

LA RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université Frères Mentouri - Constantine 1

Faculté des Sciences Exactes

Département de Physique

N° d'ordre :102/D3C/2022

Série :06/phy/2022

THÈSE

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat LMD en Physique

Spécialité : Physique des Matériaux et Applications

intitulée

Étude de la stabilité microstructurale des
matériaux de structure industriels durant les
traitements thermiques et thermomécaniques
compliqués

LAOUAR Belgacem

Soutenue le : 22 / 12 / 2022

Devant le jury :

Président	M. BOUCHEAR	Prof.	Université Frères Mentouri - Constantine 1
Rapporteur	D. HAMANA	Prof.	Université Frères Mentouri - Constantine 1
Examineurs	S. CHEKROUD	Prof.	Ecole Nationale Polytechnique de Constantine
	L. CHETIBI	Prof.	Ecole Nationale Polytechnique de Constantine
	Y. AOUABDIA	MCA	Ecole Normale Supérieure de Constantine

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Transformations de Phases de la faculté des sciences exactes de l'université Frères Mentouri, Constantine 1.

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

Sous la direction de Monsieur le professeur Hamana Djamel, Directeur de l'école nationale polytechnique de Constantine (ENPC). Qu'il me soit permis de lui exprimer ici toute ma gratitude pour la confiance, pour m'avoir fait l'honneur de m'accepter en thèse malgré ses responsabilités administratives au long des années nécessaires à l'aboutissement de ce travail.

Je tiens à remercier Mr. *Boucheur Merzoug*, professeur à l'université Frères Mentouri, Constantine 1, pour avoir accepté de présider le jury, malgré ses nombreuses obligations. Mes vifs remerciements vont également à Mr. *Chekroud Said*, professeur à l'école nationale polytechnique de Constantine (ENPC), M^{elle} *Chetibi Loubna*, professeur à l'école nationale polytechnique de Constantine (ENPC) et à Mr. *Aouabdia Youcef*, maître conférence A à l'école normale supérieure de Constantine (ENSC) qui ont bien voulu accepter de faire partie du jury et d'évaluer mon travail.

Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance et à remercier tous mes collègues de recherche au laboratoire et à l'ENPC pour la qualité de leurs conseils et pour leur disponibilité. Plus précisément, je remercie :

- Mr. Hayoune pour les échantillons qu'il m'a fournis pour ce travail, ainsi que les essais de DSC et la dilatométrie qu'il a réalisés pour moi.
- Mme. Belamri, Mme. Azizi, Mme. Boumaza, et Mme. Amiour, pour la réalisation des manipulations expérimentales sur le DMA, le MEB et le DRX.
- Mr. Ayachi et Mr Bouachiba pour leurs conseils, leur soutien, et leur encouragement.

Enfin, Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Remerciements

Table des matières	3
Table des figures	7
Liste des tableaux	12
Introduction générale	13

PREMIÈRE PARTIE – SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I – Phénomènes de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

I.1	Les alliages d'aluminium	18
I.1.1	Généralités	18
I.1.2	Les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si)	19
I.1.3	La désignation des états métallurgiques	21
I.2	La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	21
I.2.1	Le phénomène de précipitation	21
I.2.2	La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si	23
I.2.2.1	Les différentes phases constitutives	25
a.	Les amas atomiques (les clusters)	25
b.	Les zones GP (Guinier-Preston)	26
c.	La phase métastable β''	28
d.	La phase métastable β'	29
e.	La phase d'équilibre β	30
I.2.2.2	L'influence de la composition d'alliage	31

a.	L'effet de Si en excès	32
b.	L'effet d'addition de Cu	33
I.3	Le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si	34

Chapitre II – La déformation plastique, et les phénomènes de restauration et recristallisation

II.1	Introduction	37
II.2	La déformation plastique des matériaux métalliques	38
II.2.1	Aspects microscopiques	38
II.2.1.1	Mécanismes de la déformation plastique	38
II.2.1.2	La relation entre le glissement, la structure et l'écrouissage	39
II.2.2	Comportement des dislocations durant la déformation plastique	40
II.2.3	Effet de la présence des précipités sur la déformation plastique	42
II.3	La restauration des propriétés d'un alliage déformé	43
II.4	Influence de la précipitation sur la recristallisation au cours d'un traitement thermique	45

Chapitre III – Étude des effets anélastiques dans les alliages métalliques

III.1	Introduction	50
III.2	Notions sur le frottement intérieur	51
III.2.1	Définition	51
III.2.2	Le pic associé au frottement intérieur	52
III.2.3	Description des spectres de frottement intérieur	54
III.3	Mécanismes liés au frottement intérieur	56
III.3.1	Relaxation des défauts ponctuels (relaxation par diffusion)	56
III.3.2	Relaxation des dislocations	58
III.3.3	Relaxation dans les joints de grains	58
III.4	Le fond continu à haute température	59
III.5	Le frottement intérieur et la précipitation	59

DEUXIÈME PARTIE – EXPÉRIMENTALE

Chapitre IV – Matériau étudié et techniques expérimentales utilisées

IV.1	Matériau étudié et traitements thermiques et thermomécaniques appliqués . . .	62
IV.1.1	Choix d'alliage	62
IV.1.2	Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués	62
IV.2	Techniques expérimentales utilisées et préparation des échantillons	63
IV.2.1	Caractérisation thermique	63
IV.2.1.1	L'analyse calorimétrique différentielle	63
IV.2.1.2	L'analyse dilatométrique différentielle	65
IV.2.2	Caractérisation structurale et microstructurale	66
IV.2.2.1	La diffraction des rayons X (DRX)	66
IV.2.2.2	La microscopie optique (MO)	66
IV.2.2.3	La microscopie électronique à balayage (MEB)	67
IV.2.3	Caractérisation mécanique	68
IV.2.3.1	L'analyse mécanique dynamique (DMA)	68
IV.2.3.2	La microdureté Vickers (Hv)	70

Chapitre V – Résultats et discussion

V.1	Étude d'effet des traitements thermiques et thermomécaniques	72
V.1.1	La réponse d'alliage au durcissement	72
V.1.1.1	À deux températures (100 et 180°C)	72
V.1.1.2	Au cours des traitements thermomécaniques	73
V.1.2	Analyse calorimétrique et dilatométrique	74
V.1.2.1	État de trempe	74
V.1.2.2	Cas du cycle 1	77
V.1.2.3	Cas du cycle 2	81
V.1.2.4	Cas du cycle 3	85
V.1.3	Étude par diffraction des rayons X	86
V.1.3.1	Identification des phases	86
V.1.3.2	Analyse des profils de diffraction	91
V.1.4	Étude métallographique par MO et MEB	92

V.2	Étude d'effet du vieillissement au pic de dureté	100
V.2.1	Détermination du pic de dureté	100
V.2.2	Analyse calorimétrique et dilatométrique	101
V.2.2.1	État vieilli 12h à 180°C	101
V.2.2.2	Cas du cycle 1	103
V.2.2.3	Cas du cycle 2	105
V.2.2.4	Cas du cycle 3	107
V.2.3	Étude par diffraction des rayons X	108
V.2.3.1	Identification des phases	108
V.2.3.2	Analyse des profils de diffraction	110
V.2.4	Étude métallographique par MO et MEB	111
V.3	Étude d'effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur le frottement intérieur	116
V.3.1	État de trempe	116
V.3.2	Étude d'effet du traitement thermique (8h à 100°C)	117
V.3.3	Étude d'effet des cycles thermomécaniques	119
	Conclusion générale	122
	Bibliographie	124

Table des figures

Figure I.1	La variation de solubilité des éléments d'addition en fonction de température	18
Figure I.2	La résistance mécanique de quelques alliages de la série à l'état vieilli	19
Figure I.3	L'effet de Mg et Si en excès sur la limite de solubilité	20
Figure I.4	La variation d'enthalpie libre associée avec la germination en fonction du rayon du germe	23
Figure I.5	La courbe TTT de la série Al-Mg-Si	24
Figure I.6	Résumé de la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si . .	24
Figure I.7	Le réseau périodique généré dans les alliages Al-Mg-Si	25
Figure I.8	Une carte tomographique 3D des amas atomiques	26
Figure I.9	Illustration des zones GP à l'aide d'une carte tomographique 3D . .	27
Figure I.10	Image obtenue par MET à haute résolution des zones GP et leur modèle structurale	28
Figure I.11	Image obtenue par HREM montrant la structure du précipité β'' , avec une illustration de l'œil formé par les atomes de Mg et Si	28
Figure I.12	Caractéristiques de la phase β''	29
Figure I.13	Image obtenue par MET montrant le précipité β'	30
Figure I.14	Le modèle structural proposé du précipité β' et sa structure cristalline	30
Figure I.15	Illustration de la structure cristalline de la phase d'équilibre β	31
Figure I.16	La variation de température de mise en solution selon le type de l'alliage	34
Figure II.1	Structure typique de l'état déformé dans un alliage Al-2% Cu	37
Figure II.2	Illustration des mécanismes de la déformation d'un cristal	38
Figure II.3	Glissements des plans atomiques denses dans un monocristal au cours d'un essai de traction	39
Figure II.4	La progression d'une ligne de dislocation à travers les précipités . . .	42
Figure II.5	Le cisaillement du précipité	43
Figure II.6	Le contournement du précipité	43
Figure II.7	Les différentes étapes de restauration de l'état déformé	44

Figure II.8	La restauration des propriétés physiques et mécaniques au cours d'un recuit anisotherme de l'aluminium pur déformé 75%	45
Figure III.1	L'évolution du pic associé au frottement intérieur en fonction de $\omega \tau$.	53
Figure III.2	Représentation schématique de la dépendance en température du frottement intérieur	55
Figure III.3	Principaux types d'anomalies du frottement intérieur	56
Figure III.4	La dépendance du frottement intérieur dans l'acier en fonction de la température à plusieurs fréquences	57
Figure III.5	Principaux types d'anomalies du frottement intérieur	58
Figure IV.1	Représentation schématique des traitements thermiques et thermomécaniques appliqués dans la présente étude	63
Figure IV.2	Illustration du principe de mesure par DSC	64
Figure IV.3	Principe de mesure par dilatomètre à tige à poussoir	65
Figure IV.4	Représentation du principe de diffraction des rayons X	66
Figure IV.5	Principe de fonctionnement du MEB	68
Figure IV.6	Schéma illustrant le banc Metravib DMA+1000	69
Figure IV.7	Illustration de l'essai de microdureté Vickers	70
Figure V.1	Evolution des valeurs de la microdureté en fonction du temps et de la température du traitement thermique	72
Figure V.2	Évolution du durcissement de l'alliage durant les cycles thermomécaniques appliqués	73
Figure V.3	Courbe DSC de l'état de trempe obtenue au cours du chauffage . . .	74
Figure V.4	Courbes dilatométriques du chauffage et leurs dérivées de l'état de trempe	76
Figure V.5	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe et déformé à froid	77
Figure V.6	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe et déformé à froid	78
Figure V.7	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C	79
Figure V.8	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C	80
Figure V.9	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C	81

Figure V.10	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C	82
Figure V.11	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid	83
Figure V.12	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid	84
Figure V.13	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C	85
Figure V.14	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C	86
Figure V.15	Spectres de diffraction des rayons X de l'état de trempe	87
Figure V.16	Spectres de diffraction des rayons X du cycle 1	88
Figure V.17	Spectres de diffraction des rayons X du cycle 2	89
Figure V.18	Spectres de diffraction des rayons X du cycle 3	90
Figure V.19	L'évolution du paramètre cristallin pendant les différents cycles	91
Figure V.20	Micrographies de l'état de trempe	94
Figure V.21	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe	94
Figure V.22	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 001	94
Figure V.23	Micrographies de l'état de trempe et déformé à froid	95
Figure V.24	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et déformé à froid	95
Figure V.25	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 002	95
Figure V.26	Micrographies de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C	96
Figure V.27	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe	96
Figure V.28	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 003	96
Figure V.29	Micrographies de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C	97
Figure V.30	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et	97
Figure V.31	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 004	97
Figure V.32	Micrographies de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid	98

Figure V.33	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid	98
Figure V.34	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 005	98
Figure V.35	Micrographies de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C	99
Figure V.36	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C	99
Figure V.37	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 006	99
Figure V.38	La réponse des échantillons des différents cycles au durcissement à 180°C	100
Figure V.39	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, vieilli à la température du pic de dureté (21h à 180°C)	101
Figure V.40	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, vieilli à la température du pic de dureté (12h à 180°C)	102
Figure V.41	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 1, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	103
Figure V.42	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 1, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	104
Figure V.43	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 2, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	105
Figure V.44	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 2, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	106
Figure V.45	Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 3, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	107
Figure V.46	Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 3, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)	108
Figure V.47	Spectres de diffraction des rayons X des différents états vieillis à la température du pic de dureté	109
Figure V.48	La variation du paramètre cristallin après le vieillissement à la température du pic de dureté de chaque cycle	110
Figure V.49	Micrographies de l'état de trempe et vieilli à la température du pic de dureté	112
Figure V.50	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et vieilli à la température du pic de dureté	112
Figure V.51	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 007	112

Figure V.52	Micrographies de l'échantillon du cycle 1 vieilli à la température du pic de dureté	113
Figure V.53	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 1 vieilli à la température du pic de dureté	113
Figure V.54	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 008	113
Figure V.55	Micrographies de l'échantillon du cycle 2 vieilli à la température du pic de dureté	114
Figure V.56	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 2 vieilli à la température du pic de dureté	114
Figure V.57	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 009	114
Figure V.58	Micrographies de l'échantillon du cycle 3 vieilli à la température du pic de dureté	115
Figure V.59	Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 3 vieilli à la température du pic de dureté	115
Figure V.60	Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 010	115
Figure V.61	La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe	116
Figure V.62	La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C	118
Figure V.63	Modèle théorique proposé par Granato-Lücke	119
Figure V.64	La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe et déformé à froid	120
Figure V.65	La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid	121
Figure V.66	La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C	121

Liste des tableaux

Tableau. I.1	La désignation des états métallurgiques de base	21
Tableau. IV.1	La composition chimique de l'alliage étudié	62
Tableau. V.1	Les paramètres du pic P_1 pour chaque cycle thermomécanique . . .	120

Introduction générale

La nécessité d'améliorer la performance des matériaux industriels augmente sans cesse dans tous les secteurs industriels, ce qui motive les chercheurs et les ingénieurs à concevoir et développer de nouvelles techniques et de nouveaux procédés de traitements industriels afin de répondre aux exigences économiques, énergétiques et environnementales.

L'acier était le matériau prédominant dans l'industrie mécanique, nucléaire et aérospatiale, mais l'aluminium et ses alliages sont devenus de bons concurrents grâce à leurs propriétés particulières : la légèreté, la bonne résistance mécanique par rapport au poids, la ténacité et la résistance à la corrosion. Ils se prêtent facilement aux durcissements structuraux soit par ajout d'éléments d'addition, par écrouissage ou traitements thermiques. Cette dernière qualité est due à leur bonne trempabilité et à leurs basses températures de vieillissement.

Il est bien établi que les propriétés mécaniques des matériaux destinés à l'industrie sont étroitement liées à leurs microstructures. En effet, ces propriétés sont conditionnées par la taille et la distribution des précipités ainsi que la taille des grains.

La mise en forme des alliages d'aluminium s'accompagne systématiquement de déformation plastique. La majorité de la production d'aluminium est sous forme de produits plats (tôles, feuilles), dans lesquels plus de 85 % ont subi une opération de laminage. Pour des raisons de contrôle de qualité, ces opérations de mise en forme ne se limitent pas à l'ambiante, parfois elles s'opèrent à une température élevée où les phénomènes de restauration et de recristallisation sont efficaces.

La déformation plastique, après l'homogénéisation, durcit le matériau par l'introduction d'une forte densité de dislocations et par la création d'une solution solide sursaturée qui a un potentiel non seulement pour la précipitation mais aussi pour les processus de restauration et de recristallisation au cours du vieillissement à une température élevée. Le vieillissement des matériaux déformés, peut se produire dans des conditions isothermes ou anisothermes. Malgré le grand nombre de recherches académiques et industrielles et des résultats obtenus, l'interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation n'est

pas encore bien comprise, à cause des complications dues au chevauchement de ces processus durant le vieillissement. En plus, l'interaction entre ces processus durant le chauffage continu n'a pas été bien étudiée.

Durant leur fonctionnement en tant que matériaux de structure, les alliages d'aluminium, et particulièrement la série Al-Mg-Si sont soumis à des charges et contraintes statiques et périodiques, ce qui diminue leur fiabilité et limite leur utilisation au cours du temps d'utilisation. Grâce à leur légèreté qui pourrait également alléger la structure globale, une attention particulière est accordée aux propriétés d'amortissement des matériaux de structure surtout les alliages à base d'aluminium. Bien que le phénomène de précipitation offre un moyen possible d'améliorer le comportement d'amortissement en modifiant la microstructure à travers la formation d'une seconde phase, il reste toujours faible ce qui a incité les chercheurs à explorer la possibilité de l'améliorer en modifiant la microstructure à l'aide des traitements thermiques et thermomécaniques innovants.

Durant les dernières années, et pour une meilleure exploitation des alliages d'aluminium, plusieurs recherches scientifiques avaient pour but d'étudier et de comprendre le comportement et les transformations de phases qui apparaissent au cours de l'élaboration et de l'utilisation de ces alliages sous différentes conditions, ce qui est possible à réaliser à l'aide des différents appareils et instruments d'analyse et de caractérisation modernes.

L'objectif essentiel du présent travail est de mettre en évidence les particularités de la précipitation et des processus de restauration et de recristallisation, se produisant dans l'alliage Al6060 de la série Al-Mg-Si ainsi que sa réponse au durcissement après des traitements thermiques et thermomécaniques.

Le présent travail est organisé comme suit :

1. **Le premier chapitre** expose une revue bibliographique détaillée sur les alliages d'aluminium en général et ceux de la série 6000 en particulier, concernant la cinétique de précipitation et de dissolution des phases ainsi que les traitements thermiques spécifiques appliqués à ces alliages.
2. Dans **le second chapitre** est présentée une revue bibliographique détaillée sur le processus de la déformation plastique, et les phénomènes de restauration et de recristallisation ainsi que l'interaction entre ces processus.
3. Dans **le troisième chapitre** on se focalise sur l'étude des effets anélastique par la le frottement intérieur et sa relation avec la précipitation ainsi que sa sensibilité à la déformation plastique dans les alliages à base d'aluminium.

4. Dans **le quatrième chapitre**, les différentes techniques expérimentales utilisées sont introduites d'un point de vue théorique et expérimental. Le matériau étudié ainsi que les différents traitements thermiques et thermomécaniques appliqués et la description des méthodes expérimentales utilisées sont aussi présentés.
5. **Le dernier chapitre** rassemble les résultats obtenus et leurs interprétations.

Enfin, les chapitres sont précédés par une introduction générale et suivis d'une conclusion générale.

Première partie

Synthèse bibliographique

Chapitre

I

Phénomènes de précipitation
dans les alliages Al-Mg-Si

I.1 Les alliages d'aluminium

I.1.1 Généralités

L'aluminium, métal non ferreux le plus abondant dans la terre, possède des caractéristiques mécaniques faibles à l'état pur ($R_e = 10$ MPa, $A = 70\%$). Cependant, l'intérêt suscité par sa légèreté a conduit les métallurgistes à disposer de plusieurs méthodes consistant à créer des obstacles qui s'opposent au déplacement des dislocations existantes telles que l'affinement du grain, la déformation plastique ou l'addition d'éléments insolubles à basse température. La différence entre les paramètres cristallins des éléments insolubles et la matrice d'aluminium provoque une solubilité limitée, car il n'y a pas de transition continue d'une structure à l'autre. La possibilité de se lier chimiquement entre ces éléments mène à la formation des composés avec une stœchiométrie définie dans la matrice mère [1]. La variation importante de solubilité en fonction de la température présentée dans la figure I.1, est l'une des caractéristiques fondamentales qui affecte les propriétés mécaniques grâce à la formation des phases de transition [2].

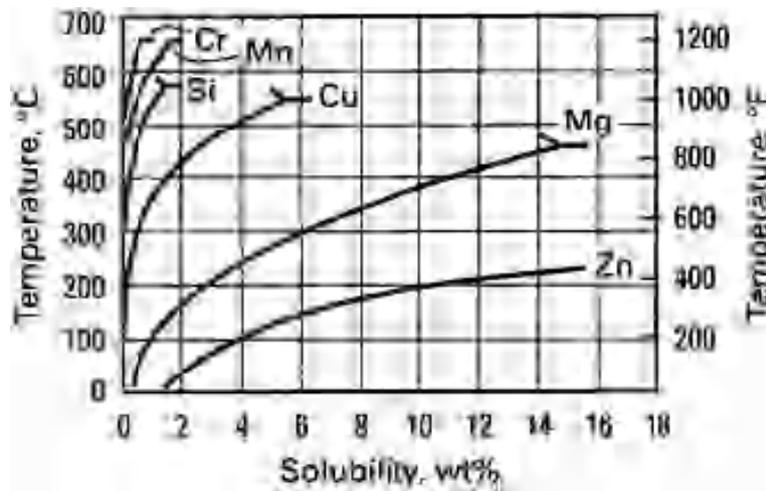


Figure I.1 La variation de solubilité des éléments d'addition en fonction de température [2]

L'ajout d'autres éléments donne lieu à la naissance des alliages d'aluminium qui sont divisés selon le procédé d'élaboration en deux groupes : fonderie (moulage) et corroyage (laminage, filage,...). Ce dernier est classé en séries (1 à 7) selon leurs éléments de l'alliage principaux :

- Alliages à durcissement par écrouissage (1xxx, 3xxx, 4xxx, 5xxx).
- Alliages à durcissement structural (2xxx, 6xxx, 7xxx).

I.1.2 Les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si)

Ce sont les alliages de la série qui se forme par l'addition des éléments de Mg et Si. Cette série présente une large gamme d'utilisation dans différents domaines industriels (automobile, aéronautique, navale, nucléaire,...). Elle a des caractéristiques mécaniques inférieures à celles des séries 2xxx et 7xxx. La résistance mécanique de quelques alliages de la série qui peut être atteinte à l'état vieilli est représentée dans la figure I.2 [3].

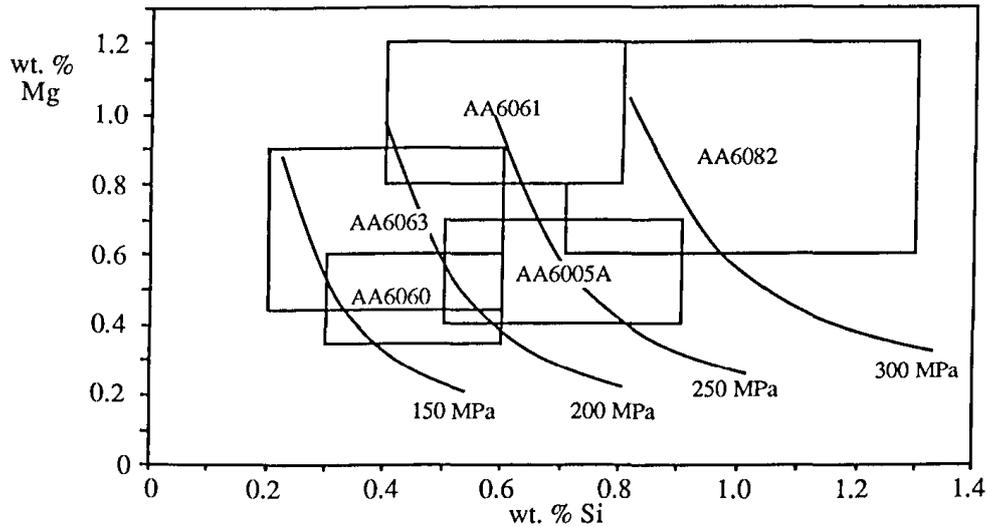


Figure I.2 La résistance mécanique de quelques alliages de la série à l'état vieilli [3]

Selon le rapport $\frac{\text{Mg}}{\text{Si}}$, les alliages de la série 6000 peuvent être divisés en deux groupes [4] :

- Le premier groupe comprend des alliages contenant des quantités équilibrées de Mg et Si jusqu'à 0.8% et 0.6% respectivement ; ces alliages possèdent des caractéristiques mécaniques moins faibles et présentent un bon comportement aux opérations de mise en forme, particulièrement les alliages 6060 et 6063 ;
- Le deuxième groupe contient un excès du Si jusqu'à 1.4% tels que 6005A et 6082 ; il développe une résistance plus élevée après un vieillissement qui est dans certains cas due à l'ajout du Cu (6061) qui a un effet préjudiciable sur la résistance à la corrosion [3].

Plusieurs d'alliages ne sont pas équilibrés à cause de l'excès en Mg et/ou Si. À faible quantité de Mg, le Si se présente sous forme des particules libres, qui, en augmentant, provoque la formation des précipités Mg_2Si et Si [5]. Wright [6] a suggéré que l'excès en Mg réduit

la solubilité maximale de Mg_2Si sans affecter sensiblement la température de la solubilité maximale (la figure I.3). Le Si en excès abaisse la température de la solubilité maximale et réduit également la solubilité maximale du solide. Selon Wade [7], le Si en excès augmente la solubilité de Mg_2Si dans l'intervalle des basses températures.

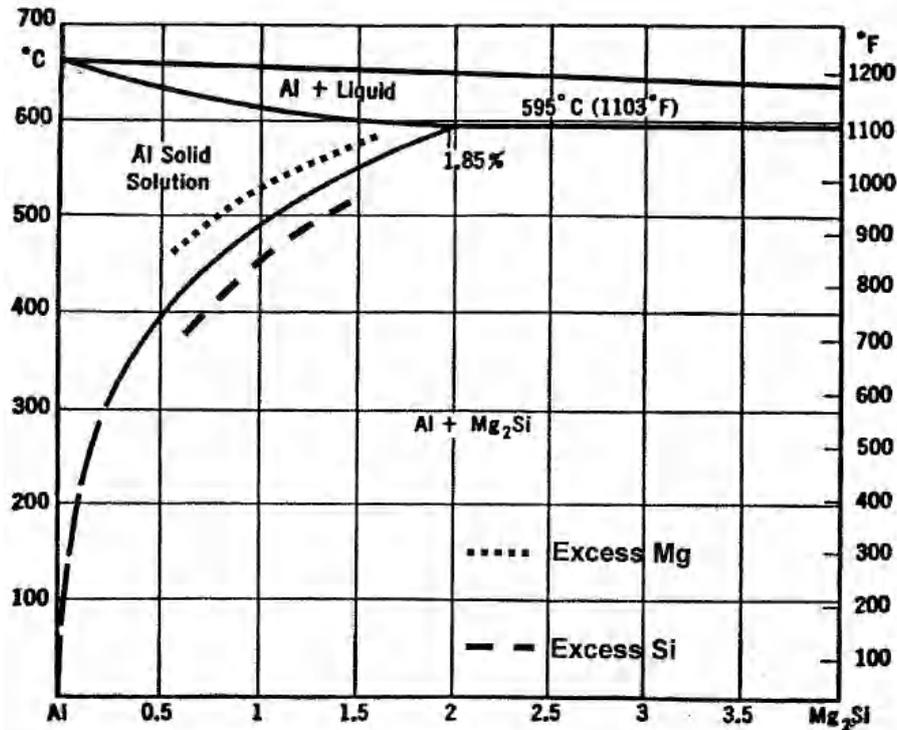


Figure I.3 L'effet de Mg et Si en excès sur la limite de solubilité [7]

La quantité de Mg_2Si dans l'alliage dépend de la quantité élémentaire de Mg et de Si. Le pourcentage de poids est déterminé à partir de la composition chimique de l'alliage en utilisant le rapport stœchiométrique comme ci-dessous [8] :

$$Si\%_{\text{Requis}} \text{ pour former } Mg_2Si = \frac{Mg}{1.73} \quad (I.1)$$

La quantité de Si en excès permet au Fe et au Mn de se combiner avec Si et Al en créant une nouvelle phase $Al(Fe,Mn)Si$ ce qu'il réduit la quantité nécessaire de former Mg_2Si [8,9], alors :

$$Si\%_{\text{Disponible}} \text{ pour former } Mg_2Si = Si\% - \frac{1}{4} (Fe + Mn) \quad (I.2)$$

$$Si\%_{\text{En excès}} = Si\%_{\text{Disponible}} \text{ pour former } Mg_2Si - Si\%_{\text{Requis}} \text{ pour former } Mg_2Si \quad (I.3)$$

I.1.3 La désignation des états métallurgiques

La spécification de l'alliage d'aluminium n'est pas complète sans mentionner son état métallurgique. Elle est mentionnée par une lettre suivie par un ou plusieurs chiffres où le premier chiffre indique le cycle du traitement et les chiffres suivants précisent les variantes possibles du cycle. Le tableau I.1 résume les différents états métallurgiques.

Tableau (I.1) La désignation des états métallurgiques de base

État	Symbole	
Brut	F	Sans moyen de contrôle particulier
Recuit	O	O1 Recuit à haute température et refroidi lentement
		O2 Soumis à un traitement thermomécanique
		O3 Homogénéisé
Écroui	H	Déformé plastiquement sans traitement thermique supplémentaire
Mise en solution	W	C'est le cas de trempe. Il décrit un état instable s'applique aux alliages qui vieillissent spontanément
Traité thermiquement	T	S'applique aux produits traités thermiquement pour obtenir un état stable avec ou sans écrouissage

Les états F et O n'ont pas de subdivision. Les états H et T sont définis de façon plus précise par des chiffres complémentaires. Pour l'état T, les traitements les plus répandus sont ;

- T4 : Mise en solution + trempe + maturation
- T6 : Mise en solution + trempe + revenu
- T8 : Mise en solution + écroui + revenu

I.2 La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

I.2.1 Le phénomène de précipitation

Le durcissement structural dans ces alliages s'explique par la précipitation des solutés sous forme des composés pendant le traitement thermique. Ce phénomène est un processus métallurgique qui se produit dans plusieurs matériaux, et qui correspond à une transformation

contrôlée par la diffusion à l'état solide avec une augmentation du nombre de phases dans laquelle la solution sursaturée est décomposée en matrice mère et une phase riche en solutés. La précipitation implique trois processus clés : *la germination*, *la croissance* et *la coalescence*. Elle dépend fortement des paramètres thermodynamiques (limite de solubilité) et les cinétiques du système de l'alliage (la diffusivité des éléments de l'alliage) [10], ainsi que le siège où elle s'opère dans laquelle on note des régions à diffusivité plus élevée que la matrice mère (les joints du grain et la dislocation) [11].

La théorie de la germination et de la croissance tient compte du fait qu'une barrière de l'énergie doit être franchie afin que les germes puissent se stabiliser. Cette barrière de l'énergie résulte du compromis entre les facteurs qui seront discutés dans le prochain paragraphe. La germination s'effectue par la diffusion des atomes afin de former une région riche en solutés appelée « amas atomiques ». En présence de lacunes en sursaturation, la croissance des amas atomiques se produit par des fluctuations vers une taille critique de nucléation [12], associée avec un changement de l'énergie libre ΔG , la résultante de la contribution simultanée de trois (03) énergies motrices [11, 12] : ΔG_V qui représente l'énergie libre par unité de volume (V) de formation du germe, γ est l'énergie libre par unité d'aire (A) d'interface matrice/germe, et ΔG_d est l'énergie libre de distorsion due à l'incohérence du germe.

$$\Delta G = -V \cdot \Delta G_V + A \cdot \gamma + V \cdot \Delta G_d \quad (\text{I.4})$$

Généralement ΔG_d est négligeable à cause de sa faible contribution au début de germination. En tenant compte du fait que le germe a une forme sphérique d'un rayon r , la relation précédente peut s'écrire comme suit ;

$$\Delta G = -\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_V + 4 \pi r^2 \gamma \quad (\text{I.5})$$

La figure I.4 montre le changement de l'énergie libre ΔG en fonction de la taille du germe ; elle présente un maximum $\Delta G = \Delta G^*$ pour le rayon critique r^* . Lorsque la taille du germe est supérieure à la taille critique, l'influence de l'énergie libre d'interface est minimisée et la croissance peut commencer. En réalité, la germination est presque toujours hétérogène [11] car elle se produit préférentiellement aux sites non équilibrés (lacunes, dislocations, joints de grains, fautes d'empilement), qui abaissent l'énergie libre de germination (ΔG^*) [11].

