

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

*MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE*

**UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE
FACULTE DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :
Série :

THESE

Présentée pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : **Sciences des Matériaux**

Option : **Métallurgie**

THEME

***Effet de vieillissement naturel sur les propriétés
mécaniques de deux tôles AlMgSi***

Chahdane Anissa

Soutenue le : / / 2012

Devant le jury :

Président :	S. Hamamda	<i>Prof. Université Mentouri-Constantine</i>
Rapporteur :	A. Boubertakh	<i>Prof. Université Mentouri-Constantine</i>
Examineurs:	R. Bensaha	<i>Prof. Université Mentouri-Constantine</i>
	A. Boudjada	<i>Prof. Université Mentouri-Constantine</i>

Remerciements

Le travail présenté dans cette thèse a été réalisé au sein du laboratoire de recherche «Thermodynamique et Traitements de Surfaces des Matériaux» de l'Université Mentouri Constantine.

Je tiens à remercier vivement Monsieur Abdelhamid Boubertakf, Professeur au département de physique université Mentouri de constantine, pour m'avoir accueilli, conseillé et encadré tout au long de ce travail au sein du laboratoire.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur Samail Hamamma, Professeur au département de physique université Mentouri de constantine, d'avoir bien voulu me faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Je remercie l'ensemble des membres du Jury d'avoir accepté de juger ce travail; notamment Monsieur R. Bensaha, professeur au département de physique université Mentouri de constantine, Monsieur A. Boudjada professeur au département de physique université Mentouri de constantine.

En fin, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et l'élaboration de ce mémoire.

Sommaire

Sommaire

Introduction Générale	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Aluminium et ses alliages

I.1 Introduction.....	3
I.2 Propriétés de l'aluminium pur.....	3
I.3 Influence des impuretés.....	3
I.4 Les séries d'alliages d'aluminium et leurs propriétés.....	8
I.5 Les traitements thermiques.....	11
I.5.1 Mise en solution.....	12
I.5.2 Trempe.....	13
I.5.3 Vieillissement.....	13
I.6 Etude de l'effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si.....	16
I.7 Nomenclature.....	17
I.8 Durcissement par précipitation.....	18
I.8.1 Principe.....	19
I.8.2 Germination.....	23
I.8.3 Diffusion.....	25
I.9 La série 6xxx.....	26

Chapitre II : Le phénomène de précipitation

II.1 Introduction.....	28
II.2 Loi de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov.....	28
II.3 Nucléation.....	29
II.4 Croissance.....	31
II.5 Dissolution.....	33
II.6 Coalescence.....	34
II.7 L'évolution des vitesses de transformation en fonction de la température.....	35
II.8 Les types de précipitation.....	36
II.8.1 La précipitation continue.....	36
II.8.2 La précipitation discontinue.....	36
II.9 Rôle des défauts de structure dans la précipitation.....	37
II.9.1 Rôle des dislocations dans la précipitation.....	37
II.9.2 Rôle des lacunes dans la précipitation.....	38

II.9.3	Rôle des lacunes dans la précipitation des phases métastables	38
II.9.4	Rôle des joints des grains.....	39
II.10	La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si.....	39
II.10.1	Sans excès de silicium.....	39
II.10.2	Avec excès de silicium.....	40
II.10.3	Séquence de précipitation en présence de cuivre.....	40
II.11	Mécanismes de durcissement dans les alliages Al-Mg-Si-Cu.....	42
II.12	Structure cristallographique des principales phases.....	42

Chapitre III: Matériaux et techniques de caractérisations

III.1	Introduction.....	44
III.2	Matériaux étudiés.....	44
III.2.1	Alliages étudiés.....	44
III.2.2	Traitements thermiques appliqués.....	44
III.2.3	Préparation des échantillons.....	45
III.3	Techniques de caractérisations.....	45
III.3.1	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	45
III.3.2	Mesures de microdureté.....	46
III.3.3	Diffraction des rayons X.....	47
III.3.4	Dilatométrie.....	49
III.3.5	Microscope optique.....	50

Chapitre IV: Résultats et discussions

IV.1	Introduction.....	51
IV.2	Microscopie optique.....	51
IV.2.1	Etat brut.....	51
IV.2.2	Etat homogénéisé.....	51
IV.3	Diffraction des rayons X.....	52
IV.4	Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	56
IV.4.1	L'identification des pics à l'état brut.....	56
IV.4.2	L'identification des pics à l'état homogénéisé.....	58
IV.5	Etude dilatométrique.....	60
IV.5.a	Etat brut.....	60
IV.5.b	Etat homogénéisé.....	64
IV.6	Microdureté.....	66

IV.6.1 Effet de l'homogénéisation sur la dureté.....	66
IV.6.2 Effet de vieillissement naturel sur la microdureté des alliages.....	67
Conclusion générale.....	84
Références bibliographiques.....	86

Introduction Générale

Introduction générale

Depuis le développement récent (début du 20^{ème} siècle) des alliages d'aluminium performants, l'utilisation de ce métal n'a cessé de croître (transport, bâtiment, énergie, sport, emballage...), à tel point qu'il occupe la seconde place des métaux les plus utilisés après le fer. Les alliages d'aluminium, en plus d'être légers, peuvent en effet présenter d'excellentes caractéristiques mécaniques ainsi qu'une résistance à la corrosion nettement meilleure que celle des aciers.

Les alliages d'aluminium sont destinés à être modifiés par des techniques de forge (laminage, tréfilage, matriçage etc...). On distingue parmi eux les alliages à durcissement par écrouissage (séries 1000, 3000, 5000) et les alliages à durcissement structural (ou alliages trempants) (séries 2000, 4000, 6000, 7000).

Les éléments d'alliages, entrant en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des alliages. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues.

Dans les alliages d'aluminium de la série 6000, les principaux éléments d'alliage sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour former le composé stoechiométrique Mg_2Si , durcissant dans l'état métastable. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. En effet, l'addition de manganèse (ou de chrome) dans la plupart des alliages de la série 6xxx permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain. Le cuivre possède le même effet sur ces alliages mais lorsqu'il est présent à plus de 0.5% il peut réduire la résistance à la corrosion.

Les processus de précipitation des solutions solides sursaturées occupent une place particulière parmi les autres transformations de phases à cause du fait qu'ils se produisent au cours des opérations finales de traitements thermiques qui forment les propriétés finales des alliages.

Dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx, le durcissement est dû aux phases métastables précurseurs de la phase stable β . Cette phase a pour composition chimique Mg_2Si et une structure cubique à faces centrées de paramètre de maille

égale à 0, 639 nm, cette phase existe soit sous forme de plaquettes formées par sur-revenu ou de lattes formées par précipitation hétérogène par trempe lente.

Les processus de vieillissement dans la plupart des alliages d'aluminium sont complexes et la décomposition de la solution solide sursaturée obtenue par trempe rapide a lieu en plusieurs étapes notamment, les zones cohérentes de Guinier-Preston (GP) et les précipités intermédiaires cohérents et semi-cohérents qui précèdent la formation des précipités stable incohérents.

En plus de cette introduction, ce mémoire comporte quatre chapitres :

- le premier chapitre est réservé à des généralités sur l'aluminium et ses alliages (propriétés générales de l'aluminium pur, l'influence des impuretés, les traitements thermiques, et les séries des alliages d'aluminium,...).
- le second chapitre est consacré à une étude bibliographique sur le phénomène de précipitation (nucléation, croissance, dissolution, coalescence), les différents types de précipitation, rôle des défauts de structure dans la précipitation et la précipitation dans les Al-Mg-Si.
- le troisième chapitre la description de la procédure expérimentale et les techniques de caractérisations.
- Le dernier chapitre expose les différents résultats expérimentaux accompagnés d'interprétations et explications nécessaires
- Conclusion générale.
- Ce mémoire se termine par une liste des références bibliographiques.

Chapitre I:
Aluminium et ses alliages

1.1 Introduction

L'aluminium et ces alliages jouent un rôle très important dans l'industrie. L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al > 99.99%) [1]. Ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Cette importance est due surtout à leur faible densité. Grâce à leur bonne conductivité électrique (4^{ème} rang après l'argent, le cuivre et l'or), l'aluminium et ses alliages sont utilisés dans la fabrication des conducteurs massifs du courant électrique (lignes d'alimentation et câbles de haute tension), ainsi que dans l'industrie automobile.

1.2 Propriétés de l'aluminium pur

L'aluminium pur possède une structure cristalline cubique à face centrée (CFC). Ces caractéristiques sont résumées comme suivantes [2,3].

- Paramètre de maille : 0.405 nm à 298 K.
- Masse volumique à 25°C : 2698.7 kg/m³.
- Point de fusion : 660°C.
- Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C : $2.55 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.
- Retrait volumique : 5.6% en cours de solidification.
- Capacité thermique massique à 20 °C : $C = 950 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
- Conductivité thermique à 20 °C : $\lambda = 217.6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
- Résistivité électrique à 20 °C : $\rho = 2.63 \mu\Omega \text{ cm}$.
- Modules d'élasticité : 68000 MPa.
- Charge de rupture : 80 à 100 MPa.

1.3 Influence des impuretés

Les impuretés contenues dans les alliages d'aluminium sont importantes car elles modifient, volontairement ou non, les diverses propriétés du matériau. On trouve principalement comme impuretés :

-*Le fer* est une impureté naturelle de l'aluminium. Il dégrade la tenue mécanique de la pièce produite par formation de composés intermétalliques durs et fragiles qui peuvent faciliter l'amorçage d'une fissure par décohésion lors d'une sollicitation

mécanique. De plus, il gêne l'alimentation en métal liquide des pièces dans le moule par formation de plaquettes d'éléments intermétalliques et diminue l'étanchéité de la culasse. Pour avoir de bonnes propriétés mécaniques, sa teneur est limitée à moins de 0.13% dans les alliages de première fusion dits à haute pureté. La présence des Cr et Mn peuvent améliorer les propriétés de ses alliages car ils substituent le Fe dans les composés formés.

-Le *nickel* améliore légèrement les propriétés de ses alliages à chaud mais coûte.

-Le *plomb* au delà de 0.05% il neutralise la modification au strontium et diminue les propriétés mécaniques de l'alliage.

-L'*étain* abaisse les caractéristiques mécaniques, augmente la porosité, améliore très peu la coulabilité.

-Le *phosphore* est un poison pour les alliages hypo eutectiques, car il constitue un site de germination du silicium, par contre, ce sera un élément affinant pour les alliages hyper eutectiques. En effet dans ces alliages, ce sont les plaquettes de Si qui germent en premier et il n'y a donc pas de dendrites d'aluminium.

-L'*antimoine* permet de piéger le phosphore mais n'est pas compatible avec le strontium.

-Le *lithium* est très oxydable, regaze instantanément et considérablement l'alliage.

-Le *titane* c'est une impureté de l'aluminium, mais il permet d'affiner la dendrite de solution solide riche en aluminium : c'est un affinant. L'opération d'affinage consiste à ajouter dans l'alliage liquide des germes de cristallisation comme TiB_2 en grand nombre afin d'augmenter le nombre de grains de l'alliage pour diminuer la taille de dendrite et augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la durée de vie en fatigue. Au delà de 0.4% il se forme $TiAl_3$, qui diminue l'usinabilité mais améliore encore l'affinage. Ainsi, les auteurs [4] rapportent que l'alliage Al-Ti (le titane étant souvent titre à 5%) gagne en efficacité d'affinage. s'il est laminé et/ou traité thermiquement car le nombre de particules servant de site de germination se trouve décuplé.

-Le *sodium* ou le *strontium* modifient la structure de l'eutectique naturellement lamellaire en eutectique globulaire, ce qui permet de diminuer le risque de retassures, de faciliter l'usinage et d'augmenter les caractéristiques mécaniques, [5]. Cet effet est annulé par le Bore [6,7].

-Le *calcium* prolonge le temps de modification par le sodium.

-Le scandium [8-10] décrivent l'effet de l'addition de scandium (et de zirconium) dans le cas des alliages Al-Mg, il améliore les propriétés mécaniques et les aptitudes au soudage.

Industriellement, les alliages Al-Si sont les plus utilisés pour leurs propriétés de fonderie, leur aptitude au soudage, leur bonne stabilité dimensionnelle et leur faible température de fusion. Ils ont de plus une bonne résistance aux éraflures lors des périodes de faible lubrification du moteur (démarrage à froid par exemple), [11].

Les éléments d'adition que ces élément l'on ajoute volontairement pour leurs propriétés bénéfiques sont indiqués ci-dessous. Il existe, en plus de l'aluminium non allié, quatre grandes familles d'alliages d'aluminium de fonderie, qui sont fonction des éléments d'alliages ajoutés. Ceux-ci se retrouvent soit en solution solide soit sous forme de précipités. Ces familles sont les alliages au silicium, au cuivre, au magnésium et au zinc. On distinguera les additions principales déterminantes pour les propriétés du matériau et les additions secondaires, en plus faible quantité, qui ont une action spécifique [12].

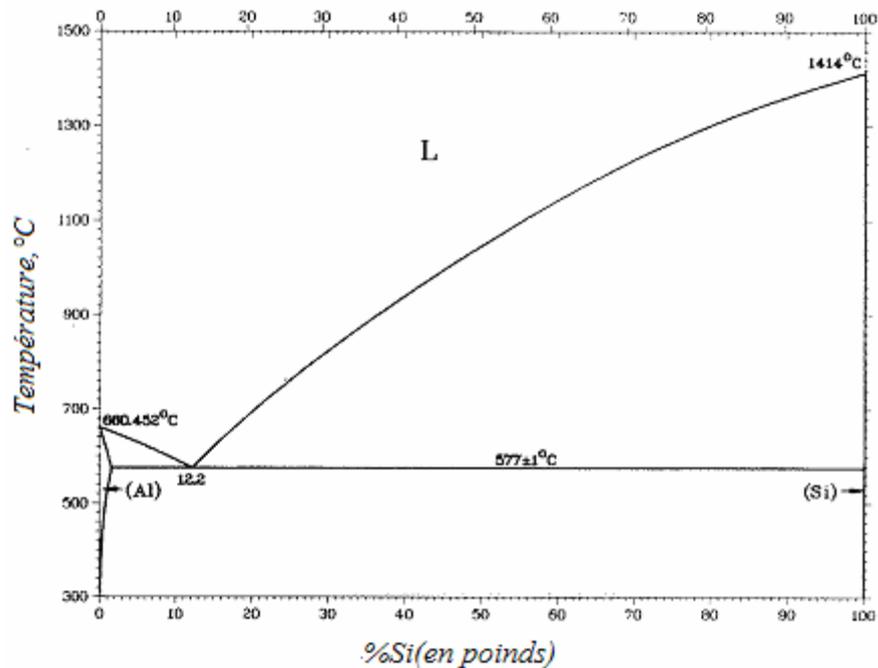


Figure I.1 Diagramme de phase binaire Al-Si (% Si en poids) [13].

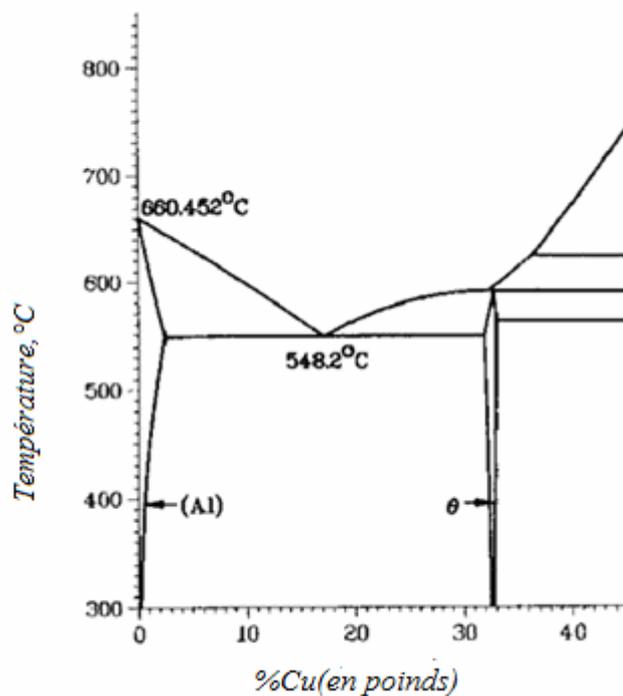


Figure I.2 Diagramme de phase binaire Al-Cu (% Cu en poids) [13].

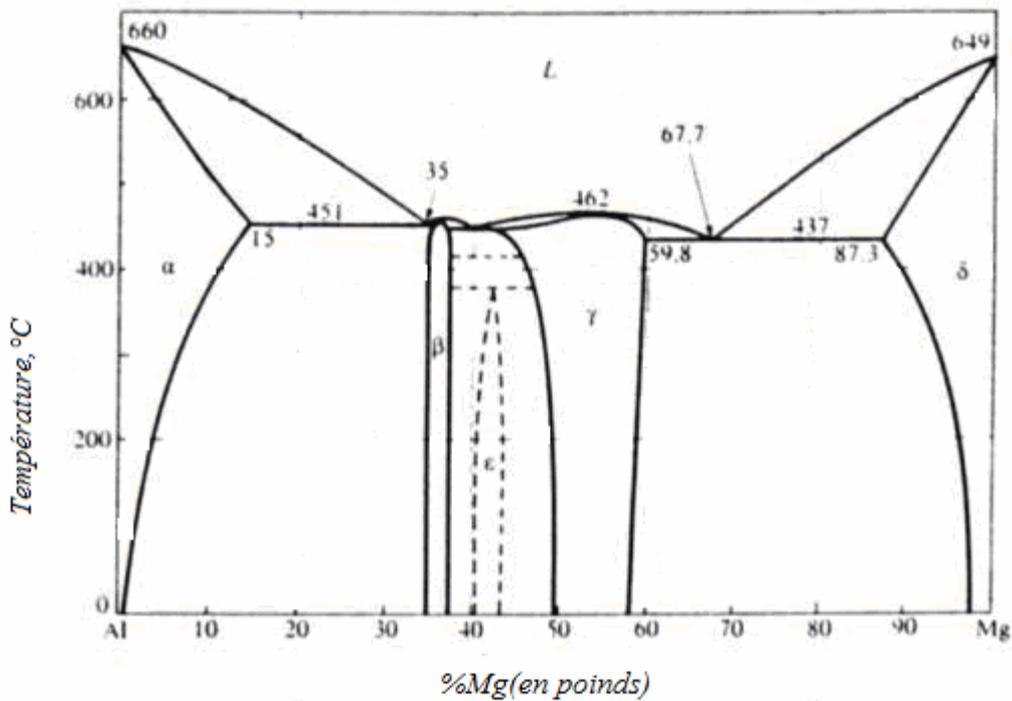


Figure I.3 Diagramme de phase binaire Al-Mg (% Mg en poids) [13].

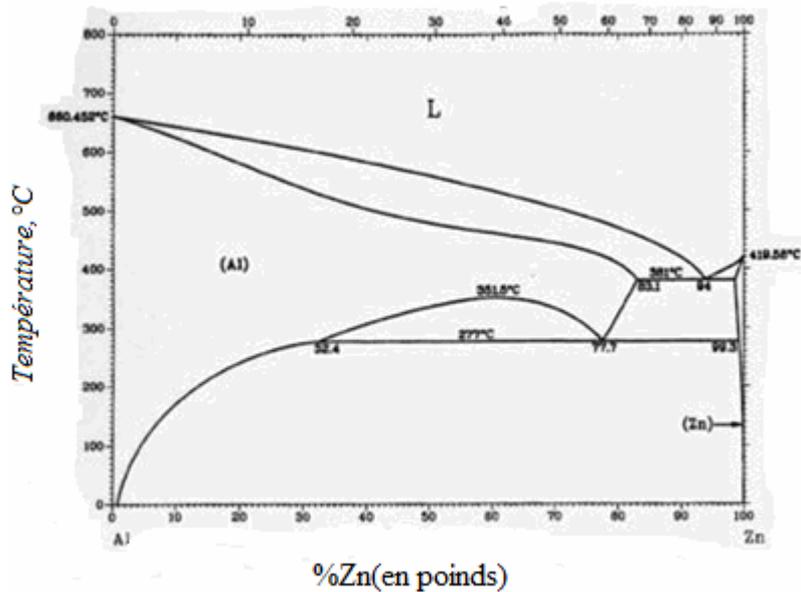


Figure I.4 Diagramme de phase des binaires Al-Zn (% Zn en poids) [13].

-Le silicium confère à l'alliage d'excellentes propriétés de fonderie, telles qu'une augmentation de la coulabilité, une diminution de la criquabilité et de l'aptitude à la retassure (il se dilate à la solidification). On note aussi une augmentation de la résistance à l'usure (le silicium est très dur), de l'étanchéité des pièces, mais une diminution de l'allongement à rupture.

-Le *cuivre* augmente les propriétés mécaniques par durcissement structural principalement la dureté (donc l'usinabilité) et la tenue à chaud sans perte au niveau de la coulabilité mais diminue la résistance à la corrosion et augmente l'aptitude à la crique.

-Le *magnésium* augmente la résistance à la corrosion, aux dommages, l'allongement à rupture et engendre un nouveau système durcissant après traitement thermique (Mg_2Si) mais diminue les propriétés de fonderie et d'usinabilité (les copeaux ont tendance à coller aux outils, ce qui augmente leur usure).

-Le *zinc* est très peu utilisé à cause de ses mauvaises capacités en fonderie et ses faibles propriétés mécaniques, il se trouve sous forme de ternaire Al-Zn-Mg, ce qui donne un alliage à durcissement structural avec des précipités $MgZn_2$, atténue le gazage de l'alliage, améliore la coulabilité (faiblement), diminue l'allongement, augmente la tendance à la microretassure et l'agressivité chimique de l'alliage fondu. L'influence du Zn sur les propriétés de fatigue est rapportée dans [14].

1.4 Les séries d'alliages d'aluminium et leurs propriétés

Conformément aux directives de l'aluminium, les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres [15].

- ❖ Le premier chiffre indique l'élément d'alliage principal.
- ❖ Le deuxième chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent il s'agit d'une fourchette faible dans un ou plusieurs éléments de l'alliage.
- ❖ Le troisième et le quatrième chiffre sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage.

La seule exception est la série 1000, ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium.

Tableau I.1 Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [15].

Séries	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu - Al ₂ CuMg
Série 3000	3XXX	Manganese (Mn)	Al ₆ Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
Série 8000	8XXX	Autres éléments	
Série 9000	/	Non utilisé	

-Série 1000(aluminium pur)

Cette série ne peut pas être traité thermiquement. La résistance à la traction varie de 69 à 186N/mm².elle présente une excellente résistance à la traction dans un large domaine de température. Cette série est souvent désignée comme aluminium pur. Ces alliages sont soudables mais ont un faible intervalle de fusion de sorte que des procédures de soudage acceptables.

Comme ces alliages ont des propriétés mécaniques relativement faibles, ils sont rarement utilisés en raison de leur résistance élevée à la corrosion et leur bonne conductibilité électrique. Ces alliages sont soudés avec un métal d'apport en aluminium pur ou de la série 4000.

-série 2000(alliage de Cu)

Ces alliages peuvent être traités thermiquement. La résistance à la traction varie de 186 à 427N/mm². Ces alliages sont des alliages aluminium (0.7-6.8) % Cu à résistance élevée, souvent utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale. Certains de ces alliages sont considérés comme non soudables (fissuration à chaud et sensibilité à

la corrosion sous tension). D'autre peut être soudés avec des procédés de soudage à l'arc quand on suit une procédure de soudage correcte.

Comme métal d'apport, on utilise la série 2000 (si on exige la même résistance) ou la série 4000 (avec silicium ou aluminium et cuivre) en fonction de l'application.

-série 3000 (alliage de Mn)

Ces alliages sont des alliages aluminium (0.05-1.8) % Mn la résistance maximale à la traction est de 110 à 283N/mm². Ils sont des alliages qui ont une résistance modérée avec une bonne résistance à la corrosion et une bonne capacité de mise en œuvre et pouvant être utilisés à haute température (casserolles et poêles, échangeurs de chaleur,...). Ces alliages peuvent être soudés avec un métal d'apport de la série 1000, la série 4000 et la série 5000, en fonction de la composition et de l'application.

-série 4000 (alliage de Si)

C'est une série qui contient des alliages susceptibles de durcissement par traitement thermique et non susceptibles de durcissement. Ce sont des alliages aluminium (0.6-21.5) % Si quand on allie de silicium à de aluminium, on a un point de fusion plus faible et une meilleure fluidité à l'état fondu. Ces propriétés sont souhaitables tant pour le soudage que pour le brasage. Quand on ajoute un peu de silicium, l'alliage n'est pas susceptible de durcissement par traitement thermique. Ces alliages avec de magnésium ou de cuivre, en plus du silicium peuvent être trempés après mise en solution. Ces métaux d'apport ne peuvent être appliqués que quand la construction soudée est ensuite traitée thermiquement.

-série 5000 (alliage de Mg)

Ce sont des alliages aluminium (0.2-6.2) % Mg ayant une résistance à la traction de 125 à 352N/mm². Ils ne sont pas susceptibles de durcissement par traitement thermique et présentent une résistance la plus élevée. Ces alliages peuvent être utilisés pour diverses applications. Ces derniers sont souvent soudés avec des métaux d'apport choisis sur la base de la composition du métal de base et de l'application. Les alliages de cette série ayant de plus de 3% Mg ne peuvent être utilisés au-dessus de 65°C car ils peuvent alors devenir sensibles à la corrosion sous

tension. Les alliages contenant moins de 2.5% Mg, seule la série 5000 peut être utilisée comme métal d'apport avec une composition appropriée au métal de base.

-série 6000(alliage de Mg-Si)

Les alliages de cette série sont susceptibles de durcissement par traitement thermique. La résistance à la traction varie de 125 à 400N/mm². Ils sont des alliages aluminium-magnésium-silicium utilisés dans des applications soudées. La plupart sont des produits extrudés. Ces alliages sont sensibles à la fissuration à chaud et doivent donc être soudés suffisamment de métal d'apport. Un métal d'apport des séries 4000 ou 5000 peut être utilisé.

-série 7000(alliage de Zn)

Ils sont des alliages aluminium (0.8- 12) % Zn (en poids) susceptibles de durcissement par traitement thermique avec une résistance variant de 220 à 605 N/mm². Ils appartiennent aux alliages d'aluminium ayant la résistance plus élevée. Comme pour la série 2000, certains sont considérés, comme non soudables avec des procédés de soudage à l'arc. Les alliages soudables comme par exemple les alliages de la série 7000, peuvent être soudés avec des métaux d'apport de la série 5000.

