des précipités, a permis de constater une décroissance de la taille des précipités avec l'augmentation de taux de déformation

Tableau III. 6 : *Variation de la largeur à mi-hauteur et de position de pic principal de la phase β au cours du taux de déformation*

	$\varepsilon=15\%$	$\varepsilon=22\%$
2θ	40.18	40.25
FWHM	0.2362	0.1771

II.3.4.La microdureté :

La figure III.72 présente l'évolution de la microdureté Vickers en fonction de taux de déformation de l'alliage Al6000, nous notons une augmentation (pour le taux 15%) puis une diminution (pour le taux 22%) des valeurs de la microdureté.

L'augmentation des valeurs de la microdureté observée est certainement due à l'augmentation de la densité des précipités et de la diminution de leur taille et de la distance inter-précipités, tandis que la diminution notée pour le taux de 22% est attribuée à la diminution de la densité des précipités et l'augmentation de leur taille, en particulier, induisant une augmentation de la distance inter-précipités.

Lorsque nous établissons une comparaison par rapport aux autres états, nous avons trouvé une convergence de valeurs par l'interprétation de ces résultats dans la figure III.70 quand la taille moyenne des grains augmente la microdureté diminue.

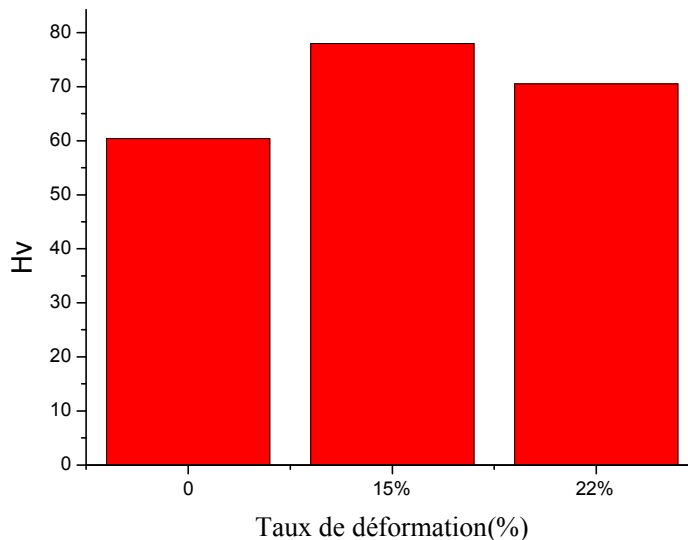


Figure III.72: Evolution de la microdureté de l'alliage Al6000 en fonction de taux de déformation

Référence chapitre III :