Dans la séquence de précipitation, les phases métastables se forment initialement au lieu de la phase d'équilibre, vu que cette dernière est limitée à cause de son énergie d'interface

élevée [12]. La phase d'équilibre a généralement une énergie d'interface élevée à cause de la discontinuité d'interface matrice/germe, tandis que les phases métastables ont des interfaces semi-cohérentes (ou cohérentes). Elles ont une énergie d'interface plus faible et la barrière de l'énergie peut être surmontée facilement. À haute température, la précipitation est accélérée grâce à l'amélioration de la diffusivité atomique et les précipités se développent jusqu'à la formation de la phase d'équilibre qui a une énergie libre de volume assez grande pour la stabiliser.

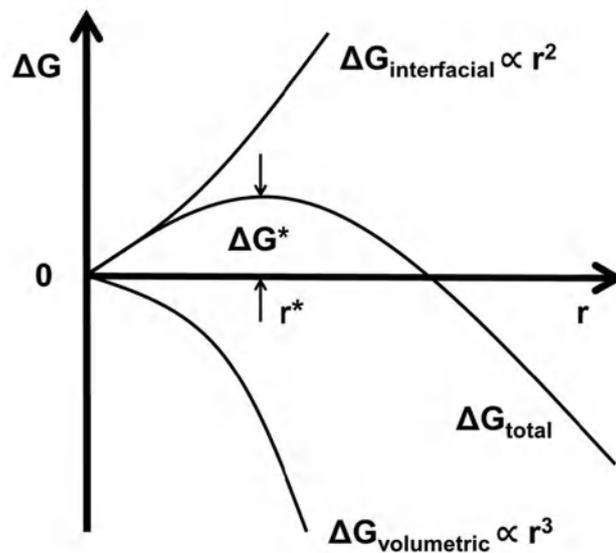


Figure I.4 La variation d'enthalpie libre associée avec la germination en fonction du rayon du germe [11]

I.2.2 La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

Le phénomène de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si dispose d'un grand nombre de possibilité de phases métastables lors de la décomposition de la solution solide sursaturée. Selon la littérature, la diversité des phases formées est due essentiellement à la composition de l'alliage et son histoire thermique. D'autre part ces phases ont des structures idéales, alors qu'en réalité, il y a toujours une variation dans la composition qui contient une certaine fraction d'aluminium [13].

Dans les premiers stades de précipitation comme il est montré dans la figure I.5 [14], les atomes de solutés Mg et Si commencent à former les amas. À cause de sa faible solubilité dans Al, Si diffuse rapidement en formant des amas riches en Si. Au cours du chauffage, les solutés Si et Mg diffusent en amas riches en Si et par conséquent, un co-amas Mg/Si se produit [15].

Plus tard, les zones GP se forment à partir des amas Mg/Si. Au début, ces zones se présentent sous forme sphérique [16], puis des aiguilles cohérentes avec la matrice [17]. Par la suite, le précipité β'' se forme sous forme d'aiguille, cohérente le long de la direction d'aiguille et semi-cohérente dans la direction perpendiculaire [18]. Un survieillissement provoque la formation des précipités semi-cohérents β' sous forme de bâtonnets [19,20]. Ce précipité peut coexister avec d'autres, nommés U1 (type A), U2 (type B) et B' (type C) [21]. Une autre phase a été proposée théoriquement U3 mais n'est pas encore observée expérimentalement [22]. À haute température, au dernier stade de précipitation la phase β précipite sous forme de plaquettes incohérentes avec la matrice [15,22–24].

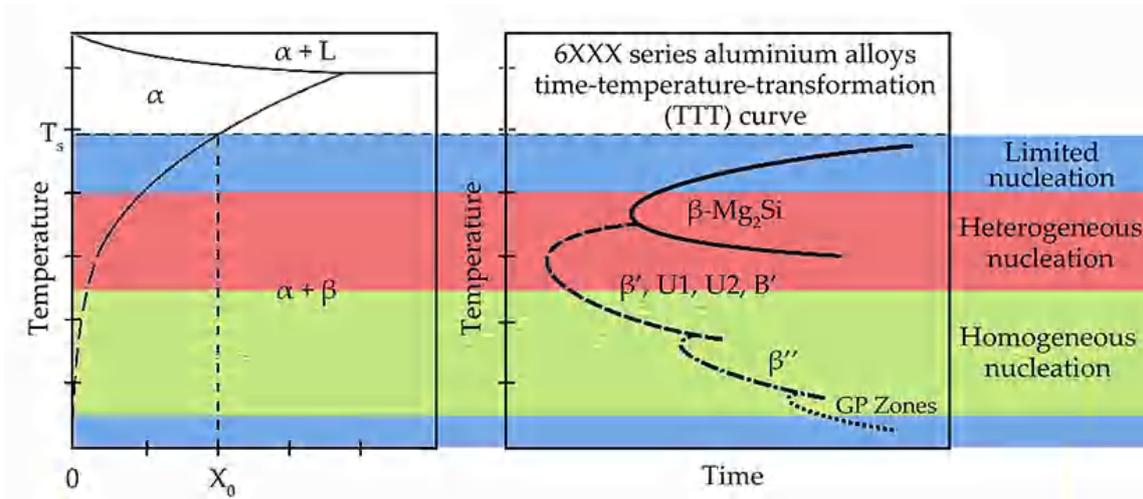


Figure I.5 La courbe TTT de la série Al-Mg-Si [14]

Banhart *et al.* [25] ont résumé la séquence des phases susceptibles de se former durant le phénomène de précipitation comme il est montré dans la figure I.6.

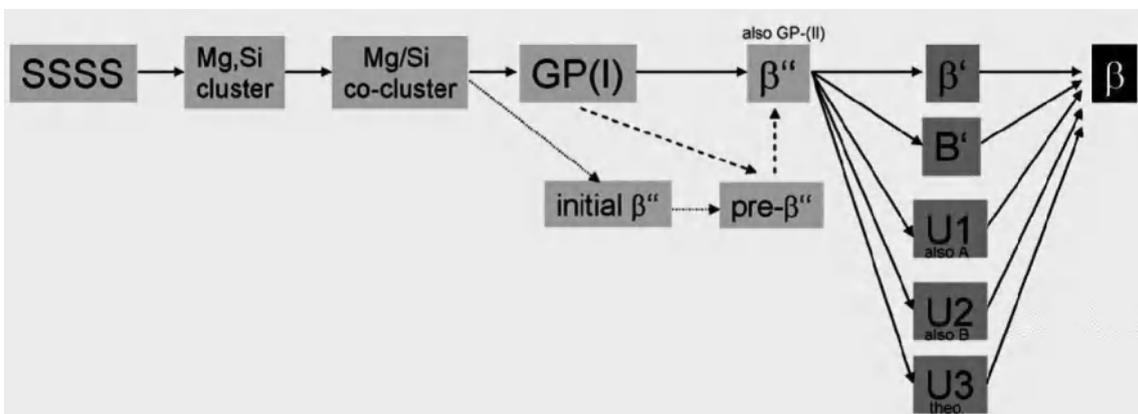


Figure I.6 Résumé de la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si [25]

I.2.2.1 Les différentes phases constitutives

Grâce à l'utilisation des techniques d'analyse avancées, l'évolution de la puissance des calculateurs et à l'aide des résultats expérimentaux et théoriques [17, 19, 24, 26–30], la plupart des précipités ont été identifiés avec leurs compositions chimiques. L'obtention des informations complètes reste difficile à cause de la petite taille des précipités et leurs morphologies semblables.

Il a été constaté que les précipités métastables sont connectés périodiquement par un réseau périodique de colonnes atomiques de Si à base hexagonale (la figure I.7), parallèles à la direction principale de croissance des précipités [21, 31–35], avec la distance entre les colonnes $a = b \approx 0.4$ nm. La périodicité de la sous-structure $c = 0,405$ nm où c représente l'axe parallèle à la direction de croissance [21]. La sous-structure est pratiquement parfaite et cohérente pour tous les précipités, sauf pour β'' où il y a une distorsion [21].

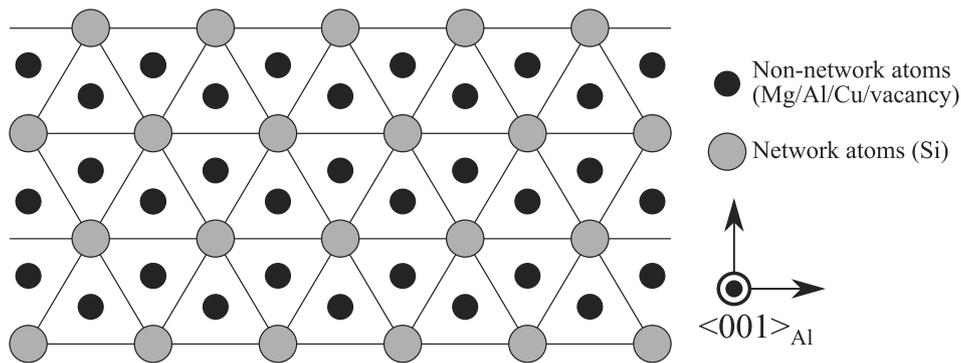


Figure I.7 Le réseau périodique généré dans les alliages Al-Mg-Si [31]

a. Les amas atomiques (les clusters)

Les amas atomiques se forment à partir de la solution solide sursaturée [15, 25, 36]. La formation des amas atomiques a été proposée par Pashley [37] et confirmée par les résultats obtenus ultérieurement [37, 38] afin d'expliquer l'effet négatif du vieillissement naturel sur la précipitation. La première observation directe de formation des amas est rapportée par Edwards *et al.* [15, 39], en utilisant l'APFIM (*Atom Probe Field Ion Microscopy*), qui révèle l'existence de trois types d'amas : amas atomiques de Mg, amas atomiques de Si et co-amas atomiques de Si/Mg.

Selon Marioara *et al.* [17], l'observation des amas atomiques de Si et de Mg par le MET conventionnel est difficile à cause de leurs petits nombres (2 à 30 atomes) et leurs formes irrégulières, tandis que les co-amas qui ont une forme sphérique [16] contenant 30 à 100

atomes peuvent être observés grâce à la distorsion autour d'eux [17]. La formation des amas et co-amas atomiques durant un vieillissement artificiel donne un pic autour de 80°C où cette formation ne se fait pas simultanément [15, 30, 40–42]. Ils suggèrent qu'une maturation et/ou un chauffage à température inférieure à 100°C mènerait à la dissolution d'amas de Mg et ensuite la formation des co-amas Si/Mg. D'autre part, Røyset *et al.* [43] ont indiqué que ce processus peut avoir lieu à basse température jusqu'à -40°C.

La cinétique et les effets dus à la formation des co-amas atomiques peuvent être quantifiés en utilisant différentes techniques telles que la microdureté Vickers [44, 45], la résistivité électrique [46, 47], la DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) [47, 48] et la PAS (*Positron Annihilation Spectroscopy*) [49]. En utilisant l'APT (*Atom-Probe Tomography*) [42, 50, 51], la morphologie des amas a été révélée comme il est illustré dans la figure I.8. Il est intéressant de noter que l'effet négatif sur le durcissement causé par le vieillissement naturel (durant le stockage avant le traitement du durcissement maximal T6) est dû essentiellement à la formation des co-amas atomiques de Si/Mg. Selon de précédents travaux [22, 30, 40], les co-amas servent comme des sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β'' , nommé «*initial- β''* ». Le rapport Mg :Si dans les amas et les co-amas a une valeur proche de 1 [15, 39].



Figure I.8 Une carte tomographique 3D obtenue après un vieillissement à 100°C (en haut), les amas atomiques Si et Mg après l'extraction par MSM (*Maximum Separation Method*), Mg en vert et Si en mauve (en bas) [50]

b. Les zones GP (Guinier-Preston)

Les zones GP sont les premiers à se former [52]. La diffusion associée à leur formation implique le mouvement des atomes sur des distances relativement courtes, assistée par la

substitution avec les lacunes retenues après la trempe [10]. Contrairement aux co-amas atomiques, les zones GP contiennent plus d'atomes de solutés, et elles sont très finement dispersées, leur densité étant de l'ordre de 10^5 jusqu'à 10^6 particules par μm^3 [28, 53]. Thermiquement, les zones GP sont plus stables, contrairement à ce qui est remarqué dans le cas des amas et les co-amas atomiques, à cause du fait qu'elles gardent le même axe d'évolution que les précipités β'' (la figure I.9), où elles apparaissent sur le réseau hexagonal périodique généré par les atomes Si qui assure une stabilité structurale [53].

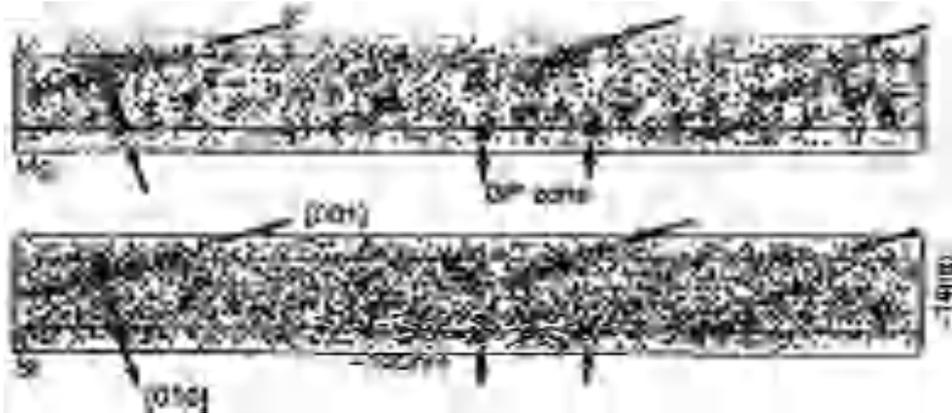


Figure I.9 Illustration des zones GP à l'aide d'une carte tomographique 3D [54]

Les zones GP occupent un volume relativement plus large que les co-amas, ce qui facilite leur étude par la microscopie électronique à transmission. Malgré qu'elles conservent la structure de la matrice avec laquelle elles sont cohérentes, elles engendrent une distorsion appréciable autour d'elles, ce qui mène à un contraste distinct sur le MET à haute résolution (la figure I.10) [31, 52]. À l'aide des résultats obtenus, Matsuda *et al* [26] ont proposé un modèle idéal d'une structure de type $L1_0$ sous forme de couches plates ayant des rangées alternées d'atomes de Si et Mg le long des plans (100) de la matrice (la figure I.10).

Dans la littérature, il y a toujours une ambiguïté sur le terme « zones GP ». Edwards *et al.* [15] ont proposé l'existence de deux types de zones GP : I et II.

- **GP I.** Ce sont des particules sphériques et cohérentes ayant une taille de $1 \sim 3$ nm, qui se forment initialement après les amas atomiques [16].
- **GP II.** Elles sont considérées comme les zones GP les plus développées. Ce terme est utilisé pour les particules cohérentes sous forme d'aiguilles, à partir desquelles la phase β'' évolue [17]. Pour cela, elles prennent l'appellation « pré- β'' » et possèdent une composition de $(\text{Al}+\text{Mg})_5\text{Si}_6$, où les atomes Al seront remplacés par Mg et Si lors d'un recuit [17].

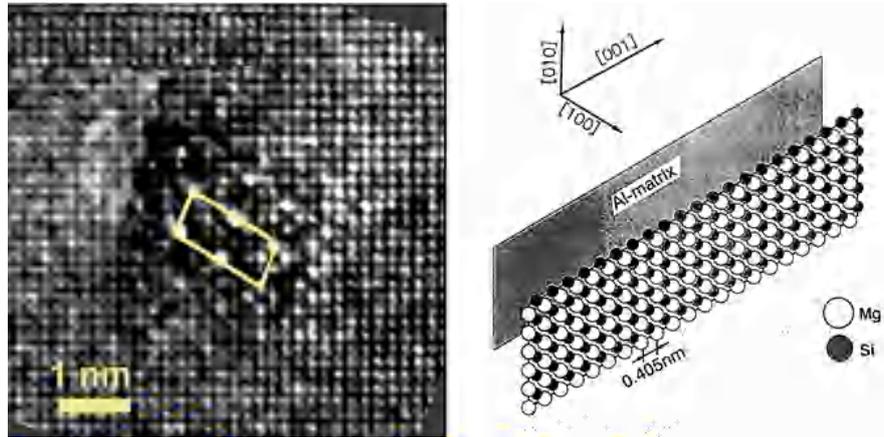


Figure I.10 Image obtenue par MET à haute résolution des zones GP et leur modèle structurale [26, 31]

c. La phase métastable β''

La précipitation de la phase β'' a fait l'objet d'études approfondies. Elle est la phase responsable du durcissement important dans les alliages Al-Mg-Si à l'état T6 [28], à cause de la haute densité des particules formées (10^4 particules par μm^3) [55], qui provoque un champ de contrainte important. Celui-ci rend difficile le mouvement des dislocations. Selon des travaux récents [36, 48, 56, 57], la phase β'' se forme suite à un vieillissement à haute température en donnant un pic exothermique entre 125°C et 220°C . Elle se forme par une nucléation directe des zones GP II (*pre- β''*), car cette dernière a une structure proche de β'' en perdant des atomes d'aluminium au profit d'atomes de magnésium [17, 22].

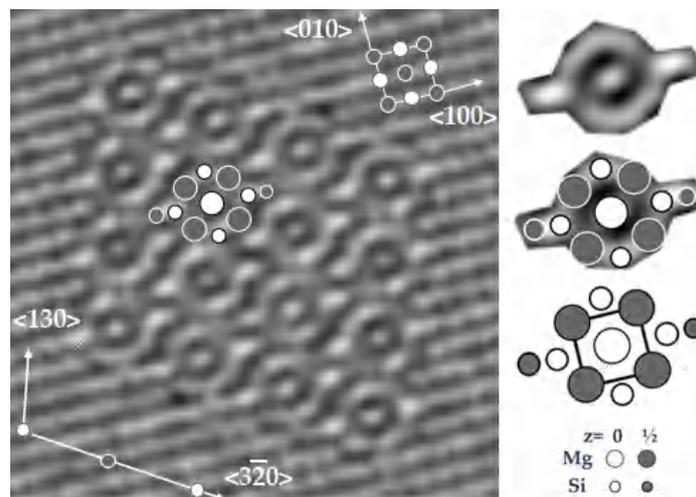


Figure I.11 Image obtenue par HREM montrant la structure du précipité β'' , avec une illustration de l'œil formé par les atomes de Mg et Si [13]

La phase β'' conserve une morphologie similaire à celle des zones GP, en se formant ainsi en aiguilles de dimensions $4 \times 4 \times 50 \text{ nm}^3$, suivant l'axe de croissance $a \langle 100 \rangle$ [28]. L'utilisation de la microscopie électronique à haute résolution a apporté des images montrant les colonnes atomiques au cœur des précipités (la figure I.11) ainsi que mène à la construction d'un modèle structurale à travers les résultats publiés par Anderson *et al.* [30]. L'ensemble des atomes de Mg regroupés forme une structure distincte désignée comme un œil.

La littérature s'accorde à présent autour d'une structure monoclinique à base centrée [18, 28, 55, 57–60], et de paramètres de maille $a = 1.516 \text{ nm}$, $b = 0.405 \text{ nm}$, $c = 0.674 \text{ nm}$, et $\beta = 105^\circ$ [28]. Elle consiste en une cellule élémentaire contenant deux fois le motif Mg_5Si_6 [28], dont la représentation est en figure I.12. Le rapport stœchiométrique Mg : Si du précipité est de $\frac{5}{6}$ pour une structure parfaite [28], alors que pour une structure contenant des atomes d'aluminium ce rapport varie de 1 à 1.7 [38, 61].

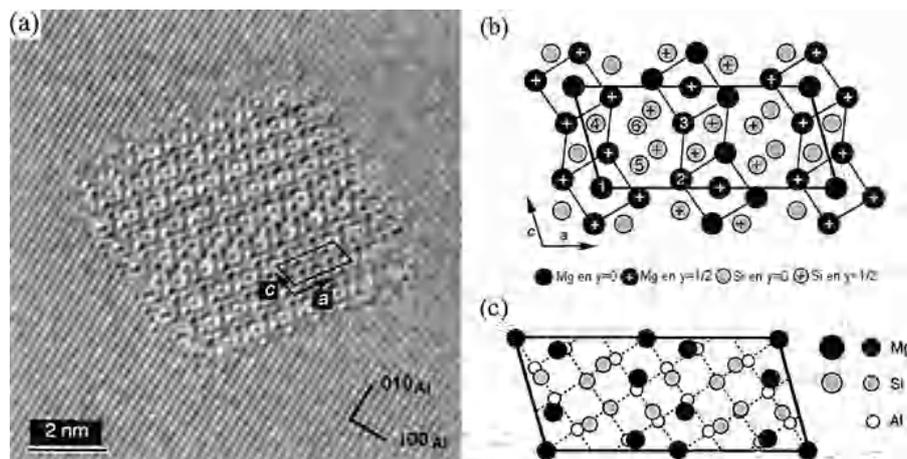


Figure I.12 Caractéristiques de la phase β'' : (a) Image à haute résolution reconstruite (exit wave reconstruction), (b) représentation schématique du β'' observé le long de l'axe b [62], et (c) superposition des atomes de du β'' sur la maille de la matrice d'aluminium [27]

d. La phase métastable β'

La phase β' est la phase dominante sous condition de survieillissement. Sa formation donne un pic exothermique autour de 290°C sur la DSC [36, 56]. Elle se présente sous forme de bâtonnets d'environ 10 nm de diamètre alignés le long de la direction $\langle 100 \rangle$ de la matrice (la figure I.13) [20, 29, 63]. Elle occupe un volume plus important ($10 \times 10 \times 500 \text{ nm}$) que la phase β'' . Elle est parfaitement cohérente avec la matrice suivant la direction $\langle 001 \rangle$.

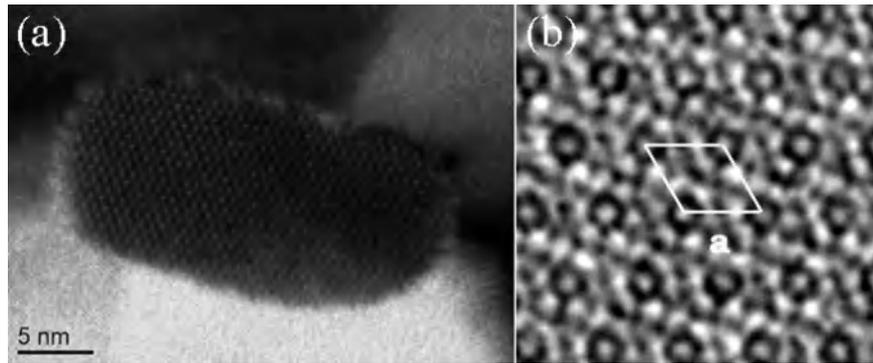


Figure I.13 (a) Image obtenue par MET montrant le précipité β' , (b) la structure du précipité après la reconstruction de l'image [29]

La structure cristalline de la phase β' a été bien déterminée. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres ($a = 0.715 \text{ nm}$; $c = 1.215 \text{ nm}$) et une stœchiométrie Mg_9Si_5 (la figure I.14) [29].

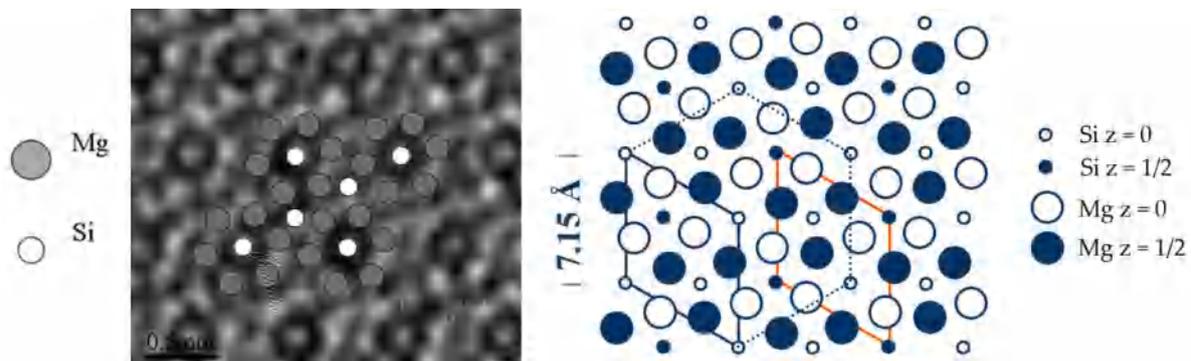


Figure I.14 Le modèle structural proposé du précipité β' et sa structure cristalline [29]

À l'aide de microanalyse X (EDS), le rapport stœchiométrique Mg: Si de la phase métastable β' a été déterminé et est égal à 1.68 [15, 28, 58]. D'autres études faites à l'aide du MET [19, 20, 64], ont rapporté l'apparition d'autres types de précipités métastables notés B', U1 et U2 (aussi appelés type A, type B et type C) qui pouvaient coexister avec β' . B' précipite sous forme de bâtonnets hexagonaux semi-cohérentes que l'on trouve souvent sur les dislocations. U1 est une phase riche en Si et appartient aux structures ioniques de type Zintl du groupe d'espace $P3m1$, tandis que le précipité U2 a une structure orthorhombique avec le groupe d'espace $Pnma$.

e. La phase d'équilibre β

Le précipité β est la dernière phase de la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si. La nucléation de cette phase se fait après la dissolution de la phase métastable β' et ne

correspond pas à la transformation de cette dernière. Ceci peut être argumenté par le fait que ces deux phases ont des structures cristallographiques entièrement différentes [65]. Elle précipite sous forme de plaquettes de quelques micromètres d'une structure CFC de type anti-fluorite (anti CaF_2) [24, 29] avec un paramètre de maille $a = 0.639 \text{ nm}$ [29], comme il est montré dans la figure I.15 [66]. Le précipité β ne contient pas d'aluminium et sa composition chimique est Mg_2Si . Cette phase, bien que possédant des relations d'orientations avec la matrice (le plan (001) du précipité parallèle au plan (100) de la matrice) [67], est totalement incohérente.

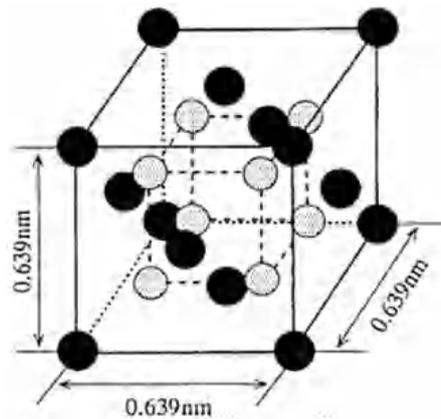


Figure I.15 Illustration de la structure cristalline de la phase d'équilibre β [66]

I.2.2.2 L'influence de la composition d'alliage

Les alliages Al-Mg-Si sont bien connus grâce à leur diversité d'utilisation industrielle. Ces alliages ne sont pas limités par l'addition des éléments de durcissement (Mg, Si), mais par d'autres éléments dits secondaires afin d'améliorer certaines propriétés, sans aucun effet sur la séquence précipitation. Pour cette raison, ils sont dits *des alliages industriels*. Ces éléments sont présents en quantité importante ($0.2 \sim 0.8\%$) comme le cas du fer et manganèse. Leur faible solubilité et diffusivité dans l'aluminium à l'état solide provoquent leur dispersion à l'état brut de coulée sous forme de AlMnSi , AlFeSi ou Al(Fe,Mn)Si . La présence de ces dispersoïdes trouve son intérêt dans le contrôle du grossissement des grains par le blocage de leur mouvement [5]. Aussi, ils retardent la processus de recristallisation des produits lors de leur mise en solution, ou leur mise en forme, ce qui permet d'obtenir une texture fibrée non recristallisée [68].

L'existence de ces phases ne dépend pas uniquement de la composition chimique de l'alliage, mais aussi de leur historique thermique et mécanique qui agissent considérablement

sur leur forme et leur nature. D'autres éléments peuvent être présents sous forme de traces mais ils n'en sont pas moins actifs, comme le titane et le zirconium. Ils permettent d'affiner le grain et de supprimer le phénomène de surfusion lors de la coulée de l'alliage [69].

a. L'effet de Si en excès

Il est courant dans la littérature de se référer à la stœchiométrie de la phase stable β -Mg₂Si pour caractériser les concentrations relatives en Mg et en Si. L'alliage dont le rapport Mg : Si est égal à 2 est dit « *stœchiométrique* », puisque la phase stable a un rapport Mg : Si égal à 2. Pour des alliages ayant un rapport supérieur à 2, un excès en magnésium est observé. Ces alliages sont peu étudiés, vu que les études concernant le durcissement structural cherchent en général à obtenir au pic de dureté une microstructure correspondant à une dispersion fine de précipités durcissant. Cela n'est pas le cas idéal où la présence de Mg favorise l'apparition de la phase stable au dépend des phases métastables plus intéressantes du point de vue des propriétés mécaniques [70]. D'autre part, les alliages dont les compositions nominales correspondent à un rapport inférieur à 2 sont considérés comme « *en excès de silicium* ».

Des nombreux alliages de la série Al-Mg-Si contiennent un excès de Si au-dessus de la quantité requise pour former β -Mg₂Si, pour améliorer l'aptitude au durcissement structural dans les états T4 et T6, en accélérant la réponse de l'alliage au durcissement au départ [71]. Ces améliorations sont provoquées par la précipitation accélérée des fins précipités β'' distribués uniformément [20, 71]. Certaines études [58, 72] ont conclu que la présence de Si en excès n'a aucune influence sur la structure et les paramètres cristallins des phases métastables, mais elle résulte dans la modification de la composition et la densité de ces phases [72–74]. De plus, sa présence en excès modifie la séquence de précipitation en favorisant la formation des autres phases métastables riches en Si qui ne contribuent pas dans le durcissement [57, 73, 74]. Cela signifie que le silicium en excès doit par la suite former des précipités [75–77], observés le long des précipités β [74, 78] qui donnent un pic autour de 330°C [56].

Segalowicz *et al.* [79] ont reporté la présence de β'' au pic du vieillissement avec une autre phase métastable d'une forme lattée désignée β''_d qui précipite préférentiellement aux dislocations et qui sera remplacée par une autre phase métastable désignée M [79], ou le type C [80], sous conditions de survieillessement, qui a les mêmes paramètres cristallins, structure et morphologie que le précipité Q'.

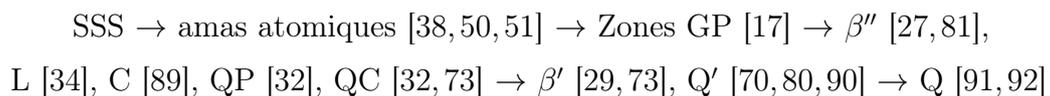
SSS \rightarrow Les amas atomiques \rightarrow Les zones GP [5, 17] \rightarrow β'' [28, 81]
 \rightarrow β' [29], U1 (type A) [21], U2 (type B) [36], B' (type C) [82] \rightarrow β , Si

Le rapport Mg : Si joue un rôle crucial dans la séquence de précipitation. L'excès en Si réduit ce rapport dans le domaine des phases durcissantes (zones GP et β''), résultant d'un taux élevé de diffusion et par conséquent, un durcissement important. Dans le cas d'un durcissement maximal, ce rapport est loin de 1 pour les alliages équilibrés, alors qu'il atteint une valeur supérieure à 1 pour les alliages riche en éléments de l'alliage (6082 et 6061) [83]. Comme le Si en excès favorise la formation des précipités métastables *post- β''* , le pic de dureté devient moins stable, à cause d'une déstabilisation plus rapide de la phase β'' [83].

b. L'effet d'addition de Cu

L'une des caractéristiques de l'aluminium qui l'a rendu largement utilisé dans l'industrie est son aptitude au recyclage. Environ 75% d'aluminium produit depuis 1880 est encore en utilisation aujourd'hui, après réutilisation [84]. Au cours du processus de recyclage, il est courant de trouver des traces d'autres éléments tels que le cuivre, où sa présence a attiré beaucoup d'attention en raison de son effet remarquable.