1.5 Les traitements thermiques

Les traitements thermiques permettent de contrôler la microstructure des alliages et par le fait même ses propriétés. L'objectif de ces séries d'opérations de chauffage et de refroidissement est l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux. Lorsque ces traitements sont appliqués aux alliages d'aluminium, leur utilisation est fréquemment restreinte à des opérations spécifiques visant à augmenter la résistance ainsi que la dureté par le durcissement par précipitation ou durcissement structural [16].

Le type de traitement thermique qui augmente la résistance des alliages d'aluminium se fait généralement en trois étapes :

- ❖ Mise en solution : dissolution des phases solubles.
- ❖ Trempe : supersaturation des phases par un refroidissement rapide.

- ❖ Vieillissement : précipitation des atomes de soluté soit à la température ambiante (vieillissement naturel) où soit à température donnée (vieillissement artificiel).

1.5.1 Mise en solution

Pour tirer avantage de la réaction de durcissement par précipitation, il est d'abord nécessaire d'obtenir une solution solide soluble. Le processus par lequel ceci est accompli est appelé traitement de mise en solution, dont l'objectif est d'amener dans la solution solide la plus grande quantité de l'élément de durcissement soluble. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène.

La mise en solution a également comme objectif dans les alliages Al-Si de modifier la structure de la phase de silicium. Quelques études ont été fait sur le sujet et montrent l'influence des paramètres du traitement de mise en solution sur la morphologie de la phase de silicium.

La température du traitement de mise en solution est déterminée par la composition chimique de l'alliage et le traitement peut tolérer une certaine variation de température, celle-ci peut varier de $\pm 60^{\circ}\text{C}$ de la valeur nominale. Pour les alliages hautement alliés de grande résistance, il faut porter une plus grande attention à la température de mise en solution. Une plus grande marge de température de mise en solution peut être tolérée avec les alliages qui ont un plus grand intervalle de température entre la ligne du solvus et la température eutectique de fusion.

Lors de la procédure de mise en solution, il faut faire attention à ne pas "surchauffer" l'alliage. Ceci se produit lorsque la température excède celle du point eutectique, il en résulte une détérioration des propriétés mécaniques soit la ductilité et la résistance à la rupture. Un matériau qui montre une microstructure de "surchauffage" est généralement inacceptable pour une application donnée. Pour pouvoir détecter si un alliage a subi une fusion aux joints des grains, on doit procéder à des test destructifs, le "surchauffage" est très difficile à détecter à l'oeil nu.

Le temps nominal de mise en solution requis pour amener un degré satisfaisant de précipités solubles dans la solution solide ou pour changer la morphologie de la phase

de silicium est fonction de la microstructure avant le traitement thermique. Le temps requis peut varier de plus ou moins quelques minutes pour une pièce mince à plusieurs heures si la pièce traitée est très épaisse.

1.5.2 Trempe

La trempe est l'une des étapes les plus critiques des opérations d'un traitement thermique. L'objectif de la trempe est de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide à basse température, habituellement près de la température ambiante. La trempe, non seulement permet de retenir les atomes de soluté en solution, mais permet aussi de maintenir un certain nombre minimum de sites vacants dans le treillis métallique. Ceci favorise la formation de zones de précipités à des températures de diffusion basses. Les atomes de soluté qui précipitent aux joints de grains et les autres défauts telles que les lacunes qui migrent extrêmement rapidement dans les régions de désordre, sont perdus inutilement et ne contribuent pas au durcissement. Pour éviter d'obtenir de ces types de précipités qui sont nuisibles aux propriétés mécaniques ou à la résistance à la corrosion, la solution solide formée lors de la mise en solution doit être refroidie assez rapidement et sans interruption pour produire une solution solide supersaturée à la température ambiante. Ceci est la condition optimale pour le durcissement par précipitation.

Toutefois, une trempe avec un refroidissement plus lent, améliore la résistance de certains alliages sans cuivre, comme le système Al-Zn-Mg, à la rupture par corrosion. Le plus fréquemment, les pièces sont trempées par immersion dans l'eau froide ou sont progressivement arrosées par un jet d'eau froide. Cependant les pièces de forme complexe avec des parties minces et des parties épaisses sont habituellement trempées dans un milieu qui donne un taux de refroidissement lent.

1.5.3 Vieillessement

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

applications. Quelques fois, ces alliages sont vieillis artificiellement pour augmenter la résistance ainsi que la dureté tant chez les alliages corroyés que les alliages de fonderie. Les autres alliages qui ont une réaction de précipitation très lente à la température ambiante doivent toujours être vieillis artificiellement pour qu'on puisse les utiliser.

Le vieillissement a pour principal but d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage après trempe. La solution solide saturée obtenue après la trempe n'étant pas en équilibre, elle a toujours tendance à retourner vers cet état, très lentement à température ambiante et beaucoup plus rapidement à température élevée. Au cours du vieillissement, on remarque dans un premier temps, que les propriétés mécaniques augmentent, atteignent un maximum, puis ensuite diminuent. Cela est dû à l'évolution de la taille des précipités et à leur nature.

À la température de vieillissement, les précipités d'équilibre ne se forment pas en premier lieu; il y a d'abord la formation de petits amas d'atomes (zones G.P.), puis évolution de ces premiers précipités vers la forme stable après passage par des formes intermédiaires métastables. C'est aux zones de G.P. et aux précipités intermédiaires que correspondent les propriétés mécaniques les plus élevées ; la formation de précipités plus gros puis de précipités d'équilibre, entraîne une diminution de la dureté de l'alliage.

La durée de vieillissement requise pour que les propriétés mécaniques soient maximales est directement fonction de la température de vieillissement. Ainsi, à des températures trop élevées, on obtient uniquement des propriétés médiocres, à cause de la formation, dès le début, de la phase d'équilibre. Par ailleurs, à la température ambiante, la durée requise pour le vieillissement est très longue.

L'évolution de microstructure au regard de chaque partie du traitement thermique est reportée sur la figure I.5. La figure I.6 montre l'évolution de la dureté en fonction de quelques traitements thermiques.

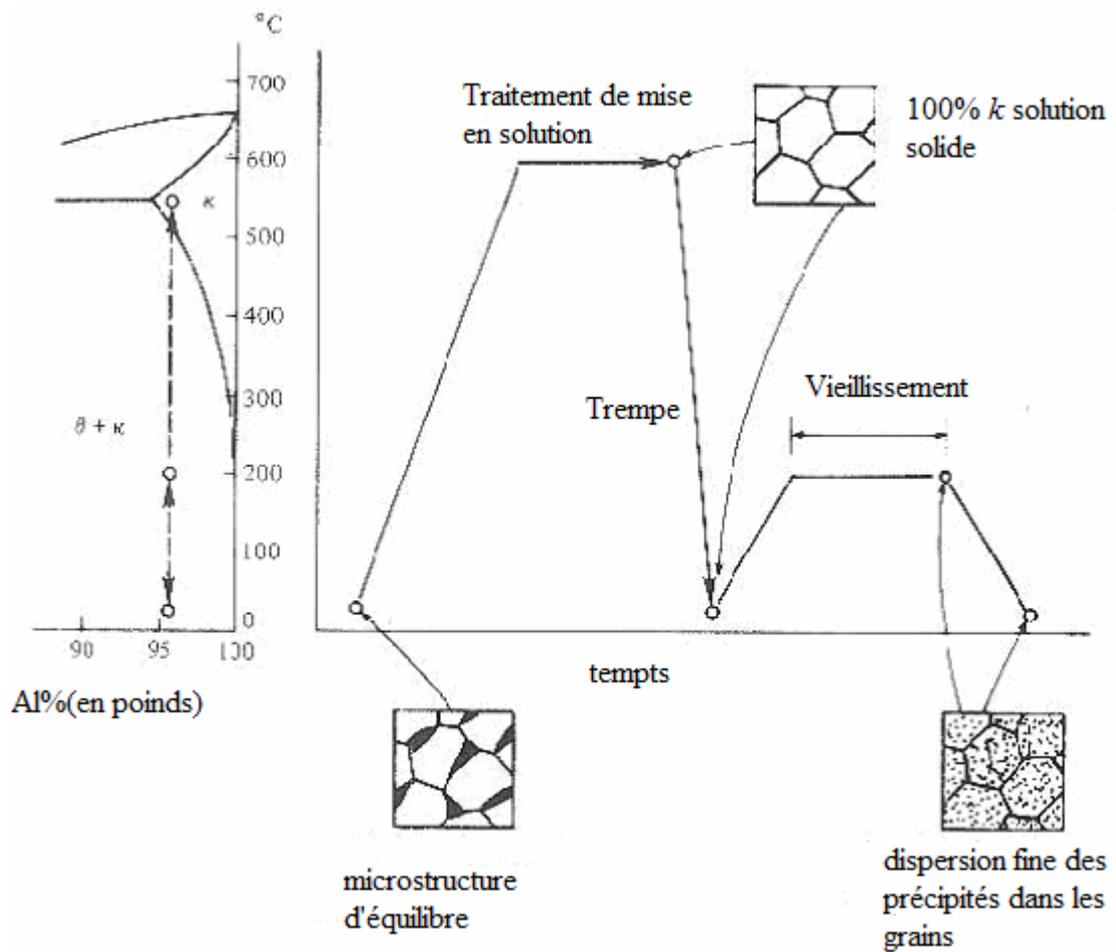


Figure I.5 Schéma d'un traitement de mise en solution, trempe et revenu [17].

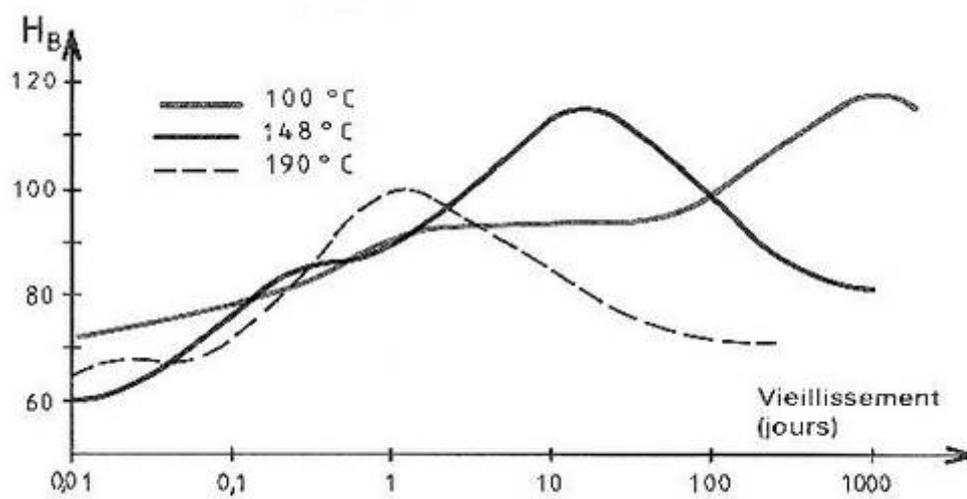


Figure I.6 Influence du traitement thermique sur la dureté [2].

1.6 Etude de l'effet du vieillissement naturel sur les alliages Al-Mg-Si

L. Zhen. [18] ont étudié l'influence du vieillissement naturel sur les processus globaux de précipitation de deux alliages d'Al-Mg-Si l'étude été faite par une série d'analyses par la calorimétrie différentielle à balayage DSC. La forme des thermogrammes de DSC change distinctement avec l'augmentation des périodes de vieillissement naturels: il y a sept pics exothermiques à l'état trempé, alors qu'il y a seulement trois pour des spécimens naturellement vieilli pendant plus de quatre semaines.

La raison de l'influence forte du vieillissement naturel sur le comportement de la précipitation de ces deux alliages Al-Mg-Si est supposée d'être due à la formation des clusters pendant le vieillissement naturel. Le vieillissement naturel a une influence distincte sur processus suivants de précipitation des alliages Al-Mg-Si, particulièrement ceux de l'alliage avec excès de silicium. Avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, le nombre de pics exothermiques a changé de sept pics à l'état trempé à trois pics après vieillissement naturel pendant quatre semaines (figure1.7) [19].

Les noyaux des précipités de silicium et la phase β sont formé par la formation des clusters et des co-clusters des atomes de silicium et de magnésium à l'aide des lacunes dans pendant le vieillissement naturel, menant a l'influence distinct de temps de vieillissement naturel sur le comportement de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si. L'augmentation de concentration de silicium dans les alliages Al-Mg-Si accélère non seulement les clusters des atomes de silicium mais également les co-clusters des atomes de silicium et de magnésium.

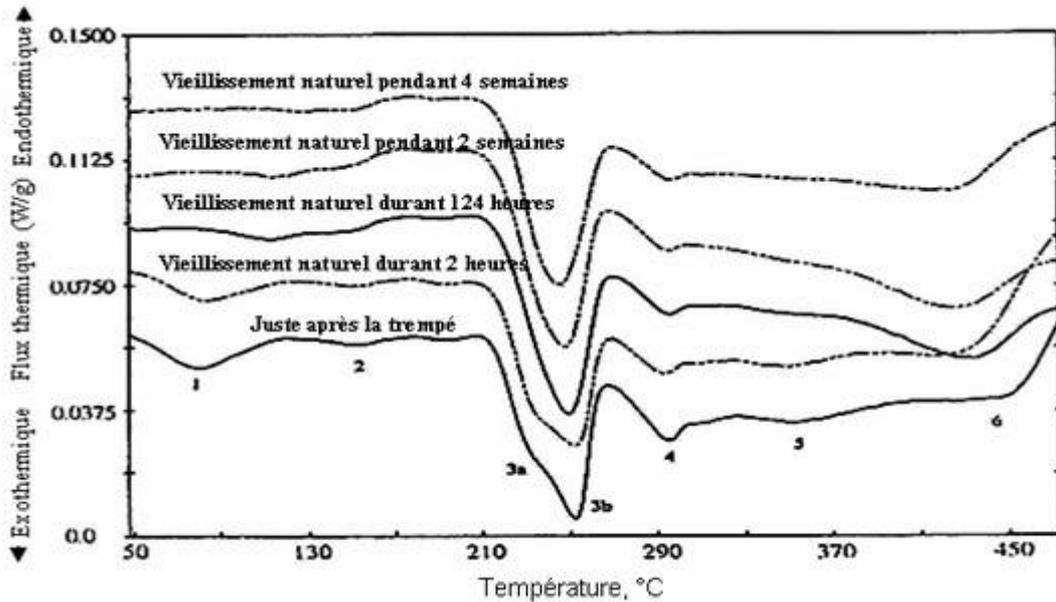


Figure I.7 Thermo grammes de DSC de l'alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement pour différentes périodes avant d'être analysé par DSC avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min [20].

I.7 Nomenclature

On distingue les différents traitements thermiques par les notations : T1, T2...T10. Les plus utilisés pour les pièces de fonderie sont :

- F : état brut de fonderie.
- T1 : mise en solution, refroidissement contrôlé après solidification et maturation (vieillissement naturel à 20°C).
- T4 : mise en solution, trempe et maturation.
- T5 (pour les alliages au Cu) : mise en solution à 495°C (et non 540°C car la température de l'eutectique est abaissée par la présence du Cu), puis refroidissement contrôlé après solidification de 450°C à 220°C par tunnel à air forcé.
Avantage de la méthode : pas de trempe donc peu de contraintes résiduelles et pas de revenu donc moins coûteux.
- T6 : mise en solution à 540°C, trempe et revenu au pic de dureté. Une trempe à l'eau chaude (90°C) permet de limiter les chocs thermiques et donc les tapures de trempe.
- T64 : mise en solution à 540°C, trempe et revenu légèrement *avant* le pic de dureté (sous vieillissement).

– T7 : mise en solution à 540°C, trempe et revenu légèrement *après* le pic de dureté (sur vieillissement).

On notera que les méthodes de moulage sont aussi soumises à notations (norme AFNOR) :

- Y2 : coulée en sable.
- Y3 : coulée en coquille.
- Y4 : coulée sous pression.

On ajoute en suite le numéro du traitement thermique (exemple : Y35=coulée en coquille, traitement thermique T5). La figure I.8 montre le principe et les différences de rendement entre coulées basse pression et par gravité.

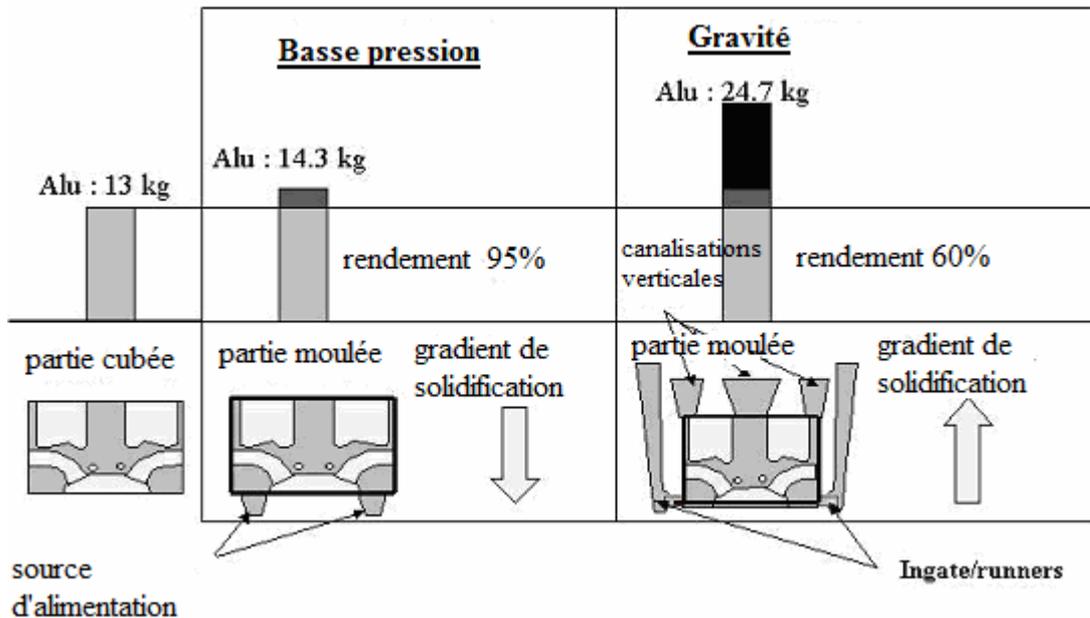


Figure I.8 Différences entre coulées basse pression et par gravité [21].

1.8 Durcissement par précipitation

Pour comprendre ce type de durcissement, on utilise la théorie élastique des dislocations (notion de champ de contrainte associé à une dislocation, de tension de ligne ...) et des observations physiques (microscopie électronique). En effet, la vitesse de déplacement des dislocations sera liée à la nature des obstacles qui gênent leur mouvement. L'historique et les bases du durcissement par précipitation sont regroupés dans les travaux de recherche [22].

1.8.1 Principe

Les dislocations vont interagir avec les précipités de la matrice, entraînant une action durcissante, car les particules ancrent les dislocations et gênent leur mobilité. De ce fait, la déformation plastique ne peut prendre naissance et se poursuivre que si les particules sont franchies par les dislocations. Ce franchissement sera fonction de la cohérence ou non de ces particules avec la matrice (cf figure I.9). Dans le cas de précipités cohérents (obstacles faibles), les dislocations vont suivre le réseau et la possibilité offerte sera de les cisiller (durcissement). Dans le cas de l'incohérence (obstacles forts), le cisaillement sera remplacé par un mécanisme de contournement (adoucissement). La frontière entre les deux se situe par définition au pic de dureté. Dans la plupart des cas, les alliages de fonderie sont soumis au contournement.

Si l'on considère une fraction volumique constante de précipités, le vieillissement entraîne une croissance du rayon des précipités (coalescence) et donc une augmentation de la distance inter précipités, ainsi qu'une zone de déplétion (sans précipités) [23], autour de chaque particule (cf figure I.10). Il y aura donc plus de contournement, car les dislocations rencontrent moins d'obstacles à leur mouvement. Une observation in situ au MET de ce mécanisme est reportée par les travaux de recherche [24].

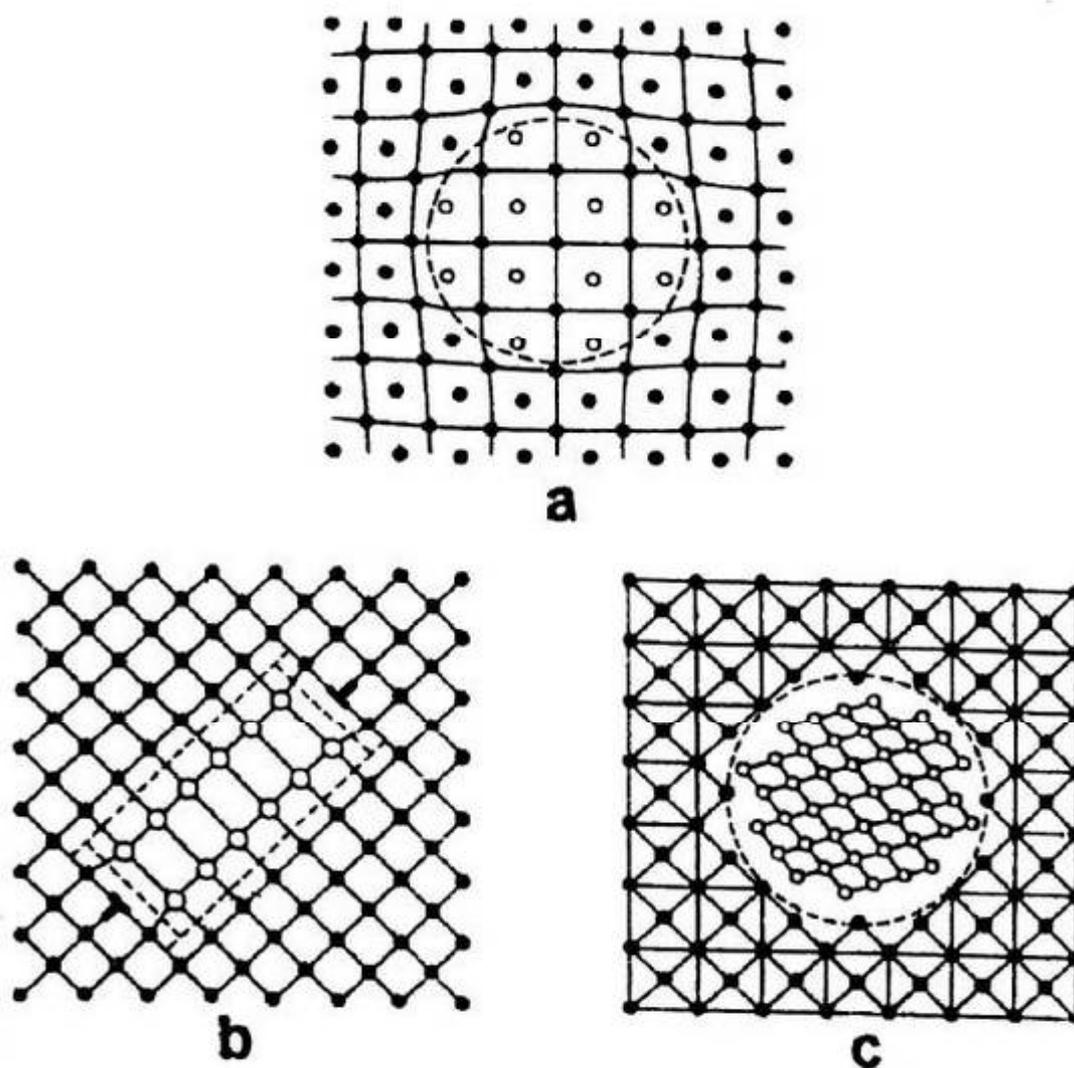


Figure I.9 Schéma de la perte de cohérence des précipités avec la matrice [25].

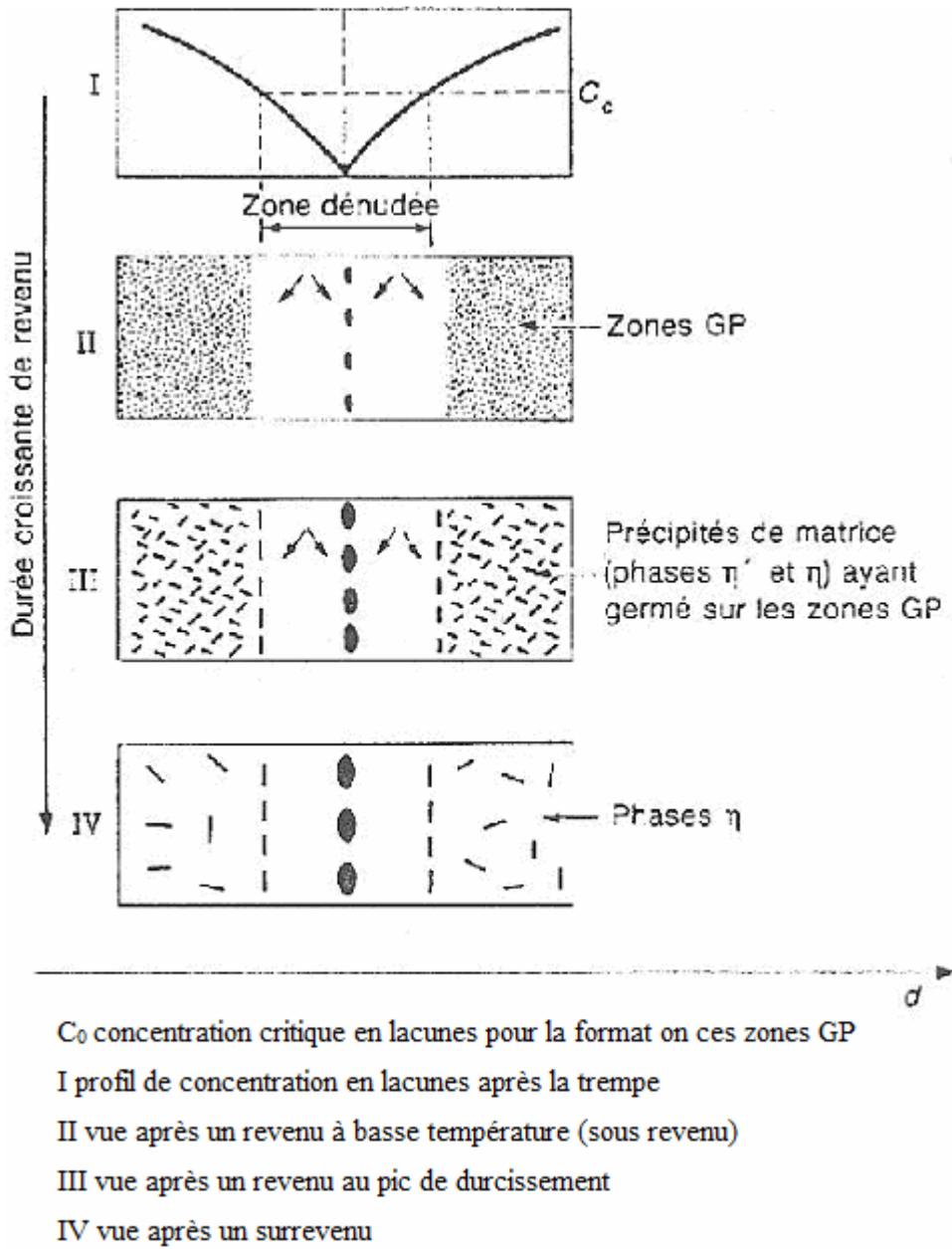


Figure 1.10 Schéma du mécanisme de précipitation autour du joint de grain [26].