- [1] K. Li, M. Song, Y. Du, and X. Fang, *Archives of Metallurgy and Materials* 457–467 (2012).
- [2] S. Benramache, B. Benhaoua, N. Khechai, and F. Chabane, *Matériaux and Techniques* 100, 573 (2012).
- [3] Yasuya Ohmori, Long Chaaw Doan and kiymichi Nakai, *Materials Transactions* vol 43, (2002) ,246 - 255
- [4] X. Fang, M. Song, K. Li and Y.J. Du, *Min Metall Scet B Metall* 46 (2010) 171–180
- [5] *ASM Handbook*.10th ed.vol. 14, Metal Forming, ASM International, Metals Park, OH (1992).
- [6] Karaköse E. Keskin M, *Met. Mater. Int*, Vol. 18, No. 2 (2012), pp. 257~263.
- [7] Kardas D. Kluger K. Łagoda T. Ogonowski P, *Materials Science* 44 (2008) 541–549.
- [8] Nebti S., Hamana D., Cizeron G, *Acta metal. mater.* 43 (1995) 3583–3588.
- [9] Cieślak B.A. Mizera J. Kurzydłowski K.J, *Materials Characterization* 62 (2011) 327–332.
- [10] D. Hamana, M. Boucheur, and A. Derafa, *Mater. Chem. Phys.* 57, 99 (1998).
- [11] N. Gao, E. Huttunen-Saarivirta, T. Tiainen, M. Hemmilä, *Materials Science and Engineering A342* (2003) 270–278.
- [12] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Jansen, and H.W. Zandbergen, *Acta Mater.*, 51 (2003) 789.
- [13] Bogusława Adamczyk-Cieślak, Jarosław Mizera, Krzysztof Jan Kurzydłowski . *Material scharacterization* 62 (2011) 327 – 332
- [14] A. Hayoune, D. Hamana , *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 7261–7264
- [15] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouchea, A. Derafa, N.Ya. Rokhmanov ,*Journal of Alloys and Compounds* 320 (2001) 93–102
- [16] A. Hayoune, D. Hamana., *Journal of Alloys and Compounds* 474 (2009) 118–123
- [17] S. Nebti, *Thèse de Doctorat d’Etat*, Université de Constantine, Algérie (1995).
- [18] D. Hamana, L. Baziz, M. Boucheur.,*Materials Chemistry and Physics* 84 (2004) 112–119
- [19] J. Dutkiewicz, L. Litynska, *Materials Science and Engineering A324* (2002) 239–243
- [20] M. A. Rekik, A.Rebhi, N. Njah, *Pressing. Physics Procedia* 2 (2009) 1271–1279
- [21] Liu Hong, Zhao Gang(flu)2, *Met. SOC.China* 17(2007) 122–127
- [22] D.W.pashley, M.H. Jacobs and J.T.Viertz, *Phil.Mag*,16(1967) 51
- [23] M. Bournane .M. Nedjar and A.F. Sirenk. *Scripta Materialia*, Vol. 40, No. 3, pp. (1999) ,375–38

-
- [24] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno, , *Mater. Sci. Eng. A* 262, 232–237 (1999).
- [25] K. Matsuda, S. Tada and A. Kamio, *Scripta Metall Mater*, 32 (1995) 1175
- [26] W.F. Miao, D.E. Laughlin *Scripta Mater* : 40-4(1999)873-878.
- [27] W.F. Miao, D.E. Laughlin, *Journal of Materials science letters* .19, (2000), 201-203
- [28] S.K. Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo, *Materials Letters* 59 (2005) 629–632
- [29] L. Loechte, A. Gitt, G. Gottstein, I. Hurtado, *Acta mater.* 48 (2000) 2969-2984.
- [30] S.Q. Wang, M. Schneider, H.Q. Ye, G. Gottstein, *Scripta Materialia* 51 (2004) 665–669.
- [31] T. J. Konno, M. Kawasaki and K. Hiraga, *Journal of Electron Microscopy*, 50 (2) (2001) 105–111.
- [32] J.I. Joly. *Electron Transport in metals*, Wiley. Interscience New York 1962
- [33] A. May, M.A. Belouchrani, S. Taharouch, A. Boudras, *Procedia Engineering* 2 (2010) 1795–1804
- [34] M. Karlik and B. Jouffrey, *Acta mater.* Vol. 45, No. 8 (1997) 3251–3263
- [35] T. Masuda, Y. Takaki, T. Sakurai and S. Hirosawa, *Mater Trans* 51 (2010) 325–332
- [36] Sung-Hwan Choia, Si-Young Sungb, Hyun-Joo Choic, Young-Ho Sohnc, Bum-Suck Hanb, Kee-Ahn Leea, *Procedia Engineering* 10 (2011) 159–164.
- [37] T. Minoda, M. Asano, H. Yoshida, *Mat. sci*(2006) 859–864
- [38] G. Mrowka-Nowotnik, J. Sieniawski, M. Wierzbinska, *Archives of Materials Science and Engineering* (2007) 69-76

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'objectif de ce travail était d'élucider les caractérisations des alliages à base d'aluminium et l'étude de l'effets de traitement thermique sur la microstructure et la taille moyennes des grains, ainsi que leur combinaison sur les transformations de phase qui peuvent avoir lieu dans deux alliages à base d'aluminium Al6000 (Al-Mg-Si), Al2017 (Al-Cu-Fe).

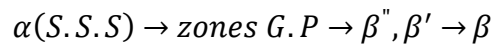
Pour cela nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentielles, l'analyse calorimétrique différentielle, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X, la microduromètre, la résistivité électrique.