Le cuivre est un élément qui améliore le durcissement en accélérant la cinétique de précipitation lors d'un vieillissement artificiel, grâce à l'augmentation remarquable de la densité et la fraction volumique des précipités. Il entraîne également un effet positif sur la réponse de l'alliage au durcissement par vieillissement, en éliminant la détérioration causée par le vieillissement naturel à travers la réduction du taux de migration des atomes de Mg et de Si, ce qui retarde la formation d'amas Si/Mg à l'ambiante, et conduit à une sursaturation de β -Mg₂Si, résultant en une force motrice très importante pour la précipitation à la température du vieillissement artificiel [85]. Au contraire, pour des additions jusqu'à 0.1% [86–88], le cuivre peut provoquer une corrosion intergranulaire. Pour des quantités supérieures ou égales à 0.4%, l'ajout du cuivre aux alliages Al-Mg-Si change fortement la séquence de précipitation comme suit [34, 70] :



Il s'est avéré que le cuivre ne remplace pas les sites Al et Si dans le précipité uniquement, mais également il occupe les sites aux interfaces précipité/matrice [93, 94]. La redistribution des solutés supprime la formation de la phase β -Mg₂Si et tend vers la formation des différents types de précipités, L, C, QP et QC à l'état T6 et Q' à l'état de survieillessement. Ces

précipités sont moins cohérents que β'' et peuvent être observés simultanément pour des conditions du vieillissement prédéterminées.

I.3 Le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si

Le système Al-Mg-Si est l'un des systèmes susceptibles à traiter thermiquement grâce à la formation des précipités pendant un traitement thermique qui s'appelle durcissement structural. Ce traitement est la méthode la plus employée parmi les traitements thermiques industriels des métaux non ferreux, où la maîtrise des processus de précipitation est la base de ces traitements. Le durcissement structural est essentiellement constitué de trois étapes.

1. **La mise en solution.** C'est la première étape du traitement. Elle permet de dissoudre les précipités, d'homogénéiser la composition de la solution solide et de réduire la ségrégation. Le contrôle de la température est critique lors de cette opération, elle est choisie soigneusement suivant la quantité de β formée dans la matrice, qui varie d'un alliage à l'autre (la figure I.16) [95], et qui peut entraîner des modifications sur les propriétés mécaniques même à l'état de trempe. La dissolution complète de la phase d'équilibre β assure un durcissement important grâce à la formation des phases métastables à l'état T6.

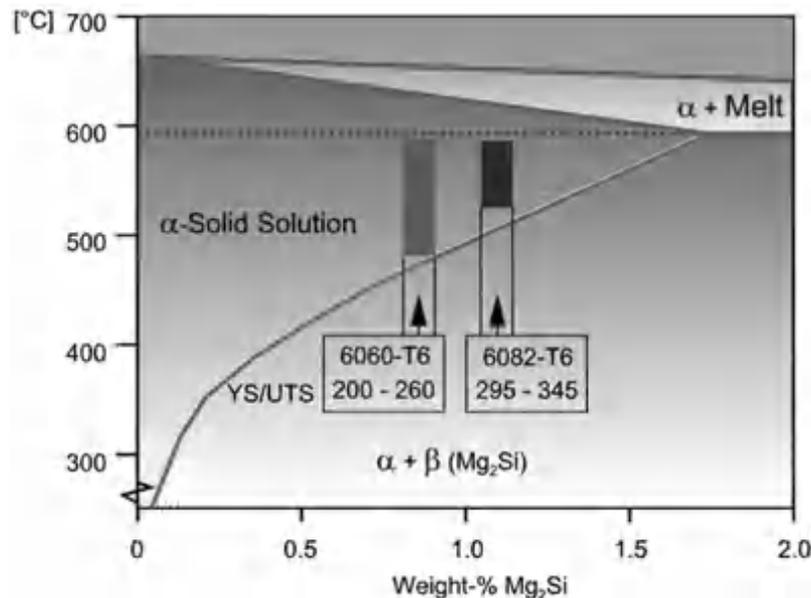
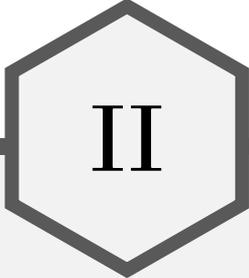


Figure I.16 La variation de température de mise en solution selon le type de l'alliage [95]

2. **La trempe.** C'est l'étape qui suit la mise en solution. Il a pour but de conserver à la température ambiante, la solution solide formée à haute température. Cet état est obtenu par un refroidissement brutal et rapide, qui ralentit la diffusion des atomes pratiquement jusqu'à l'arrêter complètement. L'alliage est alors dans un état métastable avec une sursaturation en solutés et en lacunes.
3. **Le revenu ou vieillissement.** C'est l'étape ultime permettant d'améliorer notablement les caractéristiques mécaniques de l'alliage. Cependant, on en distingue deux types.
 - Une maturation ou vieillissement naturel qui consiste à laisser l'alliage ainsi obtenu à l'ambiante pendant plusieurs jours (parfois des mois). L'état métastable évolue vers un état plus stable pendant laquelle des précipités peuvent se former. L'alliage est alors dans un état T4, et l'augmentation notable de la dureté est due essentiellement à la formation des amas et/ou des zones GP.
 - Un vieillissement artificiel est réalisé par un chauffage à une température appropriée, supérieure à la température ambiante (170 à 200°C). L'énergie fournie par le chauffage augmente le taux de diffusion en favorisant le processus de précipitation. En effet, pendant cette étape un durcissement important est constaté. Le type du vieillissement est déterminé par rapport au pic de durcissement (sous ou survieillissement).

Chapitre



II

La déformation plastique, et les
phénomènes de restauration et
recristallisation

II.1 Introduction

La mise en forme des alliages d'aluminium s'accompagne systématiquement de déformation plastique. La majorité de la production d'aluminium est sous forme de produits plats (tôles, feuilles), dans lesquels plus de 85 % des produits fabriqués ont subi une opération de laminage. Généralement les opérations de mise en forme ne se limitent pas à l'ambiante. Parfois, elles conduisent à la rupture du produit à cause du manque de ductilité, lorsque les phénomènes de restauration ne sont pas efficaces. L'une des solutions efficaces est la déformation à chaud. Ce type de déformation est accompagné du processus de recristallisation dynamique dans lesquels les dislocations sont très mobiles et par conséquent, la restauration dynamique devient très efficace.

La déformation dans les alliages à base d'aluminium se fait par glissement des plans cristallographiques. La présence de bandes de glissement et de déformation dans certains alliages peut être également démontrée par un chauffage en provoquant le processus de précipitation le long de ces bandes (la figure II.1). Sur une échelle encore plus fine, la déformation produit une structure défectueuse et détectée par MET. Les micrographies électroniques montrent l'accumulation de dislocations qui se combinent pour former des joints d'une sous-structure cellulaire. Un écrouissage plus sévère produit une densité de dislocations encore plus élevée et réduit la taille de la structure cellulaire des dislocations [5]. L'interaction des contraintes entre les dislocations et les distorsions du réseau cristallin associées aux dislocations sont les principales sources de durcissement résultant de l'écrouissage.

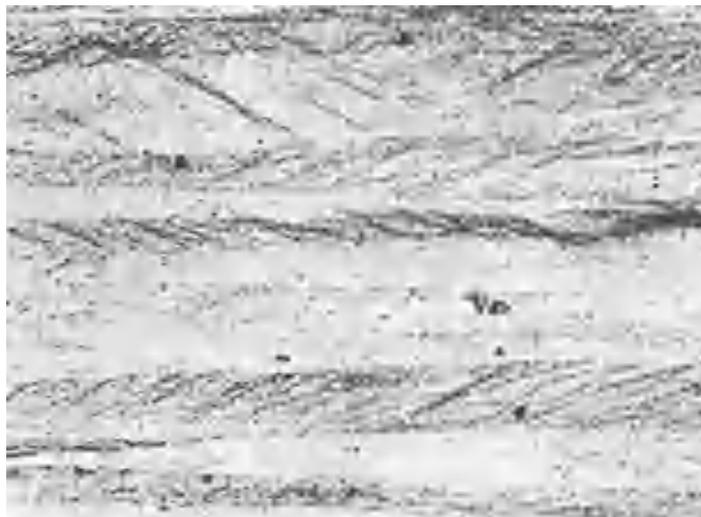


Figure II.1 Structure typique de l'état déformé où les bandes de déformation sont claires dans un alliage Al-2% Cu avec un taux de réduction 80% ($\times 100$) [5]

II.2 La déformation plastique des matériaux métalliques

II.2.1 Aspects microscopiques

II.2.1.1 Mécanismes de la déformation plastique

La limite élastique exacte d'un matériau donné ne peut pas être déterminée, mais, elle peut être considérée comme la contrainte au dessous de laquelle la plasticité irréversible est négligeable et au dessus de laquelle la déformation plastique induite est plus grande que la déformation élastique. Une fois que cette limite élastique est dépassée, il se produit une déformation plastique permanente [96]. Il est établi que la déformation plastique peut avoir lieu par l'un des deux mécanismes simples suivants : le glissement et le maclage.

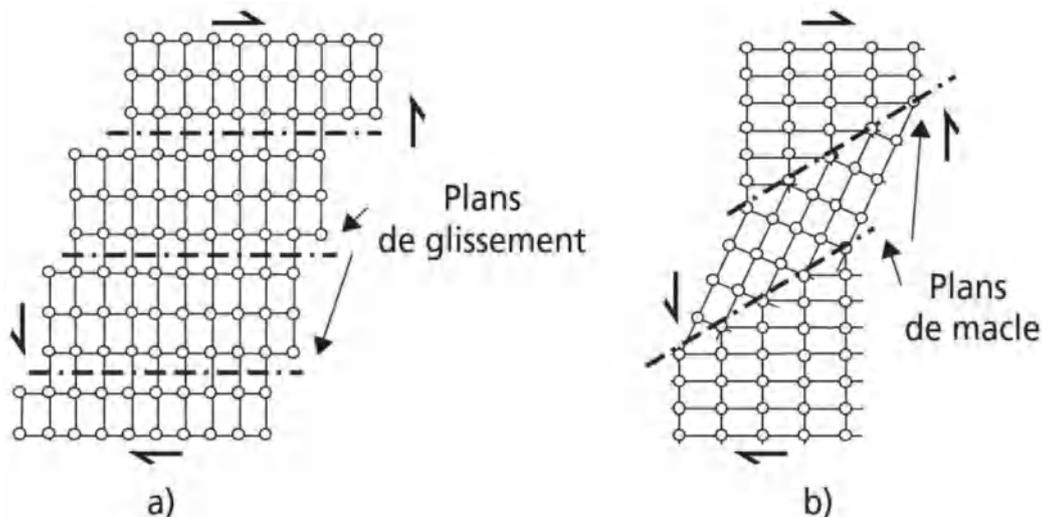


Figure II.2 Illustration des mécanismes de la déformation d'un cristal :
a) par glissement, b) par maclage [97]

Le mécanisme du glissement montré sur la figure II.2a, est le mécanisme le plus important de la déformation plastique à basse température. Il s'agit d'un décalage des plans denses les uns par rapport aux autres dans les directions atomiques de forte densité contenues dans ces plans, par paquets qui se décalent d'un nombre entier de distances interatomiques. Le maclage (la figure II.2b) se produit lorsqu'une partie du cristal bascule sous l'action d'une contrainte de cisaillement dans une position symétrique sans changement de la structure du réseau. Ce basculement entraîne la formation d'une interface de maclage (joint de macle) entre la partie maclée (déformée) et la partie non déformée. La formation des macles est aussi facilitée par les dislocations.

II.2.1.2 La relation entre le glissement, la structure et l'écroutissage

La compréhension fondamentale de la déformation plastique a été établie grâce aux études faites sur les monocristaux, car si un polycristallin était utilisé dans ces études, le résultat obtenu représente le comportement moyen d'un ensemble de grains différemment orientés [96, 98, 99]. D'une manière générale, il existe trois lois essentielles qui peuvent gouverner le glissement : (1) la direction du glissement est généralement celle où les atomes sont plus compactés, (2) le glissement se produit sur les plans les plus denses, et (3) parmi les systèmes de glissement (plan et direction), le glissement se produit seulement sur les systèmes pour lesquels la contrainte de cisaillement τ est la plus forte (la figure II.3a). La contrainte τ dépend de l'angle Φ entre la direction de traction et la normale P au plan de glissement, et de l'angle Ψ entre la direction de traction et la direction de glissement g contenue dans le plan de glissement. Sa valeur, en fonction de la contrainte nominale de traction $\sigma = F/S$, est donnée par l'expression :

$$\tau = \sigma \cdot \cos(\Phi) \cdot \cos(\Psi) \quad (\text{II.1})$$

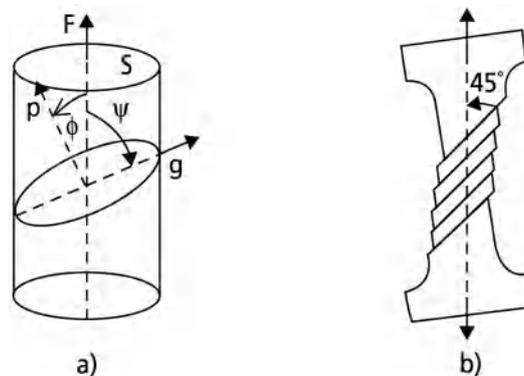


Figure II.3 Glissements des plans atomiques denses dans un monocristal au cours d'un essai de traction [97]

Pour des angles $\Phi = \Psi = 45^\circ$ (la figure II.3b), le glissement se produit dans les plans denses et selon les directions denses du cristal et est également dit un glissement primaire. Pour les métaux de structure CFC, ces lois sont applicables ; le glissement se produit le long des directions $\langle 110 \rangle$ sur les plans 111. Dans les métaux de structure HCP, le glissement a lieu le long des directions $(11\bar{2}0)$, car ces directions sont toujours les plus denses. Pour les métaux de structures CC, la direction la plus dense est toujours $\langle 111 \rangle$, mais plusieurs plans ont également la plus grande densité 112, 110 et 123. Le choix du plan de glissement dans ces métaux est généralement influencé par la température [96, 98, 99].

Afin d'atteindre l'état déformé permanent d'un métal, une augmentation continue de la contrainte est nécessaire, c.-à-d. la contrainte d'écoulement du métal déformé augmente avec le taux de déformation. La résistance du métal à l'écoulement plastique au fur et à mesure de la déformation est appelée écrouissage. Le degré de l'écrouissage varie selon la structure cristalline des métaux. Les cristaux cubiques durcissent rapidement par déformation. Par contre, il est faible dans le cas des cristaux ayant une structure hexagonale tels que le zinc ou le cadmium, qui glissent habituellement sur une seule famille de plans [98].

II.2.2 Comportement des dislocations durant la déformation plastique

La plupart des alliages de la série Al-Mg-Si contiennent des particules en plus des précipités. Leur présence pendant la déformation peut affecter la densité et la distribution des dislocations dans la microstructure, et par conséquent le comportement de l'alliage durant un traitement de recuit [100–104], où leur taille moyenne et leur fraction volumique jouent un rôle important. Dans la matrice déformée qui contient de grosses particules non déformées, comme l'a montré Ashby [104], il y aura une incompatibilité de déformation entre les deux phases, qui sera compensée par la génération de dislocations à l'interface particule-matrice.

La distribution des dislocations à l'état déformé est déterminée par le processus de la génération de dislocation pendant la déformation, et la réorganisation des dislocations à travers la restauration dynamique. Dans les métaux à forte énergie de défaut d'empilement, comme l'aluminium, les dislocations peuvent atteindre une configuration à faible énergie en formant des cellules et des sous-grains [105–108]. Les cellules de dislocation et les sous-grains se forment grâce à la restauration dynamique et seront affectés par tous les paramètres qui modifient le mouvement et la génération de dislocations.

L'ajout d'éléments à l'alliage peut affecter aussi la distribution des dislocations dans une structure déformée [101, 109]. Cet effet peut être dû à la présence de soluté dans une solution solide ou à la présence d'une seconde phase. Gay *et al.* [110, 111] ont étudié l'effet de présence des solutés sur la réduction de la taille des cellules de dislocations dans les matériaux déformés. Les solutés peuvent agir comme des obstacles ponctuels au déplacement des dislocations des solutés à diffusion lente [112–115]. Cependant, lorsque la diffusion du soluté devient importante, les interactions élastiques entre les solutés et les dislocations conduisent à la ségrégation du soluté autour des dislocations, et à la formation des atmosphères Cottrell [116] et à l'épuisement du soluté. Sous l'effet des contraintes extérieures, la dislocation entourée d'une atmosphère commence à se déplacer et à quitter l'atmosphère.

La force exercée par les solutés tire la dislocation de sa position primaire au centre de l'atmosphère, et par conséquent, cette force est proportionnelle à la vitesse de déplacement de la dislocation [116–118]. Pour des vitesses très faibles, la contrainte de traînée est très faible. Dans le cas des vitesses extrêmement élevées, la dislocation passe par les atomes de solutés à une vitesse très rapide et les atomes n'ont pas le temps de se réarranger. Dans ces conditions, les atomes de solutés peuvent être considérés comme un ensemble d'obstacles fixes par lesquels la dislocation se déplace.

La présence d'une seconde phase pendant la déformation peut également influencer le réarrangement des dislocations en empêchant son mouvement [100, 116, 119–122]. Les dislocations ne peuvent passer les précipités que si le champ de contrainte local surmonte leur effet d'épinglage. Par conséquent, les dislocations seront libres de se déplacer entre les particules et seront gênées aux précipités. Les processus de restauration qui ont lieu à une échelle inférieure à l'espacement entre les précipités ne seront pas affectés, mais les processus impliquant un réarrangement des dislocations à une échelle supérieure à l'espacement entre les précipités seront évidemment retardés [101, 116].

Dans un alliage à durcissement structural, l'effet des précipités sur la restauration dynamique devient plus compliqué du fait que la précipitation d'une seconde phase entraîne une diminution de la sursaturation et, par conséquent, une réduction de l'effet de traînée du soluté. L'effet global des précipités est compliqué, car les précipités influent sur le stockage des dislocations de quatre façons différentes : (a) en influençant la moyenne des chemins libres des dislocations [119, 121], (b) en agissant comme des obstacles contre le mouvement des dislocations [116], (c) en introduisant des mécanismes supplémentaires de stockage des dislocations [123] et (d) en influençant le taux de restauration dynamique par l'épuisement des solutés dans la matrice [124].

Selon les résultats des études réalisées sur un alliage déformé d'un taux élevé à froid puis recuit à une température correspondant à un durcissement maximal [125, 126], le cisaillement des précipités par dislocations a été observé. Le cisaillement des précipités entraîne la dissolution des précipités pendant la déformation tandis que la structure et les propriétés du matériau sont identiques à celles de la solution solide sursaturée [125, 126]. Au contraire, et dans des conditions d'un sous-vieillessement, aucune preuve de dissolution importante n'est fournie [100].

Pour un taux de déformation faible, l'effet des précipités est principalement contrôlé par leur taille et leur forme. Wang *et al.* [122] ont montré la formation de deux réarrangements

différents de dislocations après un écrouissage de 40% pour deux alliages surveillés pour des durées prolongées. Les résultats obtenus ont montré que les fins précipités formés dans le premier alliage ayant une forme lattée deviennent des sites de stockage des dislocations avec une distribution très uniforme, alors que les gros précipités formés dans le deuxième alliage sous forme de plaque mènent à produire une structure cellulaire des dislocations.

II.2.3 Effet de la présence des précipités sur la déformation plastique

Les précipités peuvent agir comme des obstacles aux dislocations mobiles pendant la déformation comme il est montré dans la figure II.4. Le mécanisme fondamental du durcissement structural dépend de la nature de l'interaction entre les précipités et les dislocations [11, 127].

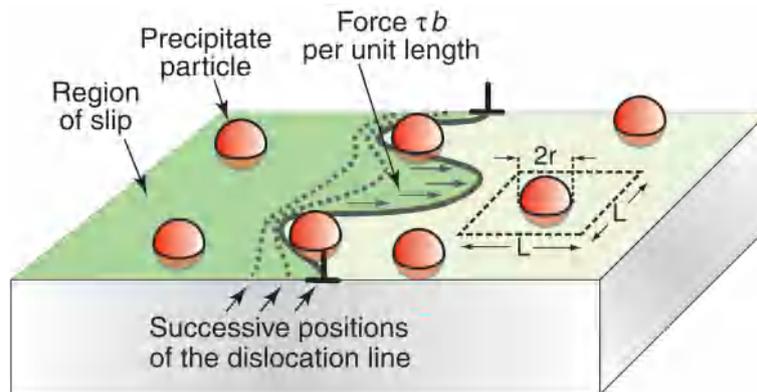


Figure II.4 La progression d'une ligne de dislocation à travers les précipités [128]

Il existe deux principaux types de mécanismes d'interaction précipitation-dislocation : le mécanisme de cisaillement (la figure II.5) et le mécanisme d'Orowan (la figure II.6). Les précipités sont coupés par les dislocations, laissant derrière eux des précipités cisailés. Les dislocations s'écartent entre les précipités et se rejoignent en créant des boucles de dislocation autour des particules [129].

Des études faites sur l'alliage Al-Mg-Si-Cu [11, 130] ont démontré que les précipités qui se forment aux premiers stades de précipitation sont cisailables, contrairement aux précipités qui se forment à des températures élevées du vieillissement où ils gardent leur forme. Généralement, les précipités possibles à cisailier sont les zones GP et β'' . Lorsque les précipités sont plus gros, ils sont contournés au lieu d'être coupés par des dislocations mobiles.

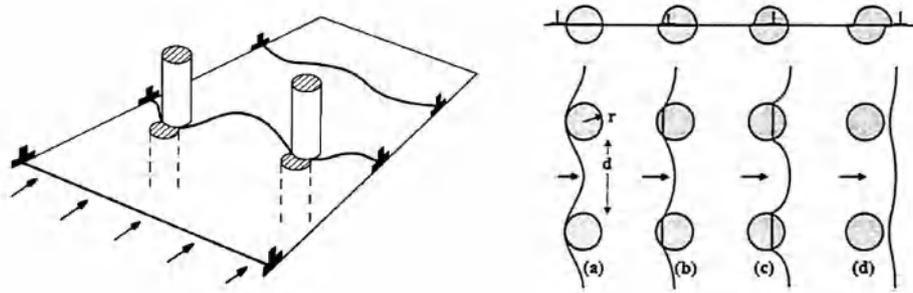


Figure II.5 Le cisaillement du précipité [1, 131]

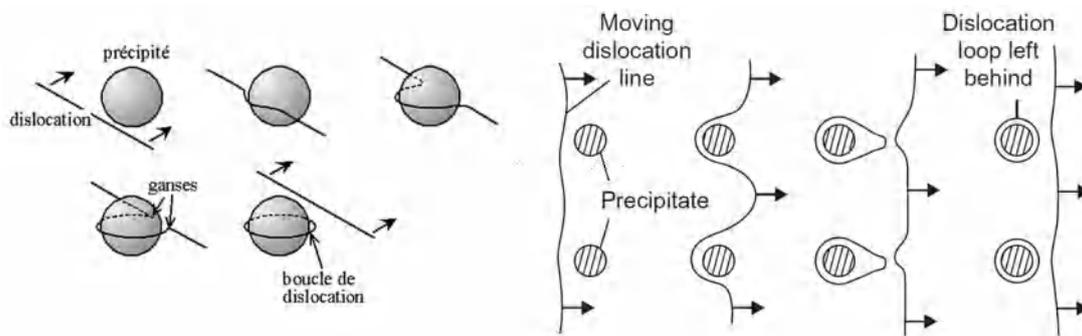


Figure II.6 Le contournement du précipité (mécanisme d'Orowan) [98]

La transition des précipités cisillables aux précipités non cisillables pendant le processus de vieillissement est contrôlée par la nature des précipités. Dans la recherche réalisée sur un alliage Al6111 [129], et dans des conditions de vieillissement (sous et au pic de dureté), les lignes de glissement sont observées avec les précipités cisillés, ce qui indique qu'un mécanisme de cisaillement s'est produit. Par contre, le survieillissement d'un échantillon du même alliage ne montre aucun mécanisme de cisaillement en raison de la grande taille des précipités.

II.3 La restauration des propriétés d'un alliage déformé

La déformation plastique augmente sensiblement la densité de défauts cristallins. Une quantité appréciable de l'énergie élastique est donc stockée dans le réseau. De point de vue thermodynamique, la microstructure obtenue après la déformation plastique est instable, et peut donc évoluer en fonction de la température. Le retour à l'équilibre est accompagné par un adoucissement et s'effectue en trois étapes : restauration, recristallisation et grossissement du grain.

En fait, ces trois processus sont le siège du dégagement de l'énergie stockée au cours de la déformation. La restauration est un processus dont la force motrice est l'énergie emmagasinée lors de déformation. Elle met en jeu le réarrangement des dislocations qui prennent des configurations de manière à diminuer l'énergie interne du cristal. Ce réarrangement peut être facilité par des mécanismes de montée et de glissement des dislocations, ainsi que la diffusion des lacunes, qui sont des processus thermiquement activés. Par exemple, les dislocations coin de même signe ont tendance à se mettre les unes au dessus des autres, de manière équidistante, pour former des parois : c'est la polygonisation qui conduit à la formation d'un réseau de sous-joints faiblement désorientés, plus stables. Ce phénomène est représenté en figure II.7.

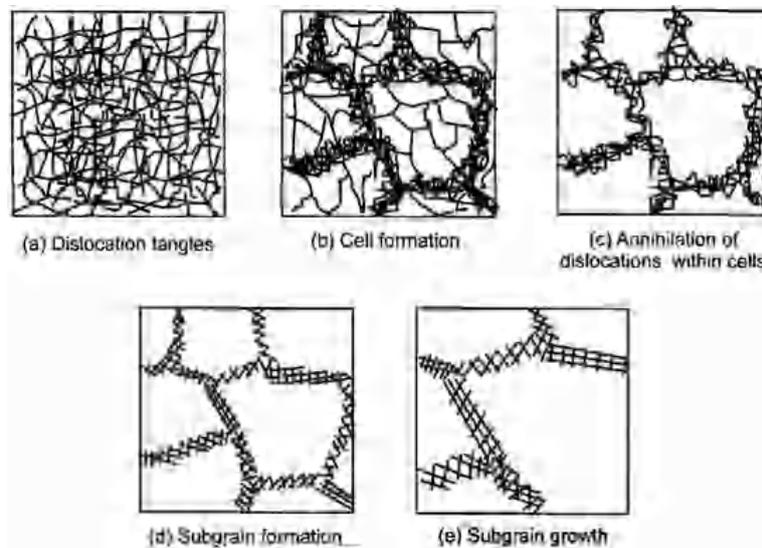


Figure II.7 Les différentes étapes de restauration de l'état déformé [101]

Dans le cas où il y a plusieurs systèmes de glissement activés un autre processus est mis en jeu, c'est le phénomène d'annihilation mutuelle entre dislocations de signes opposés. Ces deux processus contribuent à diminuer la densité des défauts et donc l'énergie interne du cristal. Les changements microstructuraux au cours de la restauration sont souvent accompagnés par de faibles changements des propriétés physiques et mécaniques. Par exemple, on observe une variation de la résistivité électrique, liée à la diminution de la densité des lacunes, tandis que la dureté et la limite d'élasticité diminuent légèrement avec la diminution de la densité des dislocations, suite à l'annihilation et le réarrangement de celles-ci. Le processus de restauration peut être mis en évidence expérimentalement par la mesure des variations de grandeurs sensibles à la présence des défauts, comme la résistivité, la microdureté ou encore l'énergie emmagasinée.

La figure II.8 représente les variations de quelques propriétés mécaniques et physiques de l'aluminium déformé jusqu'à une réduction de 75%, suivi d'un recuit de restauration, obtenues par différentes techniques expérimentales.

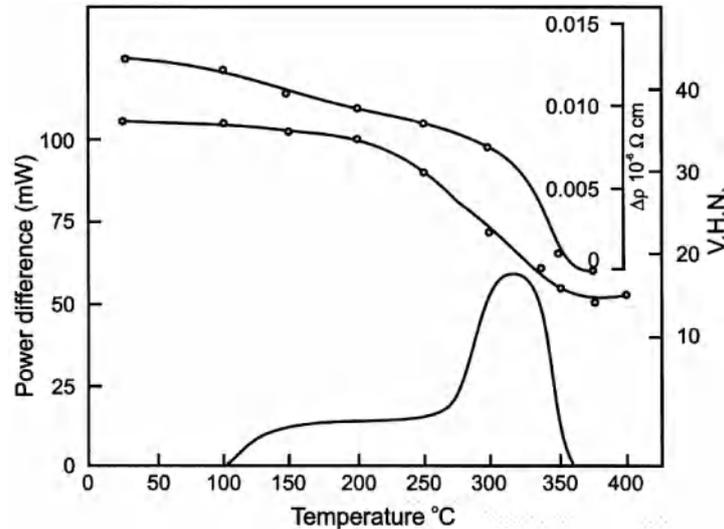


Figure II.8 La restauration des propriétés physiques et mécaniques au cours d'un recuit anisotherme de l'aluminium pur déformé 75% [101]

L'ampleur des changements des propriétés physiques et mécaniques survenant dans l'étape de restauration dépend de l'énergie des défauts d'empilement des métaux, qui influence la montée des dislocations et leur glissement dévié. Pour les métaux à faible énergie de défauts d'empilement tels que le cuivre, la montée des dislocations est difficile, ce qui retarde la restauration en freinant le réarrangement des dislocations et les propriétés mécaniques n'évoluent que très faiblement. Par contre, les métaux à forte énergie de défauts d'empilement comme l'aluminium montrent une restauration facile, à cause de la montée rapide des dislocations qui facilite le réarrangement des dislocations. La modification des propriétés mécaniques est également, plus appréciable.

II.4 Influence de la précipitation sur la recristallisation au cours d'un traitement thermique

La recristallisation est la formation de nouveaux grains libres de dislocations dans la matrice déformée par le développement et la migration des joints de grain fortement orientés [11, 101, 117]. La recristallisation des alliages plastiquement déformés trouve son intérêt pour deux raisons principales ; (1) la première est l'adoucissement et la restauration de la ductilité [11, 101, 132], (2) la deuxième est le contrôle de la structure des nouveaux

grains [133–137]. La recristallisation peut se produire de façon discontinue dans la structure déformée par la nucléation et la croissance [101, 132]. Par ailleurs, la formation de nouveaux grains peut se produire uniformément tout au long de la microstructure déformée sans stade de nucléation et de croissance distinctif [138, 139]. Ce dernier type de recristallisation est appelé recristallisation continue [101, 132, 138–141].

Pour qu'une recristallisation ait lieu, différentes conditions préalables doivent être satisfaites. Il existe un taux d'écrouissage critique en dessous duquel le phénomène de recristallisation n'est pas possible. Ce taux dépend de l'alliage utilisé et de la température du traitement thermique. De même, une température minimale est indispensable. Cette dernière dépend de l'alliage, du taux de l'écrouissage et de la durée du traitement thermique. La nucléation de recristallisation est la formation de petits domaines à faible énergie interne qui sont complètement/partiellement séparés par des joints de grains fortement orientés dans la matrice [101, 132, 142]. Une caractéristique importante de la recristallisation est que le processus n'est pas similaire à la transformation de phase qui se produit par la fluctuation thermique des atomes [101, 132, 142]. Les germes à partir desquels la recristallisation se déclenche sont les petits volumes préexistants dans la microstructure [101, 132, 142, 143].