La théorie du contournement d'Orowan pour des particules incohérentes prévoit une augmentation de la scission critique :

$$\Gamma_{O_{ro}} = \frac{2\Gamma}{bL}$$

Avec $\Gamma = \beta\mu b^2$ (la tension de ligne), β est un paramètre proche de 0.5, μ le module de cisaillement de l'alliage à température ambiante, L la distance inter particules et b le module du vecteur de Burgers ($2.86 \cdot 10^{-10}$ m).

$$\Gamma O_{\Gamma_0} = \frac{2\beta\mu b^2}{L}$$

L'observation expérimentale des phénomènes de durcissement ou d'adoucissement cycliques dus au mouvement des dislocations et aux modifications de leur structure d'empilement peut se trouver dans de nombreuses études. Un modèle de prédiction du comportement d'alliages d'aluminium de plusieurs séries (2000, 3000, 5000 et 6000) basé sur la densité et le libre parcours moyen des dislocations est rapporté dans [27].

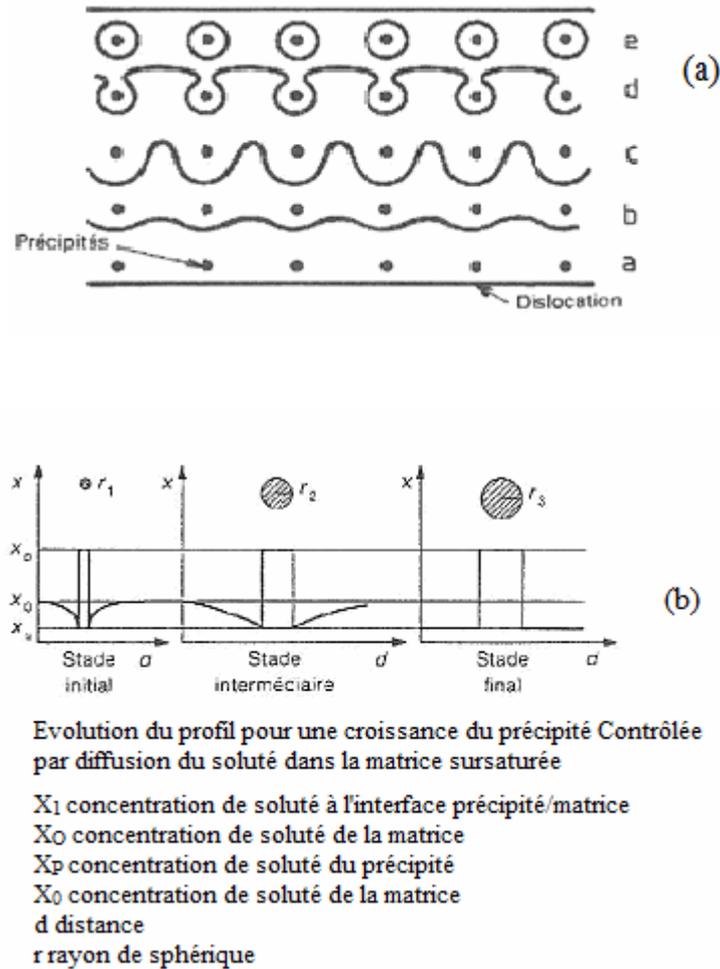


Figure 1.11 (a) Schéma du mécanisme de contournement de précipités durcissants par une dislocation. a et b : la dislocation approche des précipités ; c et d : elle entoure les précipités et se retrouve plus ou moins ancrée (plus les précipités sont gros plus le rayon de courbure de la dislocation est grand et plus l'énergie de franchissement est faible) ; e : la dislocation franchit les précipités en laissant une boucle de dislocation derrière elle, (b) schéma de principe de coalescence et de formation des précipités. Les plus gros se comportent comme un puit de potentiel pour les atomes de soluté et croissent tandis que les petits sont dissous [26].

1.8.2 Germination

La taille de grain dans les alliages d'aluminium est souvent millimétrique, et englobe généralement au minimum une dendrite. Par la suite, nous nous intéresserons donc principalement aux dendrites. Le grain a une importance lors du traitement

thermique. Nous avons vu précédemment que la germination des dendrites se fait sur des particules de TiB_2 , mais la germination des précipités lors du revenu se fait sur les dislocations. Les joints de grain constituent des puits de concentration de lacunes à cause de leur désorientation et ils ancrent ces dernières lors de la solidification (lente). On a donc une concentration de lacunes moyenne au centre du grain, faible au bord et très forte au joint de grain. La germination lors de la solidification se fera donc préférentiellement au joint de grain. Lors de la remise en solution on redistribue uniformément les solutés dans la dendrite (en gardant tout de même une forte concentration au joint de grain) mais pas les dislocations, donc lors de la trempe on aura le profil suivant : concentration de lacunes moyenne au centre du grain, faible au bord et réminiscence de gros précipités incohérents aux joints de grain. La dendrite sera constituée de solution solide (atomes de solutés en substitution et insertion, cf figure I.12).

Lors du revenu, on aura donc germination des précipités durcissants dans le grain. La zone dénudée qui se trouve autour du joint de grain sera quant à elle propice à la germination de composés intermétalliques d'équilibre par précipitation hétérogène. Ces mécanismes sont résumés sur la figure I.11 (b).

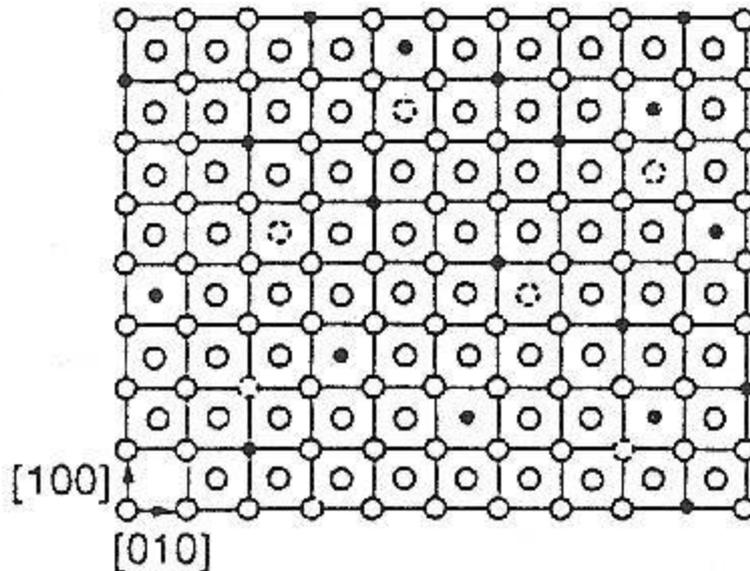


Figure I.12 Schéma d'un réseau d'atomes en solution solide [26].

1.8.3 Diffusion

La coalescence des précipités durcissants est contrôlée par la diffusion des divers éléments en solution dans l'alliage et par les énergies interfaciales entre matrice et précipités. Les coefficients de diffusion (et les énergies interfaciales) peuvent être déterminés par résistivité électrique et MET, par traçage d'éléments radioactifs [28]. La loi de coalescence est en général de la forme suivante :

$$r^n - r_{t_0}^n = KT \quad (I.1)$$

Avec r_0 le rayon moyen de particule avant coalescence, r le rayon au temps t , n un coefficient qui dépend du régime de diffusion et K la constante de vitesse de coalescence donnée par l'expression suivante [27] :

$$K = \frac{8D\gamma V_m}{9RT} \frac{C_e(1-C_e)}{(C_p - C_e)^2} \quad (I.2)$$

Où γ est l'énergie interraciale $J.m^{-2}$, V_m est le volume d'une mole d'atomes qui diffuse

($m^3.mol^{-1}$), C_e est la fraction atomique de soluté d'équilibre dans la matrice (r infini), C_p est la fraction atomique de soluté dans la phase précipitant et D est la diffusivité du soluté dans la particule ($m^2.S^{-1}$) donnée par l'expression suivante :

$$D = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (I.3)$$

A étant une constante et Q l'énergie d'activation thermique. De nombreuses valeurs de K en fonction de la température et de la composition chimiques issues de la littérature sont regroupées dans les travaux de recherche [29].

D'autre part, d'autres chercheurs [27] rapportent les valeurs de coefficient de diffusion de Mg et Si :

$$D_{Mg} = 0.49.10^{-4} \exp(-124RT) \quad \text{et} \quad D_{Si} = 2.02.10^{-4} \exp(-136RT),$$

Les énergies d'activation sont exprimées en $KJ.mol^{-1}$ et les coefficients de diffusion en $m^2.S^{-1}$. On peut utiliser en première approximation un coefficient de diffusion effectif global pour un élément A diffusant dans B :

$$D_{eff} = \frac{D_A \cdot D_B}{D_A \cdot C_A + D_B (1 - C_A)} \quad (1.4)$$

Si la croissance du précipité est contrôlée par la diffusion à son interface, l'ordre du coefficient n de l'équation I.2 est de 2, alors que s'il y a diffusion en volume et coalescence (contrôle cinétique), n vaut 3 [30].

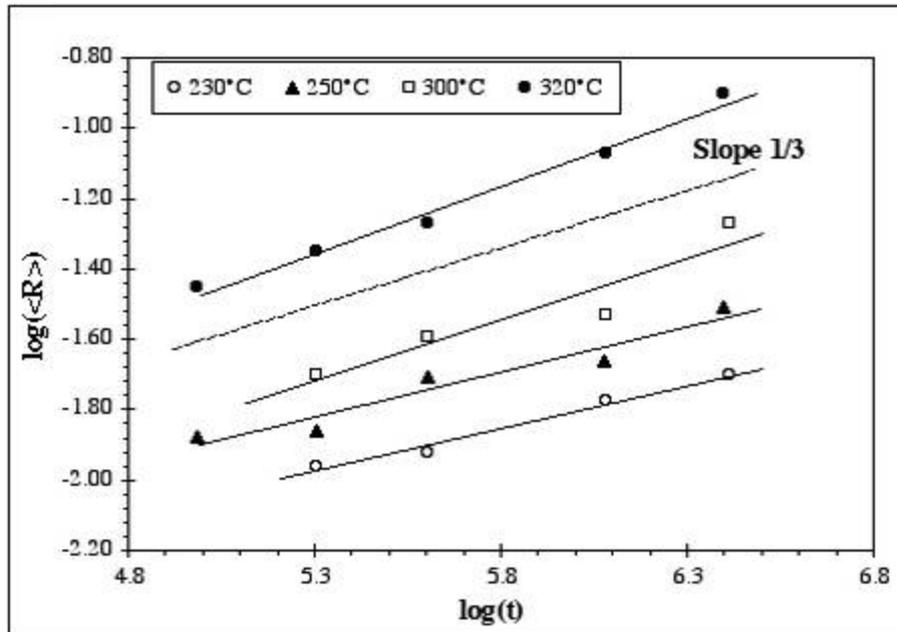


Figure I.13 Mise en évidence du type de diffusion dans l'AS7U3 T5 pour des revenus de 150 à 600h pour des température allant de 230 à 320°C : $n=3$ [21].

Dans de rares cas, lorsque la croissance des précipités se fait en 3 dimensions mais la diffusion en 2, n peut prendre les valeurs 4 ou 5 [31].

La figure I.11 (b) rappelle que les grosses particules fonctionnent comme un puit de potentiel pour les atomes de soluté. Elles croissent tandis que les plus petites sont dissoutes, maturation d'Ostwald [32]. Si un alliage est maintenu à une température constante de vieillissement, la concentration des atomes de soluté dans la matrice est voisine de celle donnée par le diagramme d'équilibre binaire. Donc, à fraction volumique constante, si le nombre de particules diminue et que leur taille augmente, c'est pour minimiser l'énergie totale du système en diminuant l'énergie d'interface. On sait en effet qu'à volume égal, beaucoup de petites particules ont une aire (et donc une énergie) bien supérieure à quelques grosses particules.

1.9 La série 6xxx

Les alliages de la série 6xxx ont comme principaux éléments d'addition le magnésium et le silicium. Ils peuvent aussi contenir du cuivre, du manganèse et d'autres éléments en faible quantité. En effet, l'addition de manganèse (ou de chrome) dans la plupart des alliages de la série 6xxx permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain. Le cuivre possède le même effet sur ces alliages mais lorsqu'il est présent à plus de 0.5% il peut réduire la résistance à la corrosion. La composition moyenne d'un alliage de la série 6xxx est donnée dans le tableau I.1 [33].

Tableau I.2 Composition moyenne de la série 6xxx

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Zn	Cr	Ti
0.5-1.4	0.6-1.5	≤0.10	≤0.30	≤0.10		≤0.10	≤0.10

La série 6xxx fait partie des alliages d'aluminium à durcissement structural. Ces alliages subissent des traitements thermiques permettant une précipitation durcissante, fine et homogène qui améliore les propriétés mécaniques de l'alliage. Bien que celle-ci ait été considérablement étudiée, la séquence de précipitation dans la série 6xxx, très complexe, est toujours soumise à discussions. Elle dépend notamment du rapport des concentrations en magnésium et silicium ainsi que de la présence ou non de cuivre.

Chapitre II:
Le phénomène de précipitation

II.1 Introduction

La modélisation de la précipitation distingue de manière idéale trois phases successives : nucléation, croissance, coalescence. Dans un premier temps, le nombre de précipités augmente, c'est la nucléation. Au cours de la croissance, il n'y a plus de nouveaux précipités créés et leur nombre reste constant, seul leur rayon augmente. Enfin, les plus gros précipités grossissent au détriment des plus petits et ainsi le nombre de précipités diminue, c'est le stade de coalescence. Ce découpage est surtout conceptuel, et dans la réalité ces étapes se superposent, la transition d'un régime à l'autre étant continue.

II.2 Loi de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov

Les cinétiques de transformation de phases qui procèdent par un mécanisme de germination (à l'opposé des mécanismes par décomposition spinodale) obéissent généralement à une loi de transformation proposée notamment par Kolmogorov et Avrami, qui dans le cas d'une croissance uniforme dans les trois directions de l'espace a la forme suivante [34-36] :

$$f = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (\text{II.1})$$

Avec :

f: fraction volumique de la nouvelle phase ;

t: le temps de transformation ;

k: constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance ;

n: un exposant variant de 1 à 4 suivant le type de transformation.

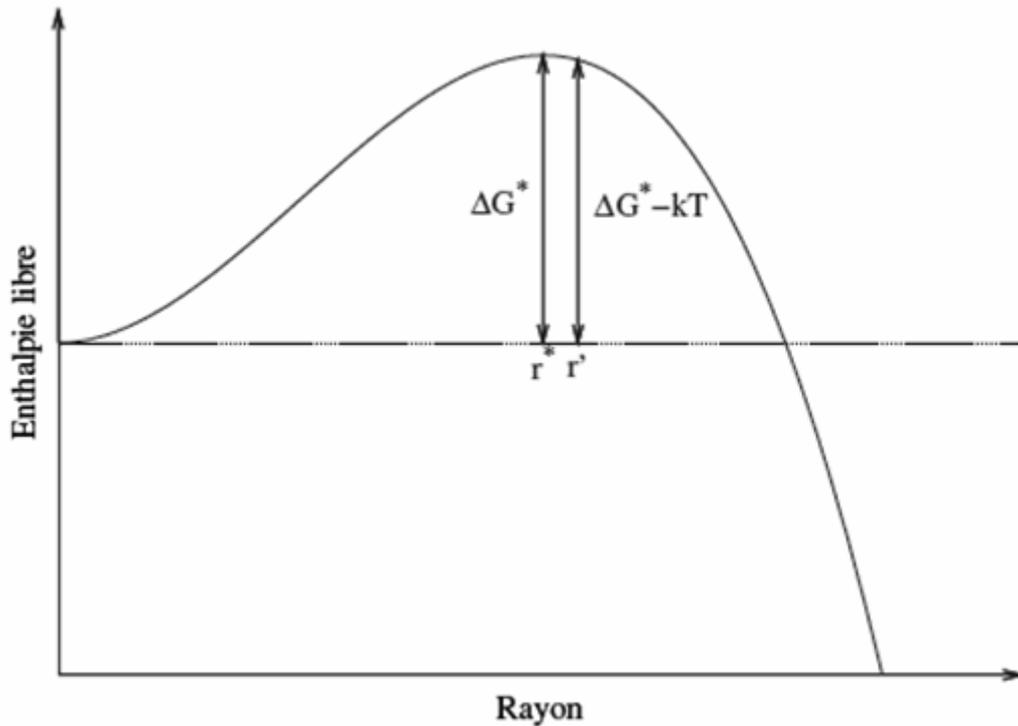


Figure II.1 Variation de l'enthalpie libre en fonction du rayon r du germe.

II.3 Nucléation

Pour qu'une transformation puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système ΔG_g diminue. Cette grandeur comprend tout d'abord un terme d'ordre chimique ΔG_c puis des barrières thermodynamiques s'opposant à la transformation.

Généralement, la transformation d'une phase dans une autre exige, lors de l'amorçage, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui sont séparés de la phase non transformée par une interface d'énergie superficielle ΔG_s et qui sont déformés élastiquement avec une énergie ΔG_e à cause du désaccord entre le réseau du précipité et celui de la matrice. La germination d'un germe s'accompagne donc d'une variation d'enthalpie libre ΔG_g :

$$\Delta G_g = \Delta G_c + \Delta G_e + \Delta G_s \quad (\text{II.2})$$

Dans le cas d'un germe sphérique de rayon r et d'une énergie spécifique d'interface isotrope, la variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe écrit :

$$\Delta G_g = \frac{4}{3} \pi r^3 (\Delta g_c + \Delta g_e + 4\pi r^2 \gamma) \quad (\text{II.3})$$

Avec Δg_c et Δg_e les variations de l'enthalpie libre par unité de volume respectivement de L'équation 2.1 met en évidence que pour les petites valeurs de r , le terme d'énergie libre de surface est dominant et que ΔG_g est positif. Par contre, si r est grand, le terme d'enthalpie libre de volume l'emporte et ΔG_g devient négatif. Pour que le germe forme une phase stable, il doit donc atteindre un rayon critique r^* et donc franchir une barrière de potentiel ΔG_g^* , qui ont les expressions suivantes :

$$r^* = \frac{-2\gamma}{\Delta g_c + \Delta g_e} \quad (\text{II.4})$$

$$\Delta G_g^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3(\Delta g_c + \Delta g_e)^2} \quad (\text{II.5})$$

Les précipités nouvellement formés ont un rayon r' légèrement supérieur à r^* pour assurer leur stabilité (figure 1.1). Au premier ordre, ce rayon de germination est donné [37] :

$$r' = r^* + \frac{1}{2} \sqrt{\frac{K_B T}{\pi\gamma}} \quad (\text{II.6})$$

Avec K_B la constante de Boltzmann.

Dans le cas de la précipitation d'un composé P stoechiométrique dans une solution solide $x_1 A^1 + x_2 A^2 + \dots + x_n A^n \rightarrow p = A_{x_1}^1 A_{x_2}^2 \dots A_{x_n}^n$ la force motrice volumique de précipitation Δg_c est donnée par :

$$\Delta g_c = \frac{RT}{V_m^p} \ln \left(\frac{\prod_i (a_i^{eq})^{x_i}}{\prod_i (a_i)^{x_i}} \right) \quad (\text{II.7})$$

Avec :

a_i : Les activités des éléments A^i dans la solution solution initiale,

a_i^{eq} : Les activités de ces mêmes éléments dans la solution solide à l'équilibre,

x_i : Fraction atomique de l'élément A^i dans le composé P,

R: la constante des gaz parfaits,

T: la température,

V_m^p : Le volume molaire du composé stoechiométrique P.

La partie délicate de la modélisation de la germination est le passage de la connaissance de ces grandeurs thermodynamiques à la prévision du nombre de germes stables formés par unité de temps. Volmer et Weber [38], puis Becker et Döring [39] et Zeldovich

[40] ont décrit ce processus, et l'expression finalement obtenue du courant de germination J_s (nombre de germes critiques formés par unité de temps et par unité de volume) en régime stationnaire est la suivante :

$$J_s = Z\beta^* N_0 e^{-\frac{\Delta G^*}{KT}} \quad (\text{II.8})$$

Avec :

Z : le facteur de Zeldovich qui est lié à la largeur de la barrière de potentiel et dont la

valeur est comprise entre $\frac{1}{20}$ et $\frac{1}{40}$;

N_0 : Le nombre de sites de germination potentiels par unité de volume ;

ΔG^* : La barrière de potentiel ;

β^* : Le taux d'accrochage des atomes de soluté sur les précipités.

Dans le cas où la réaction à l'interface d'un précipité sphérique est l'étape limitante de taux de condensation β^* est estimé à

$$\beta^* = C4\pi(r^*)^2 \frac{D}{a} \quad (\text{II.9})$$

Avec :

C: La concentration volumique du soluté,

D: Le coefficient de diffusion,

a : Le paramètre de maille de la matrice.

Le régime stationnaire n'est atteint qu'après un temps d'incubation et le passage d'un régime à l'autre est réalisé à l'aide de la loi suivante [41] :

$$J(t) = J_s e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{II.10})$$

Avec

$$\tau = \frac{1}{2\beta^* Z} \quad (\text{II.11})$$

II.4 Croissance

Les phénomènes limitant la croissance d'un précipité sont la diffusion du soluté en volume et celle à l'interface soluté/matrice. Un précipité sphérique de rayon r dont la croissance est limitée par la diffusion en volume grossira à la vitesse [42, 43] :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\bar{C}(t) - C_i}{C_p - C_i} \frac{D}{r} \quad (\text{II.12})$$

Avec :

$\bar{C}(t)$: La concentration moyenne en soluté loin du précipité,

C_i : La concentration volumique en soluté à l'interface,

C_p : La concentration volumique en soluté du précipité,

D : Le coefficient de diffusion.

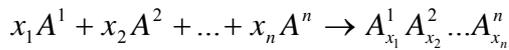
Si le précipité est constitué de plusieurs éléments, l'équation (II.12) doit être vérifiée pour chacun des éléments.

L'énergie d'interface, en augmentant l'enthalpie libre du précipité modifie le produit de solubilité à l'interface matrice/précipité. Le produit de solubilité K_r pour un précipité sphérique de rayon r est augmenté par rapport au produit de solubilité d'une interface plane K_∞ de la façon suivante :

$$K_r = K_\infty e^{\frac{2\gamma V_m^p}{rRT}} \quad (\text{II.13})$$

L'augmentation du produit de solubilité à cause de l'énergie d'interface est l'effet Gibbs-Thomson.

Dans le cas de la précipitation d'un composé P stoechiométrique dans une solution



n où les éléments A^i sont suffisamment dilués, l'expression du produit de solubilité est :

$$K = \prod_i (C_{A_i})^{x_i} \quad (\text{II.14})$$

Où C_{A_i} est la concentration volumique de l'espèce A_i .

Le système formé par les équations décrivant la croissance des précipités et l'équation de Gibbs-Thomson permet de déterminer les concentrations volumiques des solutés à l'interface matrice/précipité. Ce système dans le cas général est non linéaire, donc relativement difficile à résoudre. Dans le cas de la précipitation d'un composé P $A_x B_y$ où les concentrations volumiques en A et en B à l'intérieur du précipité sont bien supérieures à la concentration à l'interface, l'égalité des flux interfaciaux se simplifie en :

$$D_A (C_i^A - C_{ss}^A) = \frac{x}{y} D_B (C_i^B - C_{ss}^B) \quad (\text{II.15})$$

$$\frac{y D_A}{x D_B} = \frac{C_i^B - C_{ss}^B}{C_i^A - C_{ss}^A} \quad (\text{II.16})$$

Les concentrations volumiques à l'interface sont données à l'intersection de la droite passant par le point correspondant aux concentrations moyennes et de pente $\frac{yD_A}{xD_B}$ et de la courbe

décrite par le produit de solubilité pour un précipité sphérique de rayon r (Figure II.2)

Dans le cas où l'espèce A diffuse beaucoup plus vite que l'espèce B, la concentration volumique à l'interface en B suit la loi :

$$C_i(r) = C_i^\infty e^{\frac{2\gamma V_m^p}{\gamma r RT}} \quad (II.17)$$

Qui est une version modifiée de l'équation classique de Gibbs - Thomson. Cette équation

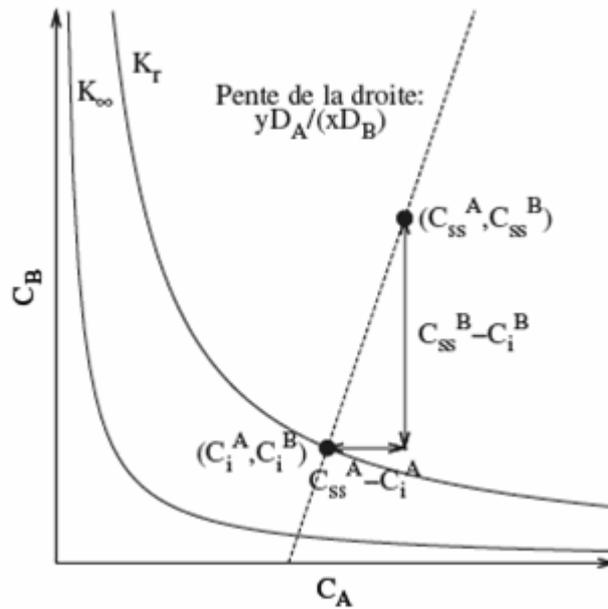


Figure II.2 Détermination graphique des concentrations à l'interface dans le cas de la précipitation d'un composé $P AxBy$ où les concentrations volumiques en A et en B à l'intérieur du précipité sont bien supérieures à la concentration à l'interface.