Il s'est avéré que cette étude a nécessité une connaissance approfondie des différentes transformations de phases se produisant au cours des traitements thermiques des alliages des systèmes Al6000 (Al-Mg-Si). Et Al2017 (Al-Cu-Fe) et des mécanismes de processus de précipitations et de recristallisation.

Les principaux résultats de la thèse peuvent se résumer de la manière suivante :

Cas de l'alliage Al6000 :

- L'alliage Al6000 à l'état brut montre une distribution uniforme des particules intermétallique observés au microscope optique.
- Le DSC montre la séquence de précipitation de l'alliage Al6000 est suit :



- L'alliage Al-Mg-Si subit une transformation des phases à la température ambiante.
- Les phases β'' , β' sont formé rapidement et successivement dans l'intervalle $T = [230-300^\circ\text{C}]$
- L'alliage Al-Mg-Si nécessite une grande énergie d'activation pour la précipitation
- L'analyse des échantillons par la diffraction des rayons X à mis en évidence la présence des pics correspondent à la structure C.F.C de la matrice α d'aluminium.
- La présence du Si et du Fe favorise l'apparition de la phase du type $\alpha\text{-AlFeSi}$ après un traitement de vieillissement.
- La formation des phases β est faible dans la température 180°C à 2 h par rapport à 280°C
- La taille moyenne des grains change avec le temps de vieillissement à 300°C .
- Le type de précipitation de l'alliage Al 6000 à 300°C est continu.

- Le temps de maintien suffisant pour la précipitation de la phase Mg_2Si , d'un échantillon vieilli à $300^\circ C$, a été estimé entre 24 h et 48 h.
- Les quantités des phases de précipitation ($AlFeSi$, Mg_2Si) diminuent avec l'augmentation du temps de vieillissement à $300^\circ C$ qui est liée à l'augmentation de la solubilité des atomes Mg, Si dans la matrice d'aluminium.
- Le meilleur durcissement est obtenu au temps de vieillissement 24h (phase β'')
- La meilleure résistivité électrique obtenue au temps 82h de vieillissement
- La variation de la résistivité électrique est liée à la taille moyenne des grains, les compositions chimiques des précipités et les mesures de la microdureté

Cas de l'alliage Al 6000 homogénéisé, déformé et vieilli

- pour une déformation, relativement, moyenne (15%, 22%), la densité de dislocations induite est peu importante de telle sorte qu'on peut observer la formation directe de la phase d'équilibre, qui donne lieu à une expansion, une telle réaction fait diminuer la concentration en atomes solutés de la matrice, ce qui facilite le processus de restauration qui donne une contraction à cause de l'annihilation d'un important nombre de dislocations.
- La taille moyenne des grains dans ce cas est augmentée respectivement : 15%, 22%
- L'augmentation des valeurs de la microdureté observée est certainement due à l'augmentation de la densité des précipités et la diminution de leur taille
- l'énergie de déformation et l'énergie d'interface jouent un rôle important sur le type d'interface séparant le germe et la phase mère et sur la forme des précipités
- Le domaine de recristallisation de l'alliage Al6000 apparait à la température $400^\circ C$
- pour les taux de déformation 15%, 22% la précipitation devient plus rapide d'où la restauration et la recristallisation se produisent après le début de la précipitation et continuent avec elle.

Cas de l'alliage Al2017 :

- L'EDX montre que l'alliage Al2017 est riche en Fer et en Manganèse
- Le type de précipitation dans cet alliage est continu.
- La précipitation de la phase métastable θ' est accompagnée d'une expansion du réseau cristallin de la matrice, à cause de la réduction de la concentration du cuivre dans la matrice,

- Le Fer et le Manganèse accélèrent la formation des précipitations.
- La formation de la phase d'équilibre θ accompagne la formation et la dissolution de la Phase intermétallique β .
- Les quantités de phases β et θ diminuent avec l'augmentation du temps de vieillissement à 300 °C et liée à l'augmentation de la solubilité des atomes de cuivre et de fer dans la matrice d'aluminium.
- L'alliage Al 2017 contient trois phases différentes $\alpha = \text{Al-Cu-Fe}$ (phase icosaédrique), $\beta = \text{AlFe}$ (phase cubique, intermétallique) et $\theta = \text{Al}_2\text{Cu}$ (phase quadratique).
- Le meilleur durcissement est obtenu au temps de vieillissement 72h

Annexe

Annexe 01 : Composition chimiques des éléments d'additions des différents alliages de la série 6xxx.