La nucléation de recristallisation est techniquement le résultat de la croissance de petites régions (sous-grains ou cellules) qui sont déjà présentes dans la structure. Seuls les sous-grains/cellules avec des joints de grains mobiles peuvent croître et se déplacent vers les germes recristallisés. Les joints des sous-grains/cellules qui présentent un angle d'orientation forte par rapport à la structure adjacente récupérée ou déformée ont une mobilité suffisante pour se déplacer et croître. Par conséquent, les germes se forment le plus souvent soit dans les régions où il y a un joint de grain fortement orienté déjà présent ou dans lequel il peut se former facilement [101, 132, 142, 143]. Une fois que le germe est formé, il se développe dans la structure. Par la croissance du nouveau grain, le joint déplacé balaye les dislocations, et la région libre de dislocations se développe dans la structure déformée ou restaurée [101, 132, 142, 143].

Pendant le recuit des alliages à durcissement structural, la précipitation et la recristallisation peuvent se produire simultanément ou en séquence, tout en affectant également l'un et l'autre. La concurrence entre les deux phénomènes dépend de leur cinétique, et de la température de recuit. Le temps de recristallisation à une température de recuit est donné par l'équation suivante [144] :

$$T_R = K_R \exp \left(\frac{Q_R}{RT} \right) \quad (\text{II.2})$$

Où K_R et Q_R sont un facteur constant et l'énergie d'activation pour la formation d'une interface, respectivement, R et T représentent la constante des gaz et la température absolue respectivement. La vitesse V du joint recristallisé est donnée par [101] :

$$V = M (P_D - P_Z) \quad (\text{II.3})$$

Où M est la mobilité du joint qui dépend de la température selon la relation Arrhenius [101] :

$$M = M_0 \exp \left(\frac{-Q_R}{RT} \right) \quad (\text{II.4})$$

Où M_0 est une constante et Q est l'énergie d'activation.

La cinétique de recristallisation augmente avec la température de recuit grâce à l'initiation plus rapide de la recristallisation et de la vitesse plus élevée de l'interface recristallisée. De plus, le taux de déformation accélère la cinétique de recristallisation à l'aide de la grande quantité de l'énergie stockée qui implique une force motrice plus élevée. À une haute température, la précipitation généralement se manifeste rapidement en raison de la force motrice plus faible nécessaire pour déclencher le processus, tandis qu'elle devient lente à basse température à cause du faible taux de diffusion des solutés [11].

La recristallisation et la précipitation peuvent avoir lieu simultanément. Cela indique que les deux phénomènes peuvent se rencontrer au même moment pour une certaine température T_C . La recristallisation précède donc généralement la précipitation à une température supérieure à T_C , tandis que la précipitation précède la recristallisation dans la plage de températures inférieure. Le cas où la précipitation survenant avant et pendant la recristallisation a été signalée, cela a permis d'augmenter la température de recristallisation et avoir un effet important sur la morphologie des grains recristallisés [145–147]. Lorsque la précipitation a lieu avant la recristallisation, elle diminue la force motrice de la recristallisation à cause de l'énergie causée par l'effet d'épinglage de Zener. De plus, les précipités nouvellement formés sont préférentiellement situés à certains joints de grains fortement orientés [145, 148], ce qui donne une distribution non uniforme de la force motrice de l'effet Zener causé par les petits précipités nouvellement formés.

Les travaux de Tangen *et al.* [145] réalisés sur un alliage Al-Mn laminé à froid et recuit ont montré que les grains recristallisés allongés se trouvent à des températures de recuit inférieures à celles de T_C , et les grains équiaxes recristallisés sont observés à une

température de recuit élevée. Le recuit à basse température permettant la précipitation avant la recristallisation, conduit à la formation d'une structure recristallisée allongée, où les précipités formés montrent une distribution préférée le long des joints du sous-grain qui s'aligne le long de la direction de laminage. Une fois, le recuit est fait à une température plus élevée, la cinétique de recristallisation devient plus élevée que celle de la précipitation, et les nouveaux germes recristallisés se développent en absence d'effet d'épinglage des précipités formés en même temps.

La concurrence de la précipitation et les grains recristallisés allongés peut également être surmontée par des traitements thermiques avant le laminage à froid. Des études [149,150] ont montré que par un traitement de vieillissement dans lequel les solutés précipitent avant l'érouissage, des grains équiaxes recristallisés ont été obtenus. Ces précipités présentent généralement une distribution plus uniforme que ceux formés après l'érouissage et pendant recuit. Par conséquent, une force motrice de Zener distribuée uniformément permet aux grains recristallisés de se développer.

Le comportement des alliages Al-Mg-Si subissant un traitement de recuit a été étudié expérimentalement et numériquement. Plusieurs études ont démontré que la précipitation complexes dans ces alliages joue un rôle important dans la microstructure recristallisée et les propriétés mécaniques [149,151–157]. Grâce au taux élevé de l'énergie de faute d'empilement, plusieurs structures cellulaires se forment pendant la déformation, ce qui facilite la formation de nouveaux grains de recristallisation [101,158]. Cependant, les fins précipités existants avant le laminage à froid dans le système AA6xxx entraînent la formation de la structure cellulaire des dislocations et donnent lieu à une structure cellulaire moins clairement définie [152].

Dans le cas d'addition du cuivre, les différents précipités comprenant β'' , β' , Q' , et Q apparaissant à basse température, ont une dispersion fine et de diverses formes. Ces fins précipités peuvent également traîner le mouvement des dislocations et inhiber le mouvement des joints de grains pendant la recristallisation. Lillywhite *et al.* [100] ont observé que la migration du joint d'interface de recristallisation était contrôlée par la transformation d'une phase métastable en une phase stable ou par le grossissement pendant le recuit [100]. L'effet des différentes dispersions de précipités préexistantes sur la restauration et la microstructure recristallisée a été intensivement étudié [151,155,156].

Chapitre

III

Étude des effets anélastiques
dans les alliages métalliques

III.1 Introduction

Durant le développement rapide de la société industrielle moderne, les vibrations et le bruit ont causé des pertes importantes humaines et matérielles. Un grand intérêt a été accordé à la nécessité et l'importance de maximiser la suppression de l'effet du bruit et des vibrations, et cela n'est obtenu qu'en utilisant des matériaux ayant une capacité d'amortissement [159, 160]. L'amortissement est connu comme la capacité d'un matériau à absorber et dissiper l'énergie de déformation élastique pendant les vibrations mécaniques. Ainsi, une attention particulière est accordée aux propriétés d'amortissement des matériaux de structure, car ils pourraient éliminer le besoin de dispositifs spéciaux de contrôle et pourraient également alléger la structure globale.

La capacité d'amortissement varie d'un matériau à l'autre. De ce fait on distingue deux types des matériaux : l'un est avec un effet élevé et l'autre est faible. Les matériaux ayant un amortissement élevé trouvent des applications étendues dans des environnements dynamiques tels que les l'aéronautique, la construction navale et même le domaine d'automobile. Les matériaux présentant une faible capacité d'amortissement, et par conséquent des amortisseurs spéciaux sont nécessaires pour être incorporés dans les structures dynamiques [161].

Bien que les métaux aient un taux d'amortissement élevé, ils ne présentent pas des propriétés physiques et mécaniques appréciables, ce qui limite leur application structurelle. Le phénomène de précipitation offre un moyen possible d'améliorer le comportement d'amortissement des métaux en modifiant la microstructure à travers la formation d'une seconde phase. Malheureusement, les matériaux métalliques ont une capacité d'amortissement relativement faible. Cela a incité les chercheurs à explorer la possibilité de les améliorer en modifiant la microstructure à l'aide des traitements innovants [161].

L'amortissement dans les solides est un effet du frottement intérieur et est associé à un comportement qui dépend du temps. Généralement, Le frottement intérieur résulte par la conversion de l'énergie mécanique en chaleur. Pour les métaux et les alliages métalliques, il est principalement causé par des effets anélastiques, surtout lorsque la charge appliquée est plus inférieure celle correspondant à la limite élastique. L'anélasticité peut être classée à la fois en termes de l'état de déformation, de la réversibilité et de la durée de charge appliquée. De façon générale, l'anélasticité est une étape intermédiaire entre le comportement élastique idéal et la déformation plastique permanente [162].

Contrairement aux polymères qui possèdent une capacité d'amortissement allant de 10^{-2} jusqu'à 1, les alliages métalliques prennent souvent des valeurs entre 10^{-4} et 10^{-2} . Les propriétés du frottement intérieur des alliages métalliques sont souvent inconnues et ne sont pas déterminées parce que les effets anélastiques sont très faibles et donc négligeables pour de nombreuses applications.

La détermination expérimentale du frottement intérieur est une tâche difficile par rapport aux autres caractéristiques mécaniques. C'est un paramètre indépendant ; il ne peut pas être prévu ou calculé à partir des propriétés mécaniques classiques. Cela est dû essentiellement à la technique employée pour l'étude de ce type de phénomènes [162]. La spectroscopie mécanique est considérée comme une méthode d'investigation indirecte des processus de diffusion à l'état solide, car l'étude en principe n'inspecte pas les particules diffusantes elles-mêmes, mais le comportement du matériau entier. L'avantage de cette technique est qu'elle est capable de fournir des informations intéressantes sur le comportement macroscopique d'un matériau à partir des mécanismes intervenant à l'échelle microscopique [162].

III.2 Notions sur le frottement intérieur

III.2.1 Définition

Le frottement intérieur est la réaction de dissipation de l'énergie élastique dans un corps solide sous forme de chaleur, en un cycle périodique d'oscillation à faible amplitude. La dissipation peut être mise en évidence soit en mode des oscillations libres ou forcées [163]. Lorsqu'on applique une contrainte σ_0 constante très inférieure à la limite élastique, le matériau montre un comportement viscoélastique c.-à-d. une déformation élastique ε_{el} indépendante du temps, et une déformation anélastique ε_{anel} augmentant avec le temps d'application de la contrainte. Pour une déformation sinusoïdale de pulsation ω et d'amplitude ε_0 notée [163] :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \sin (\omega t) \quad (\text{III.1})$$

La contrainte est aussi sinusoïdale de même fréquence et en phase avec la déformation [163] :

$$\sigma = E \varepsilon_0 \cdot \sin (\omega t) \quad (\text{III.2})$$

Comme le matériau est visqueux avec une viscosité dynamique η , la contrainte est en déphasage avec la déformation par $\frac{\pi}{2}$ devient [163] ;

$$\sigma = \eta \omega \varepsilon_0 \cdot \sin \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (\text{III.3})$$

Lorsqu'il y a un déphasage noté δ entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ appelé angle de perte, la contrainte devient ;

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \sin (\omega t + \delta) \quad (\text{III.4})$$

La contrainte σ peut alors être séparée en deux composantes : l'une est en phase avec la déformation $\sigma_0 \cdot \cos (\delta)$ et l'autre est en déphasage avec la déformation $\sigma_0 \cdot \sin (\delta)$ [163] ;

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \cos (\delta) \cdot \sin (\omega t) + \sigma_0 \cdot \sin (\delta) \cdot \sin (\omega t) \quad (\text{III.5})$$

Du même principe on peut définir les deux modules, E' le module de conservation qui caractérise l'énergie emmagasinée et est en phase avec la déformation, et E'' appelé module de perte qui caractérise l'énergie dissipée. Il est en déphasage avec la déformation [163] ;

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cdot \cos (\delta) \quad ; \quad E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cdot \sin (\delta) \quad (\text{III.6})$$

Également, $\tan (\delta) = \frac{E'}{E''}$ représente souvent le frottement intérieur du matériau qui est connu aussi par l'inverse du facteur de qualité Q^{-1} .

III.2.2 Le pic associé au frottement intérieur

Après la suppression de la contrainte externe, le matériau ne reprend pas instantanément sa forme initiale, il ne la retrouve qu'après un certain temps. La déformation élastique ε_{el} disparaît instantanément après la suppression de la contrainte alors que la déformation anélastique ε_{anel} s'élimine progressivement au cours du temps. En régime de sollicitations périodiques, la relaxation se traduit par un déphasage δ entre la contrainte et la déformation comme suit [164] ;

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon}) \quad (\text{III.7})$$

τ_ε et τ_σ sont le temps de relaxation de la contrainte pour une déformation constante et le temps de relaxation de la déformation pour une contrainte constante respectivement. M_R est le module relaxé qui caractérise la déformation totale (instantanée + relaxée) [164].

Comme $\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t}$ et $\varepsilon = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \delta)}$ représentent la contrainte appliquée et la déformation périodique respectivement, la relation (III.7) devient ;

$$(1 + i \omega \tau_\varepsilon) \sigma = M_R (1 + i \omega \tau_\sigma) \varepsilon \quad (\text{III.8})$$

Avec $\sigma = E \varepsilon$ où E est le module complexe défini par les deux composants réels E' et imaginaire E'' comme suit $E = E' + i E''$, on obtient donc :

$$E = \frac{1 + i \omega \tau_\sigma}{1 + i \omega \tau_\varepsilon} M_R = \frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 + (\omega \tau)^2} + i \frac{\omega (\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + (\omega \tau)^2} M_R \quad (\text{III.9})$$

Comme la tangente de déphasage δ peut alors être évaluée à l'aide des modules E' et E'' ;

$$\tan (\delta) = \frac{E'}{E''} = \frac{\omega (\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon} \quad (\text{III.10})$$

En posant $\tau = \tau_\varepsilon \tau_\sigma$, le frottement intérieur devient ;

$$Q^{-1} = \tan (\delta) = \frac{\Delta}{\sqrt{\Delta + 1}} \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad (\text{III.11})$$

Pour des intensités de relaxation très faibles ($\Delta \ll 1$), le frottement intérieur devient ;

$$Q^{-1} = \tan (\delta) = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad (\text{III.12})$$

La représentation en fonction de $\lg (\omega \tau)$ se traduit par un pic symétrique de Debye centré sur $\omega \tau = 1$, caractérisé par une largeur à mi-hauteur égale à 1,144 et une hauteur égale à $\frac{\Delta}{2}$, comme il est montré dans la figure III.1 [163].

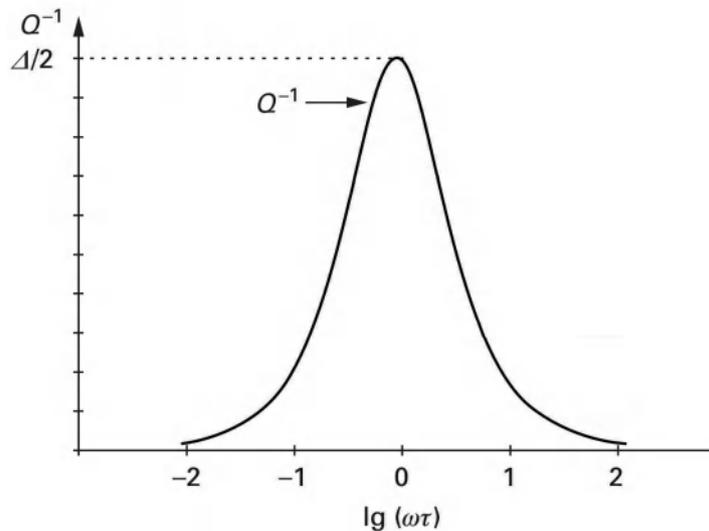


Figure III.1 L'évolution du pic associé au frottement intérieur en fonction de $\omega \tau$ [163]

L'interprétation de l'existence d'un tel pic est la suivante [163] :

- Quand la fréquence est très élevée, la contrainte change trop vite par rapport au temps d'obtention de l'équilibre, le comportement du matériau est essentiellement élastique et le frottement interne sera nul ;
- Si la fréquence est très faible, le mécanisme de relaxation se produit presque complètement à chaque cycle et il n'y a pas de déphasage ;
- Lorsque la période de vibration est voisine du temps de relaxation, le déphasage, donc le frottement interne, est maximal.

La position du pic dépend du temps caractéristique associé au processus de dissipation. La plupart des mécanismes connus de la relaxation anélastique ont pour origine le mouvement de plusieurs sortes de défauts activés thermiquement. Le temps de relaxation τ suit alors une loi d'Arrhenius [165, 166] :

$$\tau = \tau_0 \exp \left(\frac{H}{KT} \right) \quad (\text{III.13})$$

où τ_0 est le temps de relaxation limite correspondant à la durée minimale aux températures élevées pour qu'un défaut ponctuel change de position, H l'énergie d'activation du phénomène physique qui contrôle le processus de relaxation et τ l'inverse de la fréquence de saut des défauts pour surmonter la barrière de l'énergie H à la température T [163]. Cette relation définit une droite dans le diagramme $(\ln \omega, 1/T)$ dont la pente est proportionnelle à l'énergie d'activation H et dont l'ordonnée à l'origine permet de déterminer τ_0 . Cette droite est tracée à partir des couples (f, T) , où f et T correspondent respectivement à la fréquence de vibration et la température du pic [163].

III.2.3 Description des spectres de frottement intérieur

Les mesures du frottement intérieur correspondent généralement à deux grandes catégories des éléments constitutifs des spectres ; un fond continu représentant l'évolution globale de Q^{-1} en fonction de la température, et des anomalies superposées au fond continu (la figure III.2). Il est toutefois nécessaire d'être plus précis en ce qui concerne ces anomalies qu'il est possible de regrouper en plusieurs catégories selon leurs caractéristiques. Un moyen très simple pour différencier les divers phénomènes est de réaliser des mesures du coefficient de frottement intérieur successivement au cours chauffage et du refroidissement ou même un deuxième essai. On distingue ainsi (la figure III.3) [167] :

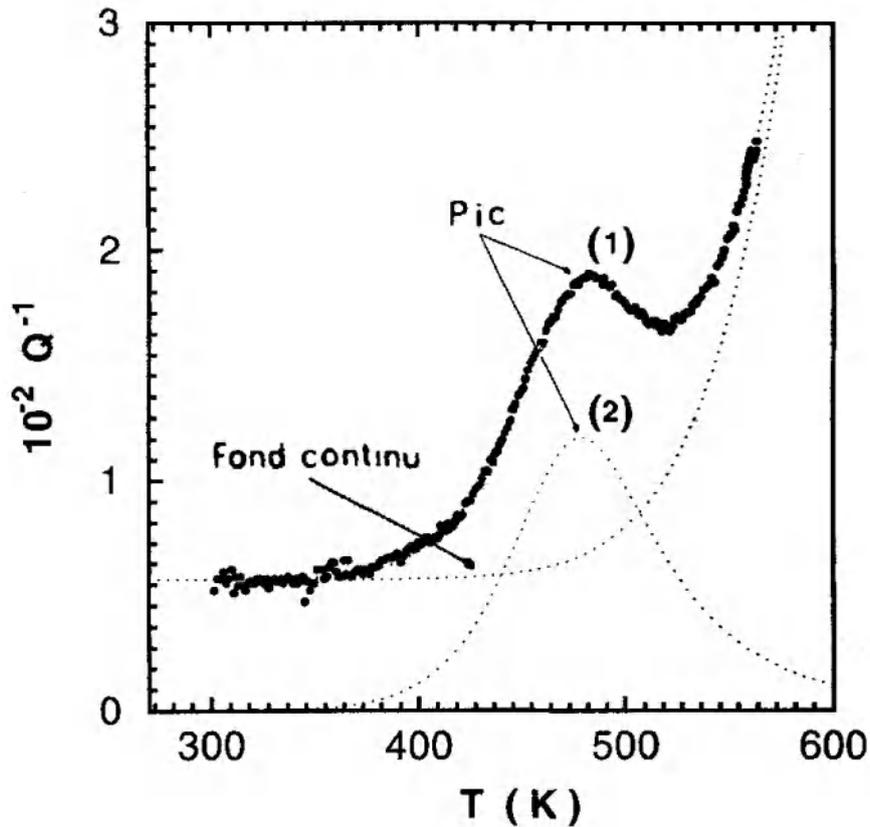


Figure III.2 Représentation schématique de la dépendance en température du frottement intérieur : (1) pic superposé au fond continu, (2) forme du pic après la soustraction [168]

- **Pic** : Anomalie qui passe par une valeur maximum et qui apparaît identiquement au cours des cycles de chauffage et refroidissement.
- **Pseudo-pic** : Anomalie semblable à la précédente lorsque l'on effectue un chauffage mais qui passe par une amplitude maximale inférieure lors du refroidissement.
- **Faux pic** : Anomalie présentant encore un maximum lors du chauffage mais ne présentant plus qu'une décroissance régulière lors du refroidissement.
- **Maximum** : Anomalie très proche de la précédente, quant à son comportement et se distingue seulement par sa quasi-disparition lors de la descente en température (ce phénomène est totalement irréversible tandis que le faux pic peut être considéré comme semi réversible).
- **Crête** : Anomalie qui est caractérisée par une montée très rapide à allure exponentielle du coefficient de frottement intérieur, suivie d'un retour quasi instantané à la valeur normale. Cette anomalie est de caractère aléatoire en général.

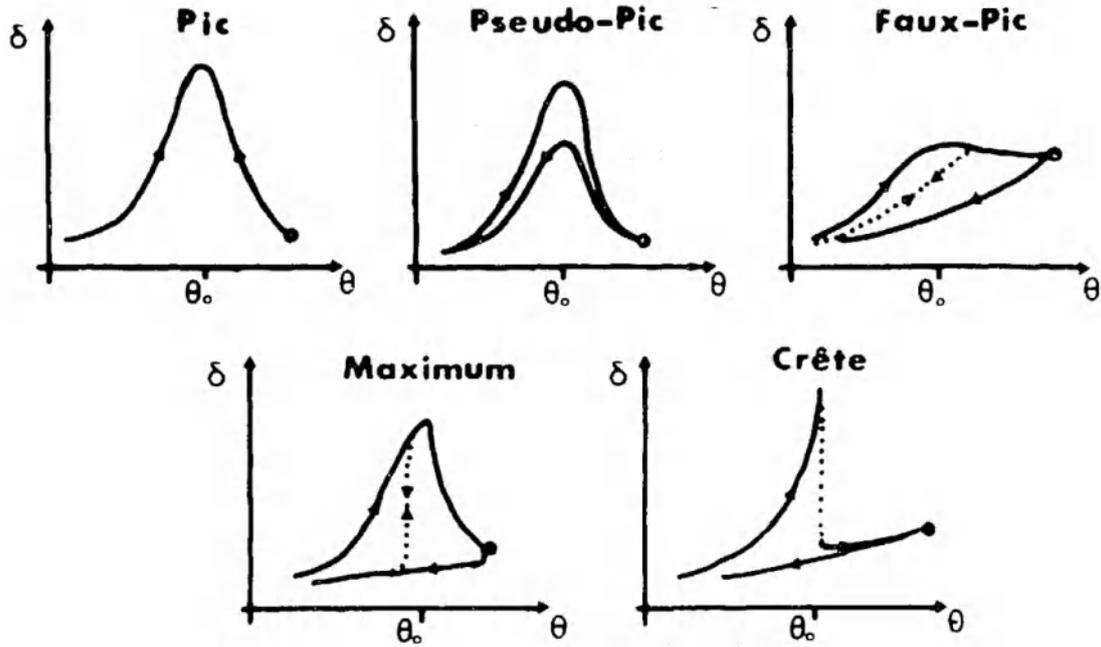


Figure III.3 Principaux types d'anomalies du frottement intérieur [167]

III.3 Mécanismes liés au frottement intérieur

Dans un solide, le temps de relaxation τ représente la durée pour laquelle ce solide retrouve son nouvel état d'équilibre. La relaxation se manifeste par des mouvements d'électrons libres, la viscosité des joints de grains et la diffusion des atomes. Par exemple, dans les aciers, les atomes interstitiels de carbone diffusent, entre les atomes de fer, durant l'application et après le relâchement de la contrainte. Ce mouvement atomique provoque un amortissement [169]. Plusieurs types de mécanismes peuvent être à l'origine des processus de relaxation anélastique. Nous présentons dans les paragraphes suivants un aperçu général des mécanismes qui peuvent être à l'origine des comportements observés de la dépendance en température du frottement intérieur.

III.3.1 Relaxation des défauts ponctuels (relaxation par diffusion)

L'introduction d'un défaut ponctuel, par exemple, un atome interstitiel ou un atome de substitution, dans la solution solide d'un cristal métallique crée des distorsions élastiques locales (dipôles élastiques). Suite aux distorsions créées, le défaut interagit avec la contrainte uniforme apparaissant dans le cristal sous l'action d'une force externe. La relaxation due à la diffusion des atomes sous contrainte est un type d'anélasticité qui se manifeste dans deux formes principales :

1. **La première forme** est causée par la migration d'atomes interstitiels qui sont présents en insertion dans le cristal et entourés par un certain nombre de sites inoccupés. Ce genre de relaxation s'appelle effet Snök, un exemple est montré dans la figure III.4 [166] où l'enregistrement du pic de Snök est mis en évidence dans des mesures de frottements internes dans l'acier en fonction de la température à plusieurs fréquences d'oscillation. La figure III.4 montre le déplacement du pic de Snök du carbone dans l'acier vers les faibles températures avec la diminution de la fréquence.

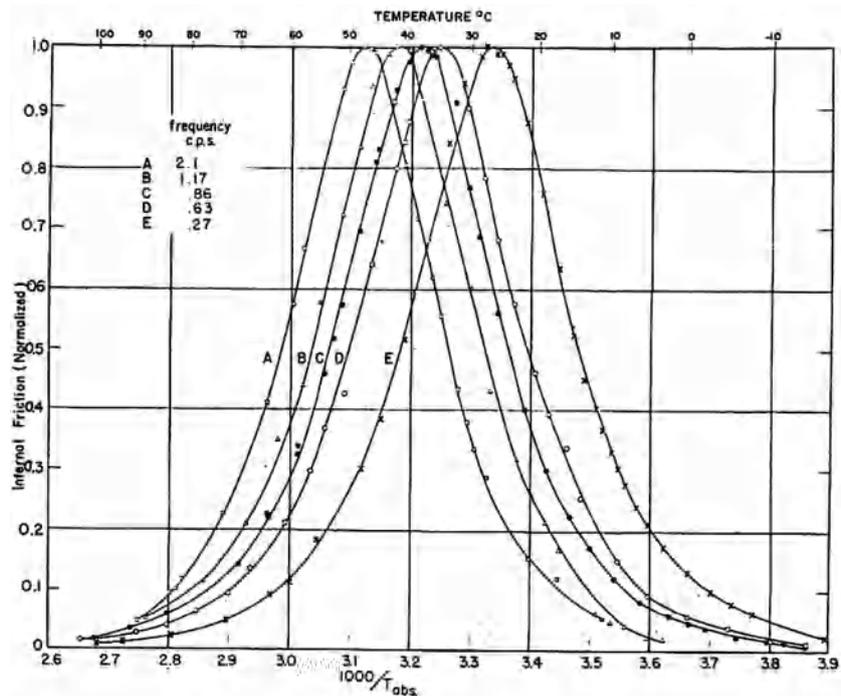


Figure III.4 La dépendance du frottement intérieur dans l'acier en fonction de la température à plusieurs fréquences (A, B, C, D et E) [166]

2. **La deuxième forme** a été trouvée expérimentalement par Zener en 1943 [170] et est liée à la migration de paires d'atomes substitutionnels (haltères atomiques), qui ne peuvent être réorientés dans le champ de contraintes appliqués à cause de l'absence de sites libres dans le cristal. Pour cette raison, les atomes du métal solvant doivent échanger des places avec eux. Ce genre de relaxation nécessite une énergie d'activation élevée (comparable à l'énergie d'autodiffusion qui est de l'ordre de 1.3 jusqu'à 1.6 eV), et qui se produit à des températures élevées. Pour la relaxation due aux défauts ponctuels, le temps de relaxation est de l'ordre de 10^{-14} jusqu'à 10^{-13} secondes [166].

III.3.2 Relaxation des dislocations

Les effets de relaxation de ce groupe de phénomènes anélastiques dans les métaux et les alliages avec une densité de dislocations assez élevée peuvent être divisés comme suit :

- Effets de dislocations causés par le déplacement des dislocations elles-mêmes dues à la formation et au mouvement des inflexions thermiques ou géométriques. ; les pics observés s'appellent pics de Bordoni [166] ;
- Effets de dislocations causés par le déplacement des lignes de dislocations ancrées par des défauts ponctuels (pics de Hasiguti) [166] ;
- Effets de dislocation-impuretés causés par les atomes dissous et dislocations conjointement (relaxation Snök-Köster) [171].

III.3.3 Relaxation dans les joints de grains

Le pic de joints de grains est très large et se produit dans les métaux et alliages polycristallins. La figure III.5 montre ce pic dans le cas de l'aluminium [172]. Ce pic a été attribué au mouvement visqueux le long des joints de grains, c.-à-d. au cisaillement d'un grain par rapport à un autre grain le long du joint.

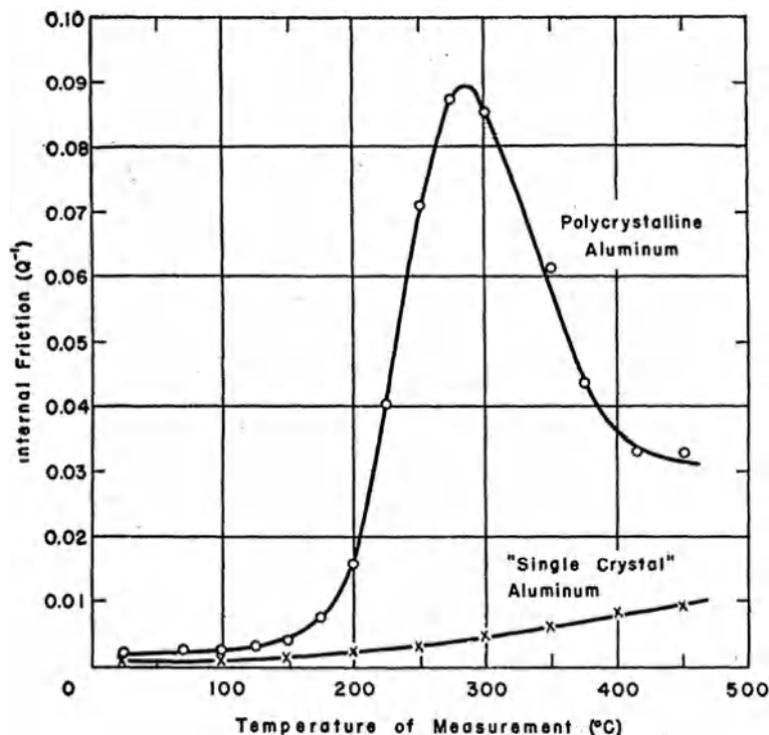


Figure III.5 Principaux types d'anomalies du frottement intérieur [172]

III.4 Le fond continu à haute température

Pour des températures élevées, la contribution du fond continu, augmente exponentiellement avec la température et correspond à une déformation plastique visqueuse. Il est observé dans tous les matériaux. Ce fond d'amortissement est très sensible à la structure ; il diminue avec la taille du grain, et augmente dans le cas des échantillons déformés, ou partiellement restaurés et polygonisés, et est réduit sous l'effet d'un recuit à des températures plus élevées.

L'étude de la contribution du fond continu fait l'objet de travaux de Rivière [173,174] tant qu'il peut chevaucher avec les pics décrits dans les paragraphes précédents. Les mécanismes proposés, principalement le mouvement de dislocation contrôlé par diffusion dans ou proche des joints du grain, et le glissement des joints du grain, sont difficiles à séparer par l'expérience. L'un des problèmes est que le fond dépend du taux de chauffage parce que la microstructure responsable du fond peut changer et évoluer pendant la mesure [175].