II.5 Dissolution

L'équation (II.12) correspond à la vitesse de croissance des précipités lorsque le champ de diffusion du soluté autour de ceux-ci varie peu avec le temps [42].

Lorsque la sursaturation est faible soit $C_p - C_i \gg \bar{C} - C_i$, cette solution est aussi valable pour la vitesse de dissolution des précipités. Dans ce cas précis, la dissolution est le phénomène inverse de la croissance, ce que nous considérerons par la suite dans ce travail. Dans un cas plus général, le profil de concentration du soluté en dissolution n'est pas le symétrique de celui en croissance par rapport à la concentration à l'interface (figure II.3) et

donne donc une vitesse de dissolution différente de celle pour la croissance pour un précipité de même rayon r [44].

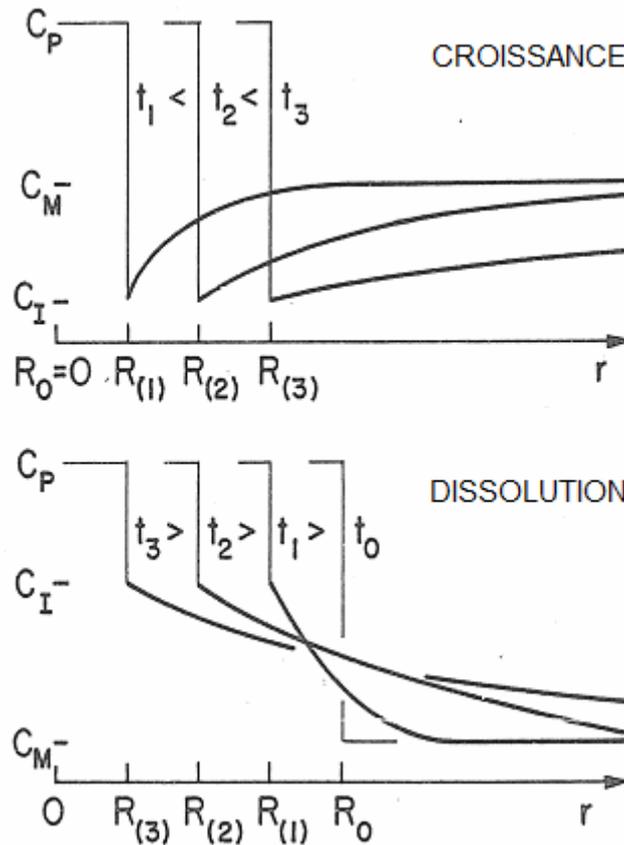


Figure II.3 Profil de concentration schématique du soluté autour du précipité en régime de croissance et de dissolution.

II.6 Coalescence

Pour des temps de traitements relativement longs, la seule force motrice restante pour l'évolution de la microstructure est la réduction de l'énergie d'interface matrice précipitée.

Les petits précipités qui présentent un fort ratio surface sur volume se dissolvent au profit des plus gros précipités. Le nombre de précipités diminue donc. I.M. Lifshitz et V.V Slyozov [30] d'une part, et C.Wagner [45] d'autre part ont développé un modèle communément appelé modèle LSW, prédisant qu'au cours de la coalescence, le rayon moyen des précipités

augmente suivant une loi en $r = f(t^{\frac{1}{3}})$:

$$r^3 - r_0^3 = \frac{8}{9} \frac{\gamma DV_m}{RT} \frac{C_\alpha^{eq}}{C_p - C_\alpha^{eq}} t \quad (\text{II.18})$$

Cette équation est souvent présente dans la littérature sous la forme suivante :

$$r^3(t) - r_0^3 = \frac{8}{9} \frac{\gamma DV_m^2 C_\alpha^{eq}}{C_p - C_\alpha^{eq}} t \quad (\text{II.19})$$

Cependant, cette expression est seulement valide dans le cas où $C_\alpha^{eq} \ll C_p$

L'augmentation du rayon moyen des précipités a pour effet que la concentration en soluté à l'interface se rapproche de celle prédite par le diagramme de phases. La sursaturation de la matrice en soluté diminue donc selon une loi en $t^{\frac{1}{3}}$

$$\overline{C}_\alpha - C_\alpha^{eq} = \left(\frac{D(RT)^2}{9(\gamma C_\alpha^{eq})^2 V_m} t \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{II.20})$$

II.7 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, dilatométrie,.....).

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 (Figure II. 4)

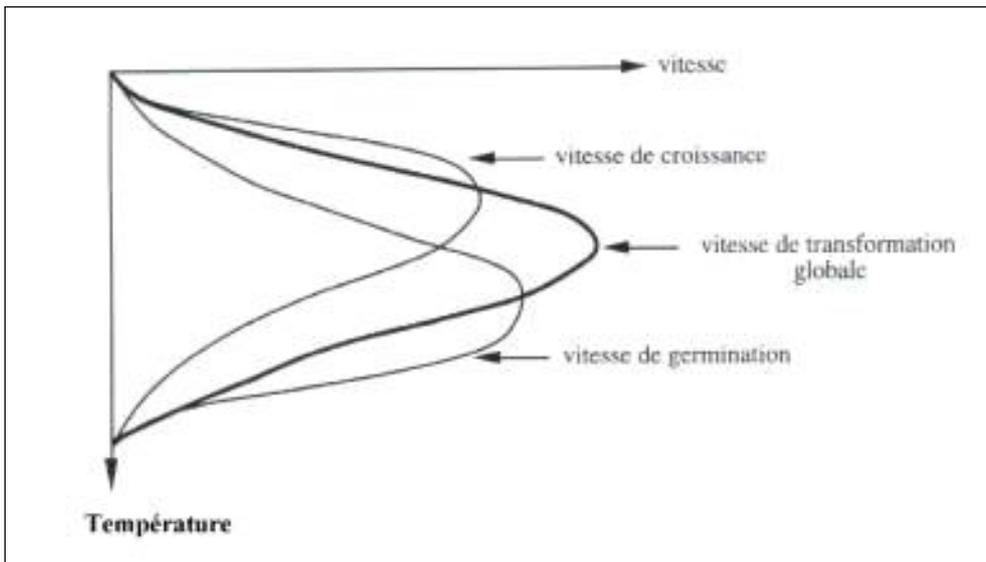


Figure II.4 Evolution des vitesses de germination et de croissance en fonction de la température

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.

II.8 Les types de précipitation

On distingue en général deux grands types de précipitation.

II.8.1 La précipitation continue

Au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue (Figure II.5.a).

Parfois la précipitation continue apparaît principalement dans les joints de grains et les plans de glissement ; elle est alors appelée précipitation localisée ou hétérogène.

II.8.2 La précipitation discontinue

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

- 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 du réseau varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes (Figure II. 5.b).

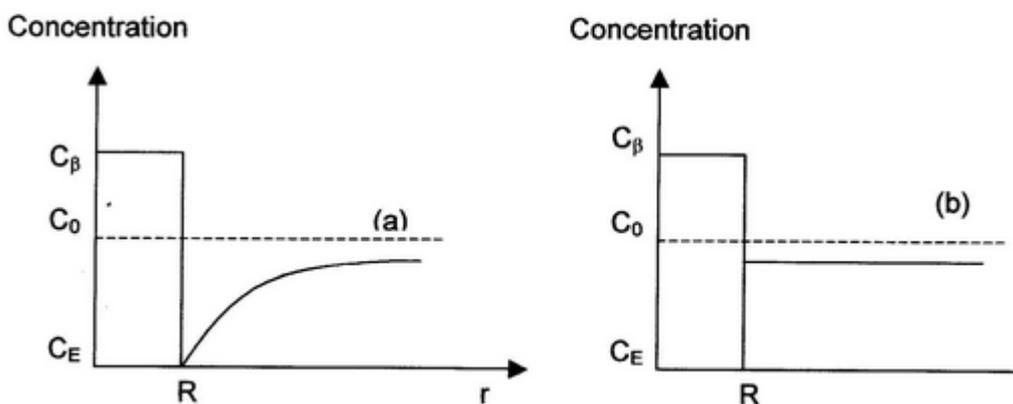
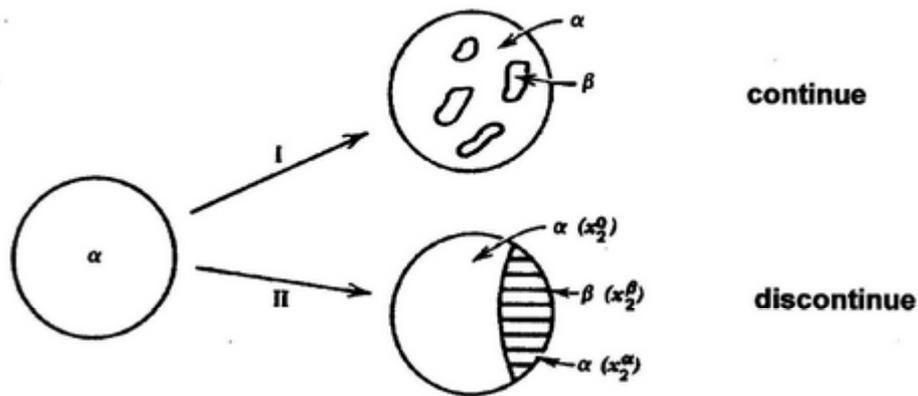


Figure II.5 Illustration schématique des deux types de précipitation

II.9 Rôle des défauts de structure dans la précipitation

Le cristal réel a un arrangement atomique qui s'écarte localement de la structure du cristal idéal, en raison de la dislocation, défaut d'empilement, joints de grains, ..., ces défauts jouent un rôle important dans le croissence des particules de la nouvelle phase, de par leur effet direct sur la diminution de l'énergie d'interface et sur le coefficient de diffusion [46].

II.9.1 Rôle des dislocations dans la précipitation

L'accommodation des atomes de solution solide produit des distorsions élastiques du réseau du solvant, soit de compression ou de tension, qui dépendent selon la taille relative des

atomes du soluté et celle de la place dont ils disposent pour s'insérer dans la solution. Dans ces conditions, un gradient de déformation élastique provoque aussi la diffusion car l'énergie d'un atome de soluté est réduite quand il se déplace dans le réseau vers une position pour laquelle la formation est de sens opposé à celle associée à l'atome. Les dislocations créent dans gradient de déformation.

Dans le cas d'une dislocation coin positive, le réseau situé au-dessus du plan de glissement est en compression, et celui du en dessous est en tension. Donc l'énergie libre d'un atome de soluté causant la compression du réseau dans son voisinage est réduite au cas il se placerait dans la région tendue d'une dislocation et de soluté est plus faible si sont situés au voisinage de la région tendue d'une dislocation que dans les région de structure formant des "atmosphères" causés autour de dislocation. Dans une solution solide sursaturée. La germination de la nouvelle phase se produit dans l'atmosphère présidente et les autres atomes de soluté sont drainés vers la dislocation, sous l'influence du champ de contrainte pour nourrir les cristaux en croissance.

II.9.2 Rôle des lacunes dans la précipitation

Il est évident qu'après trempe à partir des températures élevées. Le réseau cristallin des métaux et des alliages devient sursaturée la présence de lacunes influe beaucoup sur la vitesse de précipitation, cas dans la majorité des alliages de type solution solide de substitution, la diffusion est proportionnelle à l'élévation de la concentration des lacunes dans le réseau cristallin.

Après avoir longtemps considéré que les lacunes hors équilibre n'ont pas d'influence sur la vitesse de diffusion dans les joints de grains, nous remarquons que le processus de formation des précipités est en fait un potentiel hors d'équilibre sur le processus de vieillissement peut se résumer on deux points :

- Elles accélèrent la diffusion des atomes de soluté durant la pré-précipitation.
- Elles accélèrent le processus de germination de précipités

II.9.3 Rôle des lacunes dans la précipitation des phases métastables

Les lacunes hors d'équilibre jouent un rôle important dans le processus de précipitation des solutions sursaturées. La trempe à partir de la température d'homogénéisation ou immédiatement en devant mène à la formation de deux types d'amas.

- Un rassemblement des atomes des solutés "zones de GP"

-Un rassemblement de lacunes auront tendance à disparaître vers les différent puis. Elles peuvent aussi être attirées les uns vers les autres pour former des amas de lacunes dont une partie s'arrange pour donner des boucles de dislocation qui peuvent être des sites préférentiels de germination de phases métastables.

II.9.4 Rôle des joints des grains

L'énergie nécessaire à la germination sur un joint de grain est plus faible que celle dans la matrice du fait que l'énergie élastique diminue. C'est pour cette raison que la précipitation sur les joints des grains est plus favorisée et peut même se produire avant la formation des zones GP ou de phase intermédiaires à l'intérieur du grain. L'orientation des joints de grains a une influence sur la fréquence de précipitation car elle diminue avec l'augmentation de leur degré de désorientation.

Ceci s'explique par le fait que la vitesse de germination sur le joint dépend du nombre de centres et de l'énergie d'activation de cette germination, quand la désorientation est grande, le nombre de centres de germination augmente mais la densité élevée de dislocation, et le recouvrement des champs de contraintes diminue enfin de compte l'énergie d'activation. La précipitation sur les joints de grains peut avoir une influence sur les propriétés mécaniques. Elle peut fortement diminuer la plasticité dans le cas de la formation d'une couche fragile continue sur les joints de grains ou d'une zone molle appauvrie près des joints.

II.10 La précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Dans ces alliages, le durcissement structurel est assuré par la formation de la phase métastable β'' [46]. Cette phase est présente pour le traitement thermique au pic de dureté [62]. Si l'alliage contient un excès de silicium on assiste à une précipitation plus fine de cette phase durcissante [47]. Nous allons détailler la séquence de précipitation observée en fonction de la composition en silicium de l'alliage.

II.10.1 Sans excès de silicium

Lorsque le rapport atomique Mg/Si est égal à 2 (rapport massique 1.731), la séquence de précipitation est classiquement:

Amas d'atomes de Si \rightarrow zones GP \rightarrow précipités β'' \rightarrow précipités β' \rightarrow β Mg₂Si

Les zones GP sont les zones de Guinier Preston, les précipités β'' et β' sont des précipités métastables dont la structure est comme.

Cependant, des études récentes ([49,50]), notamment en utilisant des sondes atomiques, suggèrent que les premières étapes de la précipitation sont plus complexes. Le premier stade verrait la formation d'amas d'atomes de Si et d'amas d'atomes de Mg. Puis des co-amas de Mg et Si apparaîtraient avec la même composition chimique que les zones GP à qu'ils donneraient naissance.

II.10. 2 Avec excès de silicium

La stoechiométrie $\frac{Mg}{Si}$ de la phase β' a été mesurée autour de 1,6 pour un alliage stoechiométrique et entre 1,1 et 1,4 pour des alliages à excès de silicium [51]. De même pour les précipités β'' , des études en sonde atomique ont proposé un rapport $\frac{Mg}{Si}$ se situant autour de 1,7 pour des alliages stoechiométriques [52] alors que d'autres études sur des alliages à excès de silicium montrent que ce rapport se rapproche de 1 [53,54]. D'une manière générale, on peut dire qu'un excès de silicium favorise les phases à rapport $\frac{Mg}{Si}$ inférieur à 2, autrement dit, les phases métastables, au dépend de la phase stable.

La séquence de précipitation est également modifiée par un excès de silicium. La phase quaternaire Q et son précurseur Q' sont présents [51] dans les alliages à excès de Si contenant également du cuivre, mais plus étonnant encore, une phase de structure identique à Q' est également présente dans les alliages sans cuivre [55].

II.10. 3 Séquence de précipitation en présence de cuivre

Dans ces alliages, la séquence de précipitation dépend du rapport des concentrations en silicium et magnésium mais aussi du taux de cuivre. Les phases métastables qui suivent l'apparition de la phase β'' sont nombreuses et encore mal appréhendées [56]. Nous nous attacherons donc simplement à mieux comprendre les phases qui se forment à l'équilibre en fonction des concentrations en éléments d'alliages.

Les phases à l'équilibre dans les alliages Al-Mg-Si-Cu peuvent être représentées grâce à trois tétraèdres de composition. Dans chacun d'entre eux, un équilibre à quatre phases peut être trouvé. A chaque fois, on retrouve la solution solide à base d'aluminium (α -Al) et la phase quaternaire Q. La composition de Q n'est pas encore connue parfaitement, plusieurs compositions ont été proposées comme par exemple $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$ [57]. En plus de α et Q,

deux autres phases sont présentes parmi $\theta(Al_2Cu)$, β et (Si). On peut représenter le diagramme de phase à la température ambiante par la figure II.6 [58].

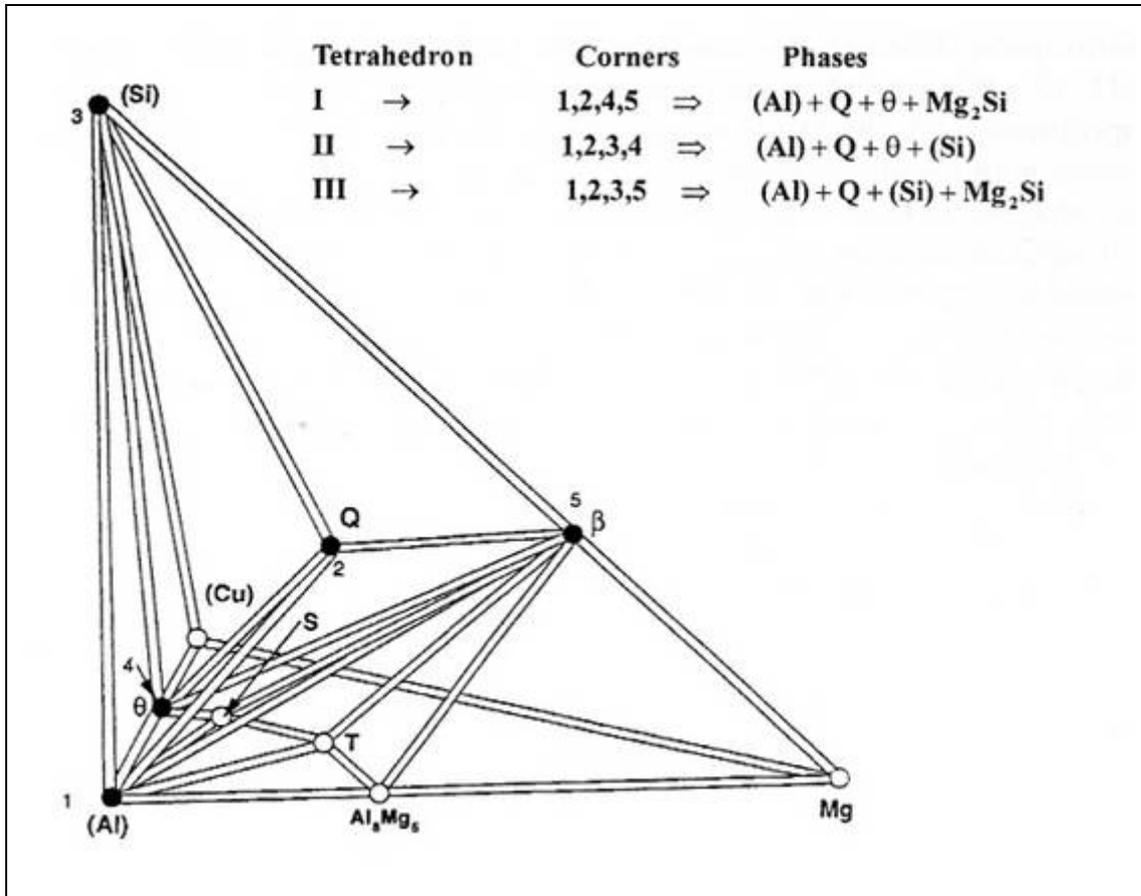


Figure II.6 Diagramme de phase de Al-Mg-Si-Cu à température ambiante [58].

Selon la composition de l’alliage, on peut se trouver dans l’un ou l’autre des tétraèdres. Le tétraèdre I est défini par les phases d’équilibre α , Q, θ et β . Le deuxième est défini par α , Q, θ et Si. Enfin les sommets du tétraèdre III sont constitués par α , Q, Si et β .

On peut représenter le diagramme de manière plus simple en considérant le ratio $\frac{Mg}{Si}$ en poids. Si celui-ci est supérieur à 1, la composition de l’alliage se trouve dans le tétraèdre I. Si le rapport est inférieur à 1, on se déplace vers le tétraèdre II. Enfin si la concentration en Cu est faible (0.2-0.5%), on se trouve dans le tétraèdre III. On peut donc projeter les tétraèdres sur une surface perpendiculaire à la droite reliant α et Q (figure II.7).

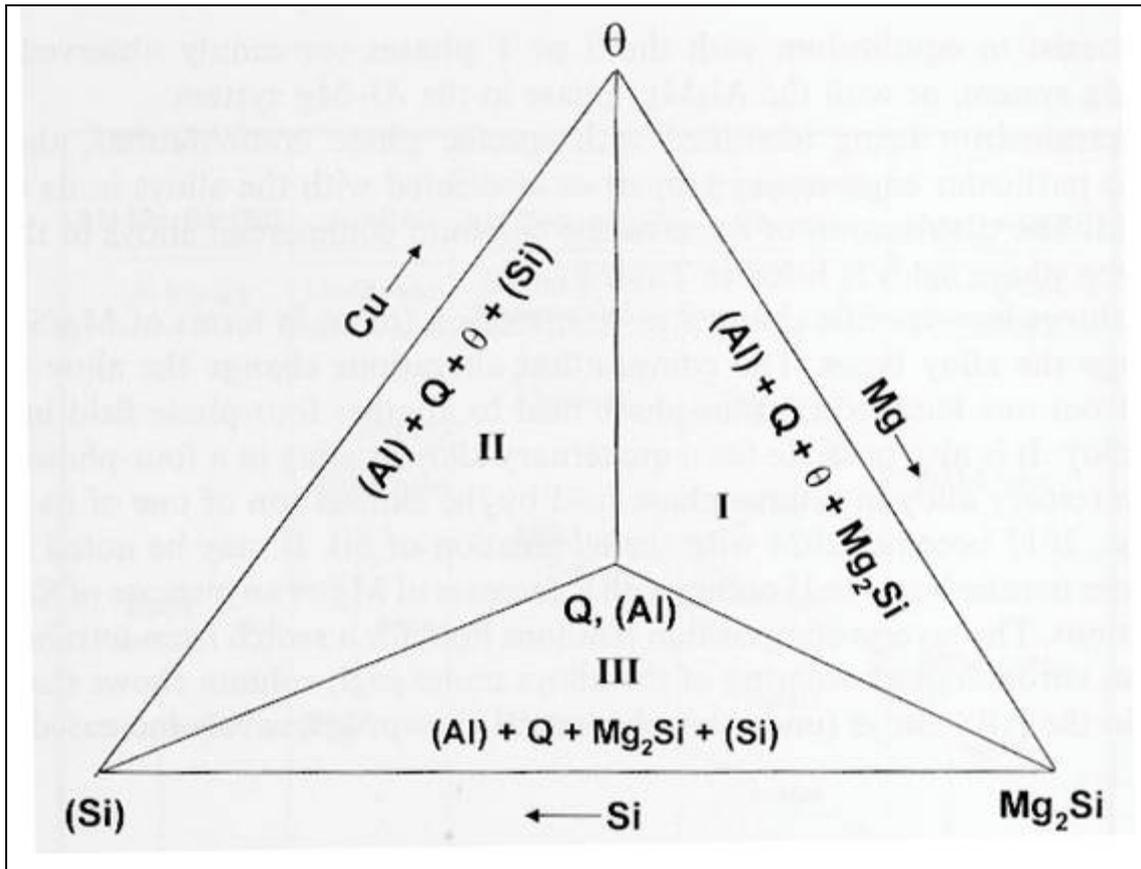


Figure II.7 Projection du diagramme de phase de Al-Mg-Si-Cu à température ambiante. La ligne verticale représente un ratio $\frac{Mg}{Si} = 1$ (en poids) [58].

II.11 Mécanismes de durcissement dans les alliages Al-Mg-Si-Cu

De même que pour les alliages Al-Mg-Si, le durcissement des 6000 au cuivre se fait grâce à la phase métastable β'' . Cependant l'addition de cuivre entraîne la formation de la phase Q qui possède plusieurs précurseurs successifs. L'un d'eux (phase L [23]) se présentant sous forme de lattes semble participer lui aussi au durcissement structural des alliages Al-Mg-Si-Cu [58].

II.12 Structure cristallographique des principales phases

Dans le tableau II.1 sont regroupées les structures des principales phases stables et métastables rencontrées dans les alliages Al-Mg-Si-Cu [59]:

Tableau II.1 Structure et paramètres de maille des principales phases dans les alliages Al-Mg-Si-Cu.

Phase	β''	β'	β	Q'	Q	θ
structure	monoclinique	hexagonale	CFC	hexagonale	hexagonale	Tetragonale
Paramètre (nm)	a=1.52 b=0.405 c=0.67 $\alpha=105^\circ$	a=0.705 c=0.405	a=0.639	a=1.03 c=0.404	a=1.04 c=0.402	a=0.607 b=0.487

Les précipités β'' se présentent sous la forme d'aiguilles cohérentes, allongées selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice $\alpha - Al$.

Les phases β' sont des tiges allongées dans les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice $\alpha - Al$ et le plan (0001) de β' est parallèle au plan (001) de $\alpha - Al$.

La phase $\beta - Mg_2Si$ est sous forme de plaquettes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de $\alpha - Al$. Ici, le plan (001) de β est parallèle au plan (100) de $\alpha - Al$ [24].

La phase Q' se présente sous la forme de lattes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice $\alpha - Al$. Le plan (001) de la matrice $\alpha - Al$ est parallèle au plan (0001) de Q' .