Désignation de l'alliage	Composition, wt%														
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ga	V	Indiqué autre éléments	Ti	Non spécifié autres éléments		Al min
													Chacun	Totale	
6101	0.30-0.7	0.50	0.10	0.03	0.35-0.8	0.03	...	0.10	0.06B	...	0.03	0.10	reste
6201	0.50-0.9	0.50	0.10	0.03	0.6-0.9	0.03	...	0.10	0.06B	...	0.03	0.10	reste
6301	0.50-0.9	0.7	0.10	0.15	0.6-0.9	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	reste
6002	0.6-0.9	0.25	0.10-0.25	0.10-0.20	0.45-0.7	0.05	0.09-0.14 Zr	0.08	0.05	0.15	reste
6003	0.35-1.0	0.6	0.10	0.8	0.8-1.5	0.35	...	0.20	0.10	0.05	0.15	reste
6103	0.35-1.0	0.6	0.20-0.30	0.8	0.8-1.5	0.35	...	0.20	0.10	0.05	0.15	reste
6004	0.30-0.6	0.10-0.30	0.10	0.20-0.6	0.40-0.7	0.05	0.05	0.15	reste
6005	0.6-0.9	0.35	0.10	0.10	0.40-0.6	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	reste
6105	0.6-1.0	0.35	0.10	0.10	0.45-0.8	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	reste
6205	0.6-0.9	0.7	0.20	0.05-0.15	0.40-0.6	0.05-0.15	...	0.25	0.05-0.15 Zr	0.15	0.05	0.15	reste
6006	0.20-0.6	0.35	0.15-0.30	0.15-0.20	0.45-0.9	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	reste
6106	0.30-0.6	0.35	0.25	0.05-0.20	0.40-0.8	0.20	...	0.10	0.05	0.10	reste
6206	0.35-0.7	0.35	0.20-0.50	0.13-0.30	0.45-0.8	0.10	...	0.20	0.10	0.05	0.15	reste

Annexe 02**Name and formula**

Reference code:	00-035-0773
PDF index name:	Magnesium Silicide
Empirical formula:	Mg ₂ Si
Chemical formula:	Mg ₂ Si

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm3m
Space group number:	225
a (Å):	6,3512
b (Å):	6,3512
c (Å):	6,3512
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	256,19
Z:	4,00
RIR:	-

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Alloy, metal or intermetallic Common Phase NBS pattern
Quality:	Star (S)