III.5 Le frottement intérieur et la précipitation

Le frottement intérieur est une méthode sensible aux modifications microstructurales des matériaux. Dans le cas des alliages, la précipitation à partir d'une solution solide sursaturée donne lieu à d'importantes modifications de la microstructure. Il en résulte alors une évolution notable du spectre du frottement intérieur, composé d'un ou plusieurs pics caractéristiques des phases en présence et d'un fond sous-jacent.

Ainsi, les pics de Zener [170] dus à la réorientation sous l'effet de la contrainte appliquée de dipôle élastique formé par les paires d'atomes de soluté, permettent l'étude de l'évolution de la solution solide sursaturée. Les pics de précipités signalent l'apparition des précipités métastables, leur hauteur étant proportionnelle à la fraction volumique de la phase ainsi formée. L'évolution du fond sous les pics et simultanément du module élastique dynamique permet de suivre l'effet de durcissement par précipitation.

Deuxième partie

Expérimentale

Chapitre

IV

Matériau étudié et techniques
expérimentales utilisées

IV.1 Matériau étudié et traitements thermiques et thermomécaniques appliqués

IV.1.1 Choix d'alliage

Dans cette étude, l'alliage utilisé est à base d'aluminium, du type Al-Mg-Si désigné Al6060. Il est caractérisé par son aptitude au durcissement structural et sa diversité de fabrication des différents profils. Le tableau V.1 montre la composition chimique.

Tableau (IV.1) La composition chimique de l'alliage étudié

Élément	Si	Mg	Fe	Mn, Zn, Cu	Al
Pds. %	0.3-0.6	0.35-0.6	0.1-0.3	Traces	Reste

IV.1.2 Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués

Dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée, des échantillons ayant des dimensions initiales $40 \times 30 \times 7.4 \text{ mm}^3$ ont été mis en solution (ST) pendant 2h à 540°C , et ensuite trempés rapidement dans l'eau froide (WQ). Afin de suivre la réponse de l'alliage au durcissement et d'étudier la stabilité thermique des précipités et leurs évolutions microstructurales, les échantillons ont subis trois (03) traitements thermomécaniques différents dans le but de produire différents états de précipitation (voir la figure IV.1).

- Le premier cycle comporte une déformation plastique à froid (CR), puis un prévieillissement (PrA) de 8h à 100°C ,
- Le deuxième cycle comporte un prévieillissement (PrA) de 8h à 100°C suivi d'une déformation plastique à froid (CR),
- Le troisième cycle comporte un prévieillissement (PrA) de 8h à 100°C suivi d'une déformation plastique à $T = 100^\circ\text{C}$ (WR).

La déformation se fait à l'aide d'un laminoir dans laquelle le taux de déformation atteint une valeur égale à 80%. Durant le processus de déformation à froid, afin d'éviter l'échauffement des échantillons, les échantillons ont été mis dans l'eau froide après chaque passe de laminage pendant 60s, tandis que la déformation à 100°C nécessite de mettre l'échantillon dans le four après chaque passe pendant 30 à 45 secondes afin d'homogénéiser la température de l'échantillon. Comme traitement final, les échantillons ont été portés à une température égale à 180°C (AA) afin de déterminer leurs pics de dureté.

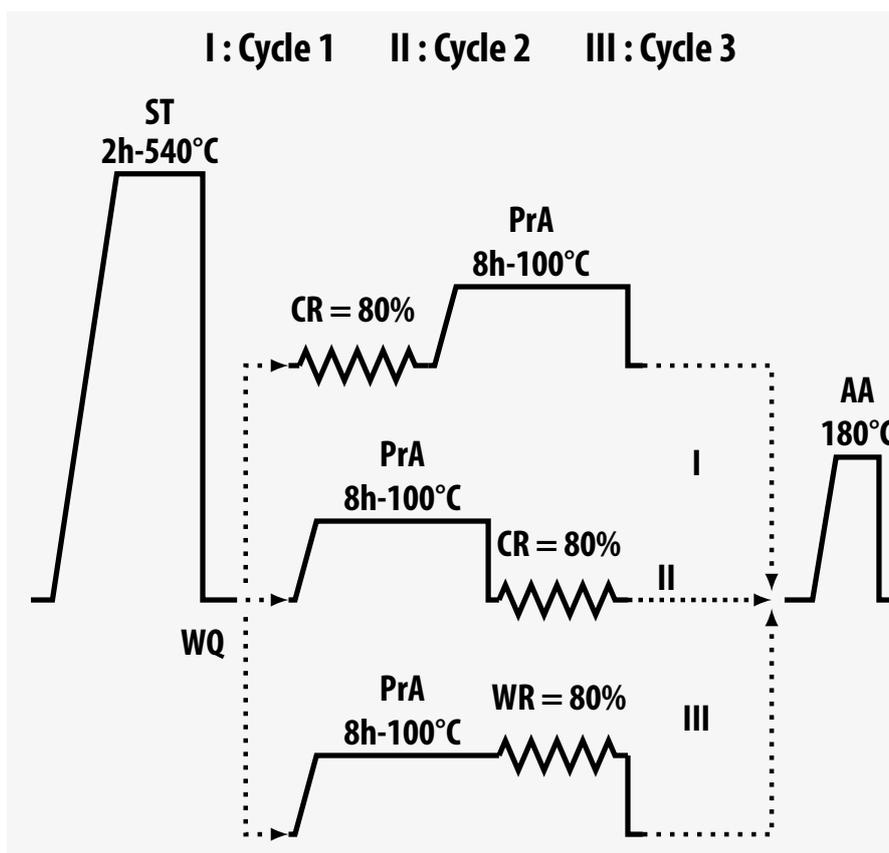


Figure IV.1 Représentation schématique des traitements thermiques et thermomécaniques appliqués dans la présente étude

IV.2 Techniques expérimentales utilisées et préparation des échantillons

IV.2.1 Caractérisation thermique

IV.2.1.1 L'analyse calorimétrique différentielle

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique thermique primaire qui permet d'étudier le comportement thermique d'un matériau (dégagement ou absorption de chaleur) lors d'un changement de l'état physique. Elle mesure les propriétés thermiques afin d'établir la relation entre la température et la propriété physique spécifique. La quantité de matière utilisée est très faible et les résultats sont obtenus assez rapidement. Elle est une méthode de caractérisation très efficace. La DSC sert à analyser qualitativement et quantitativement les transformations de phases dans les alliages et même les phénomènes de recristallisation ou de restauration dans des conditions prédéfinies et sous atmosphère contrôlée, ce qui facilite la compréhension de la thermodynamique de ces phénomènes.

Le principe de DSC repose sur la mesure des variations de flux thermique Φ_m (la figure IV.2) [176], fourni par l'échantillon S (Φ_{FS}) par rapport à celle apportée à une référence R (Φ_{FR}) au cours d'une variation contrôlée de température et/ou du temps. Ces variations sont enregistrées sous forme d'un signal appelé un thermogramme qui comporte deux types de phénomènes :

- Un pic exothermique (au-dessus de la ligne de base) correspondant à la formation d'une phase par précipitation ou une restauration ou une recristallisation (dégagement de chaleur) ;
- Un pic endothermique (en dessous de la ligne de base) correspondant à la dissolution d'une phase (absorption de chaleur).

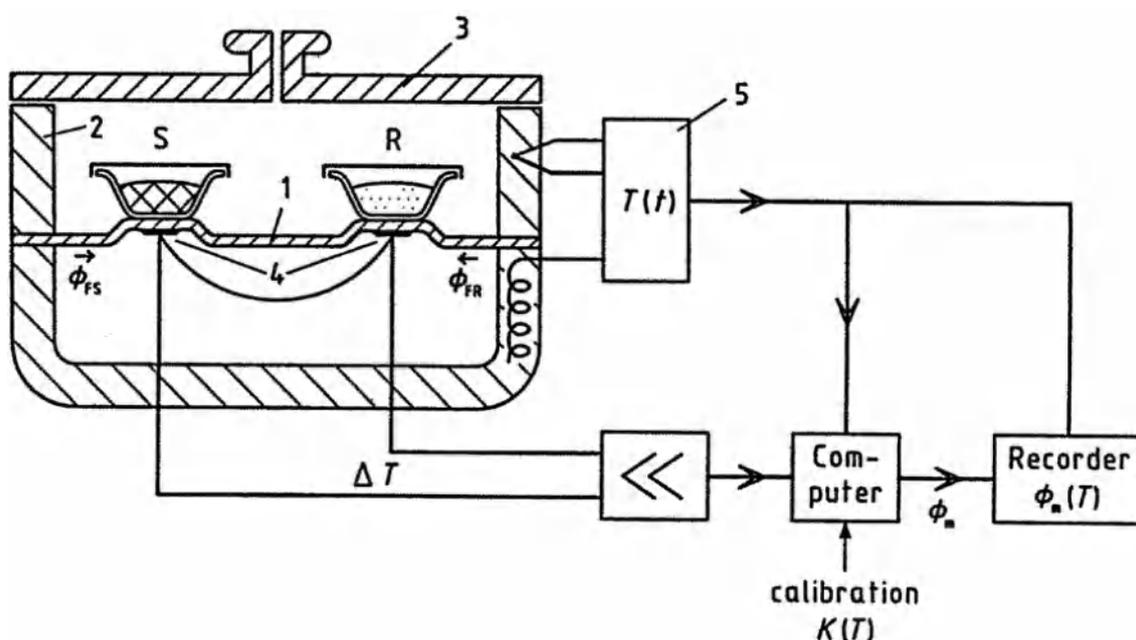


Figure IV.2 Illustration du principe de mesure par DSC :

(1) Disque, (2) four, (3) couvercle, (4), thermocouple, (5) contrôleur et programmeur [177]

Les mesures ont été effectuées sur un appareil du type *Setaram DSC 131*, sous balayage d'un gaz protecteur (argon) afin d'éviter toute réaction potentielle de l'échantillon avec l'atmosphère du four. Afin d'obtenir le flux de chaleur réel de la réaction dans l'échantillon, le flux de chaleur doit être étalonné avant les mesures. Cela est fait en effectuant des analyses d'étalonnage avec plusieurs matériaux standard dans lesquels l'évolution de la chaleur est bien connue, comme Al, In, Zn et Sn. Les échantillons ont été découpés sous forme de petits disques de diamètre 5 mm et une masse de 50 mg.

IV.2.1.2 L'analyse dilatométrique différentielle

La dilatométrie sert à suivre les transformations de phases qui engendrent des variations des paramètres cristallins ou de structure, par la mesure des variations dimensionnelles relatives en fonction de température $\Delta L/L_0$. Ces variations sont caractérisées par un coefficient de dilatation thermique α qui représente leur dérivée. Généralement, il est de l'ordre 10^{-5} à 10^{-7} pour les solides. La diversité des dilatomètres (horizontal, vertical ou intermédiaire) et leur développement durant ces dernières années (tige à poussoir, optique) a élargi la technique à étudier d'autres phénomènes tels que la texture, le réarrangement et l'annihilation des dislocations associées aux processus de restauration et de recristallisation [178]. Dans ce présent travail, l'analyse dilatométrique a été réalisée en utilisant un dilatomètre horizontal à tige à poussoir *NETZSCH DIL 402 CD*, assisté par le logiciel *Proteus*. Ce type de dilatomètres permet de mesurer des échantillons plats ($L \leq 25$ mm) et cylindriques ($\Phi \leq 6$ mm).

Dans une atmosphère protégée, la mesure des variations dimensionnelles comme il est illustrée dans la figure IV.3 se fait à l'aide d'un détecteur de déplacement LVDT (*linear variable differential transformer*) basé sur le principe du transformateur différentiel, qui convertit le déplacement de la tige à poussoir en une tension enregistrée, sous forme de signal en fonction de température et/ou du temps, pour chaque segment du cycle thermique imposé, avec la courbe dérivée correspondante. Les courbes obtenues sont corrigées en soustrayant la dilatation de la tige à poussoir préalablement mesurée avec un échantillon témoin d'alumine. Dans la présente étude, des échantillons ayant une forme de parallélépipède avec des dimensions de $1.25 \times 5 \times 25$ mm³ ont été utilisés. Le cycle thermique appliqué est identique à ceux utilisés pour le DSC.

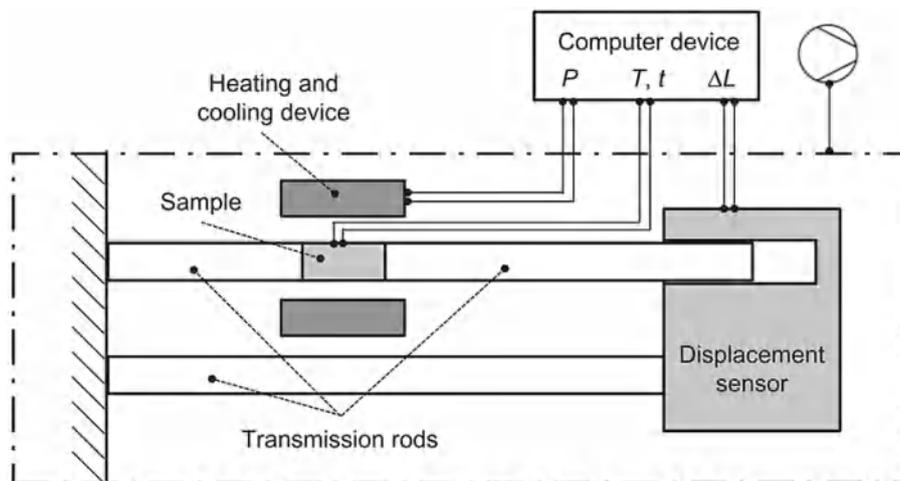


Figure IV.3 Principe de mesure par dilatomètre à tige à poussoir [176]

IV.2.2 Caractérisation structurale et microstructurale

IV.2.2.1 La diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est l'une des techniques non destructives bien établie et largement utilisée dans le domaine de caractérisation des matériaux. Elle permet d'identifier les phases présentes avec leurs compositions chimiques, de déterminer les distances entre les plans réticulaires et d'étudier la formation des différentes textures lors d'une déformation plastique ou d'un traitement thermique. La technique consiste à l'irradiation d'un échantillon avec un faisceau de rayons X sur une plage d'angle d'incidence variable. L'interaction avec les atomes d'échantillon entraîne la diffraction des rayons X lorsque l'équation de Bragg ($2 d \sin (\theta) = n \lambda$) est satisfaite menant à la formation d'un pic (la figure IV.4). Son intensité est déterminée par la distribution des atomes à l'intérieur du réseau.

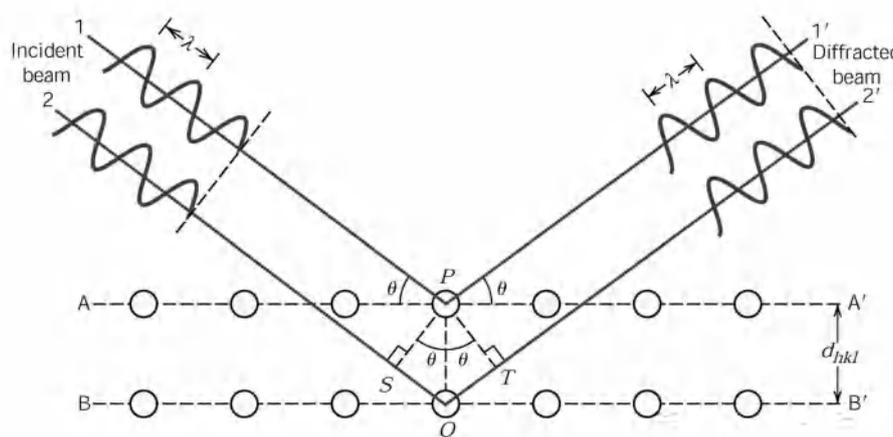


Figure IV.4 Représentation du principe de diffraction des rayons X [179]

Dans ce travail, les essais sont effectués à l'aide d'un diffractomètre *PANalytical EMPYREAN*. Les spectres de diffractions sont enregistrés avec une anticathode de cuivre ($K_{\alpha 1}$, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), sous une tension $E = 45 \text{ kV}$, et une intensité $I = 40 \text{ mA}$. Le balayage est fait dans l'intervalle angulaire de 16° à 120° par un pas de $0,026^\circ$ sur l'échelle 2θ . L'analyse qualitative et quantitative à partir des résultats obtenus, a été faite à l'aide de *X'Pert HighScore Plus* dans la base de données *ICDD (PDF-2 Release 2013)*.

IV.2.2.2 La microscopie optique (MO)

La caractérisation microstructurale consiste au début à faire une étude métallographique optique basée sur la réflexion de la lumière blanche directe pour obtenir des informations

sur les éléments constitutifs de la microstructure. Pour cela, il est nécessaire d'avoir un état de surface très propre. La préparation débute par un polissage mécanique avec des papiers abrasifs de grade croissant jusqu'à 1200, en présence de l'eau afin d'éviter l'échauffement simultané d'échantillon et de l'abrasif, suivi d'un polissage à papier feutre imprégné d'une pâte diamantée ($\frac{1}{2}$ et $\frac{1}{4}$ μm). Après chaque étape de polissage, l'échantillon est nettoyé à l'aide de l'eau distillée afin d'éliminer les débris de polissage, et par l'éthanol pour dégraisser les impuretés organiques attachées à la surface. Finalement l'échantillon est séché à l'aide d'un séchoir électrique. L'étape suivante consiste en une attaque chimique microscopique qui a pour but de révéler les joints des grains par corrosion sélective. Ce type d'attaque permet également d'observer l'évolution de la microstructure. Elle s'effectue à l'aide du réactif Keller à l'ambiante où la durée est approximativement de l'ordre de quelques minutes, et qui peut être modulé au vu du résultat de l'attaque.

Les observations optiques sont suivies à l'aide d'un microscope optique métallographique *Euromex* muni de cinq (05) lentilles ($\times 50$, $\times 100$, $\times 200$, $\times 500$ et $\times 1000$) permettant de grossir l'image, couplé avec une caméra numérique et assisté par le logiciel *Image Focus* pour l'acquisition directe d'image [180].

IV.2.2.3 La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique est essentiellement une technique d'observation électronique, basée sur l'utilisation d'un faisceau d'électrons afin d'obtenir les informations sur la cible. Contrairement à la microscopie optique, l'observation électronique s'obtient par un balayage du faisceau d'électrons focalisé sur la cible. Le microscope électronique à balayage est constitué d'une source d'électrons, un canon, une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, et d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible (la figure IV.5) [181].

Dans la présente étude et pour obtenir des images MEB à haute résolution, un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) *JEOL-JSM 6700F* a été utilisé. Il possède des qualités très intéressantes parmi lesquelles, on peut citer son faisceau qui est très fin et brillant. Le microscope est équipé de trois détecteurs différents : un détecteur pour les électrons secondaires (SE) permettant d'obtenir un contraste topographique, le seconde est pour les électrons rétrodiffusés (BSE) qui est nécessaire pour visualiser les contrastes chimiques alors que le troisième est une sonde qui permet d'effectuer des analyses EDS ponctuelles sur les différentes particules.

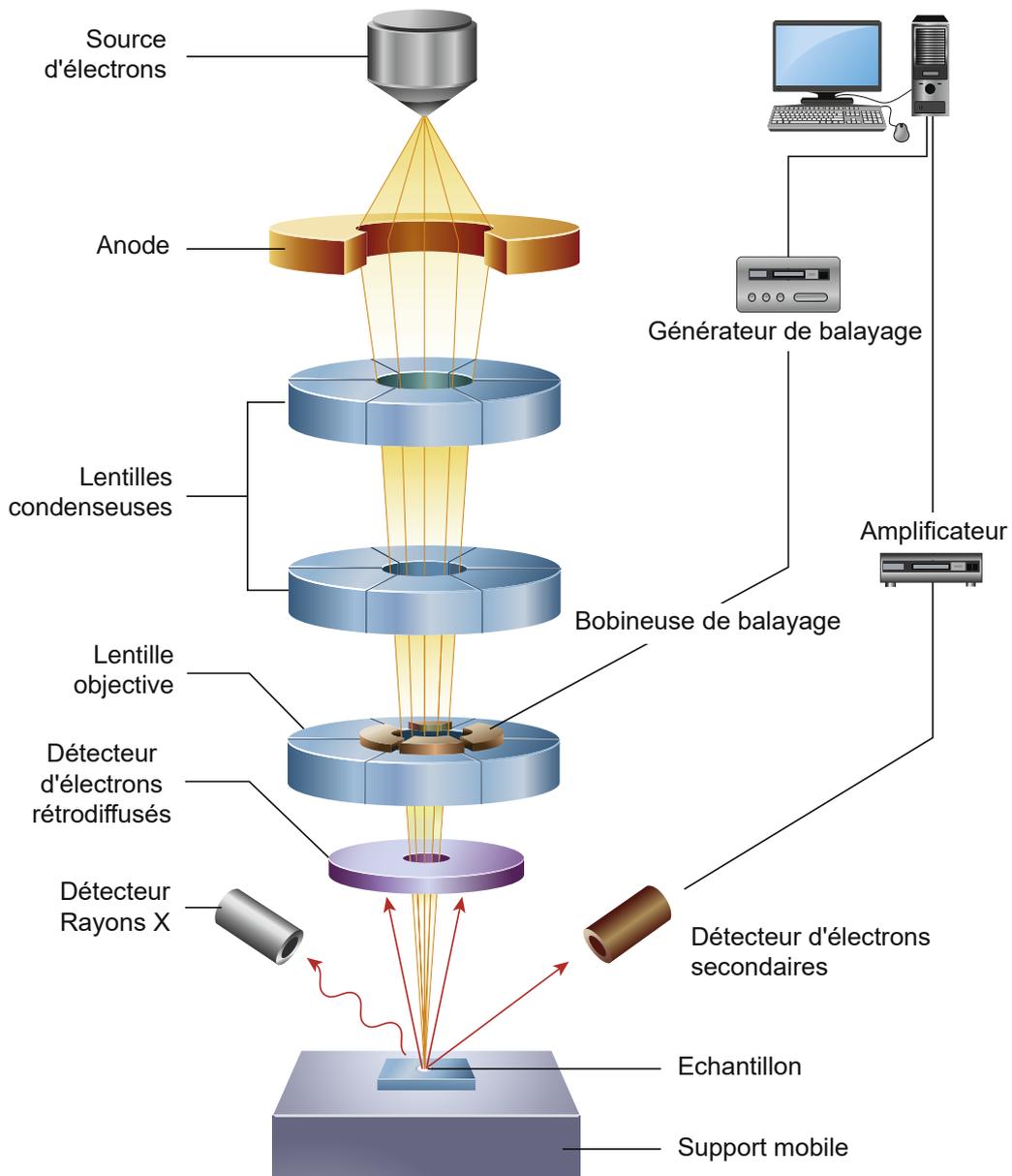


Figure IV.5 Principe de fonctionnement du MEB [181]

IV.2.3 Caractérisation mécanique

IV.2.3.1 L'analyse mécanique dynamique (DMA)

La mesure de frottement intérieur ou la spectroscopie mécanique permet de suivre l'évolution microstructurale d'un échantillon durant un traitement thermique ou mécanique. Comme il s'agit d'une technique de spectroscopie, elle permet l'étude de tous les mécanismes en jeu et non seulement du mécanisme principal. Elle permet par la mesure de grandeurs macroscopiques d'obtenir des renseignements sur les propriétés microscopiques.

La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) a été mesurée par un analyseur mécanique dynamique *Metravib DMA+1000*. Il dispose de plusieurs porte-échantillons standards pour la caractérisation du matériau dans différents états (solide, liquide), pour différentes contraintes (flexion, cisaillement) et géométries (cylindrique, plat). Le porte-échantillon est placé dans une enceinte thermique à proximité d'une sonde dont la plage de température accessible est de -150 à 500°C . Le banc d'analyseur est schématisé dans la figure IV.6 [182]. Il est divisé en deux colonnes. Une colonne supérieure contenant une colonne de force motorisée (1), un accéléromètre bâti (2), et un capteur de force (3). Une colonne inférieure (7) qui porte un capteur de déplacement (8) et un accéléromètre (9). Le système d'excitation est un pot vibrant capable de générer une force sinusoïdale crête à crête de 1000 N , pour un déplacement allant de $1\ \mu\text{m}$ jusqu'à 12 mm entre 10^{-5} Hz et 10^3 Hz .

Dans ce travail, les mesures sont réalisées en mode de vibrations forcées, sur des échantillons de $65 \times 4 \times 1.4\text{ mm}^3$ avec une vitesse de chauffage de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, et une amplitude de déformation maximale $\varepsilon_0 = 2.5 \times 10^{-4}$. Tous les échantillons étudiés ont été testés avec des fréquences de 1 ; 3 ; 6 et 10 Hz . Chaque pic correspond à un phénomène particulier dont on essaye de déterminer par une série de mesure s'il est thermiquement activé ou non et s'il a une dépendance en fonction de température ou non. Dans le cas d'un phénomène activé thermiquement, on mesure son énergie d'activation et son temps de relaxation.

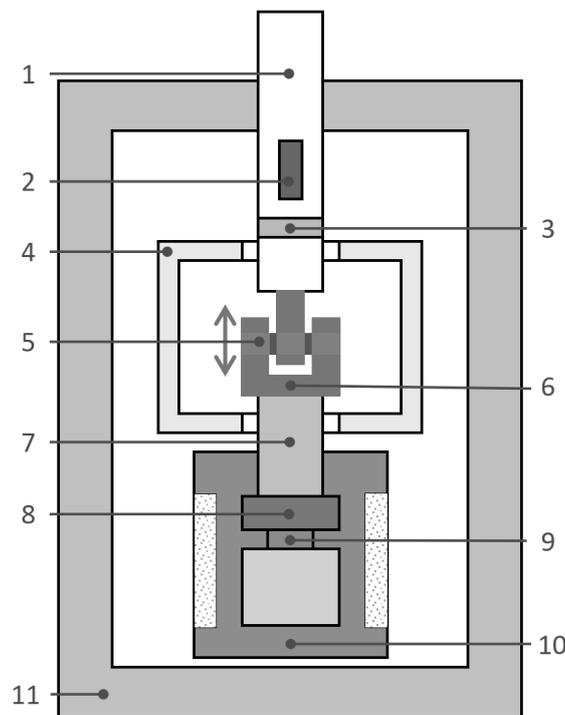


Figure IV.6 Schéma illustrant le banc *Metravib DMA+1000* :
(4) four, (5) échantillon, (6) porte échantillon, (10) pot vibrant et (11) bâti [182]

IV.2.3.2 La microdureté Vickers (Hv)

La dureté détermine la résistance d'un échantillon à la déformation plastique permanente due à une charge de compression constante. L'essai de dureté est le test mécanique le plus répandu pour évaluer les propriétés des alliages métalliques. Elle est utilisée pour contrôler tous les métaux, des plus durs aux plus tendres. Elle est considérée comme une microdureté grâce aux très faibles charges et la taille de l'indenteur. Elle est l'essai le plus employé pour étudier l'évolution du durcissement par la précipitation.

La microdureté Vickers est faite sur un échantillon préalablement poli et prélevé perpendiculairement à l'axe du pénétrateur. La norme ASTM E-384 [183], spécifie une gamme de charges légères en utilisant un pénétrateur diamant pyramidal à base carrée d'angle au sommet égal à 136° , laissant une empreinte avec deux diagonales d_1 et d_2 mesurés à l'aide d'un microscope optique comme il est illustré sur la figure IV.7. La valeur de la microdureté Vickers est le rapport entre la charge appliquée (P) et l'aire de l'empreinte (A) laissée par le pénétrateur montrée dans la formule suivante [184] :

$$H_v = \frac{P}{A} = 1854.4 \frac{P}{d^2} \quad (\text{IV.1})$$

Dans ce travail les mesures ont été effectués à l'aide d'un microduremètre semi-automatique du type *ZWICK*, avec une charge très faible ($m = 300\text{g}$, $P = 2.94\text{N}$) et un temps de maintien de 10 s. Il est relié à un ordinateur, ce qui permet la mesure automatique de l'empreinte grâce à un logiciel adapté. Une moyenne de dix mesures a été effectuée lors de chaque essai.

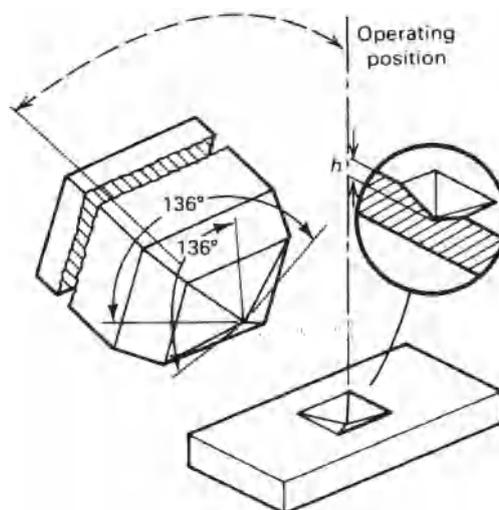


Figure IV.7 Illustration de l'essai de microdureté Vickers [185]

Chapitre



Résultats et discussion

V.1 Étude d'effet des traitements thermiques et thermomécaniques

V.1.1 La réponse d'alliage au durcissement

V.1.1.1 À deux températures (100 et 180°C)

L'évolution des valeurs de la microdureté d'échantillons sous l'effet du traitement thermique à deux températures en fonction du temps du maintien est illustrée dans la figure V.1. On peut voir qu'il y a une augmentation proportionnelle de la microdureté en fonction de la température et du temps jusqu'à une valeur maximale après laquelle la microdureté diminue progressivement. Cependant, on note quelques différences entre les deux courbes.

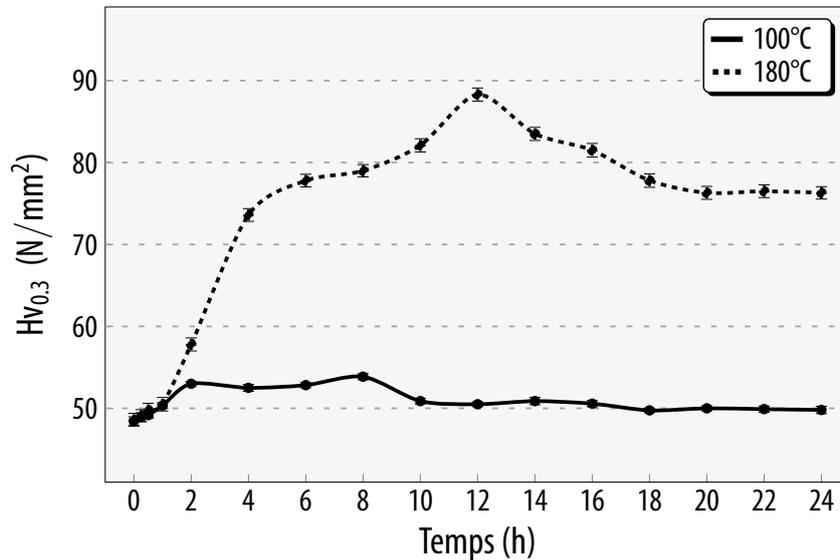


Figure V.1 Evolution des valeurs de la microdureté en fonction du temps et de la température du traitement thermique

À l'état de trempé, les deux échantillons fournissent une valeur faible (49 N/mm^2), à cause de l'absence des précipités durcissant et l'excès en concentration des lacunes après la trempé [186], tandis que l'augmentation au début du traitement s'explique par l'empêchement du déplacement des dislocations par les solutés répartis dans la matrice [187]. La comparaison de deux courbes révèle un comportement différent.

Le durcissement à 100°C semble lent et faible (54 N/mm^2 après 8h). Cela est dû essentiellement à la faible température de chauffage qui offre une diffusion limitée des solutés en formant des précipités à faible densité [187].