***Chapitre III:
Matériaux et techniques de
caractérisations***

III.1 Introduction

Dans ce chapitre seront présentés les alliages étudiés et ses compositions chimiques, puis les traitements thermiques, en suite on a montre les différents techniques d'analyse utilisées pour la caractérisation des échantillons telles que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), le microscope optique, le micro-duromètre, la diffraction des rayons X et le dilatomètre. Dans ce travail, notre étude de caractérisation est basée essentiellement sur les mesures de la microdureté.

III.2 Matériaux étudiés

III.2.1 Alliages étudiés

Dans ce travail notre choix s'est porté sur deux alliages sous formes des tôles à base d'aluminium contiennent les même élément d'addition mais les concentrations de certains éléments différents d'un alliage à un autre.

Les alliages étudiés sont :

- Al-0.35% masse Mg-0.30 %masse Si-0.001% masse Cu
- Al-0.49 masse Mg-0.37 masse Si-0.10% masse Cu

La composition initiale en éléments d'addition de ces alliages est donnée dans le tableau III.1 suivant :

Tableau III.1:Composition chimique des alliages étudiés

code	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	B	Al
Tôle 04	0.30	0.17	0.001	0.030	0.35	0.001	0.003	0.010	0.0011	balance
Tôle 10	0.37	0.17	0.1	0.030	0.49	0.001	0.003	0.010	0.0012	balance

III.2.2 Traitements thermiques appliqués

Avant d'entamer les traitements thermiques, la première opération fut le découpage de ces tôles en échantillons plus petits, puis ont été traités comme suit :

- Traitement d'homogénéisation à 540°C pendant 90 minutes, avec une vitesse de chauffage de 10°C/min, pour une structure homogène de notre échantillon.
- Trempe à l'eau des échantillons homogénéisés afin d'obtenir une solution solide sursaturée.

- Vieillissements naturels à la température ambiante pour des périodes allant de 01 jusqu' à 30 jours.
- Vieillissements artificiels pendant périodes de temps de (01) jusqu' à 48 heures.

III.2.3 Préparation des échantillons

Pour effectuer les mesures de dureté et l'étude de la microstructure par microscope optique, les échantillons doivent être polis mécaniquement au papiers abrasifs (du numéro 400 au numéro 1000), puis à la pâte d'alumine, et nettoyés chaque fois par l'eau distillée ; les surfaces ont été ensuite attaquées chimiquement par un réactif d'attaque approprié, dit Killer [61]:

- Acide fluorhydrique HF : 2 ml.
- Acide Chlorhydrique HCl: 3ml.
- Acide nitrique NHO₃: 5 ml.

La durée d'attaque dans le bain varie de 20 à 30 secondes.

III.3 Techniques de caractérisations

III.3.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Le principe de cette méthode est basé sur la mesure des dégagements ou des absorptions de chaleur liés à une transformation de phases. Ainsi, en mesurant le flux de chaleur nécessaire pour maintenir l'échantillon, de l'alliage étudié, à la même température qu'une référence inerte, on peut déterminer les températures auxquelles se produisent les transformations de phases. En général, le phénomène de précipitation est caractérisé par une réaction exothermique puisqu'il conduit à un dégagement de chaleur, alors que la dissolution est caractérisée par une réaction endothermique, puisqu' elle conduit à une absorption de chaleur.

L'appareil employé est une DSC 92 Setaram équipé d'un programme de traitement. Chaque essai de DSC, commence à partir de la température ambiante jusqu'à la température de 550°C avec une vitesse de chauffage 10°C/min et avec un temps de maintien de 5min, puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante. Une différence de température est mesurée entre l'échantillon et la référence à l'aide de thermocouples. Elle permet de remonter à une différence de flux de chaleur, ΔQ , par calibration de l'appareil.

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 :

$$\Delta C_p = f(T), \text{ soit } \Delta H = \int C_p \cdot dT$$



Figure III.1 la calorimétrie différentielle à balayage utilisé est de type SETARAM DSC92

III.3.2 Mesures de microdureté

La dureté d'un matériau caractérise les caractéristiques mécaniques et le rôle des éléments d'alliage sur l'évolution de la dureté. La mesure de microdureté 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 H ($H = F / S$)

$$S = \frac{1}{2} \cdot \frac{d^2}{\sin \frac{136}{2}} \quad \rightarrow \quad H_v = 1.8544 \cdot \frac{m}{d^2}$$

Où m est la charge appliquée par le pénétrateur (en kg)

Les mesures de microdureté ont été effectuées en utilisant un microduromètre semiautomatique de type ZWICK, nous avons utilisé la méthode Vickers des mesures de dureté Vickers, sous 0.3kg, relié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique des dimensions de l'empreinte grâce à un logiciel adapté. Une moyenne de six mesures a été effectuée lors de chaque essai. Les essais sont réalisés après un polissage mécanique de la surface des échantillons.

Il consiste à exercer sur la surface de l'échantillon une force constante pendant un temps (t) donné à l'aide d'un poinçon en diamant très dur appelé pénétrateur, ce dernier a une forme pyramidale à base carrée.



Figure III.2 Le microduromètre utilisé est semi-automatique de type ZWICK à pénétration

Vickers

III.3.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est principalement utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans un matériau et d'étudier les phénomènes de précipitation.

Quand la différence de marche entre les rayons incidents et les rayons diffractés par les plans atomiques est égale à un nombre entier de fois la longueur d'onde, il y a interférence constructive. Soit 2θ l'angle entre la direction des rayons incidents et celle des rayons diffractés (figure III.3), il y a donc interférence constructive quand la loi de Bragg est satisfaite :

$$2d_{hkl} \sin(\theta) = n\lambda$$

Où

n : Ordre de la diffraction,

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X,

d_{hkl} : Distance réticulaire,

θ : Angle d'incidence des rayons X.

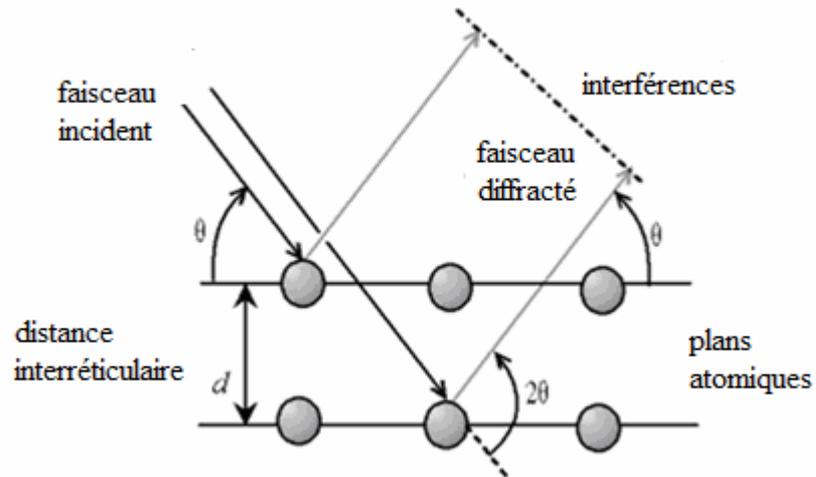


Figure III.3 Schéma de principe de la diffraction des rayons X

Nous avons utilisé un diffractomètre de poudre, BRUCKER ADVANCE D8 (figure III.4), monté en géométrie à haute résolution. L'intervalle angulaire qu'il permet de mesurer s'étend de 10 à 120° sur l'échelle 2θ . Le balayage de cet intervalle ne se fait pas à pas, la longueur du pas étant $0,02^\circ$ toujours sur l'échelle 2θ .



Figure III.4 Le diffractomètre utilisé est de type Siemens D8 Advance

III.3.4 Dilatométrie

La dilatométrie permet de suivre les évolutions structurales à partir de la mesure, en fonction de la température (T) ou de temps, des variations dimensionnelles (ΔL) d'échantillons susceptibles d'être le siège de transformations de phases.

Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre différentiel du type DIL 402C NETTZSCH4 de la gamme de température de 25°C à 550°C pour déterminer avec une bonne précision les caractéristiques des changements de phase qui surviennent au cours d'un cycle thermique.

Le DIL 402 C fonctionne avec le logiciel Proteus sous MS Windows. Ce logiciel inclut toutes les données nécessaires pour effectuer une mesure et en évaluer les résultats. En général, il permet aisément le traitement des courbes de dilatation $\frac{\Delta L}{L_0}$ en fonction du temps ou de la

température et le coefficient d'expansion thermique dans l'intervalle de température imposé pour chaque segment du cycle thermique programmé.

Quant à nos essais dilatométriques, le cycle thermique imposé à nos échantillons consiste en un chauffage dans l'intervalle de température allant de 25 à 550°C, avec une vitesse de 10°/min, suivi d'un refroidissement à la même vitesse.

Nous avons effectué des mesures de coefficient de dilatation α (T) selon les trois directions X, Y et Z.



Figure III.5 Le dilatomètre utilisé est de type DIL 402C NETTZSCH4

III.3.5 Microscope optique

L'étude de la microstructure à comme objectif est de suivre la caractérisation des différents types de précipités et de vérifier les effets des traitements thermiques. L'analyse micrographique se fait sur des surfaces polies et attaquées chimiquement, notamment pour les alliages bien connus. Puisque les différentes phases peuvent être colorées par attaque chimique pour pouvoir être ainsi identifiées. Les échantillons sont observés avec un

microscope optique à grand champ 500 du type AXIVERT 25CA équipé d'une caméra photographique qui permet l'obtention d'un grand nombre de photos des différentes microstructures avec différents grossissements.



Figure III.6 Microscope optique utilisé est de type AXIVERT 25CA.

Chapitre IV:
Résultats et discussions

IV.1 Introduction

Dans ce travail de recherche on s'occupe de l'étude des réactions de transformations de phase ainsi que la dissolution dans les alliages Al-Mg-Si, c'est-à-dire l'évolution structural des alliages étudiés en fonction du temps de vieillissement. Pour cela, nous avons étudié deux alliages sous forme de tôle. Ce chapitre englobe les résultats obtenus à partir des échantillons étudiés au lors de ce travail. Les résultats expérimentaux sont obtenus à l'aide de différentes techniques expérimentales telles que la microscopie optique, la DRX, la DSC, la dilatométrie et les mesures de la microdureté.

IV.2 Microscopie optique

On s'est intéressé dans cette partie l'étude de l'état structural de chaque alliage à l'état brut et après le traitement d'homogénéisation. L'évolution de l'état structural des échantillons a été suivie à l'aide d'un microscope optique à grand champ 500 du type AXIVERT 25CA équipé d'une caméra photographique qui permet l'obtention des micrographies de différentes microstructures en utilisant différents grossissements. L'examen des microstructures nous a permis d'avoir une idée sur la taille des grains des échantillons.

IV.2.1 Etat brut

La microstructure des échantillons des alliages étudiés à l'état brut est présentée dans la figure IV.1 Cette dernière montre qu'il y a une distribution non-uniforme de taille des grains. Elle met aussi en évidence la présence de quelques précipités à l'intérieur des grains.

IV.2.2 Etat homogénéisé

L'homogénéisation des échantillons à 540°C pendant 90 minutes permet l'obtention d'une microstructure homogène, avec une distribution uniforme de tâches sombres pouvant être des précipités stables à haute température Ces phases intermétalliques peuvent être les phases suivantes: α -AlFeSi, α -AlFe (Mn) Si et/ou AlSiCuMgFe [46] (figure IV.2).

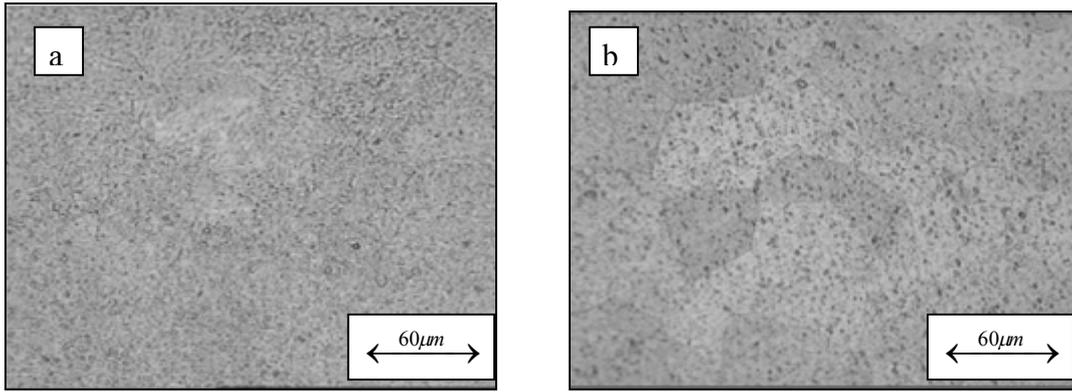


Figure IV.1 Microstructure des échantillons à l'état brut.

(a) tôle 04 (b) tôle 10

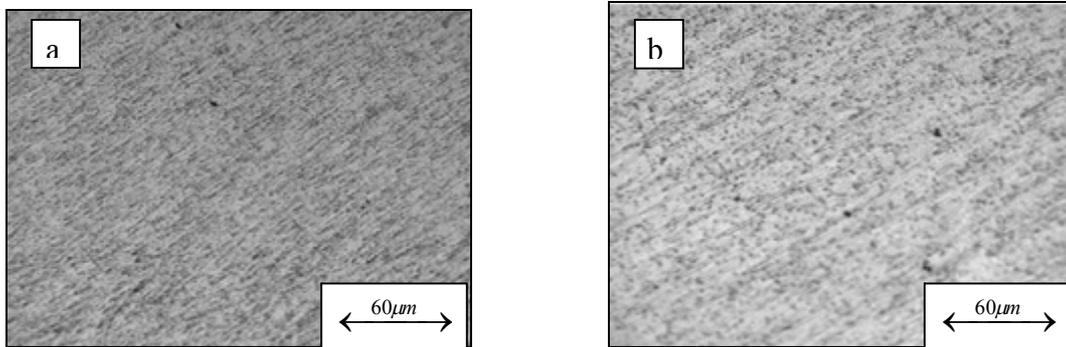


Figure IV.2 Microstructure des échantillons homogénéisés 90 minutes à 540°C et puis trempés à l'eau.

(a) tôle 04 (b) tôle 10

IV.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est le moyen le plus adapté pour mettre en évidence les phases présentes dans les matériaux. Elle est très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin.

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons étudiés des deux tôles 04 et 10 à l'état brut sont illustrés respectivement sur les figures (IV.3.a) et (IV.3.b). Les pics enregistrés correspondent à la structure (C.F.C.) de la matrice α -aluminium. La non détection d'autres raies appartenant à une autre phase est probablement dû à la faible fraction volumique des phases intermétalliques présentes. L'intensité rapportée est l'intensité relative. Les intensités ont été normalisées de façon à ce que le pic le plus intense correspond à la raie (200) en unité arbitraire (u a) pour les échantillons étudiés des deux tôles. Nous remarquons aussi le doublement du pic (200) à cause de l'existence de deux longueurs d'ondes $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ du Cu. La raie la

plus intense (200) dans notre cas, est différente de la raie la plus intense (111) dans le cas de l'aluminium pur, d'après les fichiers ASTM. Ceci suppose l'existence d'une orientation privilégiée (texture), étant donné que notre alliage est un profilé obtenu par laminage [60,61].

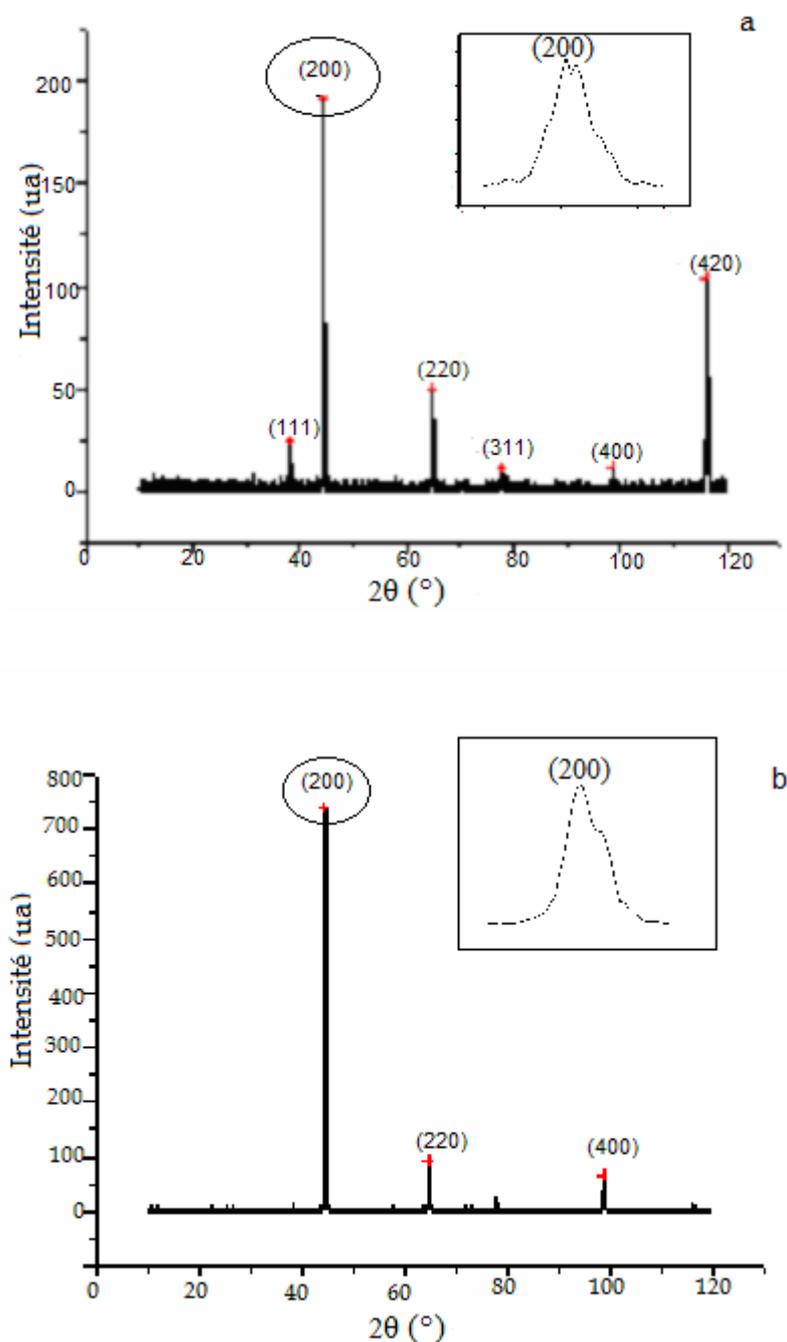


Figure IV.3 Spectres de diffraction des rayons X des deux tôles à l'état brut.

a) tôle 04

b) tôle 10

Les spectres de diffraction des rayons X, obtenus à partir des échantillons des tôles 04 et 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau sont représentés dans les figures (IV.4.a) et (IV.4.b). On remarque que l'apparition des réflexions de la structure C.F.C. de la matrice α -aluminium. Malgré, la structure homogène et une distribution relativement uniforme des éléments d'addition dans la matrice mère obtenue par ce traitement thermique. On remarque que la raie plus intense dans le cas de la tôle 04 est la raie (200) alors que dans le cas de la tôle 10 est la raie (220).

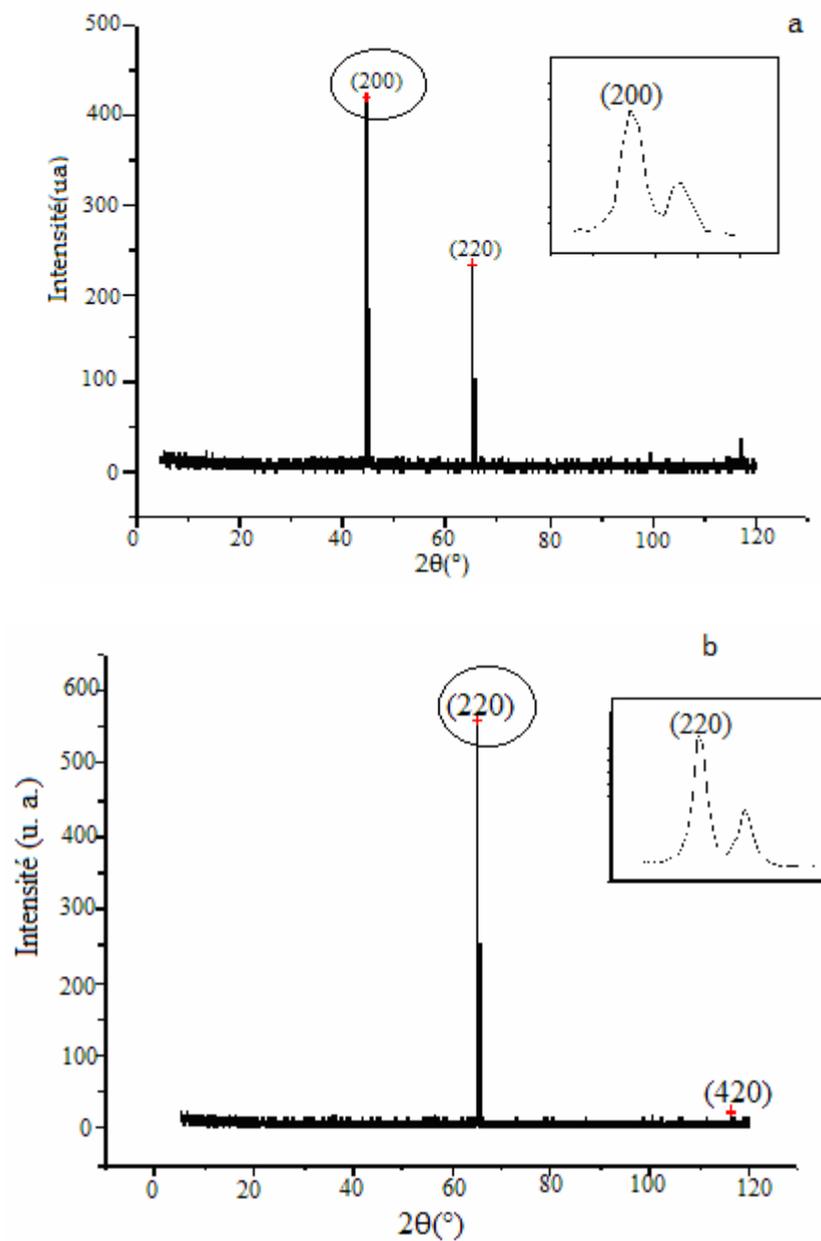


Figure IV. 4 Spectres de diffraction des rayons X des tôles à l'état homogénéisé à 540°C pendant 90 minutes et ensuite trempé à l'eau.

a) tôle 04

b) tôle 10

IV.4 Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

IV.4.1 L'identification des pics à l'état brut

Les figures IV.5.a et IV.5.b montrent les courbes de DSC des échantillons des deux tôles 04 et 10 à l'état brut, ces courbes sont obtenues par une vitesse de chauffage de 10 °C/min.

Dans le cas de la tôle 04 (figure IV.5.a). La courbe de DSC présente trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 216°C (I), 312°C (II) et 432°C. Le premier pic exothermique est probablement dû à la formation des clusters de Mg et Si. Le seconde pic apparaît non symétrique, aux environs de 312°C est attribué à la réaction de précipitation des deux phases métastables β'' et β' . Le dernier pic situé aux environs de 432°C est attribué à la formation de la phase d'équilibre β .

Concernant les pics endothermiques, ils apparaissent respectivement à 229°C (a), 388°C (b) et 448°C (c). Le premier pic endothermique (a) correspond à la dissolution des zones GP et/ou les clusters de Mg et Si. Le pic (b) est attribué à la dissolution des deux phases β'' et β' et le dernier pic endothermique est lié à la dissolution de la phase stable β .

Dans le cas de la tôle 10, la courbe de DSC montre un large pic exothermique et deux pics endothermiques (figure IV.5.b). Le pic exothermique situé à la température 390°C est asymétrique et correspondre à un chevauchement de réactions de précipitations des phases β'' , β' et Q' .

Le premier pic endothermique (a), situé à la température 235°C, correspond à la dissolution des agrégats, et le second pic endothermique (b), situé aux environs de 444°C, est probablement dû à la dissolution des phases présentes.

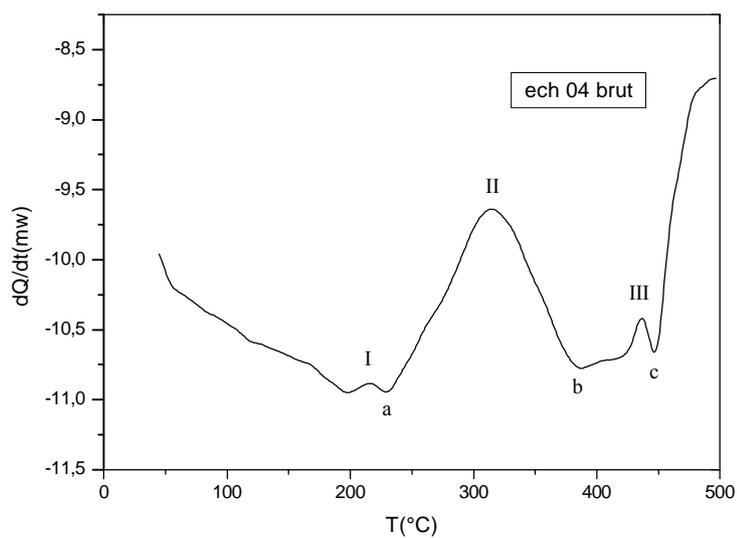


Figure IV.5.a Courbe de DSC de la tôle 04 à l'état brut obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

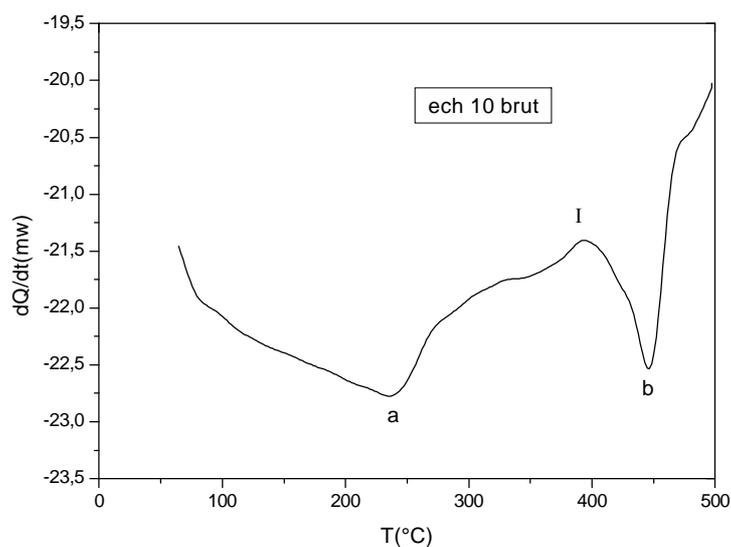


Figure IV.5.b Courbe de DSC de la tôle 10 à l'état brut obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

IV.4.2 L'identification des pics à l'état homogénéisé

Les figures IV.6.a et IV.6.b représentent les courbes de DSC des échantillons des deux tôles 04 et 10 à l'état homogénéisé à 540°C pendant 90 minutes puis trempés, ces courbes sont obtenues par une vitesse de chauffage de 10 °C/min.