Comments

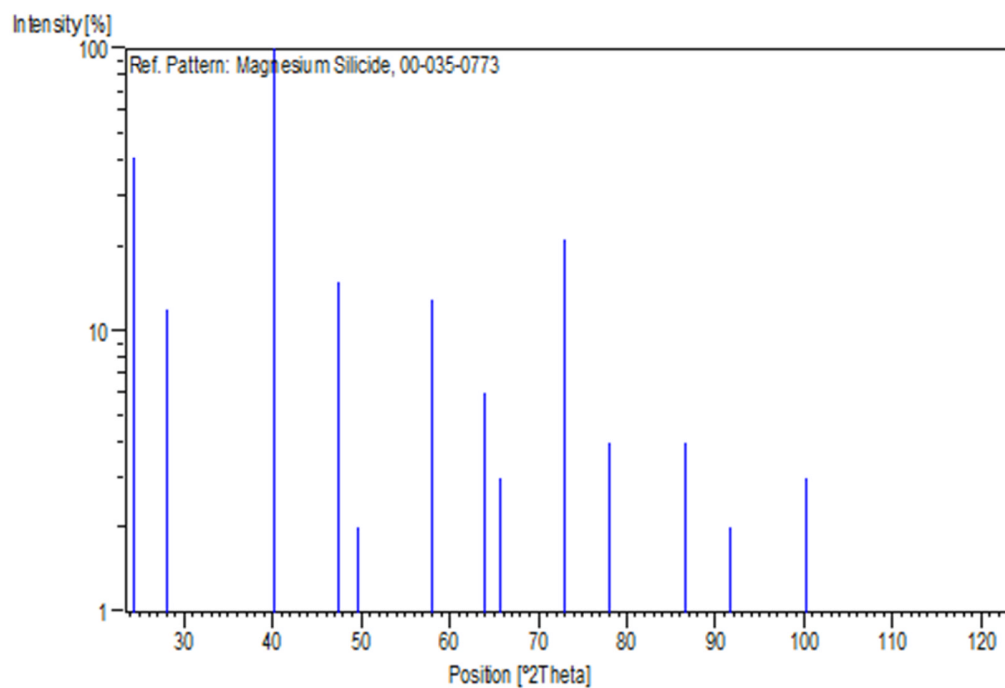
Color:	Dark blue
Sample source:	The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, Wisconsin, USA. It contained a small amount of MgO.
Analysis:	Spectrographic analysis (wt.%, CERAC, Incorporated): 0.12 Fe; 0.05 Al; 0.01 Mn; 0.001 Ag, Ca, Cr, Cu, Ti.
Additional pattern:	To replace 1-1192 and 34-458.
Temperature:	The mean temperature of data collection was 23.7 C.

References

Primary reference:	<i>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr.</i> 25, 21 , 86, (1984)
Structure:	Klemm, W., Westlinning, H., <i>Z. Anorg. Allg. Chem.</i> , 245 , 365, (1940)
Polymorphism:	Cannon, P., Conlin, C., <i>Science</i> , 145 , 487, (1964)

Peak list

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
17	4	4	4	0,91669	114,345	1,0
18	5	5	1	0,88932	120,033	1,0
19	6	4	0	0,88066	122,015	1,0

Stick Pattern

Annexe 03**Name and formula**

Reference code: 00-002-1309
 PDF index name: Aluminum Copper
 Empirical formula: Al₂Cu
 Chemical formula: Al₂Cu

Crystallographic parameters

Crystal system: Tetragonal
 Space group: I4/mcm
 Space group number: 140
 a (Å): 6,0660
 b (Å): 6,0660
 c (Å): 4,8740
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000
 Volume of cell (10⁶ pm³): 179,35
 Z: 4,00
 RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by 25-12.

References

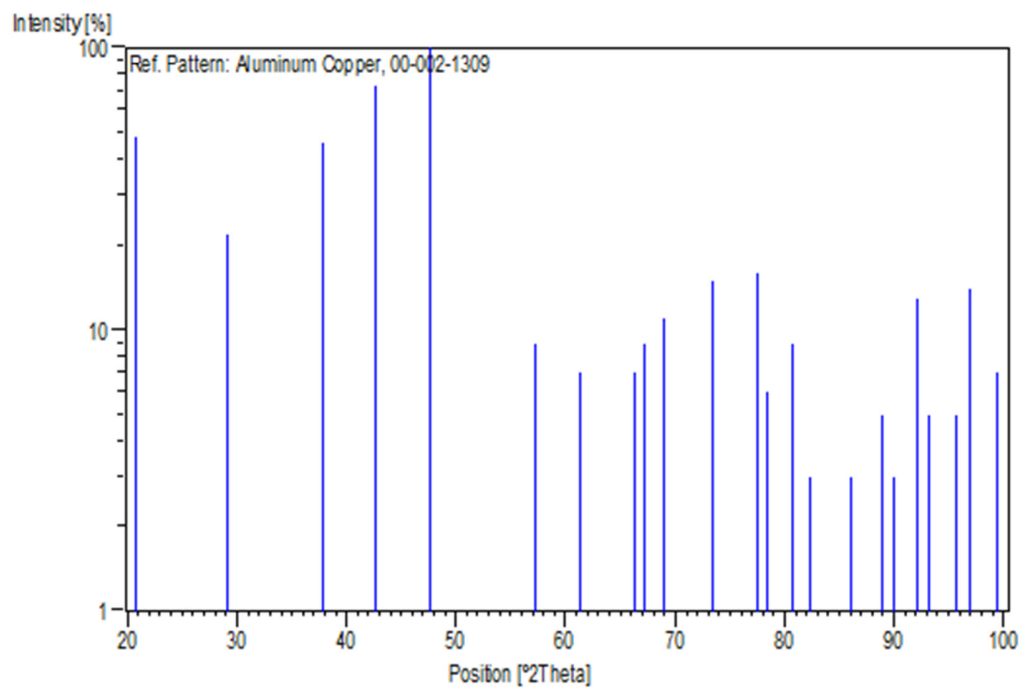
Primary reference: Bradley, Jones., *J. Inst. Met.*, **51**, 131, (1933)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	4,29000	20,688	48,0
2	2	0	0	3,07000	29,063	22,0
3	2	1	1	2,37000	37,934	46,0
4	1	1	2	2,12000	42,612	73,0
5	3	1	0	1,91000	47,569	100,0
6	2	2	2	1,61000	57,168	9,0