Au contraire, le chauffage à 180°C donne un comportement différent ; au début on note un temps d'incubation due à la présence des fluctuations sous formes de zones GP regroupées et cohérentes avec la matrice, puis une augmentation rapide jusqu'au pic formé correspondant à $t = 12\text{h}$, quand l'échantillon atteint sa valeur maximale (88 N/mm²). L'augmentation rapide du durcissement est causée par la formation des zones GP et β'' [186,188,189]. De plus, la présence de défauts ponctuels dans les mailles provoque un durcissement supplémentaire.

Pour les deux échantillons, la prolongation du maintien conduit à un abaissement jusqu'à une valeur relativement stable. Ceci est dû à la décomposition de la solution solide sursaturée et il faut continuer.

V.1.1.2 Au cours des traitements thermomécaniques

L'évolution du durcissement correspondant à chaque cycle est illustrée dans la figure V.2. La réponse de l'alliage au durcissement est importante et associée à des évolutions microstructurales. On note un effet important de la déformation plastique sur le durcissement (une augmentation des valeurs de 55% pour les cycles 1 et 2 et 90% pour le cycle 3). Cette amélioration est due essentiellement à l'interaction de la haute densité de dislocations, d'une part avec les joint de grains et l'excès des lacunes qui agissent comme des sites de nucléation pour les précipités à travers les chemins de court-circuit (précipitation statique comme les cycle 1 et 2) et d'autre part, avec les phénomènes de précipitation et de restauration (comme le cycle 3).

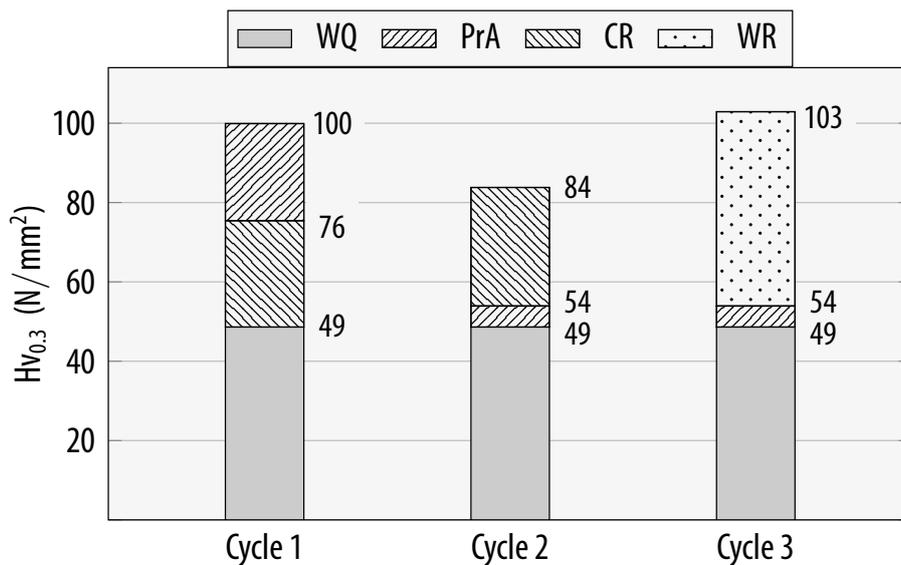


Figure V.2 Évolution du durcissement de l'alliage durant les cycles thermomécaniques appliqués

Le positionnement du prévieillissement PrA dans chaque cycle joue un rôle critique dans le durcissement. On remarque des valeurs importantes pour le cycle 1, causées par les interactions entre la précipitation et les dislocations accumulées. La température relativement faible conduit à une annihilation partielle des dislocations grâce à la restauration en accélérant la diffusion des solutés Mg et Si, ce qui mène à la formation des fins précipités. À leur tour, les précipités bloquent le mouvement des dislocations ce qui donne un durcissement important [190, 191]; tandis que pour le cycle 2, la présence des précipités formés durant le PrA diminue la densité des dislocations après la déformation sous l'effet d'épinglage par les précipités [192], ce qui se reflète sur les cinétiques de précipitation [193, 194]. Cela est considéré comme un effet négatif sur le durcissement total.

V.1.2 Analyse calorimétrique et dilatométrique

V.1.2.1 État de trempe

La mise en évidence des différentes phases susceptibles de se former lors d'un chauffage continu. La courbe DSC d'un échantillon homogénéisé, trempé et maintenu à la température ambiante est présentée dans la figure V.3. On note l'apparition de six effets calorimétriques (notés de A à F). Selon de récents travaux [15, 71, 195–200], ces effets peuvent être interprétés comme suit :

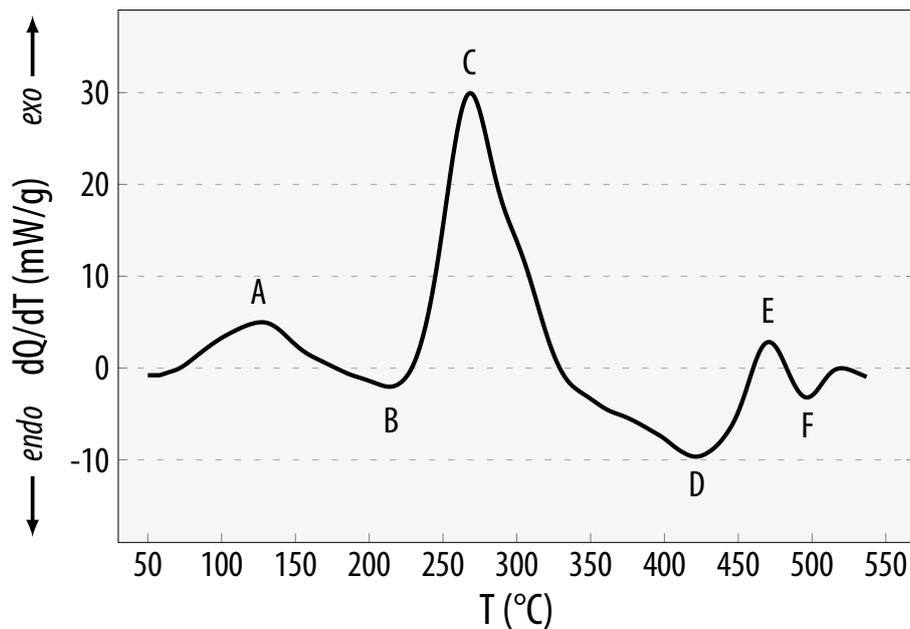


Figure V.3 Courbe DSC de l'état de trempe obtenue au cours du chauffage

- Un pic exothermique (A) situé autour de 130°C qui peut être associé à la formation des amas atomiques et/ou des zones GP, qui se forment après la trempe des alliages à base d'aluminium ;
- Un deuxième effet (B) qui représente un pic endothermique avec un minimum situé vers 215°C correspondant à la dissolution des amas atomiques et/ou des zones GP,
- Un pic exothermique (C) assez large avec un maximum à 270°C qui apparaît comme la superposition de deux pics pouvant être attribués à la formation de deux phases métastables β'' et β' ; cette superposition a déjà été observée dans certaines études [71, 195, 197, 199] et s'explique par l'excès en Si par rapport à celui nécessaire pour la formation de la phase d'équilibre β , la résolution du pic (β'' , β') en deux pics séparés β'' et β' a été obtenue par Afify *et al.* [201] pour un taux proche de 0.32 et par Gupta *et al.* [71] d'une valeur égale à 0.44. La dissolution de ces deux phases est représentée par le pic endothermique (D) qui apparaît à une température égale à 425°C.

La figure V.4 illustre la courbe dilatométrique du segment de chauffage et sa dérivée, enregistrée avec une vitesse de 10°C/min d'un échantillon homogénéisé, trempé et maintenu à l'ambiante. En principe, les effets dilatométriques sont liés directement aux changements dimensionnels qui se produisent dans la matrice dans différentes conditions (isothermes ou anisothermes) ; comme la précipitation est un phénomène qui provoque un changement structural durant un traitement thermique, l'étude dilatométrique est alors nécessaire et efficace. Il est important de noter que les différentes contributions affectant les effets dilatométriques sont essentiellement dues à l'augmentation du volume spécifique du précipité qui est différent de celui de la matrice et/ou la modification du paramètre de maille de la matrice due à la redistribution des atomes accompagnant la transformation de phase.

Selon les travaux récemment réalisés [198, 200] et à l'aide des résultats de DSC, la courbe dérivée du segment de chauffage révèle l'apparition de deux anomalies importantes qu'on explique comme suit :

- Une expansion (3) dans l'intervalle de température [240-310°C] avec un maximum de la courbe dérivée autour de 270°C. D'après les résultats d'un travail récemment publié [200], et dans le même intervalle de température, on a remarqué l'apparition successive de deux expansions qui ont été interprétées par la précipitation des phases métastables β'' et β' ; bien que la précipitation des phases métastables conduit à un appauvrissement de la matrice d'atomes de Mg, provoquant une diminution du paramètre cristallin de l'aluminium, on note l'apparition d'une expansion au lieu d'une contraction ; cela s'explique par le fait que

la formation de ces phases donne des volumes spécifiques plus importants que celui de la matrice ;

- A haute température jusqu'à 480°C, on note une contraction (4') qui correspond à la dissolution de la phase d'équilibre β . Aussi, on remarque l'absence de l'effet de la dissolution de la phase β' , ainsi que l'effet dilatométrique associé à la formation de β .

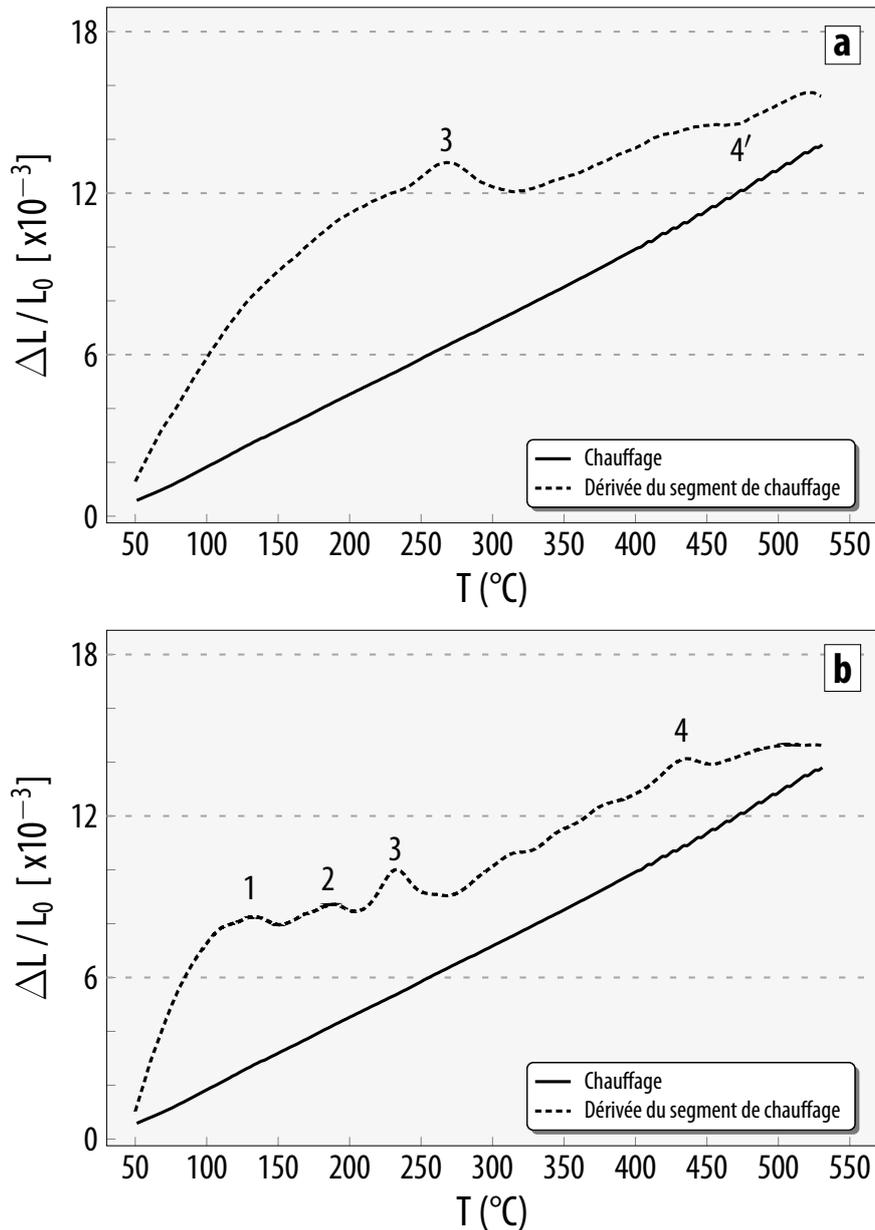


Figure V.4 Courbes dilatométriques du chauffage et leurs dérivées de l'état de trempé avec deux différentes vitesses : a) $v = 10^{\circ}C/min$, b) $v = 3^{\circ}C/min$

- Pour une vitesse de chauffage plus faible ($v = 3^{\circ}C/min$), la courbe fournit des informations supplémentaires ; l'apparition de l'effet associé à la formation des zones GP (expansion (1)), ainsi que la précipitation séparée des phases β'' et β' notée par les effets (2) et (3).

V.1.2.2 Cas du cycle 1

La figure V.5 représente la courbe DSC d'un échantillon homogénéisé, trempé et déformé à froid (CR), qui semble être légèrement différente puisqu'on note quelques changements qui peuvent être résumés dans les points suivants :

- Le déplacement de toutes les réactions vers les basses températures,
- La diminution de l'intensité des différents pics,
- La suppression du 2ème pic et la formation d'un nouveau pic noté (R_C).

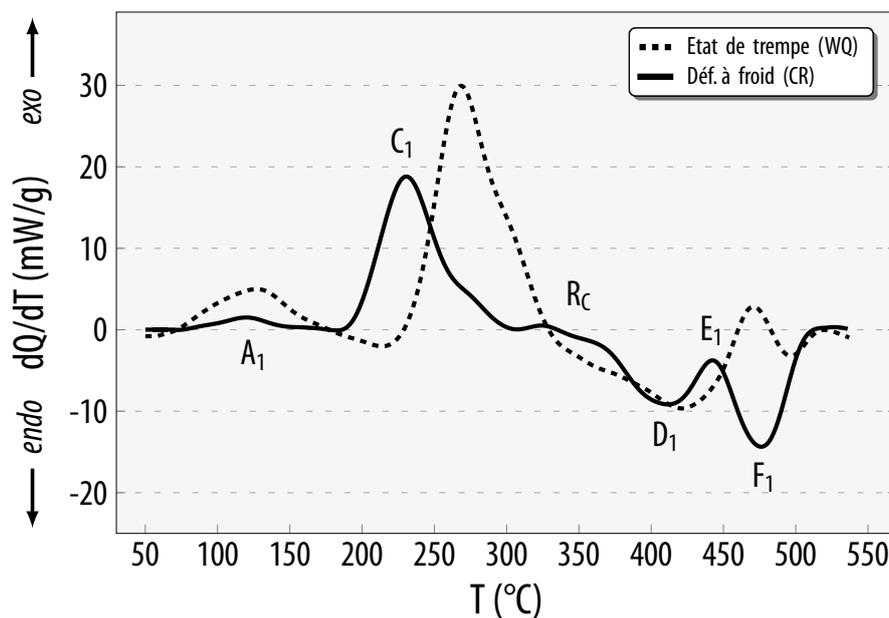


Figure V.5 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe et déformé à froid

- Le déplacement des pics vers les basses températures ne s'explique que par l'accélération des cinétiques de précipitation, causée par la haute densité des dislocations induites par la déformation, et qui représentent des sites préférentiels de nucléation, germination et croissance des précipités, en constituant des réserves de lacunes ou solutés, et par conséquent l'énergie d'activation requise diminue sensiblement [196, 200, 202].
- La diminution de l'intensité de l'effet (A_1) est due à la suppression des zones GP qui peut être causée par l'interaction entre les solutés d'une part, et les lacunes et les dislocations, d'une autre part. Cette dernière provoque une diminution de la concentration des lacunes qui rend difficile à la formation des zones GP [200, 203–205]. On note ici qu'il y a des zones GP

formées durant l'essai de DSC à cause de leur petite taille, qui se dissolvent rapidement en donnant l'effet (A_1), tandis que la suppression du pic de dissolution signifie qu'il y a d'autres zones GP qui se sont formées et dissoutes à l'ambiante avant l'essai de DSC [200, 206].

- Le pic exothermique (C_1) atteint son maximum à une température de 230°C , avec un décalage égal à 40°C par rapport à l'état trempé (le pic C) indiquant que la cinétique de précipitation a été accélérée. D'après les résultats des travaux [207–211], ce pic ne représente que la formation du précipité β' , car la déformation plastique favorise la formation des phases les plus proches à la phase d'équilibre [212].

- Dans l'intervalle de température [310-390°C], un effet large noté (R_C) est observé. Ce pic a été mentionné dans différentes études dans le même intervalle de température [213–215] et correspond à un phénomène de recristallisation. Le pic endothermique numéroté (D_1) situé à 410°C , est attribué à la dissolution de la phase métastable β' . On remarque qu'il est légèrement décalé vers les basses températures à cause de l'annihilation des dislocations lors du chauffage qui facilite la diffusion des atomes. Les deux pics exothermique (E_1) et endothermique (F_1) situés successivement à 442°C et 474°C correspondent à la formation et à la dissolution de la phase d'équilibre β .

La figure V.6 illustre la courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé, trempé et déformé à froid (CR).

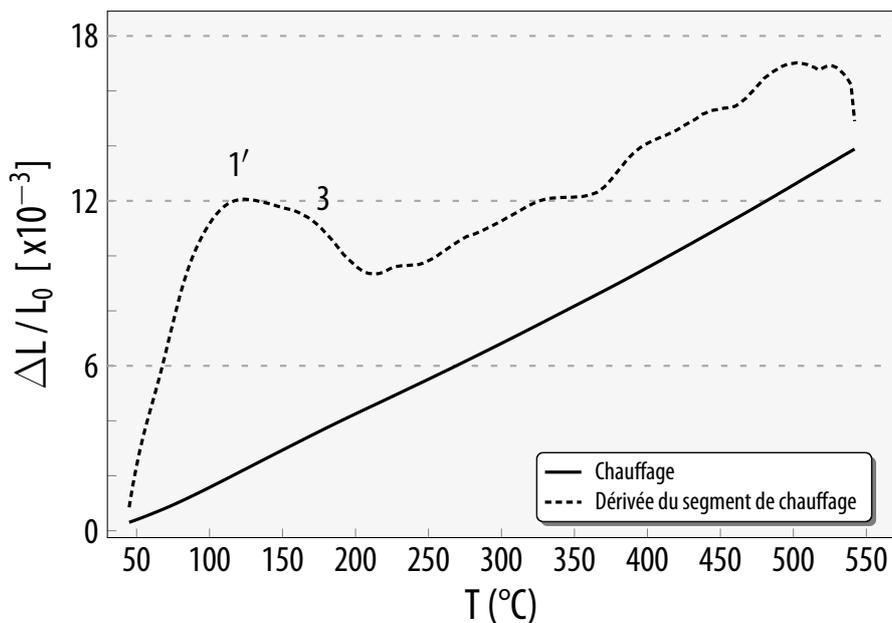


Figure V.6 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempé et déformé à froid

La comparaison de la courbe dérivée de dilatation avec celle de l'état de trempe et celle de DSC révèle une différence. Une expansion importante (1) apparaît entre 100°C et 150°C, suivie d'un épaulement (3) vers 180°C. Elle correspond à la dissolution des zones GP, tandis que l'épaulement représente la phase métastable β' . Aucun effet dilatométrique correspondant à la formation ou la dissolution de la phase β n'est détecté.

La courbe DSC de l'état déformé et prévieilli 8h à 100°C est présentée sur la figure V.7 semble identique à celle de l'état précédant (CR).

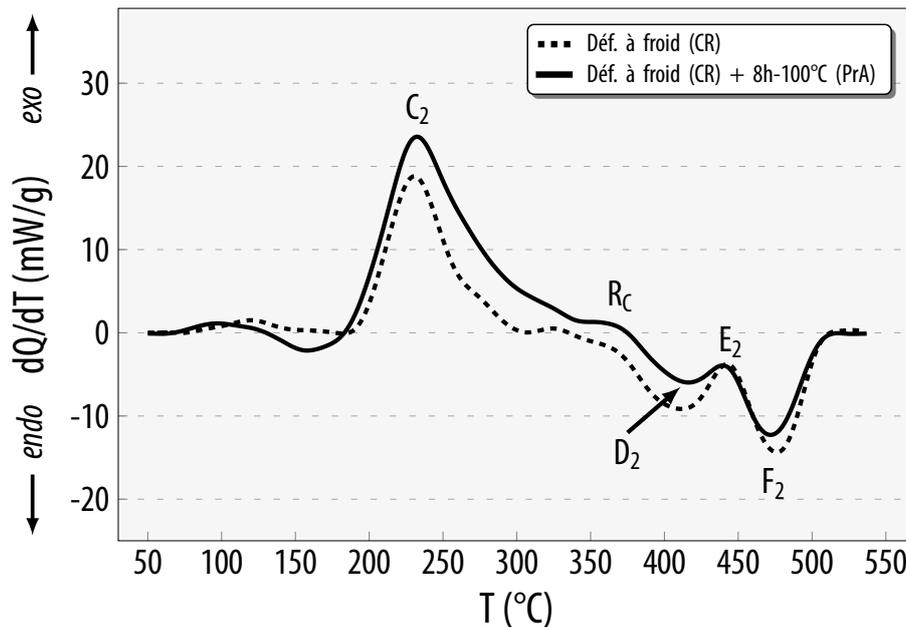


Figure V.7 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C

- Dans l'intervalle de température [200-320°C], un pic assez large (C_2) se forme approximativement à 230°C dans le même intervalle thermique que celui de l'échantillon déformé (CR). La cinétique de précipitation étant toujours accélérée. Ce pic correspond à la formation du précipité β' formé essentiellement grâce à l'apparition du réseau des atomes Si autour des cœurs des dislocations induites par la déformation plastique au début du prévieillissement. Ce réseau mène à la formation des phases riches en Si *post- β''* [209] et principalement β' [210] le long de la ligne des dislocations avec une faible densité.
- Le pic (R_C) situé dans l'intervalle [340-380°C] est un pic dû au phénomène de recristallisation. Son apparition signifie que le prévieillissement a un effet faible sur la structure déformée qui se traduit par le fait que la température du vieillissement est insuffisante pour la suppression

totale de l'ancienne structure. le pic exothermique (D_2) situé autour de 408°C est identique au pic (D_1) et correspond à la dissolution du précipité β' .

- À haute température les deux pics endothermique (E_2) et exothermique (F_2) situés successivement à 440°C et 472°C correspondent à la formation et la dissolution de la phase d'équilibre β .

La courbe de dilatation et sa dérivée du segment du chauffage du même état (CR-PrA) est présentée sur la figure V.8.

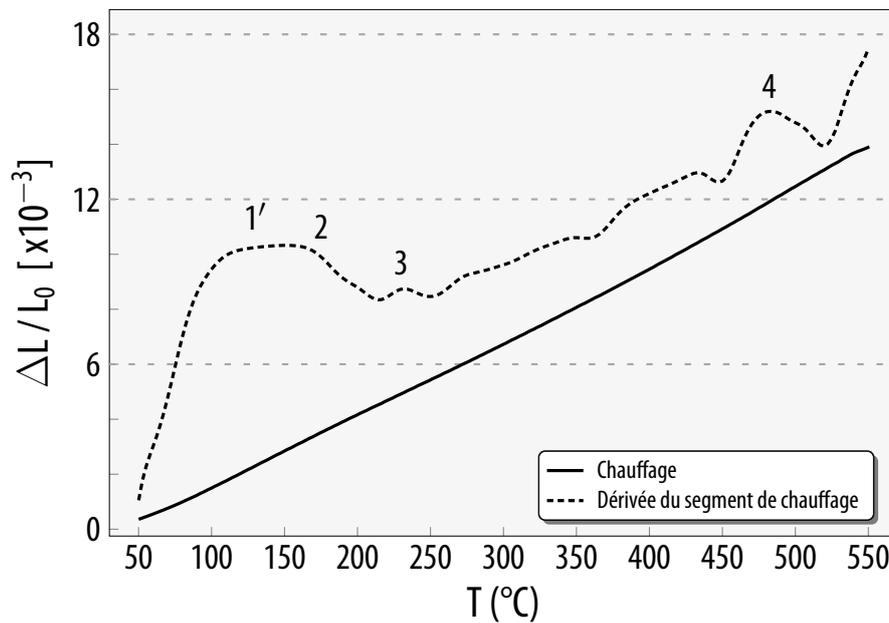


Figure V.8 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C

- Le prévieillissement 8h à 100°C semble ne pas avoir un effet notable sur la précipitation, dans lequel on remarque on remarque ;
- Une expansion ($1'$), dans l'intervalle de température [100 - 180°C]. Elle représente la dissolution des zones GP formées juste après la trempe avec un épaulement (2) dû à la formation du précipité β'' , suivie par une petite expansion (3) située à 230°C , attribuée à la formation de la phase β' . La courbe DSC révélant la précipitation de cette phase dans cet intervalle de température.
- La formation de la phase d'équilibre β est notée par une expansion (4) à haute température vers 500°C .

V.1.2.3 Cas du cycle 2

Avant d'étudier l'influence du traitement thermomécanique (Prévieillissement suivi d'une déformation plastique) sur la séquence de précipitation, il est impératif d'étudier l'état prévieilli avant subir à la déformation. La figure V.9 représente le thermogramme enregistré de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C.

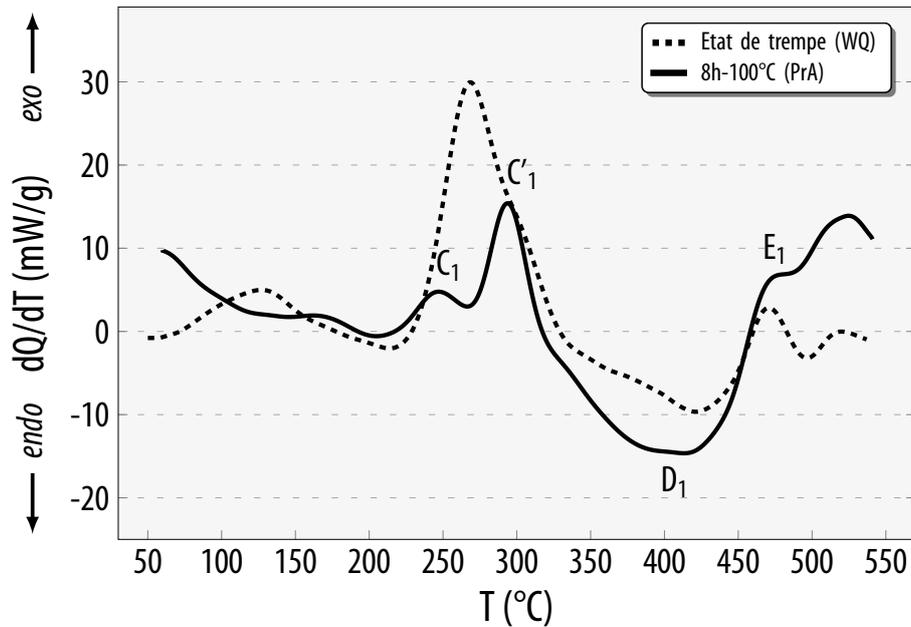


Figure V.9 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C

- Dans l'intervalle de température [220-280°C] un pic (C_1) se forme approximativement à 250°C suivi d'un pic plus important (C_2). L'identification avec l'état de trempe montre qu'il y a un chevauchement des pics correspondant à β'' et β' ; ces deux pics apparaissant dans le même intervalle ne correspondent qu'à la précipitation séparée des phases métastables β'' et β' .
- La formation séparée de β' peut être expliquée par le fait que la quantité des précipités de β'' formée pendant le prévieillissement se transforment à β' durant le chauffage continu, donnant deux précipitations séparées. Le pic exothermique (D_1) situé autour de 400°C est attribué à la dissolution du précipité β' .
- À haute température, le pic endothermique (E_2) situé vers 470°C correspond à la formation de la phase d'équilibre β alors que sa dissolution n'est pas détectée.

La figure V.10 représente la courbe de dilatation et sa dérivée du segment du chauffage de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C.

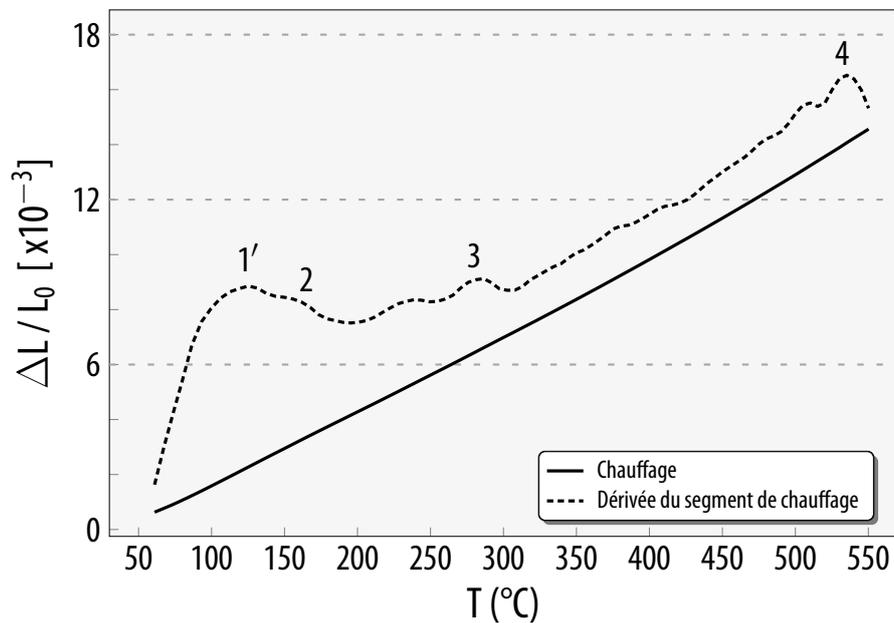


Figure V.10 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C

- À basse température vers 125°C , on note l'apparition d'une expansion (1') qui correspond à la dissolution des zones GP qui se forment juste après la trempe avec un épaulement (2) dû à la formation de la phase β'' .
- La faible expansion (3) apparaissant vers 300°C est associée à la formation de la phase β' .
- La formation de la phase d'équilibre β se traduit par une légère expansion (4). C'est important de noter que les contractions associées à la dissolution des phases β' et β ne sont pas détectées. Cela est dû probablement à la vitesse du chauffage élevée choisie dans cette expérience.

La figure V.11 dans la page suivante représente le thermogramme enregistré de l'état prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid. La comparaison du thermogramme DSC avec l'état prévieilli 8h à 100°C révèle une légère différence ; on enregistre trois effets exothermiques (C_2 , R_C et E_1) et deux effets endothermiques (D_2 et F_2).