La courbe de DSC de la tôle 04 (figure IV.6.a) présente trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 116°C (I), 299°C (II) et 417°C (III). Le premier pic exothermique est attribué à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Le seconde pic aux environs de 299°C est attribué à la réaction de précipitation des deux phases métastables β'' et β' . Le dernier pic situé aux environs de 417°C est probablement lié à la formation de la phase d'équilibre β . Concernant les pics endothermiques, ils apparaissent respectivement à 212°C (a), 400°C (b) et 467°C (c). Le premier pic endothermique (a) correspond à la dissolution des zones GP et/ou les clusters de Mg et Si. Le pic (b) est attribué à la dissolution des deux phases β'' et β' et le dernier pic endothermique est lie à la dissolution de la phase stable β [62- 65].

La courbe de DSC de la tôle 10(figure IV.6.a) montre aussi trois pics exothermiques et trois pics endothermiques. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 110°C (I), 265°C (II) et 395°C. Le pic situé à 110°C est attribué à la formation des zones GP et/ou clusters de Mg et Si. Le pic situé autour de 265°C est attribué à la précipitation des trois phases β'' , β' et Q' , le dernier pic situé aux environs de 395°C est lié à la formation de β .

Concernant les pics endothermiques, ils apparaissent respectivement à 252°C (a), 362°C (b) et 444°C (c) et qui correspondent respectivement à la dissolution des phases formée auparavant.

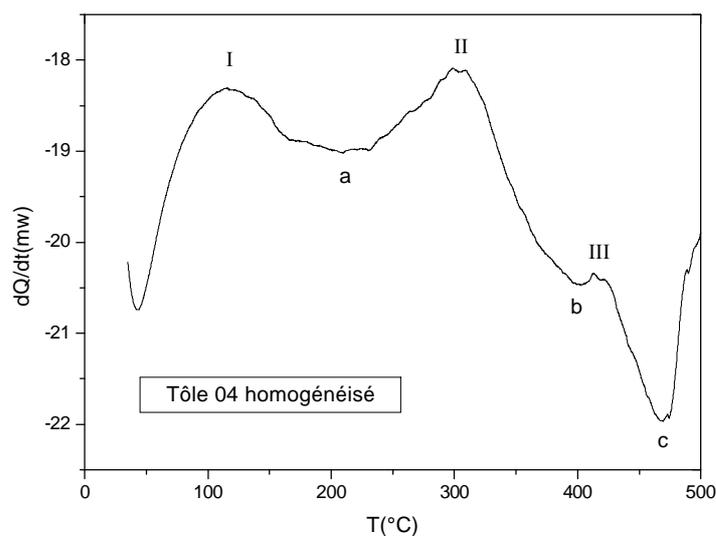


Figure IV.6.a Courbe de DSC de la tôle 04, homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau, obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

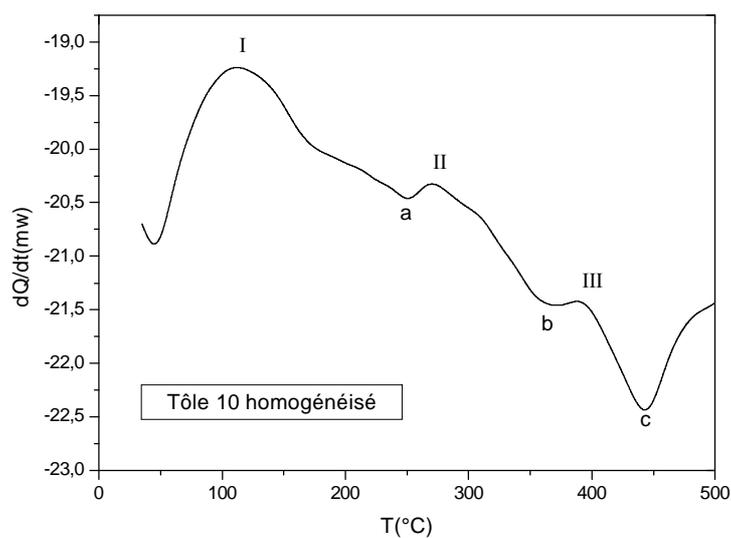


Figure IV.6.b Courbe de DSC de la tôle 10, homogénéisée à 540°C pendant 90 minutes suivi d'une trempe à l'eau, obtenue avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

IV.5 Etude dilatométrique

L'examen des courbes dilatométrique α (T) des alliages étudiés à l'état brut et celui homogénéisé puis trempé à l'eau, montre différentes anomalies enregistrées lors du chauffage des échantillons dans les trois directions X, Y, Z. Elles sont dues à des phénomènes de transformations de phase (précipitation ou dissolution), les valeurs de α ne sont plus les mêmes. Donc, il y a naissance d'une anisotropie qui s'intensifie avec l'augmentation de la température.

IV.5.a Etat brut

Les figures (IV.7.a), (IV.7.b) et (IV.7.c) représentent respectivement la variation de coefficient de dilatation thermique α (T) en fonction de la température de la tôle 04 à l'état brut mesuré suivant les trois directions X, Y et Z. Les courbes contiennent plusieurs anomalies dilatométriques. Ces anomalies sont probablement liées aux transformations de phases qui peuvent apparaître au cours du chauffage.

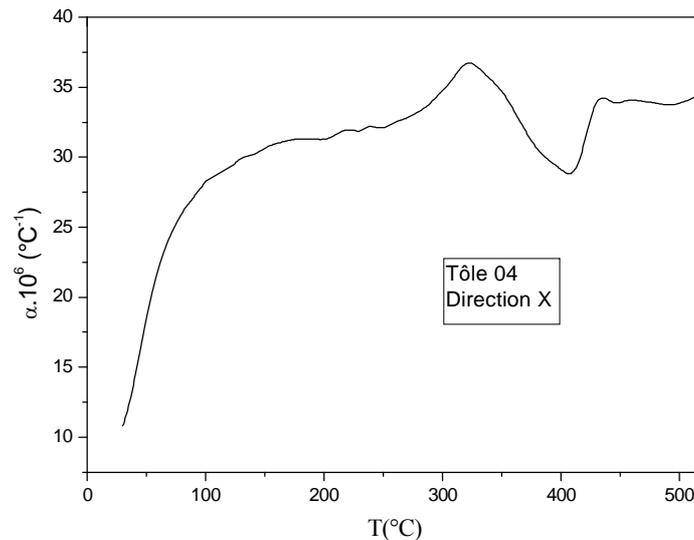


Figure IV.7.a La variation de α (T) en fonction de la température de la tôle 04 à l'état brut, mesuré suivant la direction X.

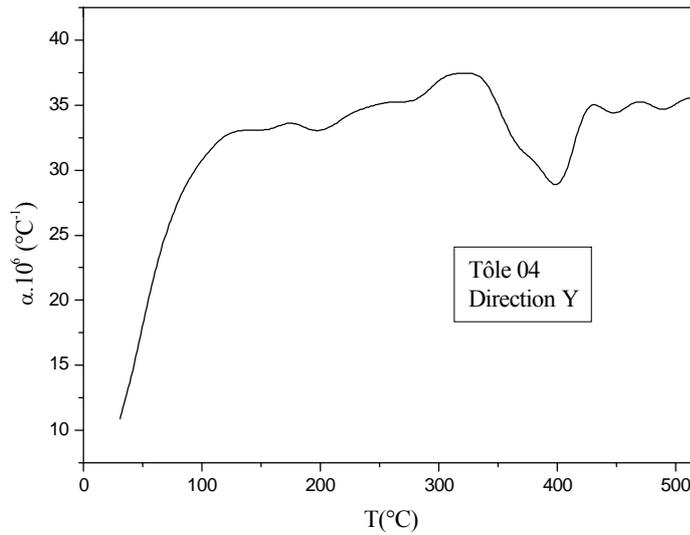


Figure IV.7.b La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état brut, mesuré suivant la direction Y.

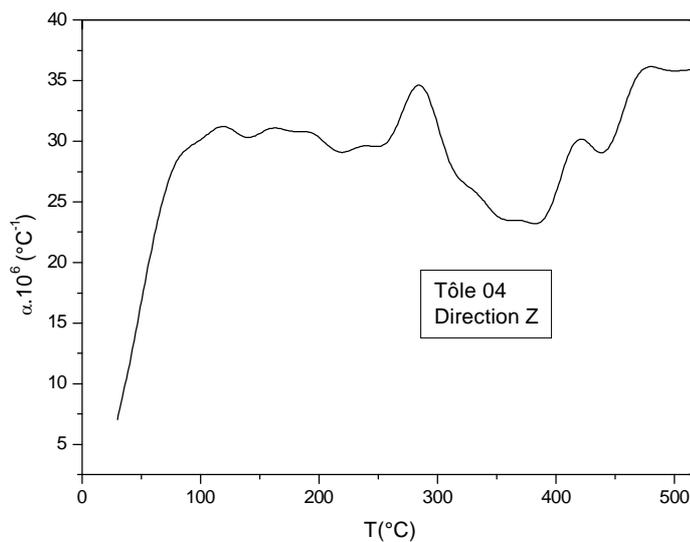


Figure IV.7.c La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état brut, mesuré suivant la direction Z.

Dans l'ensemble l'allure des trois courbes sont confondues pratiquement jusqu'à 100°C (figure IV.8). A partir de 100°C nous constatons que $\alpha_Z(T)$ est inférieur à $\alpha_X(T)$ et à $\alpha_Y(T)$ sur tout de domaine de température. Aux hautes températures les trois coefficients se rejoignent. Probablement, la coalescence et/ou la dissolution des précipités sont responsables de ce comportement.

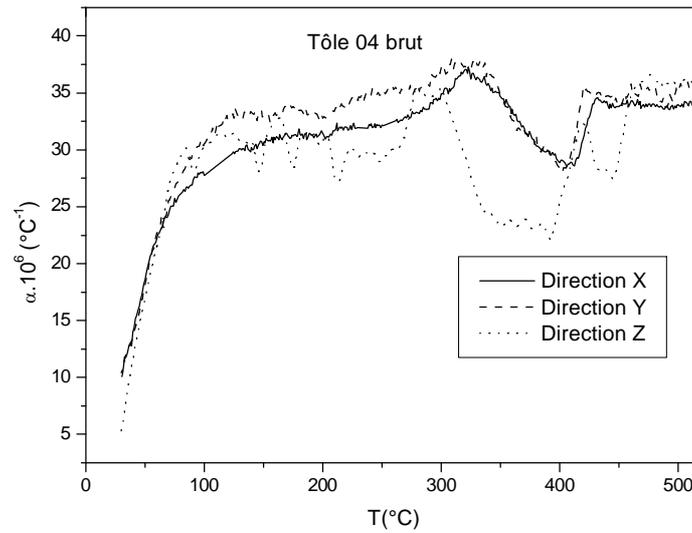


Figure IV.8 La variation de $\alpha (T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état brut, mesuré suivant les trois directions X, Y et Z.

Les figures (IV.9.a), (IV.9.b) et (IV.9.c) représentent respectivement la variation de coefficient de dilatation thermique $\alpha (T)$ en fonction de la température de la tôle 10 à l'état brut mesuré suivant les trois directions X, Y et Z. Les courbes contiennent plusieurs anomalies dilatométriques.

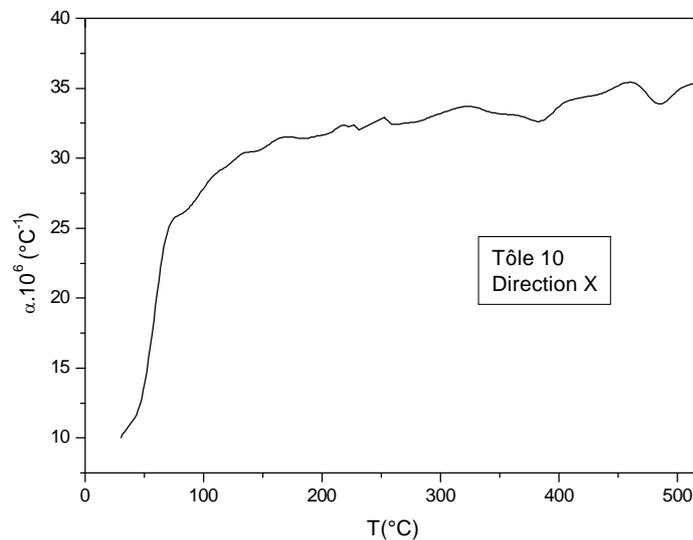


Figure IV.9.a La variation de $\alpha (T)$ en fonction de la température de la tôle 10 à l'état brut, mesuré suivant la direction X.

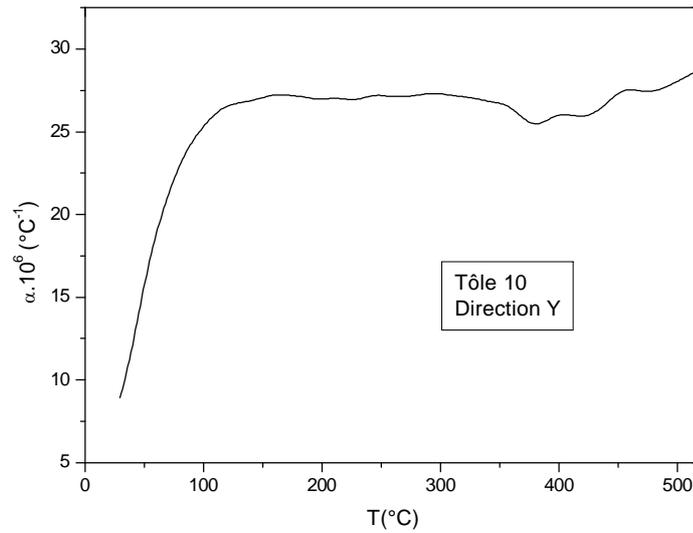


Figure IV.9.b La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 10 à l'état brut, mesuré suivant la direction Y.

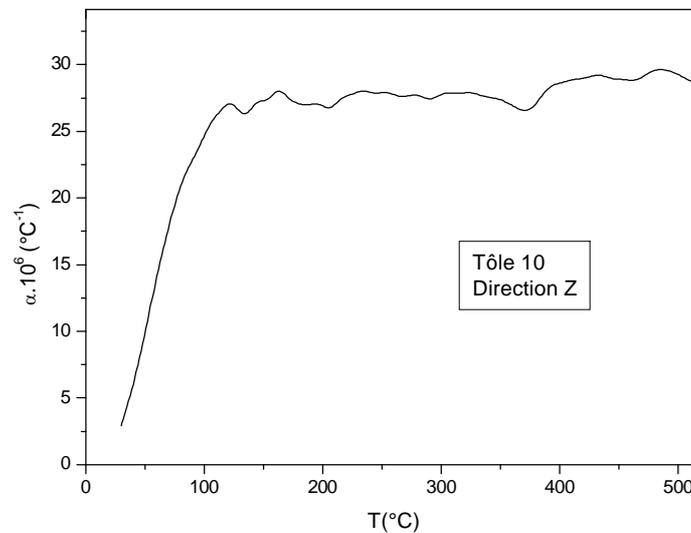


Figure IV.9.c La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 10 à l'état brut, mesuré suivant la direction Z.

Dans l'ensemble des trois courbes (figure I.10), nous constatons que l'allure des courbes caractérisant les mesures du coefficient de la dilatation thermique mesuré suivant les trois directions X, Y et Z de la tôle 10 est la même. Les différentes anomalies dilatométriques sont situées ont les mêmes températures. Par contre, les

valeurs du coefficient de dilatation thermique ne sont pas les mêmes. Nous remarquons que $\alpha_X(T)$ est nettement plus grand que $\alpha_Y(T)$ et $\alpha_Z(T)$.

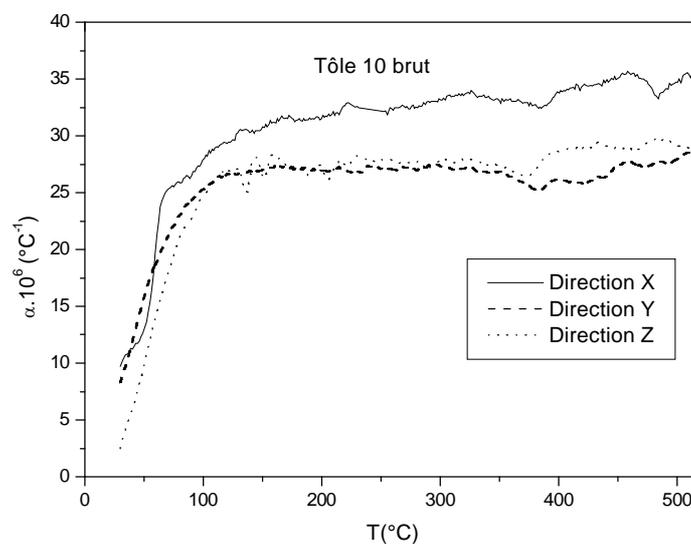


Figure IV.10 La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 10 à l'état brut, mesuré suivant les trois directions X, Y et Z.

IV.5.b Etat homogénéisé

❖ suivant la direction Y

La figure (IV.11) représente respectivement la variation de coefficient de dilatation thermique $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état homogénéisé puis trempé à l'eau suivant la direction Y.

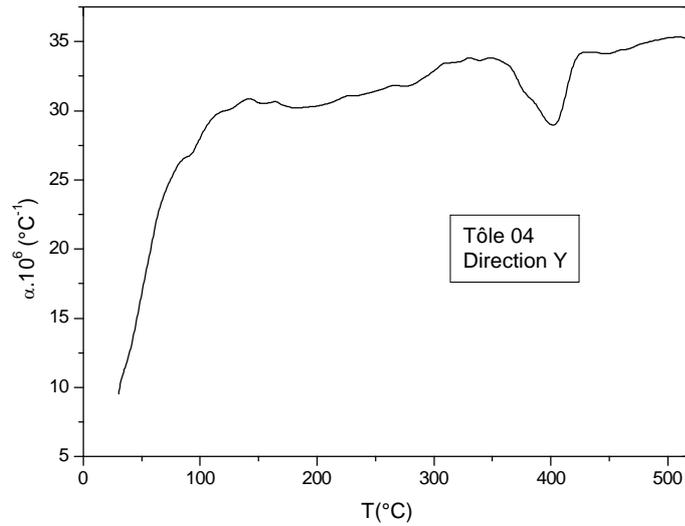


Figure IV.11 La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état homogénéisé puis trempé à l'eau, mesuré suivant la direction Y.

❖ *suivant la direction Z*

La figure (IV.12) représente respectivement la variation de coefficient de dilatation thermique $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état homogénéisé puis trempé à l'eau mesuré suivant la direction Z.

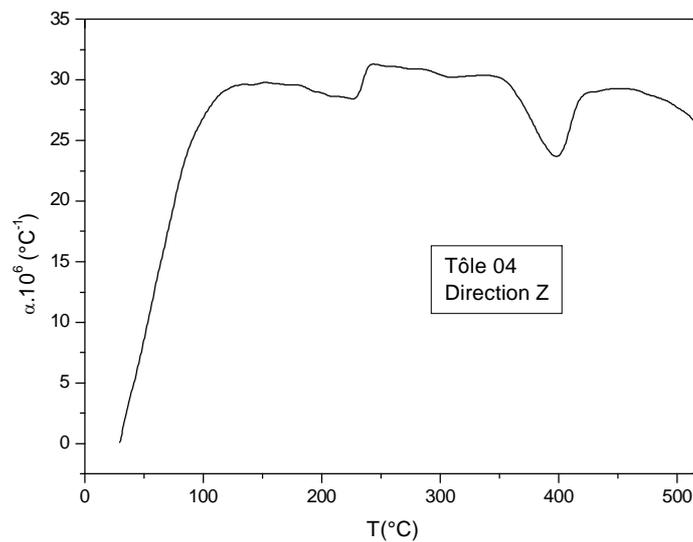


Figure IV.12 La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état homogénéisé puis trempé à l'eau, mesuré suivant la direction Z.

La figure IV.13 représente les coefficients de dilatation thermique $\alpha_Y(T)$ et $\alpha_Z(T)$ de la tôle 04 à l'état homogénéisé. Le coefficient de dilatation thermique diffère d'une direction à une autre [66]. On remarque que les courbes de présentent une même allure sauf que la courbe $\alpha_Z(T)$ présente un pic aux environs 230°C. Il est probablement lié à la formation de la phase durcissante.

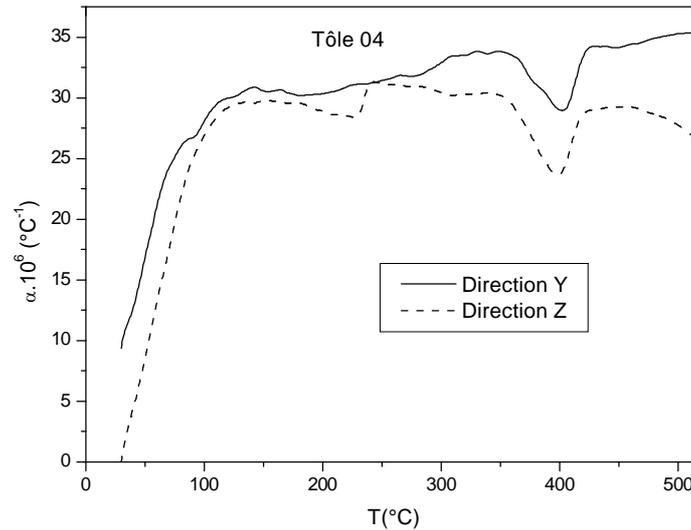


Figure IV.13 La variation de $\alpha(T)$ en fonction de la température de la tôle 04 à l'état Homogénéisée, mesuré suivant les trois directions Y et Z.

IV.6 Microdureté

IV.6.1 Effet de l'homogénéisation sur la dureté

Les mesures de micro dureté ont été faites sur les échantillons des deux tôles à l'état brut et homogénéisé à 540°C pendant 90 minutes puis trempé à l'eau. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau IV.1

Tableau IV.1 Valeurs de microdureté des deux tôles à l'état brut et homogénéisé.

	Etat brut (kg/mm ²)	Etat homogénéisé (kg/mm ²)
La tôle 04	56.59	34.24
La tôle 10	48.80	30.60

D'après ces résultats, on remarque que la valeur de micro dureté des deux échantillons à l'état brut est plus grande que celle à l'état homogénéisé. Ceci peut être expliqué par l'effet néfaste de la trempe structurale sur la dureté [60], la haute

concentration des défauts dans l'échantillon à l'état brut et aussi à la présence des agrégats formés à basse température avant les traitements thermiques. Autrement dit que l'effet de la température au cours de l'homogénéisation est d'annihiler les défauts et par conséquent la diminution de la haute concentration de ces derniers (la montée des dislocations, concentration plus élevée des lacunes...etc) et la dissolution des agrégats.

IV.6.2 Effet de vieillissement naturel sur la microdureté des alliages

Après l'homogénéisation des alliages à 540°C pendant 90 minutes suivie d'une trempe à l'eau, les échantillons ont subi un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées varie entre 01 heure et 48 heures juste après maturation pendant différentes durées varient entre 01 et 30 jours.

Les figures IV.14.a, IV.14.b, IV.14.c, IV.14.d, IV.14.e, IV.14.f et IV.14.g représentent la variation de la microdureté en fonction du temps des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et trempés. Il est important de noter que les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant différente durée (1, 3, 7, 10, 15, 21 et 30 jours) suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une (01) heure jusqu'à 48 heures.

Dans ce cas, la courbe de microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et trempés. Ces échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant 01 jour suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.a). Nous remarquons une augmentation de la microdureté jusqu'à atteindre la valeur maximale après 17 heures. Ce ci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β "[62, 63]. Au-delà de 17 heures la microdureté diminue et puis elle tend à se stabiliser. La diminution de la microdureté qui est probablement dû à la dissolution partielle de la phase durcissante [67, 68].

Dans le cas de maturation pendant 03 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.b), la courbe de microdureté de la tôle 04 présente une augmentation rapide et puis elle tend à se stabiliser. Ce ci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β ". La stabilisation de la microdureté est probablement dû à la présence d'une fraction volumique qui reste encore importante de la phase durcissante.

Dans le cas de maturation pendant 07 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.c), la courbe de microdureté de la tôle 04 augmente rapidement jusqu'à atteindre la valeur maximale après 20 heures de temps. Ce ci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β'' . La microdureté présente un chute rapide au-delà de 20 heures et puis tend à se stabiliser. Ce ci est probablement dû à la dissolution d'une fraction volumique de la phase durcissante [69].

Dans le cas de maturation pendant 10 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.d), la courbe de microdureté de la tôle 04 augmente progressivement jusqu'à atteindre valeur maximale après 17 heures de temps. Ce ci est attribué à la formation de la phase durcissante β'' . Ensuite la dureté chute rapidement jusqu'à atteindre une valeur maximale après 20 heures. Ceci est probablement dû à une dissolution partielle de la phase durcissante.

Dans le cas de maturation pendant 15 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.e), la courbe de microdureté de la tôle 04 augmente rapidement jusqu'à atteindre la valeur maximale après 20 heures de temps. Ce ci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β'' . Ensuite la dureté tend se stabiliser. La diminution de la microdureté est probablement dû à la dissolution d'une légère fraction volumique de phase durcissante.