7	3	1	2	1,51000	61,345	7,0
8	4	1	1	1,41000	66,229	7,0
9	2	1	3	1,39000	67,307	9,0
10	4	2	0	1,36000	68,999	11,0
11	4	0	2	1,29000	73,330	15,0
12	3	3	2	1,23000	77,549	16,0
13	0	0	4	1,22000	78,306	6,0
14	5	1	0	1,19000	80,678	9,0
15	3	2	3	1,17000	82,352	3,0
16	2	0	4	1,13000	85,950	3,0
17	5	2	1	1,10000	88,898	5,0
18	4	1	3	1,09000	89,934	3,0
19	5	1	2	1,07000	92,094	13,0
20	2	2	4	1,06000	93,221	5,0
21	5	3	0	1,04000	95,578	5,0
22	3	1	4	1,03000	96,811	14,0
23	6	0	0	1,01000	99,401	7,0

Stick Pattern



Annexe 04**Name and formula**

Reference code: 00-003-0932
PDF index name: Aluminum
Empirical formula: Al
Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
a (Å): 4,0390
b (Å): 4,0390
c (Å): 4,0390
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000
Volume of cell (10⁶ pm³): 65,89
Z: 4,00
RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Doubtful (O)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.

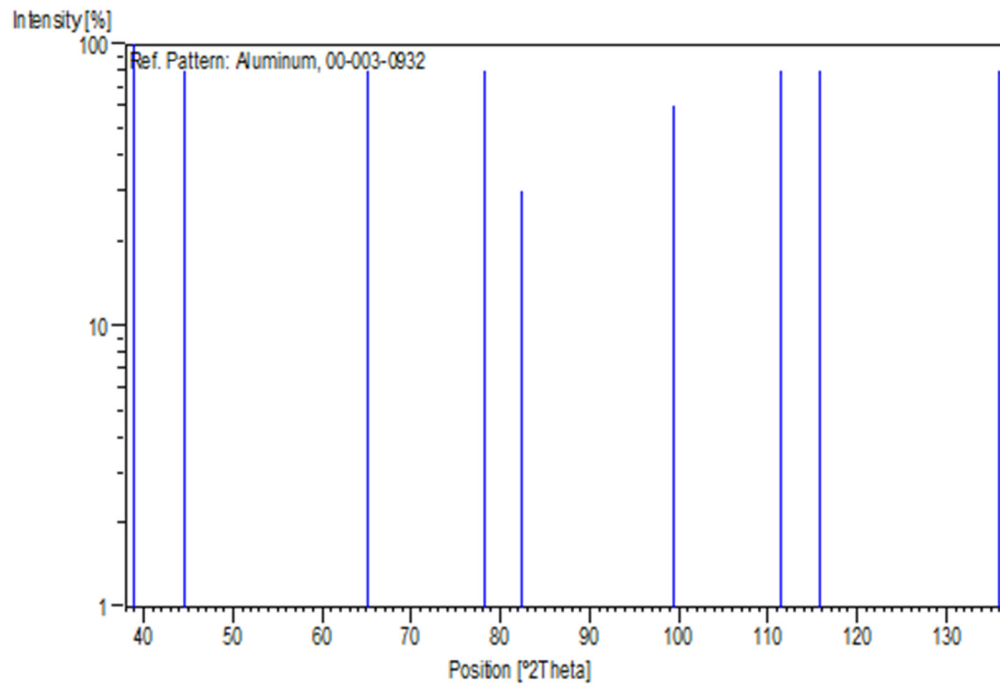
References

Primary reference: Olshausen., *Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem.*, **61**, 475, (1925)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2,32000	38,784	100,0
2	2	0	0	2,03000	44,600	80,0
3	2	2	0	1,43000	65,186	80,0
4	3	1	1	1,22000	78,306	80,0
5	2	2	2	1,17000	82,352	30,0
6	4	0	0	1,01000	99,401	60,0

7	0,93200	111,482	80,0
8	0,90900	115,863	80,0
9	0,83100	135,930	80,0

Stick Pattern

Résumé

L'objectif de cette thèse est l'étude de l'effet de traitements thermiques sur la microstructure, la taille des grains et les caractérisations des alliages à base d'aluminium (Al 6000 et Al 2017). Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales: l'analyse de diffraction des rayons X, l'analyse calorimétrique différentielle, la microscopie électronique à balayage et la microduremètre. L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus a montré que les phases β'' , β' , formé rapidement et successivement dans l'alliage Al6000, l'influence de l'augmentation de temps de vieillissement peut se résumer en une augmentation de la coalescence des phases de précipitation, La taille des grains change avec le temps de vieillissement. Le meilleur durcissement durant 24h, 72h des alliages Al 6000, Al 2017 d'une manière respective La microdureté diminue selon l'augmentation de la taille des précipités.