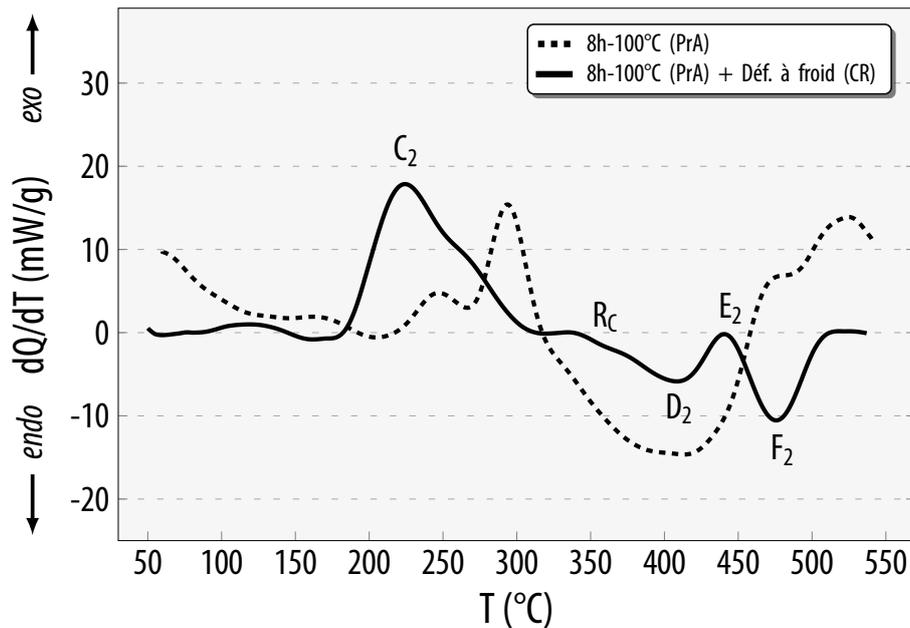


Figure V.11 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid

- Le décalage des pics vers les basses températures est causé par l'accélération de la cinétique de précipitation due à la densité élevée des dislocations induites par la déformation plastique [210].
- Le pic (C_1) assez large, situé dans l'intervalle [180-300°C], atteint son maximum à 225°C. Ce pic semble d'être la superposition de deux pics des précipités (β'' , β') selon les résultats de précédents travaux [195, 216, 217]. Les précipités β'' formés pendant le prévieillissement tendent à se dissoudre sous l'effet de la déformation plastique [218, 219], et se transforment en agrégats riches en solutés plutôt que des solutés distribués de manière homogène, en raison de la faible vitesse de diffusion lors de la déformation. L'interaction des agrégats avec les dislocations facilite la précipitation de β' [193, 194, 219].
- Le pic noté (R_C), qui se forme dans l'intervalle de température [330-360°C], avec une intensité faible par rapport aux états du cycle précédent est un pic dû au processus de recristallisation.
- Le pic (D_1) qui suit correspond à la dissolution de la phase métastable β' . C'est un pic endothermique situé dans l'intervalle [380-420°C] avec un minimum vers 408°C.
- Les deux derniers effets thermiques (E_1 et F_1) correspondent à la précipitation et à la dissolution de la phase d'équilibre β respectivement à 440°C et 475°C.

La courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid sont illustrées dans la figure V.12.

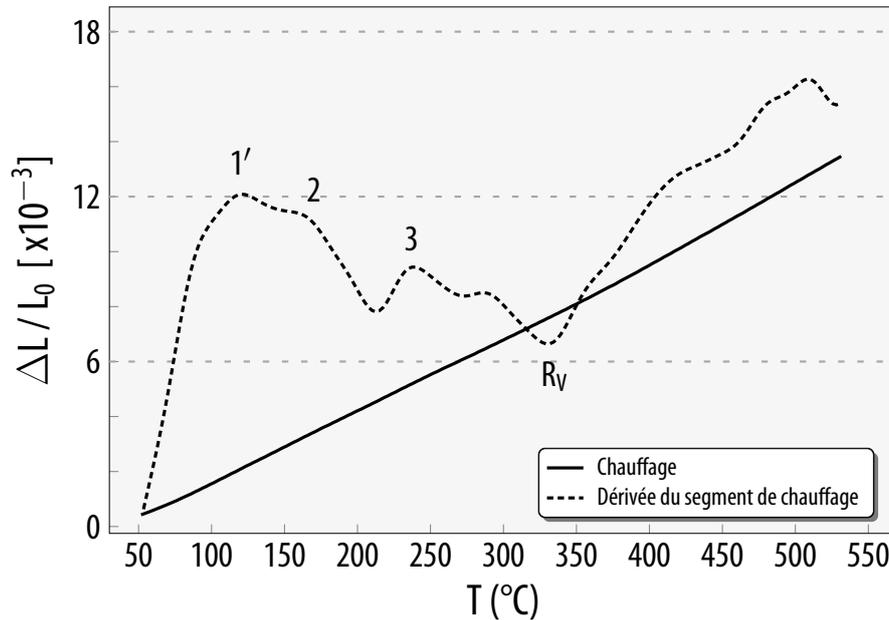


Figure V.12 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid

- La courbe de la dérivée du segment de chauffage semble d'être similaire à celle de DSC avec quelques petits changements. On observe deux expansions (1') et (2) et une contraction (3) qui peuvent être interprétées comme suit :
- L'expansion (1) vers 130°C qui correspond à la dissolution de zones GP formées durant la trempe de l'échantillon déformé, alors que son épaulement (2) correspondant certainement à la précipitation du précipité β'' .
- La précipitation de la phase métastable β' est représentée par l'expansion (3) vers 240°C. Cette dernière est suivie par une contraction R_V qui est le résultat de l'interaction entre la précipitation et le processus de restauration, dans laquelle transformation complète de β'' vers β' est accompagnée du processus de restauration.

V.1.2.4 Cas du cycle 3

La figure V.13 représente le thermogramme DSC enregistré de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C. La courbe révèle l'apparition de cinq effets dont on a trois endothermiques (C_2 , R_C , E_2) et deux exothermiques (D_2 , F_2), leur interprétation se fait à l'aide de l'état prévieilli 8h à 100°C comme suit ;

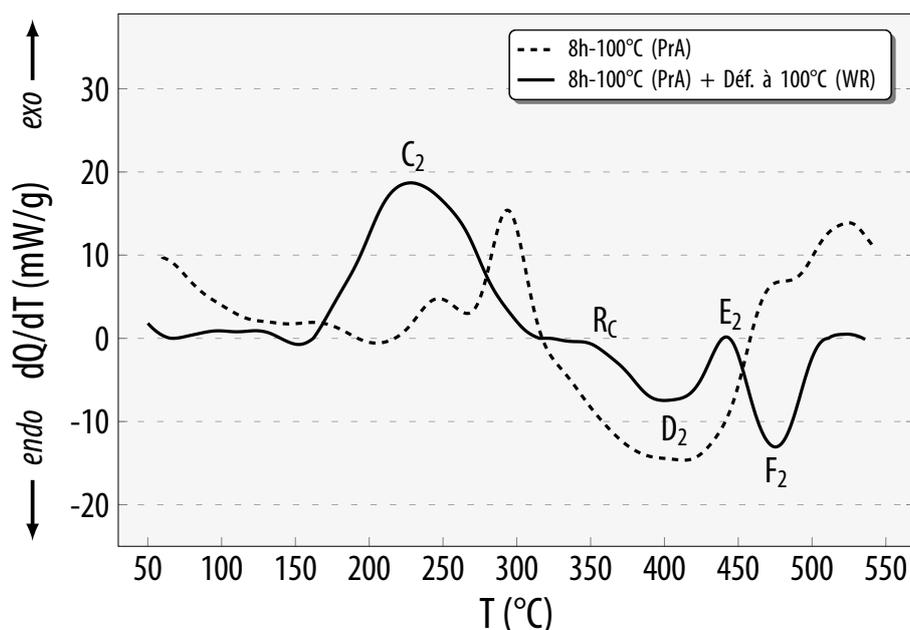


Figure V.13 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C

- Le pic assez large (C_1) situé vers 230°C. Selon les résultats des travaux publiés [216, 220, 221], la formation de β'' est provoquée par la précipitation dynamique durant le prévieillissement et la déformation et même à l'ambiante, tandis que certains travaux [195, 217] ont mentionné l'apparition de β' dont la déformation à température relativement élevée favorise sa précipitation. A partir ce qu'il précède, ce pic ne représente que la précipitation simultanée des précipités β'' et β' .
- Un autre pic (R_C) caractérise l'apparition du phénomène de recristallisation. Le pic suivant (D_1) situé à 400°C représente la dissolution de β' .
- Finalement, on observe la formation et la dissolution de la phase d'équilibre β dans l'intervalle [430-500°C], donnant un pic exothermique (E_1) suivi par un pic endothermique (F_1).

La courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C, et déformé à 100°C sont montrées dans la figure V.14. La comparaison des résultats de la courbe dilatométrique avec la courbe DSC confirme leur similitude.

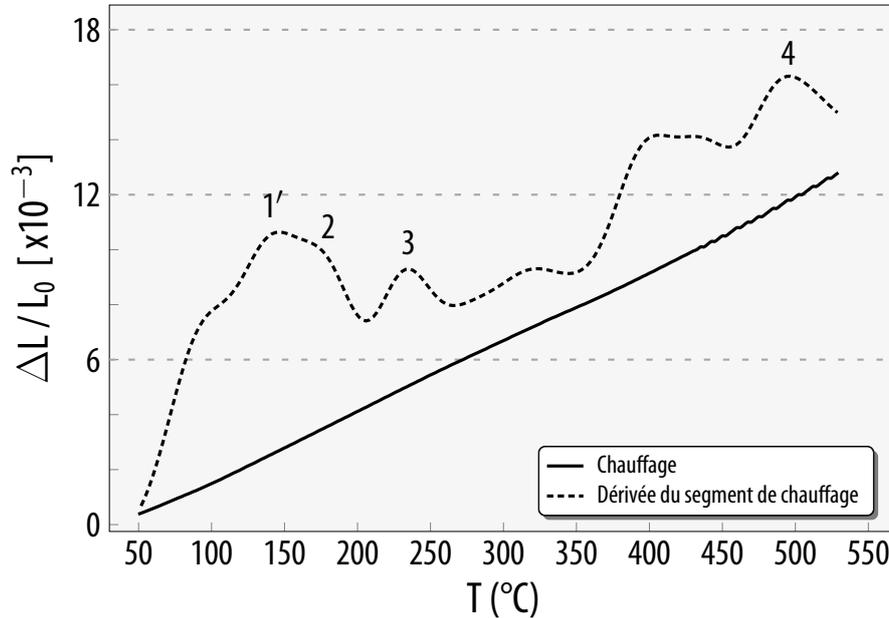


Figure V.14 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C

- Autour de 150°C dans l'intervalle de température [120-200°C], on observe une expansion importante (1') qui représente la dissolution des zones GP formées durant la trempe de l'échantillon déformé, avec un épaulement (2) dû à la formation de la phase métastable β'' . Par la suite, une deuxième expansion (3) située vers 235°C correspond à la formation de la phase métastable β' .
- A haute température, on observe deux expansions correspondant certainement à une recristallisation vers 410°C suivie de la précipitation de la phase d'équilibre β vers 520°C.

V.1.3 Étude par diffraction des rayons X

V.1.3.1 Identification des phases

Les figures V.15 à V.18 représentent respectivement les spectres de diffraction de différents états des cycles.

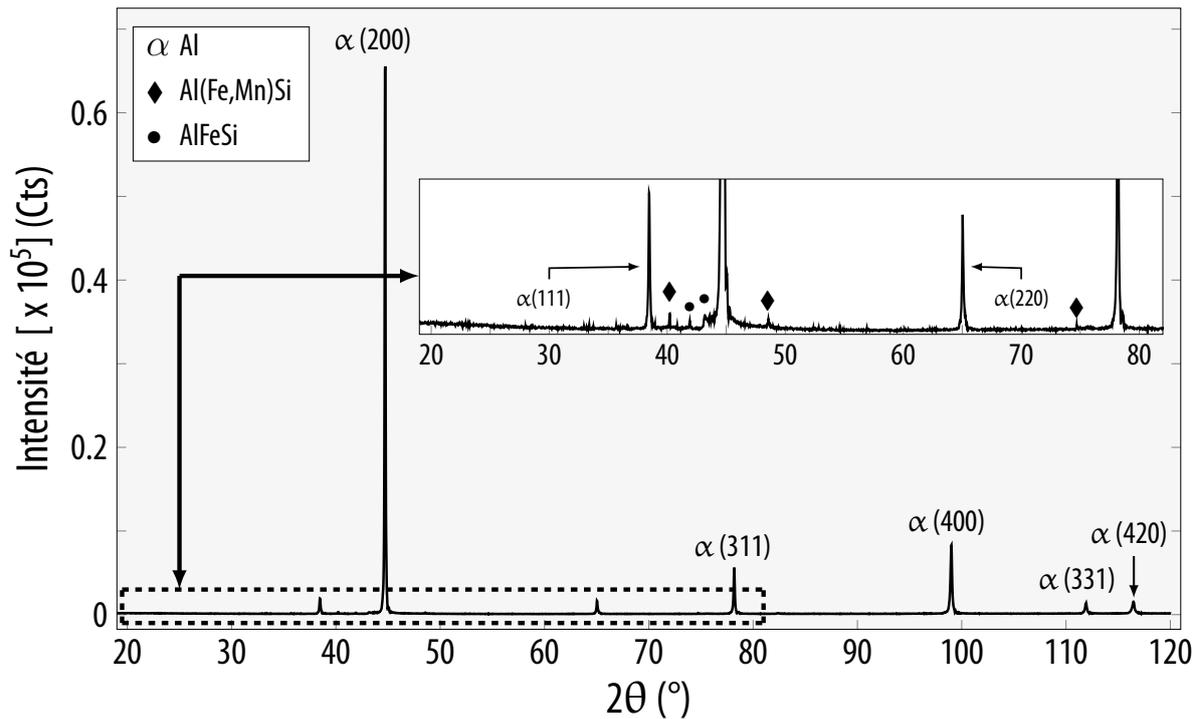


Figure V.15 Spectres de diffraction des rayons X de l'état de trempe

- D'après les fiches ICDD, les pics enregistrés avec hautes intensités correspondent à la structure (CFC) de la matrice d'aluminium. Diverses orientations ont été observées telles que (111), (200), (220) et (311).
- L'analyse des différents spectres montre l'apparition des pics secondaires des précipités intermétalliques AlFeSi (Al_5FeSi et $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$) et Al(Fe,Mn)Si, selon les fiches ICDD (00-049-1499 et 00-041-0894). À l'aide des résultats obtenus par Sitdikov *et al.* [222, 223], les autres états montrent la formation des précipités durcissants β'' , β' et β avec des intensités faibles à cause de la faible concentration de la fraction transformée.
- La formation des précipités aux états déformés est due essentiellement à l'accumulation des dislocations qui peuvent agir comme un chemin de court-circuit pour la migration des atomes en facilitant le phénomène précipitation [208, 224, 225].

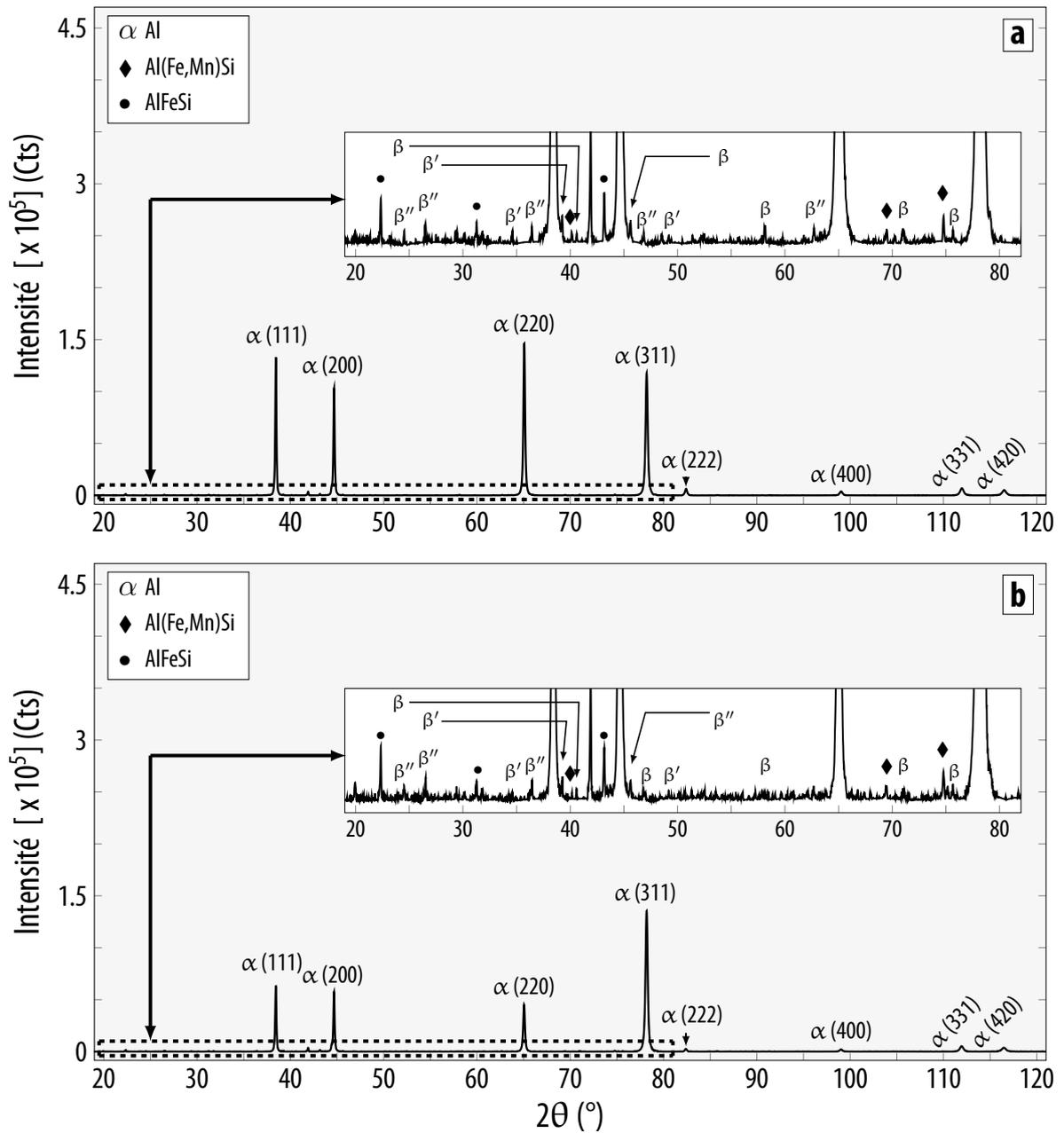


Figure V.16 Spectres de diffraction des rayons X du cycle 1 :
 a) État déformé à froid, b) État déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C

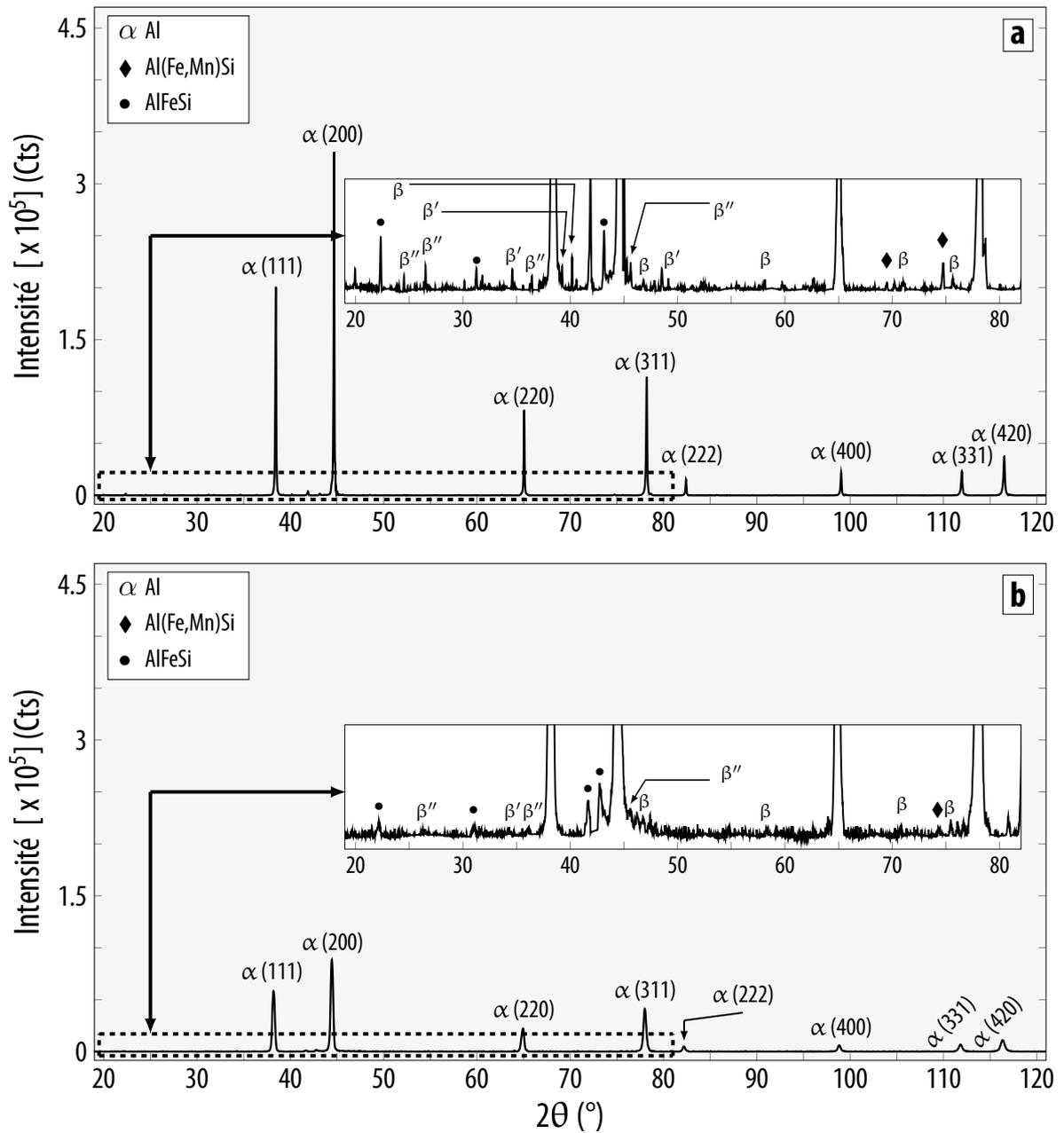


Figure V.17 Spectres de diffraction des rayons X du cycle 2 :
 a) État prévieilli 8h à 100°C, b) État prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid

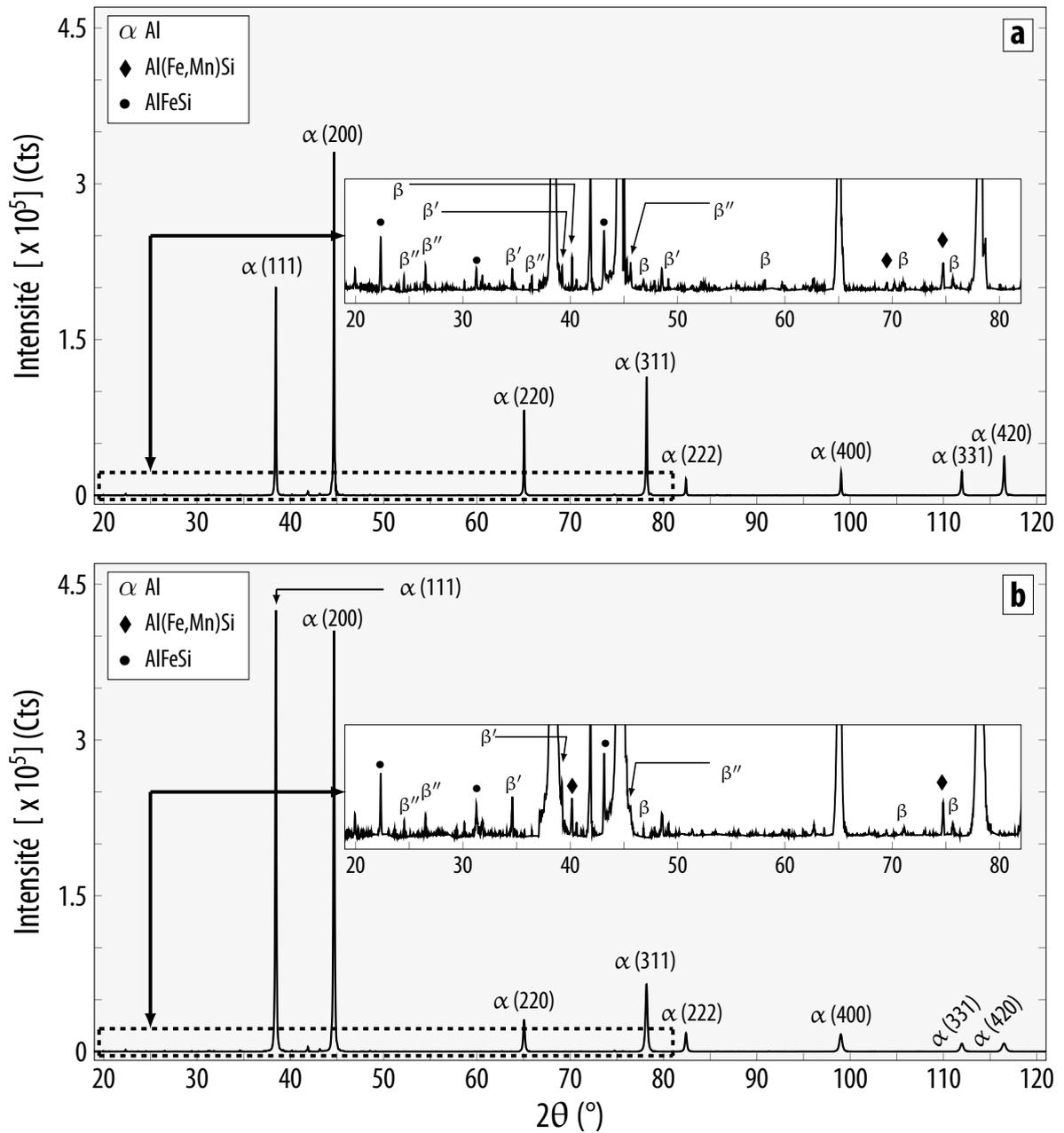


Figure V.18 Spectres de diffraction des rayons X du cycle 3 :
 a) État prévieilli 8h à 100°C, b) État prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C

V.1.3.2 Analyse des profils de diffraction

L'analyse des profils des raies de diffraction est parmi les moyens les plus adaptés pour étudier l'existence des précipités et l'évolution des microstructures déformées. La formation et la nature de ces phases peuvent être indirectement déterminées, en suivant l'évolution de paramètre du réseau cristallin (a).

La figure V.19 montre l'évolution des valeurs moyennes du paramètre cristallin durant les différents cycles. Il est clair que la valeur du paramètre du réseau cristallin des différents états même après l'état de trempe est supérieure à celle de l'aluminium pur (4.0494 Å). Cette augmentation est causée par la différence des rayons atomiques des éléments de soluté dans la matrice d'aluminium ($r_{Si} = 1.17$ Å, $r_{Mg} = 1.60$ Å et $r_{Al} = 1.43$ Å).

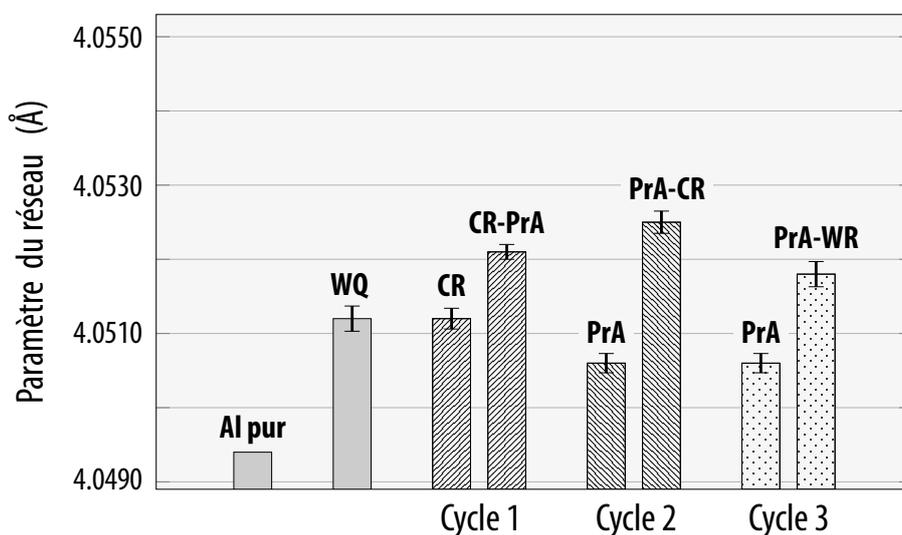


Figure V.19 L'évolution du paramètre cristallin pendant les différents cycles

Pour le cycle 1, aucun changement n'a été observé après la déformation à froid (CR). Cela s'explique par le fait que la déformation plastique se produit au sein de la matrice d'aluminium elle-même. On constate qu'il n'y a aucun effet de multiplication des dislocations sur le paramètre du réseau cristallin. D'autre part, la formation des précipités dans cet état n'a aucun effet notable à cause de leur faible densité et leur distribution inhomogène.

L'augmentation du paramètre cristallin après le prévieillissement (CR-PrA), est accompagnée avec la formation des précipités où l'aluminium est le siège du regroupement de solutés Mg et Si. Cependant, le prévieillissement (PrA) provoque une augmentation de la solubilité des

solutés Mg et Si menant à leur précipitation. La densité élevée des dislocations agissant comme barrière bloque le déplacement des solutés. Leur faible solubilité offre un déplacement à courte distance et mène à une précipitation localisée dans la matrice mère.

Contrairement au premier cycle, le prévieillissement (PrA) réduit le paramètre cristallin dans les cycles 2 et 3. Cela est essentiellement dû à l'appauvrissement de la matrice mère en atomes de solutés. L'augmentation de la solubilité des solutés lors du chauffage (PrA) facilite leur diffusion à longue distance, ce qui conduit à la formation d'une seconde phase.

Des valeurs importantes sont notées après l'application de la déformation plastique sévère pour les cycles 2 et 3. Due à la différence des paramètres cristallins des précipités et de la matrice mère, le paramètre de cette dernière augmente et les précipités non cisailés qui sont entourés et bloqués par les dislocations, servent à augmenter son volume spécifique. D'autre part, la précipitation dynamique lors de la déformation à 100°C (cycle 3) permet de former une seconde phase riche en solutés hors de la matrice mère grâce aux phénomènes de diffusion, ce qu'il justifie une valeur moins élevée par rapport au cycle 2.

V.1.4 Étude métallographique par MO et MEB

Les figures V.20 à V.37 représentent les micrographies de l'état de trempe, ainsi que les différents états des cycles thermomécaniques. L'homogénéisation de l'échantillon à 540°C pendant 2h (la figure V.20a), donne une microstructure plus au moins homogène, avec une taille moyenne de grain de 50 μm , et une distribution irrégulière des particules sombres qui sont le résultat de réaction du réactif chimique avec les grosses particules présentes dans la matrice.

L'examen en microscopie optique d'échantillons des cycles 1, 2 et 3 (les figures V.23a, V.26a, V.32a et V.35a), montre que le laminage donne une nouvelle microstructure différente de celle de l'état de trempe (qui varie selon l'état d'un cycle à l'autre). La déformation des grains se traduit par leur allongement parallèle à la direction de déformation. D'après la littérature [226, 227] lorsque le taux de déformation augmente, le laminage acquiert une microstructure fibreuse. Au cours de cette opération, la déformation plastique induit une anisotropie morphologique de la structure des grains qui s'allongent et s'orientent parallèlement à l'axe de laminage, selon donc une orientation privilégiée.

Par ailleurs les particules sombres représentent les traces laissées par la réaction du réactif avec les grosses particules qui sont toujours présentes même après la déformation. La qualité médiocre des micrographies ne permet pas de définir les grains et les joints de grains.

Aucun réactif chimique ne nous a permis de les observer. La microstructure de l'état prévieilli 8h à 100°C illustrée dans la figure V.29a est assez similaire à celle de l'état de trempe avec un changement sensible de la taille moyenne du grain.