Dans le cas de maturation pendant 21 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.f), la courbe de microdureté de la tôle 04 augmente rapidement jusqu'à atteindre la valeur maximale après 17 heures de temps. Ce ci est attribué lié à la formation de la phase durcissante β'' . Ensuite elle présente une légère diminution et puis elle tend se stabiliser. La diminution de la microdureté est probablement dû à une dissolution partielle de la phase durcissant.

Dans le cas de maturation pendant 30 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 heure jusqu'à 48 heures (figure IV.14.g), la courbe de microdureté de la tôle 04 présente une augmentation rapide après 05 heures. Ensuite, la microdureté tend à se stabiliser. L'augmentation rapide de la microdureté est probablement lié à la formation de la phase durcissante β'' .

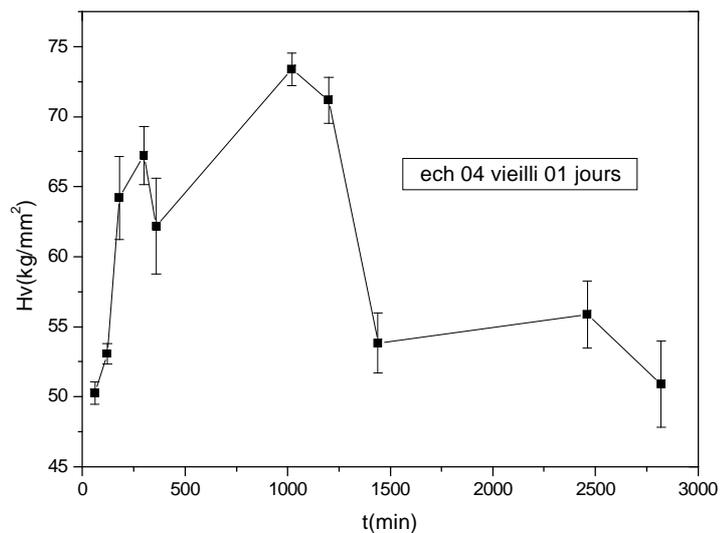


Figure IV.14.a Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 01 jour et puis traitées à 180°C pour différent temps.

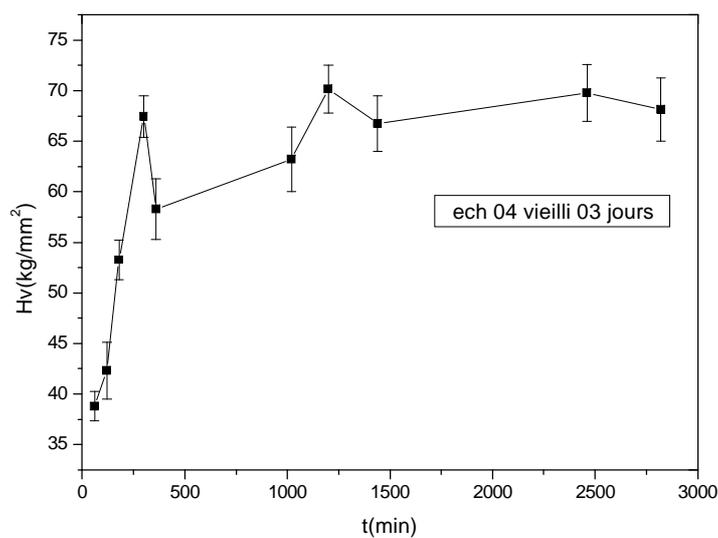


Figure IV.14.b Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 03 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

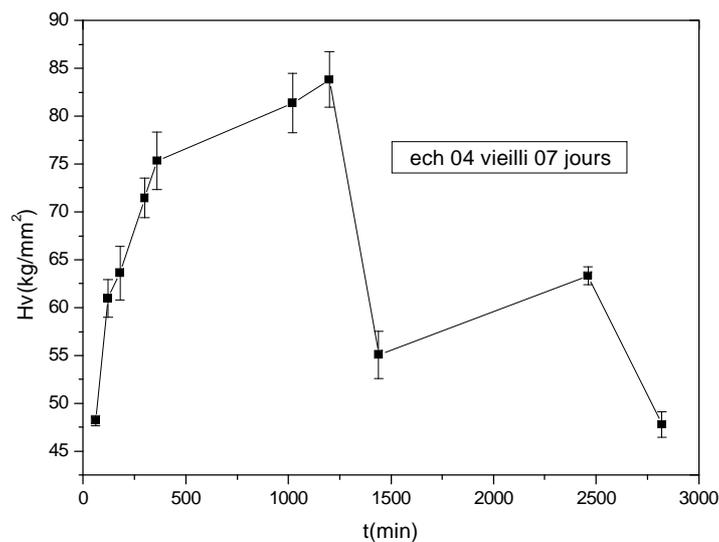


Figure IV.14.c Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 07 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

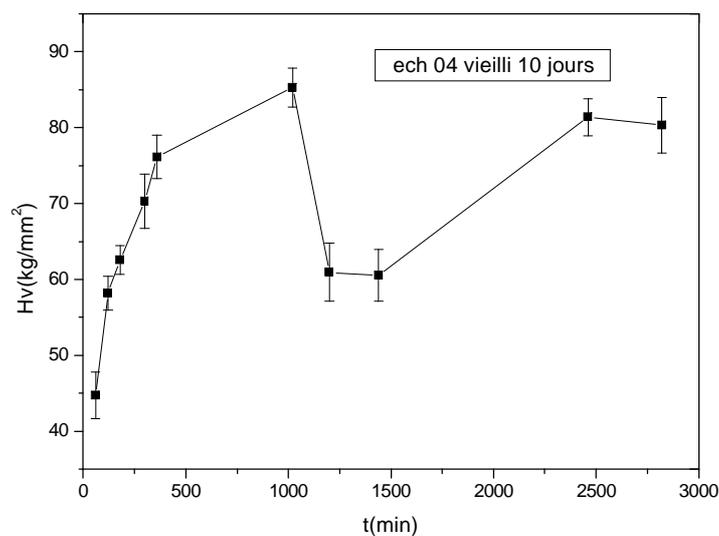


Figure IV.14.d Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 10 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

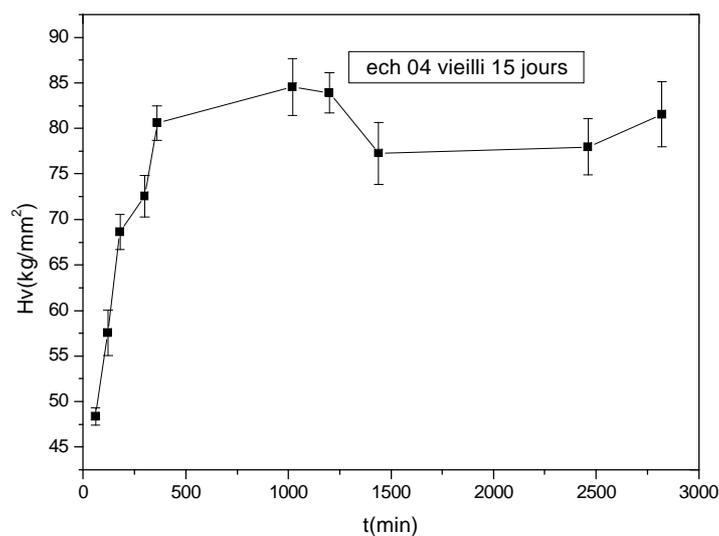


Figure IV.14.e Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 15 jours et puis traités à 180°C pour différent temps.

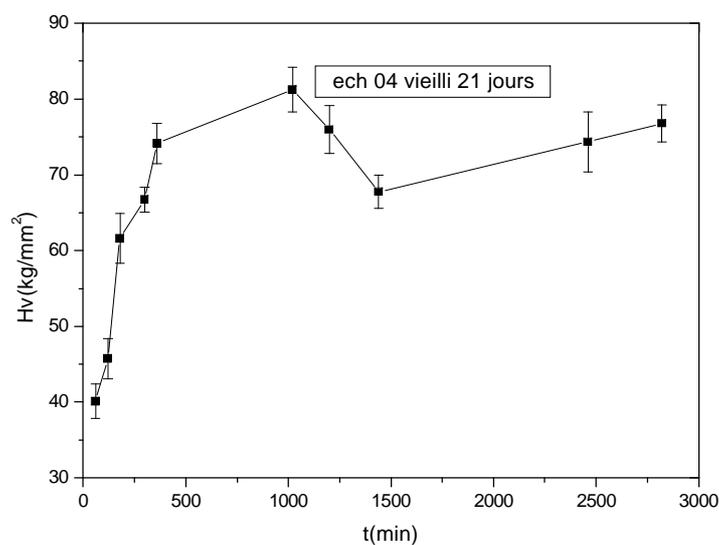


Figure IV.14.f Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 21 jours et puis traités à 180°C pour différent temps.

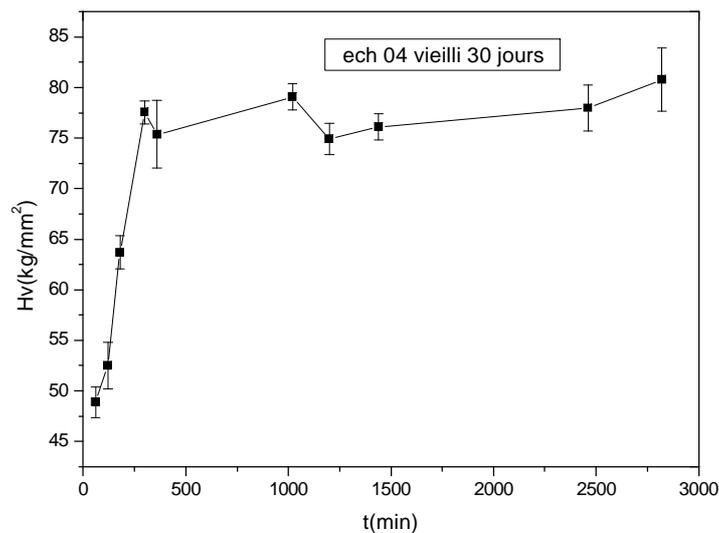


Figure IV.14.g Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 04 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 30 jours et puis traités à 180°C pour différent temps.

La superposition de ces courbes illustre la différence qui existe entre ces dernières courbes (figure IV.15). On peut remarquer une même allure générale des courbes de la microdureté, mais, on remarque sauf la variation des valeurs de la microdureté d'un échantillon à l'autre et ceci est probablement dû aux différentes périodes de maturation.

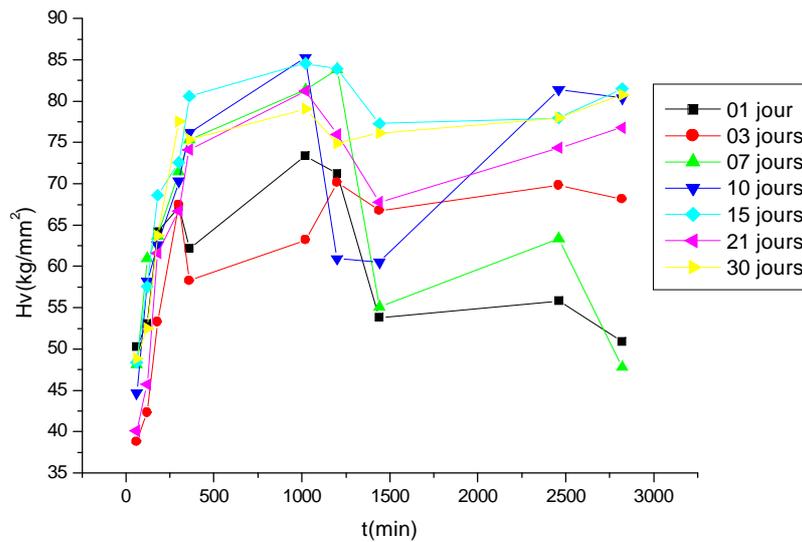


Figure IV.15 Superposition des courbes de variation de microdureté de la tôle 04 homogénéisé à 540 °C pendant 90 minutes, trempé et puis traité à 180°C pour différent temps.

Les figures IV.16.a, IV.16.b, IV.16.c, IV.16.d, IV.16.e, IV.16.f et IV.16.g représentent la variation de la microdureté en fonction du temps des échantillons de la tôle 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et puis trempés, les échantillons ont subi ensuite un vieillissement naturel pendant différentes durées (1, 3, 7, 10, 15, 21 et 30 jours) suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une (01) heure à 48 heures.

Dans le premier cas, la courbe de microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et trempés, les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant 01 jour suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.a). Nous constatons que la microdureté présente une légère augmentation après 01 heure et puis elle diminue jusqu'à atteindre la valeur minimale aux environs de 06 heures. Au-delà de 06 heures, elle augmente à nouveau jusqu'à atteindre une valeur maximale après 24 heures. Ceci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β'' et Q' [70]. Enfin, elle diminue et reste autour de cette valeur de dureté. Cette diminution de la microdureté est probablement dû à la dissolution partielle d'une fraction volumique des phases durcissantes.

Dans le second cas, la courbe de microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes et trempés, les échantillons ont subi un vieillissement naturel pendant 03 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.b). Nous constatons que la microdureté présente une diminution et elle augmente graduellement jusqu'à atteindre une valeur maximale après 20 heures. Ce ci est probablement lié à la formation de la phase durcissante β'' et Q' . Ensuite, la microdureté présente une légère diminution, de la microdureté qui est probablement dû à la dissolution des phases durcissantes.

Dans le cas de maturation pendant 07 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.c), la courbe de microdureté de la tôle 10 présente une augmentation jusqu'à atteindre la valeur maximal après 20 heures durée probablement suffisante pour la formation la phase durcissante β'' et Q' . Au delà de 20 heures, elle diminue et ensuite elle tend à se stabiliser. La diminution de la microdureté est probablement dû à la dissolution partielle des phases durcissantes.

Dans le cas de maturation pendant 10 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.d), la courbe de microdureté de la tôle 10 augmente jusqu'à atteindre une valeur maximal après 17 heures. Cette augmentation durée est probablement dû à la formation des phases durcissantes β'' et Q' . Au-delà de 17 heures, on remarque une diminution de la microdureté qui est probablement dû à la dissolution partielle des phases durcissantes. Ensuite, elle tend à se stabiliser.

Dans le cas de maturation pendant 15 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.e), la courbe de microdureté de la tôle 10 présente une légère diminution et puis elle augmente jusqu'à atteindre une valeur maximal après 17 heures. Cette augmentation est probablement dû à la formation des phases durcissantes β'' et Q' . Ensuite, elle tend à se stabiliser.

Dans le cas de maturation pendant 21 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 à 48 heures (figure IV.16.f), la courbe de microdureté de la tôle 10 augmente rapidement jusqu'à atteindre une valeur

maximale après 24 heures. Après, elle tend à se stabiliser. L'augmentation de la dureté est probablement dû à la formation des phases durcissantes β'' et Q' .

Dans le cas de maturation pendant 30 jours suivis d'un vieillissement artificiel à 180°C pendant différentes durées allant d'une 01 et 48 heures (figure IV.16.g), la courbe de microdureté de la tôle 10 présente une augmentation jusqu'à atteindre une valeur maximale aux environs de 24 heures. Ceci est probablement dû la formation des phases durcissantes β'' et Q' .

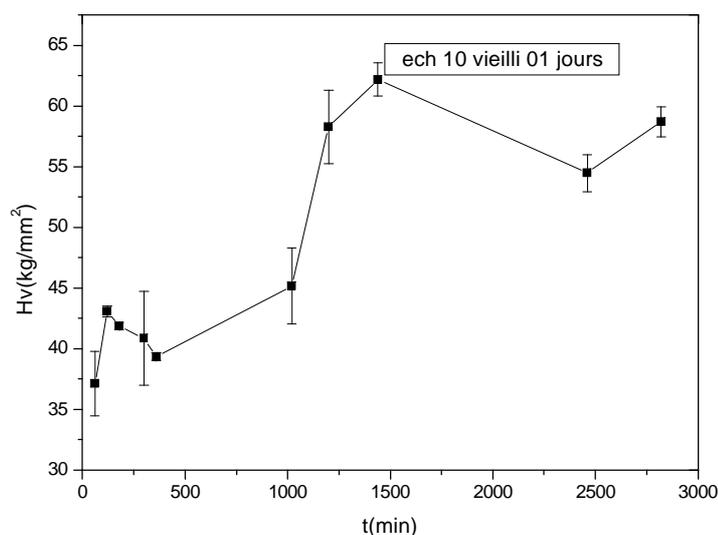


Figure IV.16.a Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 01 jour et puis traitées à 180°C pour différent temps.

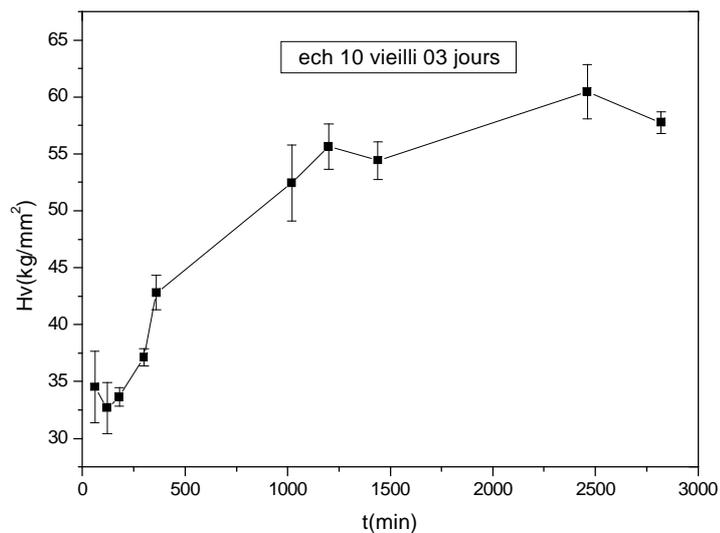


Figure IV.16.b Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 03 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

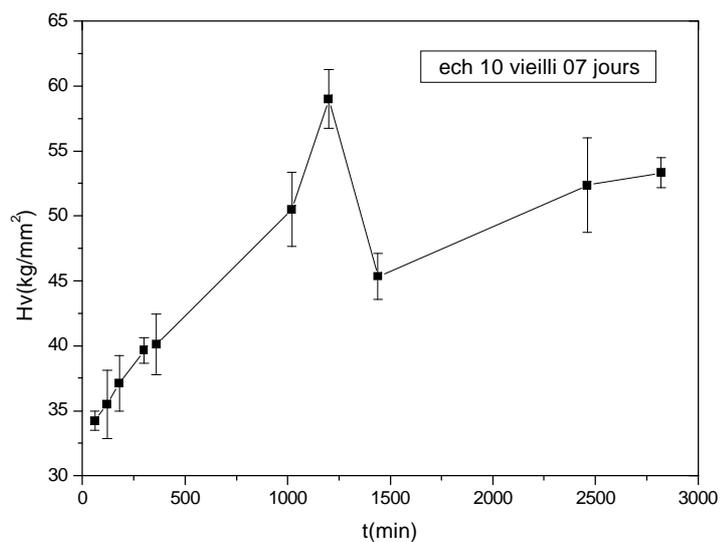


Figure IV.16.c Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 07 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

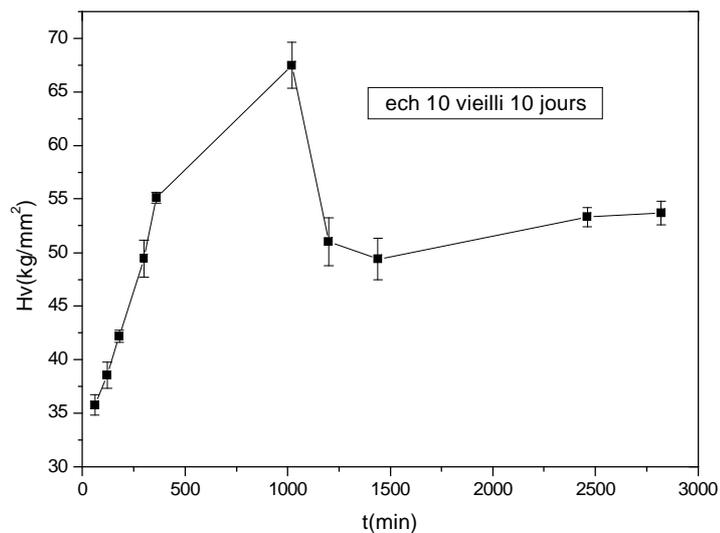


Figure IV.16.d Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 10 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

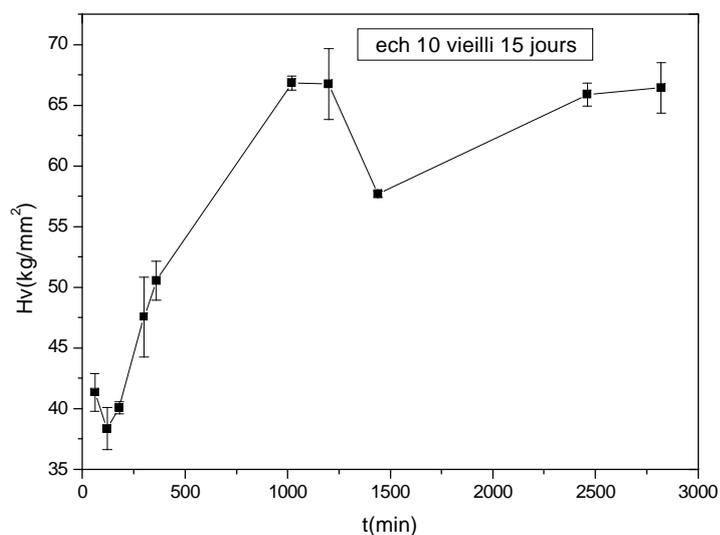


Figure IV.16.e Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli naturellement pendant 15 jours et puis traitées à 180°C pour différent temps.

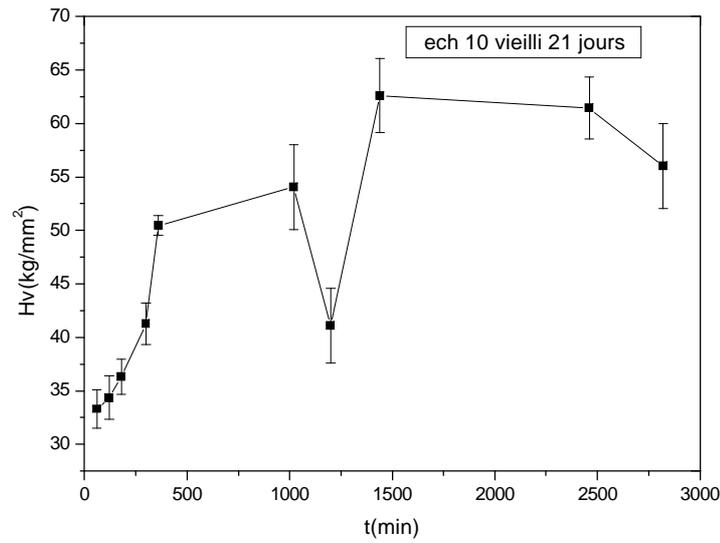


Figure IV.16.f Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieillissant naturellement pendant 21 jours et puis traités à 180°C pour différents temps.

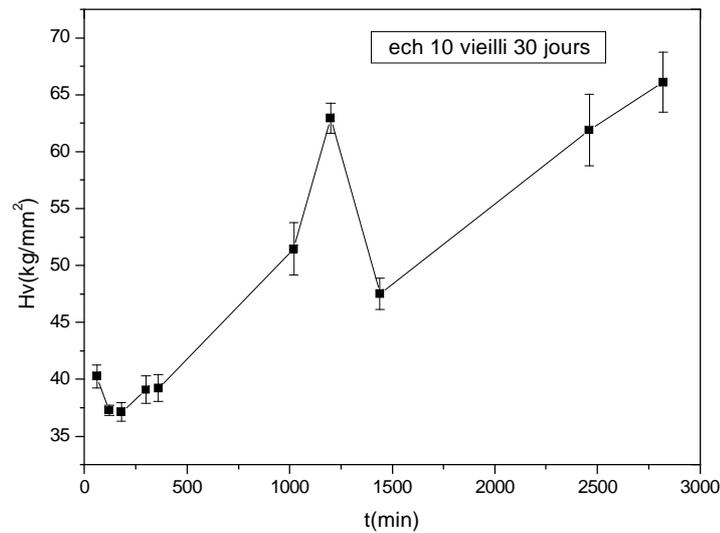


Figure IV.16.g Courbe de la microdureté des échantillons de la tôle 10 homogénéisés à 540°C pendant 90 minutes vieillissant naturellement pendant 30 jours et puis traités à 180°C pour différents temps.

La superposition de ces courbes illustre la différence qui existe entre ces courbes de microdureté (figure IV.17). On remarque que les courbes de microdureté des différents échantillons présentent une même allure sauf que les valeurs de

microdureté varie d'un échantillon à l'autre en fonction de l'historique thermique de chacun d'eux.

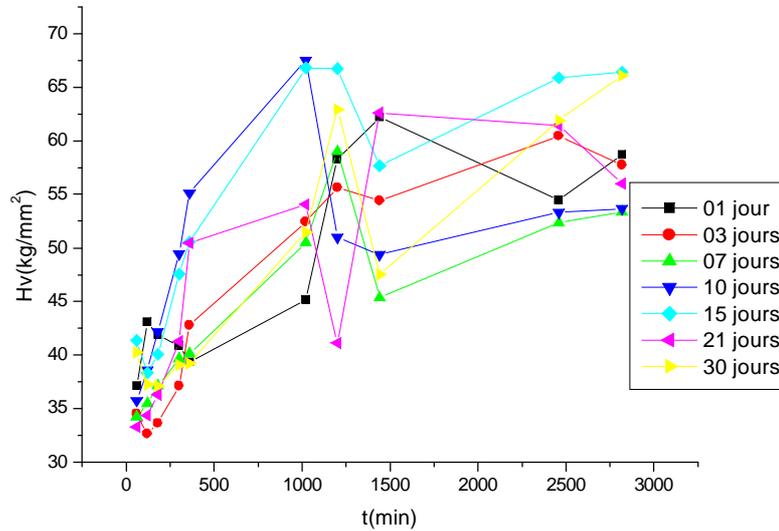


Figure IV.17 Superposition des courbes de variation de microdureté de la tôle 10 homogénéisée à 540 °C pendant 90 minutes, trempée et puis traitée à 180 °C pour différents temps.