Mots clés: Al 6000, Al 2017, précipitation, vieillissement, déformation plastique, DSC, DRX restauration, , DRX, MEB

Abstract:

The aim of this thesis was the study of the heat treatment effects on the grain size and the characterizations of two kinds of the aluminum alloys (Al 6000 and Al 2017).

For that, we have used several experimental technical: differential scanning calorimetric analysis, X-ray diffraction and scanning electronic microscopy.

The ensemble of the obtained experimental results have showed that β'' , β' phases are formed in quick succession in Al 6000 Alloy, the influence of increasing aging te can be summarized in an increase in the dissolution of précipitation phase. The grain size varies with the time of aging. Best hardening time 24h, 72h of the Al6000 and Al2017 alloys respectively, the microhardnes is decreased according to the increase of the grain précipitation.

Key words: Al 6000, Al 2017, precipitation, aging, plastic deformation, DSC , XRD, restoration , crystallization , XRD, SEM.

ملخص

الهدف من هذه المذكرة دراسة تأثير المعالجات الحرارية على حجم حبيبات وخصائص سبائك الألمنيوم (Al 2017, Al6000). ولتحقيق هذه الدراسة استعملنا عدة طرق تجريبية أهمها التحليل الحراري التفاضلي ' انعراج الأشعة السينية نستطيع تلخيص النتائج التجريبية المتحصل عليها في:

الاطوار β'' ، β' تتشكل في تتابع سريع بالنسبة لسبيكة Al 6000 زيادة الوقت في التعتيق يمكن أن تؤدي للزيادة في نمو الأطوار. حجم الحبيبات يختلف مع اختلاف وقت التعتيق ' القيمة الكبرى للصلادة كانت في زمن 24 ساعة بالنسبة لسبائك Al6000، و72 ساعة فيما يخص سبائك Al 2017، وانخفاض الصلادة الدقيقة يتمشى مع الزيادة في حجم الترسبات.

الكلمات الرئيسية: Al2017، Al6000، التعتيق، التشوه اللدن، الترسبات، إعادة التبلور، الترميم، التحليل الحراري التفاضلي، انعراج الأشعة السينية.