Les figures IV.18.a, IV.18.b, IV.18.c, IV.18.d, IV.18.e, IV.18.f et IV.18.g représentent la superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles 04 et 10, en fonction du temps, homogénéisées à 540 °C pendant 90 minutes trempées puis vieilli naturellement pendant différentes durées (1, 3, 7, 10, 15, 21 et 30 jours) suivies d'un vieillissement artificiel pendant différentes durées variant entre 1 heure et 48 heures. On remarque qu'en général l'allure des courbes de microdureté est pratiquement la même. Les valeurs de microdureté de la tôle 04 sont supérieures à celles de la tôle 10. Comme la tôle 10 contient une teneur relativement élevée de Mg par comparaison à celle de la tôle 04. Il est important de noter que le Mg a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques de l'alliage. De fait que l'excès en Mg diminue la solubilité solide de la phase Mg_2Si et minimise le durcissement de l'alliage par précipitation.

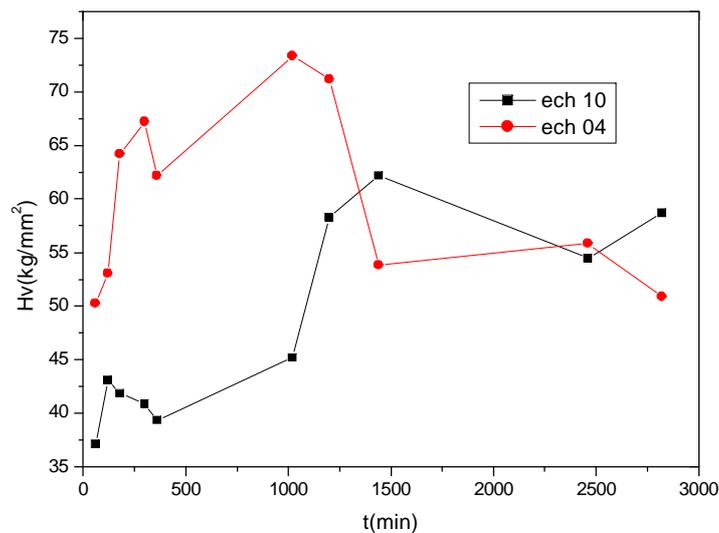


Figure IV.18.a Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 01 jour et puis traitées à 180°C.

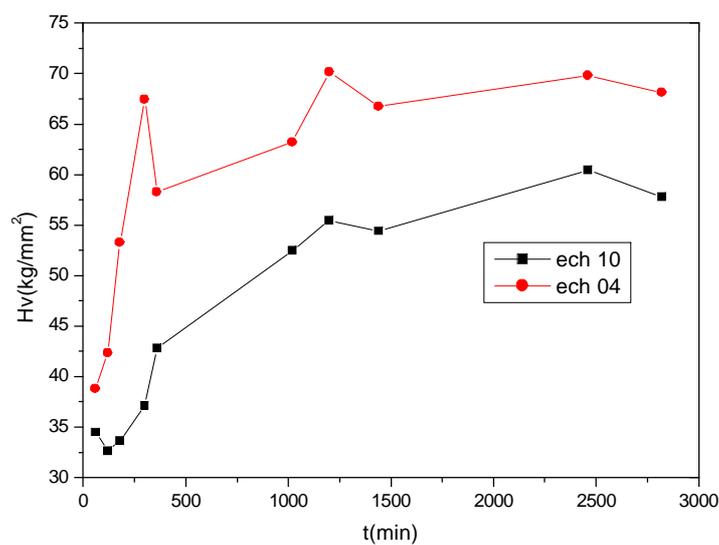


Figure IV.18.b Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 03 jours et puis traitées à 180°C.

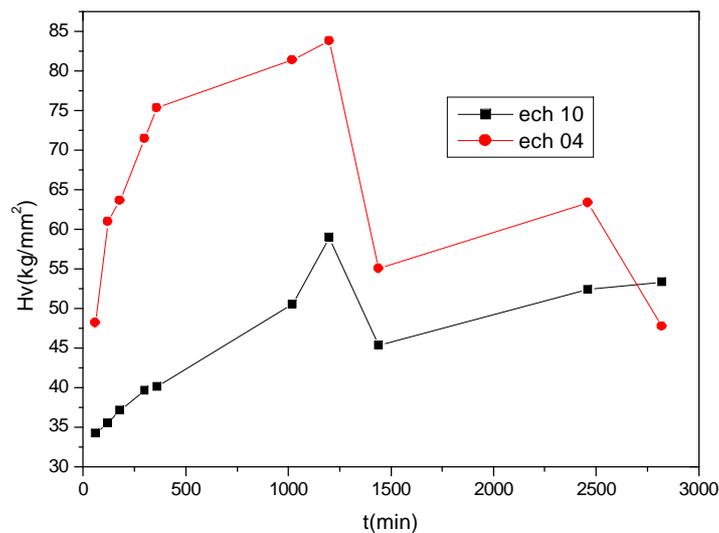


Figure IV.18.c Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 07 jours et puis traitées à 180°C.

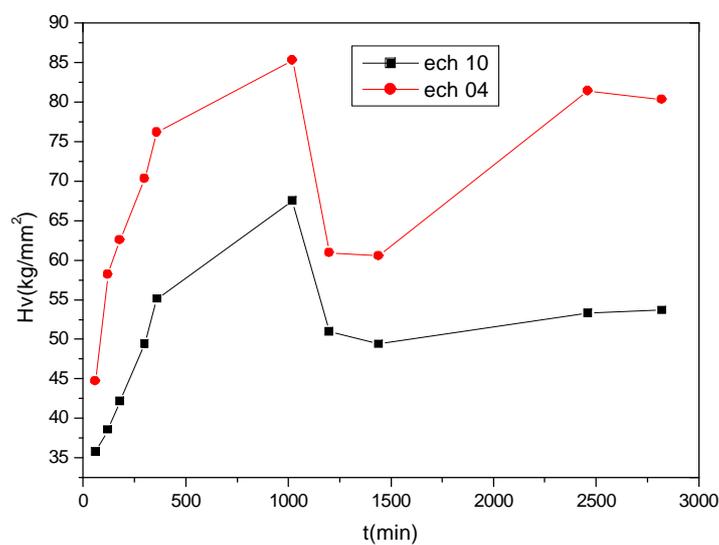


Figure IV.18.d Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 10 jours et puis traitées à 180°C.

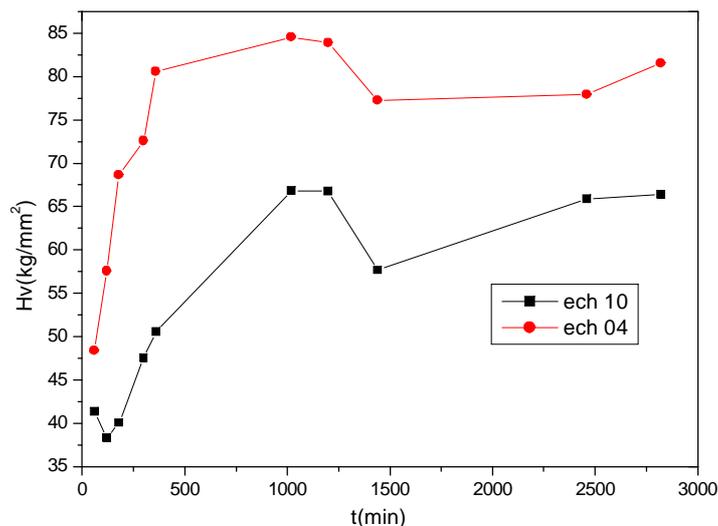


Figure IV.18.e Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 15 jours et puis traitées à 180°C.

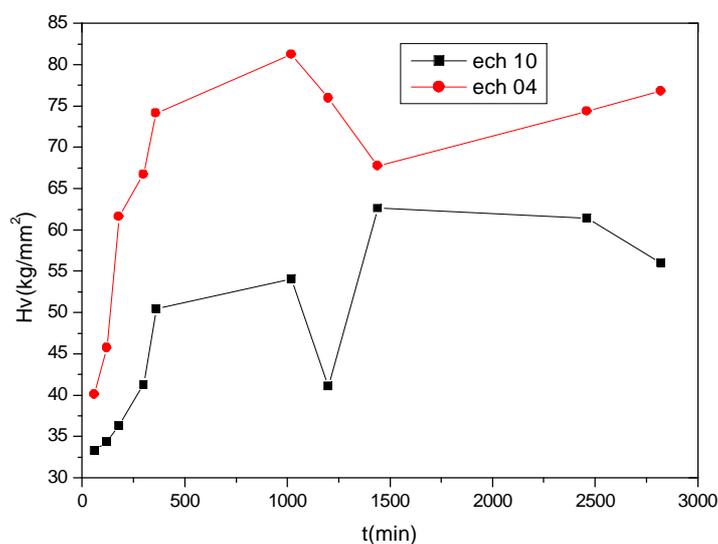


Figure IV.18.f Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes vieilli, naturellement pendant 21 jours et puis traitées à 180°C.

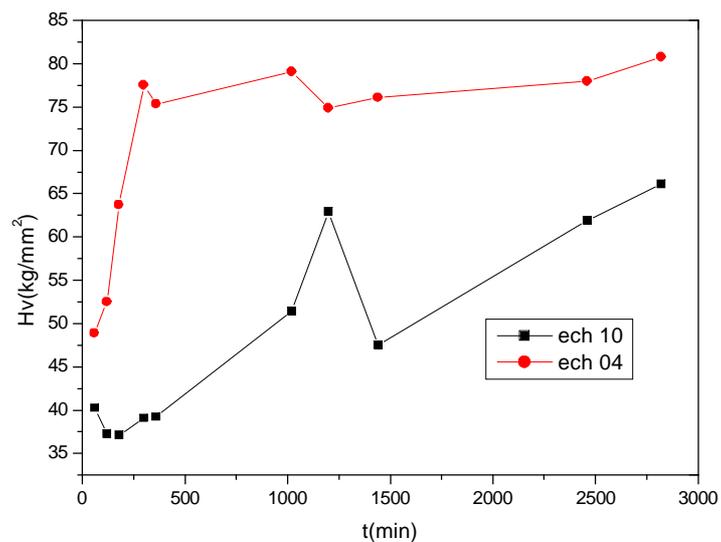


Figure IV.18.g Superposition des courbes de variation de microdureté des deux tôles, homogénéisées à 540°C pendant 90 minutes, vieilli naturellement pendant 30 jours et puis traitées à 180°C.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire a pour objectif l'étude l'effet de vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques de deux tôles AlMgSi et le comportement de différentes réactions de transformations. Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques. Telles que : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microscopie optique, la mesure de la micro-duromètre, la diffraction des rayons X et le dilatomètre. Dans ce travail, notre étude de caractérisation est basée essentiellement sur les mesures de la microdureté.

Sur la base des résultats obtenus et qui sont appréciables, on peut conclure :

- ❖ L'observation au microscope optique montre que les traitements d'homogénéisation donne une distribution uniforme de tâches sombres pouvant être des précipités stables à haute température.
- ❖ Les résultats de la diffraction des rayons X met en évidence la présence des pics correspondent à la structure C.F.C. de la matrice α -aluminium. Cette technique à perme aussi de nette évidence l'existence d'une anisotropie, à cause du procédé de laminage qui a subi les tôles étudiés.
- ❖ L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) nous a permis de suivre la transformation des différentes phases de la séquence de précipitation dans le cas des alliages étudiées :



- ❖ La maturation des deux tôles étudiées n'est pas bonne et surtout, au-delà d'un jour, du fait que le durcissement initial attribué à la formation des zones G.P sera disparu.
- ❖ Les valeurs de microdureté de la tôle 04 sont supérieures de la tôle 10. Ceci est lié à la teneur relativement élevée de Mg dans la dernière tôle.

Conclusion générale

- ❖ Les résultats de l'analyse dilatométrique des alliages étudiés montrent que les différentes transformations de phase enregistrées lors du chauffage de matériau sont dues à des phénomènes de précipitation /dissolution des phases et l'ensemble de ces transformations se produisent simultanément suivant les trois directions X, Y et Z.
- ❖ L'étude de l'évolution de coefficient de dilatation thermique révèle que les matériaux étudiés sont anisotropes. Les valeurs de α (T) diffèrent d'une direction à une autre.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II, Masson et c^{ie} éditeurs. pp.71-92 (1971).
- [2] J. Barralis et G. Maeder, Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation. AFNOR-Nathan, Paris (1997).
- [3] L.F. Mondolfo, Aluminium alloys, structure and properties. Butterworths, London (1976).
- [4] K. Venkateswarlu, M. Chakraborty et B.S. Murty, Sci. Eng. A., vol. 351, pp. 237–243 (2003).
- [5] H. Liao, Y. Sun et G. Sun, Mater. Sci. Eng. A., vol. 335, pp. 62–66 (2002).
- [6] H. Liao et G. Sun, Scripta Mater., vol. 48, pp. 1035–1039 (2003).
- [7] K. Nogita et A.K. Dahle, Scripta Mater., vol. 48, pp. 307–313 (2003).
- [8] C. B. Fuller, A.R Krause, D. C Dunand et D. N Seidman, Mater. Sci. Eng. A., vol. 338, pp. 8–16 (2002).
- [9] S. Lathabai et P.G. Lloyd, Acta Mater., vol. 50, pp. 4275–4292 (2002).
- [10] A. F. Norman, K. Hyde, F. Costello, S. Thompson, S. Birley et P. B. Prangnell, Mater. Sci. Eng. A., vol. 354, pp. 188–198 (2003).
- [11] A. R. Riahi, T. Perry, A.T. Alpas, Mater. Sci. Eng. A., vol. 343, pp. 76–81 (2003).
- [12] D. Massinon et V. Constantin, Formation métallurgie et défauts de fonderie. Montupet, Chateauroux (2002).
- [13] American Society for Metals, Metals handbook, Metals Park, 7th edition (1979).
- [14] T. S. Shih et Q. Y. Chung, Mater. Sci. Eng. A., vol. 00, pp. 1–12 (2003).
- [15] S. Mecheri, Mémoire de magister, Université de Constantine (2007).
- [16] K. Inoue, T. Yosimura, A. Fuji et H. Noguchi, Fatigue characteristics of cast aluminum alloy under mean stress. In : Proceedings of the 8th international fatigue congress, éd. Maugin et al., pp. 2633–2640, Stockholm, Sweden. A. F. Bloom (EMAS) (2002).
- [17] J. F. Shackelford, Introduction to materials science for engineers. Macmillan Publishers, 3rd edition, USA (1992).
- [18] L. Zhen et S. B. Kang, Mate. Letter., vol 37, pp. 349-353 (1998).
- [19] Y. Aouabdia, Mémoire de doctorat, Université de Constantine (2011).

- [20] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido et S. Ikeno, *Scripta Mater.*, vol. 47, pp. 833–837 (2002).
- [21] I. Guillot, D. Massinon, B. Barlas et D. Ovono-Ovono, Improved material properties for cast aluminium alloys: from the processes to life prediction modelling. Proceedings of the Thermec International Conference, Madrid, Spain (2003).
- [22] E. Hornbogen, *Light. Met.*, vol. 1, pp. 127–132 (2001).
- [23] C.A. Gandin, Y. Bréchet, M. Rappaz, G. Canova, M. Ashby et H. Schercliff, *Acta Mater.*, vol. 50, pp. 901–927 (2002).
- [24] F. Delmas, M. Vivas, P. Lours, M. J. Casanove, A. Couret et A. Coujou. *Mater. Sci. Eng. A.*, vol. 340, pp. 286–291 (2003).
- [25] F. Serradj, Mémoire de magister, Université de Constantine (2005).
- [26] B. Dubost, P. Sainfort, *Techniques de l'ingénieur, Traité Métallurgie.*, vol. M 240, pp. 1–25 (1991).
- [27] F. Barlat, M. V. Glazov, J. C. Brem et D. J. Lege, *Int. J. of Plasticity.*, vol. 18, pp. 919–939 (2002).
- [28] B. Nobler et S. E. Bray, *Acta Mater.*, vol. 46 n° 17, pp. 6163–6171 (1998).
- [29] L. M. Rylands, D. M. J. Wilkes, W. M. Rainforth et H. Jones, *Mater. Sci.*, vol. 29, pp. 1895–1900 (1994).
- [30] I. M. Lifschitz et V. V. Slyozov, *J. phys. Chem. Solids.*, vol. 19 n° 1/2, pp. 35–50, (1961).
- [31] A. J. Ardell, *Mater. Sci. Eng. A.*, vol. 238, pp. 108–120 (1997).
- [32] L. Ratke et P. W. Voorhees, *Growth and coarsening, Ostwald ripening in material processing.* Springer, engineering materials, Berlin (2002).
- [33] D. J. Lloyd, Aluminium alloys used in automotive skin sheet, *Advances in industrial materials, The Metallurgical Society of CIM* (1998).
- [34] A. N. Kolmogorov, *Izv. Akad. Nauk. USSR-SER. Matemat.*, vol 1, p355 (1937).
- [35] M. Avrami, *J. Chem. Ph.*, vol 7, pp. 1103-1112 (1939).
- [36] S. Esmaeili, D.J. Lloyd et W.J. Poole, *Acta Mater.*, vol 51, pp. 3467–3481 (2003).
- [37] D. Gendt, Cinétiques de précipitation du carbure de niobium dans la ferrite. PhD thesis, Université Paris XI Orsay (2001) .
- [38] M. Volmer et A. Weber, *Phys. Chem.*, vol 119, pp. 277–301 (1925).

- [39] R. Becker et W. Döring, *Annalen der Physik.*, vol 416, pp. 719–752 (1935).
- [40] J.B. Zeldovich. *Acta Physicochim.*, vol 1, p 18 (1943).
- [41] I. Aaronson, *Theory of Phase Transformations. Minerals, Metals, & Materials Society* (2000).
- [42] H. B. Aaron, D. Fainstain, et G. R. Kotler, *J. Appl. Phys.*, vol 41, p 4404 (1970).
- [43] C. Zener, *J. Appl. Phys.*, vol 20 n°10, pp. 950–953 (1949).
- [44] C. Cayron, Thèse doctorat, Ecole Polytech. Fed. Lausanne, (2000).
- [45] F. Dimier, Thèse doctorat, L'école nationale supérieure des Mines. Paris, (2003).
- [46] Y. Aouabdia, Mémoire de magister, Université de Constantine (2005).
- [47] W. F. Miao et D. E. Laughlin, *Met. Mater. Trans*, vol 31 (A) pp. 201-203 (2000).
- [48] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio et S. Ikeno, *Mater. Sci.*, vol.35, pp.179-189 (2000).
- [49] M. Murayama et K. Hono, *Acta Mater.*, vol 47 n° 5, pp. 153715-153718 (1999).
- [50] G. A. Edwards, K. stilier, G. L. Dunlop et M. J.c ouper, *Acta Mater.*, vol.46, pp. 3893-3904 (1998).
- [51] V. Massardier et T. Epicier, *Mater. Sci. Forum.*, vols. 396-402, pp. 851–856 (2002).
- [52] A. Bigot, Thèse de doctorat, Université de Rouen (1998).
- [53] G. A. Edwards, K. Stilier, G. L. Dunlop et M. J.couper; *Acta Mater.*, vol.46, pp. 713-718 (1996).
- [54] M. Murayama, K. Hono, W. F. Miao et D. E. Laughlin, *Metall. Mater. Trans*, vol 32(A), pp. 239–246 (2001).
- [55] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio et S. Ikeno, *Mater. Sci, Forum*, 217-222(11), p.707 (1996).
- [56] S. Esmaeili, *Precipitation hardening behaviour of AA61111*, UBC PhD Thesis, February (2002).
- [57] C. Wolverton, *Acta Mater.*, vol.49, pp.3129-3142 (2001).
- [58] D. J. Chakrabarti et D. E.Laughlin, *Mater. Sci.*, vol.49, pp.389-410 (2004).
- [59] S. Pogatscher, H. Antrekowitsch, H. Leitner, T. Ebner et P. J. Uggowitzer, *Acta Mater.* vol59, pp.3352–3363, (2011).
- [60] A. Boushaba, Mémoire de magister, Université de Constantine (2005).
- [61] T. Abid, Mémoire de magister, Université de Constantine (2007).
- [62] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan et V. Pancholi, M. Gupta, *Mater. Chem.Phys.*,

- vol 122, pp. 188–193, (2010).
- [63] Y. Aouabdia, A. Boubertakh et S. Hamamda, *Mate. Lette.*, vol 64, pp. 353–356(2010).
- [64] A. Gaber, N. Afify, M.S. Mostafa et Gh. Abbady, *J. Allo. Comp.*, vol 477, pp. 295–300, (2009).
- [65] T. Abid, A. Boubertakh et S. Hamamda, *J. Allo. Comp.*, vol 490, pp. 166–169, (2010).
- [66] A. Chahdane, K. Boulemzaoud, S. Saadalah, A. Boubertakh et S. Hamamda, 12th International Young Scientists Conference Optics and High Technology Materiel Science, Kyiv, Ukraine, October 27-30, p. 236, (2011).
- [67] M. Vaseghi et H. S. Kim, *Mate. Desi.*, vol 36, pp. 735–740, (2012).
- [68] M. Vaseghi, A. Karimi Taheri, J. H Yoo, S.H Joo et H. S. Kim *Mate. Desi.*, vol 7, pp. 654–659, (2010).
- [69] A. Cunibertia, A. Tolleyb, M.V. Castro Riglosb et R. Giovachini, *Mater. Sci. Eng. A.*, vol. 527, pp. 5307–5311 (2010).
- [70] E. Sjölander et S. Seifeddine, *Mater. Sci.Eng. A.*, vol. 528, pp. 7402– 7409 (2011).

Effect of natural ageing on the mechanical properties of two AlMgSi sheets

Abstract

In this work, we have undertaken the study of two sheets AlMgSi. These arouse great interest for their privileged use in the automotive and the aerospace industrie.

The aim of the present work is the study of transformations reactions of phases and the influence of natural ageing on the mechanical properties of AlMgSi alloys.

For the characterization of these materials, we have used various experimental techniques such as differential calorimetric analysis (DSC), optical microscope, microhardness measurements, X-rays diffraction and dilatometry.

DSC studies enabled us to follow the transformation of the various phases of the sequence of precipitation in these alloys. The microstructure of alloys was characterized by optical microscopy. The characterization by diffraction of x-rays did not highlight the presence of another phase in addition to the matrix α -aluminium; the non detection of other phase could be due to its small volume fraction. But, the use of x ray diffraction revealed the presence of anisotropy, as the sheets have been rolled.

The microhardness measurements showed that the excess of Mg does not improve the mechanical properties of AlMgSi alloys.

The dilatometric results confirmed the presence of an anisotropy. The thermal expansion coefficient measurements differ from one direction to another and from one alloy to another.

Key words: Al-Mg-Si alloys, DSC, Precipitation kinetics in AlMgSi, natural ageing, Thermal expansion.

تأثير التقادم الطبيعي على الخصائص الميكانيكية لسبيكتين المنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم

ملخص

في إطار العمل المنجز اعتمدنا دراسة سبيكتين من سبائك الألمنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم والتي هي على شكل صفائح. هذه الأخيرة لها دور هام وفائدة كبيرة الاستخدام في السيارات والطائرات. الهدف من هذا العمل دراسة التحولات الطورية في هذه السبائك وكذلك تأثير التقادم الطبيعي على الخصائص الميكانيكية.

تمت دراسة هذه الصفائح باستعمال وسائل تجريبية. فلقد اعتمدنا أساسا على التحليل الحراري التفاضلي، قياس الصلادة، المجهر الضوئي، حيود الأشعة السينية والتمدد الحراري. إن الدراسة بواسطة التحليل الحراري التفاضلي، سمحت لنا بمعرفة التحولات الطورية أثناء عملية التسخين. كما استطعنا مشاهدة البنية الحبيبية بواسطة المجهر الضوئي. بينما حيود الأشعة السينية لم تبد أي أثر يدل على وجود طور إضافي إلى جانب طور الألمنيوم الأم، هذا ربما إن وجد طور فهو ليس بالكمية الكافية حتى تشعر بها هذه التقنية. بينما هذه التقنية سمحت لنا بمعرفة عدم تماثل المناحي أي وجود جهة مفضلة و هذا راجع لعملية الدرفلة.

باستعمال قياس الصلادة بينت عدم تحسن الخواص الميكانيكية لسبائك الألمنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم وذلك بالإفراط في المغنيزيوم.

نتائج التمدد الحراري تؤكد بان السبيكة غير متماثلة المناحي، حيث أن معامل التمدد الحراري يختلف من اتجاه إلى آخر.

الكلمات الدالة: سبائك الألمنيوم-مغنيزيوم-سيليسيوم، التحليل الحراري التفاضلي، آلية الترسيبات في السبائك، التمدد الحراري، التقادم الطبيعي.

Effet de vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques de deux tôles AlMgSi

Résumé

Dans le cadre de ce travail, nous avons entrepris d'étudier deux tôles des alliages AlMgSi. Ce type d'alliage a un grand intérêt vu leur utilisation privilégié dans l'industrie d'automobile et les applications aéronautiques.

Ce mémoire a pour objectif d'étudier les réactions de transformations de phases et l'influence de vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques des alliages AlMgSi.

Pour la caractérisation de ces échantillons nous avons utilisé différentes techniques expérimentales telles que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), le microscope optique, le micro-duromètre, la diffraction des rayons X et le dilatomètre.

L'étude calorimétrique différentielle à balayage, nous a permis de suivre les transformations de phase de la séquence de précipitation dans ces alliages. La microstructure des alliages a été caractérisée par la microscopie optique. La caractérisation structurale par diffraction des rayons X n'a pas pu mettre en évidence la présence d'une autre phase en plus de la matrice α -aluminium, si une phase existe, sa fraction volumique est faible d'être détectée. Mais, l'utilisation de la diffraction des rayons X a pu mettre en évidence la présence d'une texture, qui est liée au procédé de laminage.

Les mesures de la microdurète montrent que l'excès de Mg n'améliore pas les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si.

Les résultats de l'analyse dilatométrique confirment l'existence d'une anisotropie dans les tôles étudiées. Les valeurs du coefficient de dilatation thermique diffèrent d'une direction à une autre et d'un alliage à l'autre.

Mots clés: Alliages Al-Mg-Si, DSC, cinétique de précipitation dans AlMgSi, vieillissement naturel, dilatation thermique.