Les figures V.20b, V.23b, V.26b, V.29b, V.32b et V.35b représentent les micrographies obtenues par MEB pour les états mentionnés précédemment. Pour tous les états, on observe de grosses et de fines particules aléatoirement réparties dans toute la matrice. A l'aide de la cartographie X (les figures V.21, V.24, V.27, V.30, V.33 et V.36) qui permet de visualiser la distribution des éléments sur la surface de l'échantillon, et par identification avec les micrographiques optiques, on trouve une distribution homogène pour tous les éléments dans toute la plage d'échantillon (pour chaque état du chaque cycle); cependant il y a des particules dans lesquelles on observe une concentration locale en Al, Fe, Si et parfois Mn. Ces observations ainsi que les résultats obtenus par EDS (les figures V.22, V.25, V.28, V.31, V.34 et V.37) conduisent à conclure que ces particules sont des intermétalliques dont la majorité est riche en Si de type AlFeSi ou de type secondaire Al(Fe,Mn)Si . Ces résultats sont en bon accord avec la littérature et ceux obtenus par diffraction des rayons qui révèlent l'apparition de ces particules.

Malgré le taux élevé de déformation, ces intermétalliques sont thermiquement stables. Durant la déformation plastique, ils sont fragmentés en particules plus fines distribuées préférentiellement le long des joints de grains. Généralement, leur présence ne montre aucune contribution dans le durcissement, mais elle détériore les propriétés mécaniques de l'alliage [228]. La présence des particules Al(Fe,Mn)Si dans l'alliage améliore ses propriétés mécaniques, mais comme le Mn est présent sous forme de traces, la contribution de ces précipités dans le durcissement n'est pas sensible à cause de leur faible quantité.

Il est important de noter qu'il n'ya aucune évidence sur la formation des précipités durcissants dans tous les états, sachant que la déformation plastique et même le prévieillissement (8h à 100°C), soit avant ou après la déformation, favorisent leur formation. En fait, c'est un problème répandu et courant dans ce type d'alliage. Selon Banhart *et al.* [25], ce problème est principalement dû à la faible teneur en Mg et Si dans l'alliage, ce qui donne un faible signal de bruit sur le détecteur lors de balayage. Les trois éléments (Al, Mg, Si) sont, en plus, voisins dans le tableau périodique et l'interaction avec les électrons évolue avec une certaine puissance de la densité électronique, qui est très similaire pour les trois éléments. Par ailleurs, en microscopie électronique à balayage, le contraste de ces éléments est faible tant que le numéro atomique Z est similaire et ils interagissent avec les électrons de la même manière.

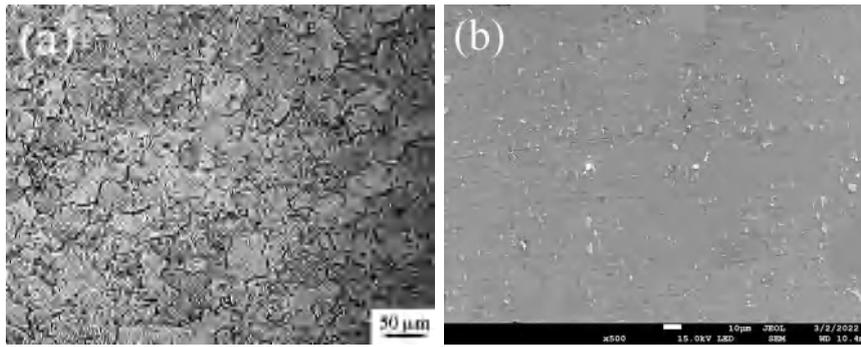


Figure V.20 Micrographies de l'état de trempe :
a) MO ($\times 200$) et b) MEB ($\times 500$)

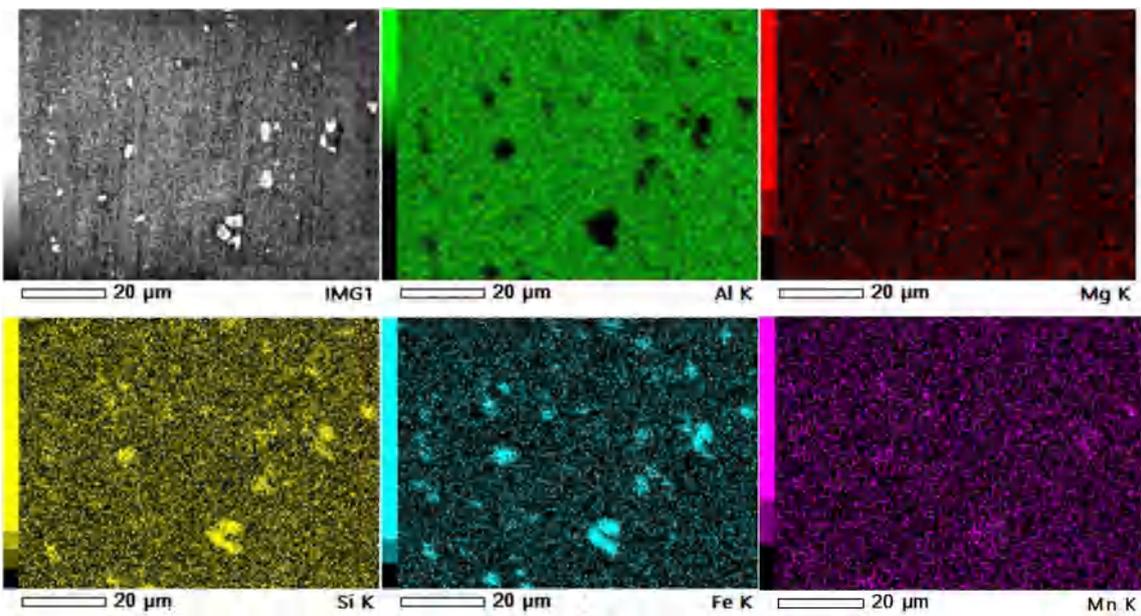


Figure V.21 Image obtenue par cartographie X montrant
la distribution des différents éléments à l'état de trempe

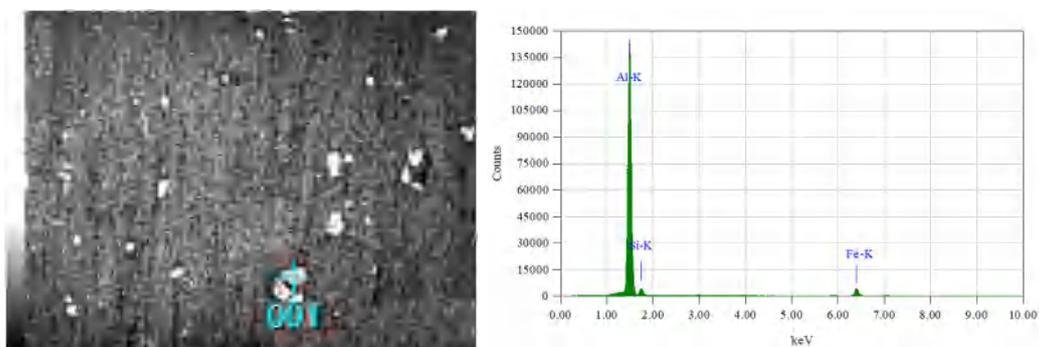


Figure V.22 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 001

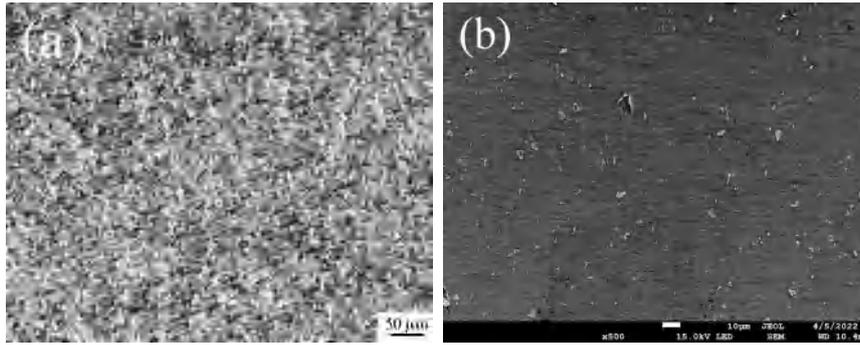


Figure V.23 Micrographies de l'état de trempe et déformé à froid :
a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 500$)

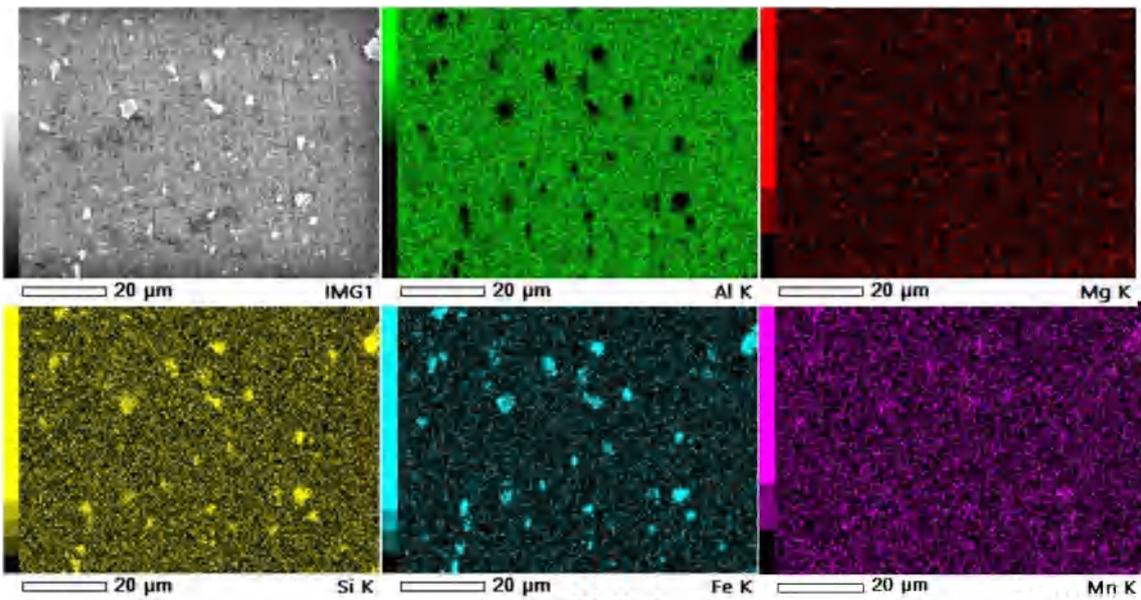


Figure V.24 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et déformé à froid

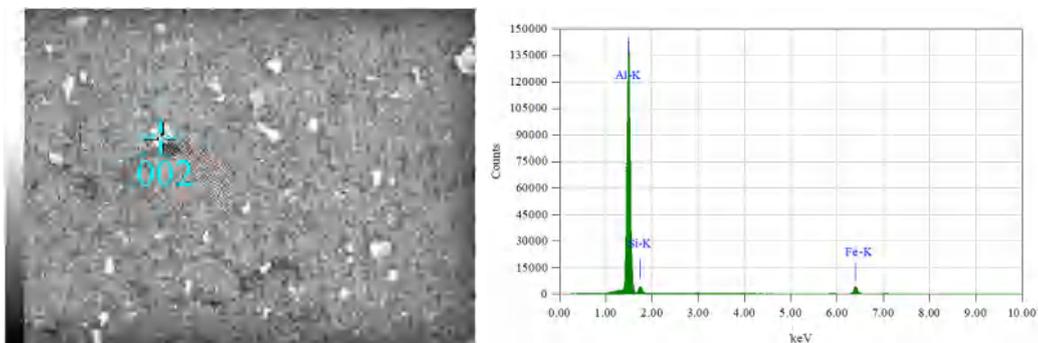


Figure V.25 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 002

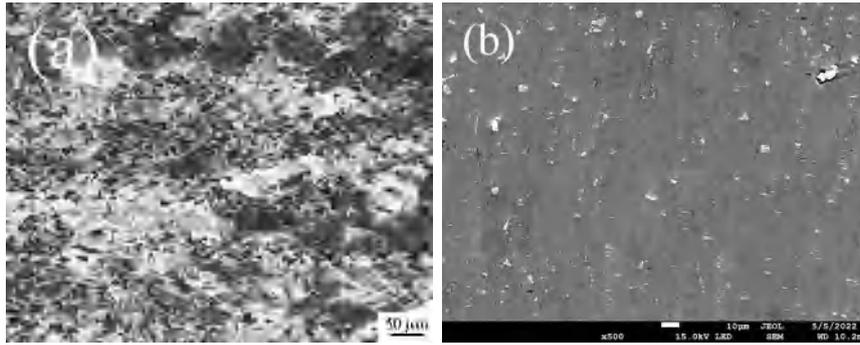


Figure V.26 Micrographies de l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C :
a) MO ($\times 100$ et b) MEB ($\times 500$)

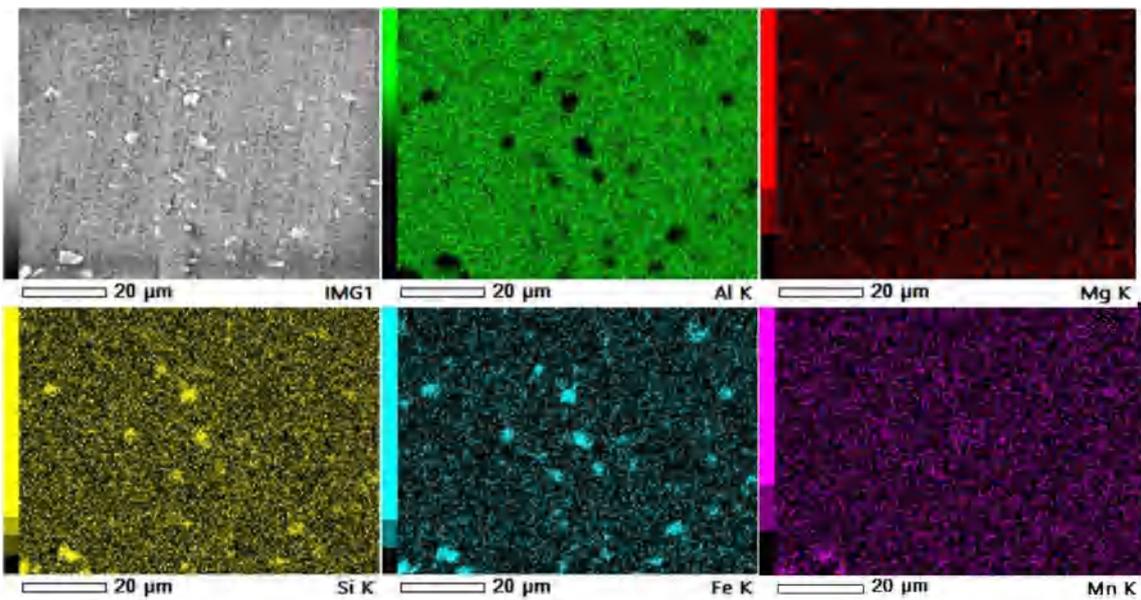


Figure V.27 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe, déformé à froid et prévieilli 8h à 100°C

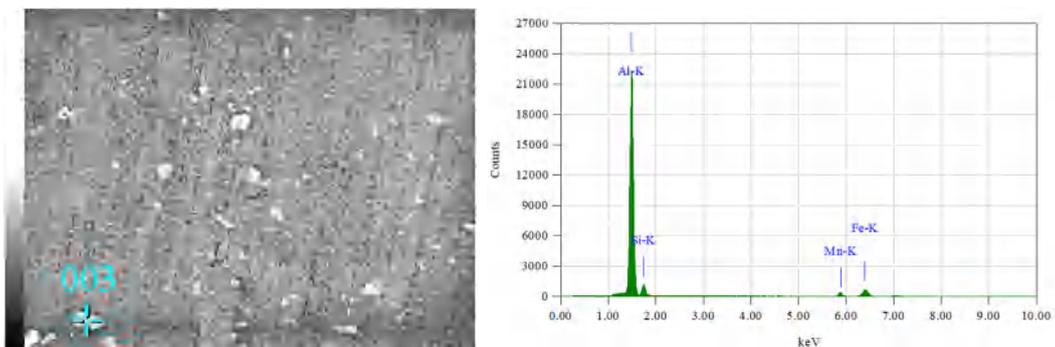


Figure V.28 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 003

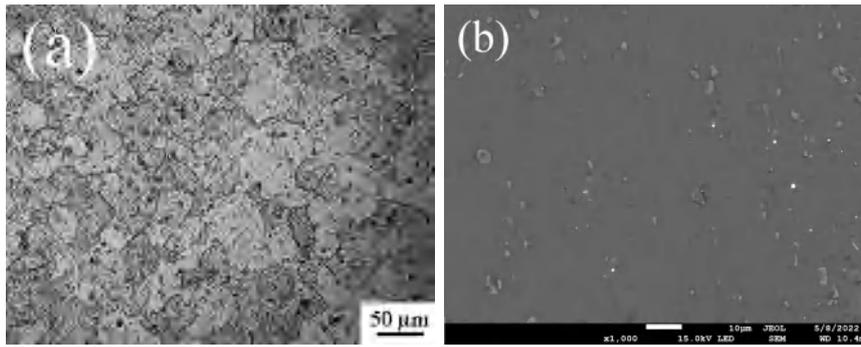


Figure V.29 Micrographies de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C :
a) MO (×200) et b) MEB (×1000)

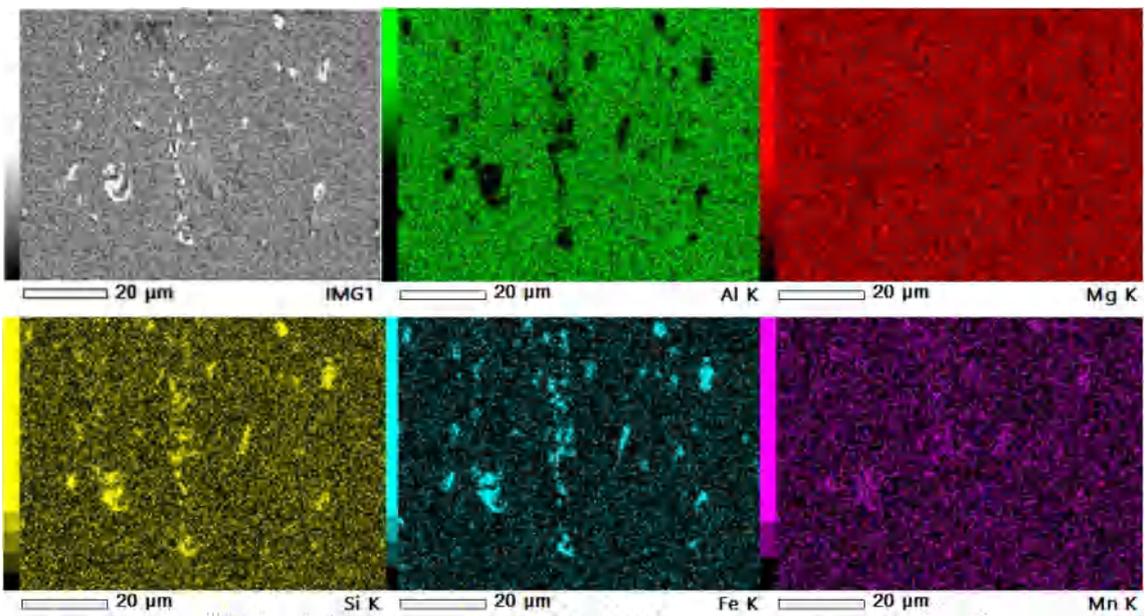


Figure V.30 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C

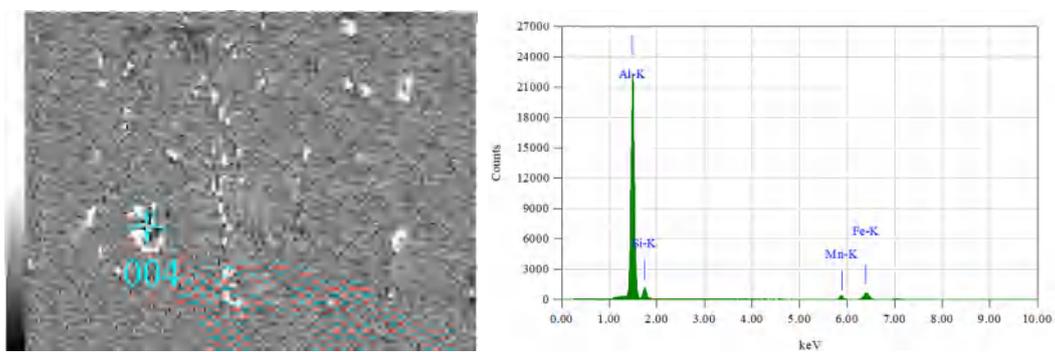


Figure V.31 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 004

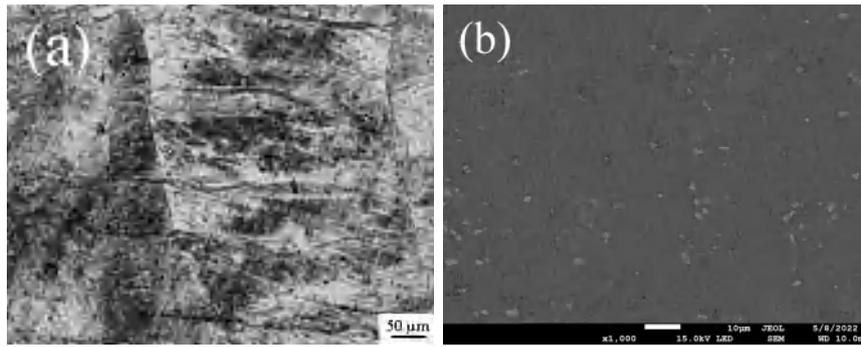


Figure V.32 Micrographies de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid :
a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 1000$)

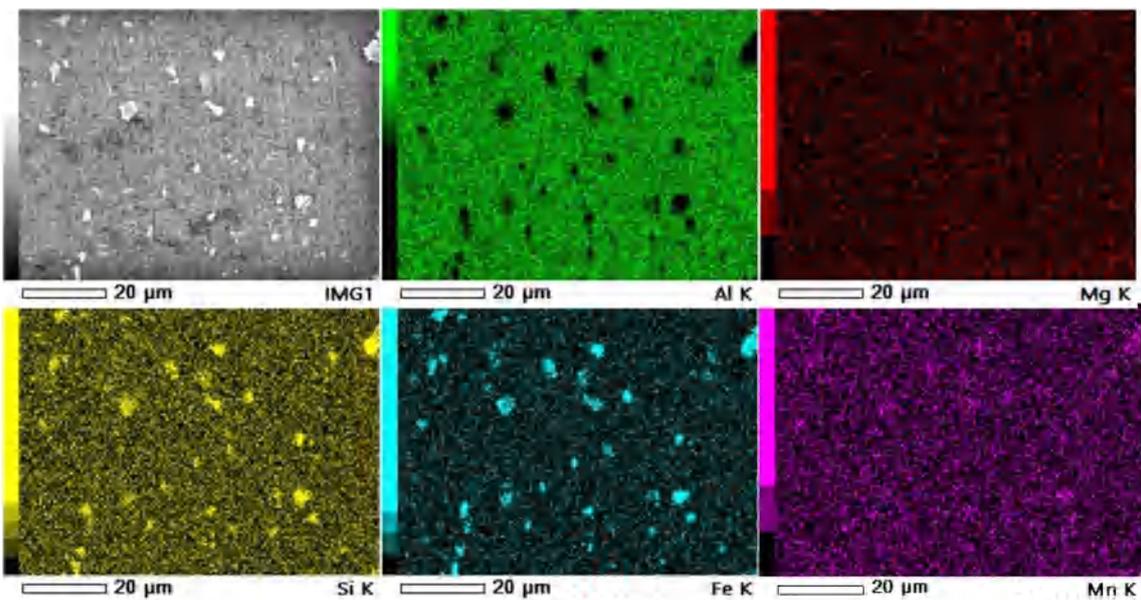


Figure V.33 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid

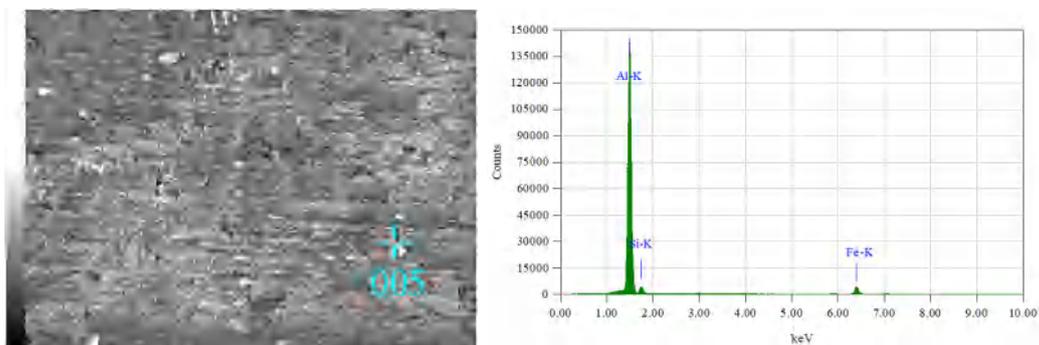


Figure V.34 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 005

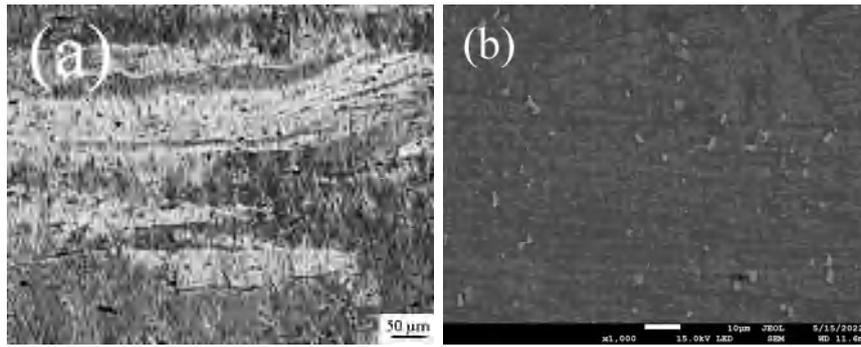


Figure V.35 Micrographies de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C : a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 1000$)

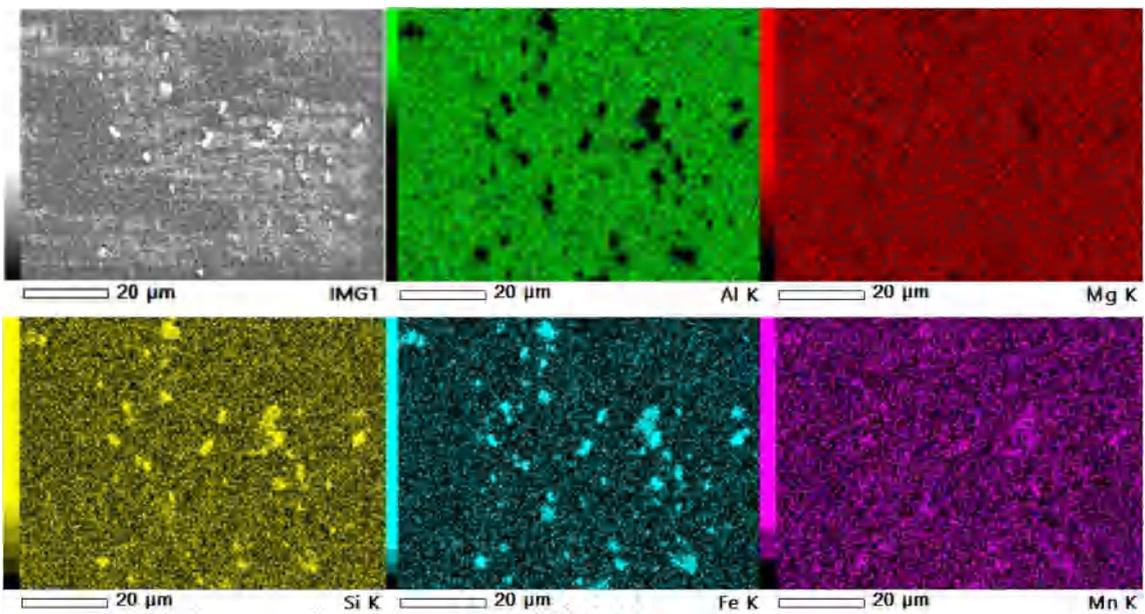


Figure V.36 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C

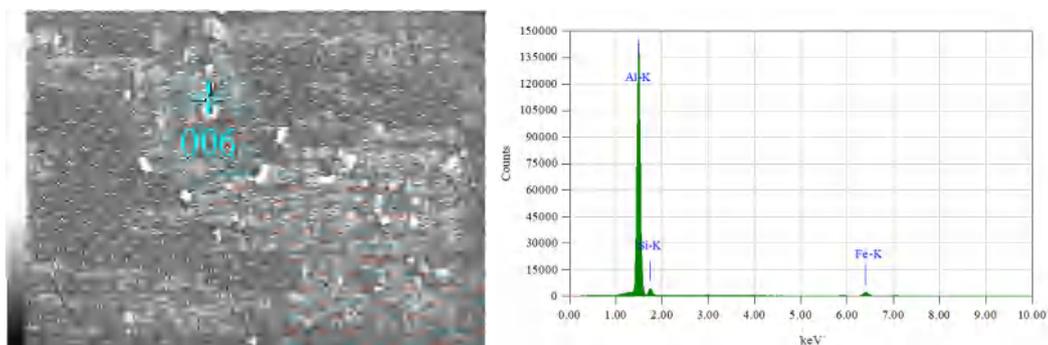


Figure V.37 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 006

V.2 Étude d'effet du vieillissement au pic de dureté

V.2.1 Détermination du pic de dureté

L'évolution du durcissement des échantillons des différents cycles sous l'effet du traitement final (180°C) est présentée dans la figure V.38. Les trois courbes montrent un comportement similaire : le durcissement augmente rapidement de façon continue jusqu'à un maximum puis diminue jusqu'à l'obtention de valeurs relativement stables.

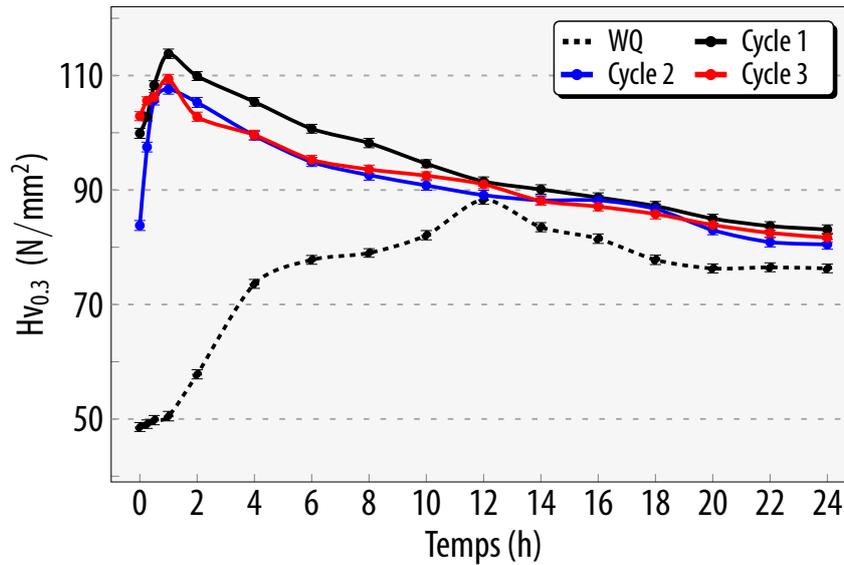


Figure V.38 La réponse des échantillons des différents cycles au durcissement à 180°C

La comparaison avec l'état de mise en solution sous l'effet de la même température montre un durcissement important pendant une courte durée. Le durcissement des trois cycles atteint son maximum (113.8 , 107.6 et 109.4 N/mm^2 respectivement) seulement après 1h. Cela est attribué à l'interaction entre les phénomènes de restauration et les réactions contrôlées par la diffusion. Le taux élevé de diffusion à cause de l'énergie libérée lors du chauffage et le champ des contraintes physiques puissant induit par l'accumulation des dislocations bloquées par les précipités préexistants, accélère les cinétiques de précipitation. Par conséquent, ce vieillissement peut apporter une grande contribution à la distribution uniforme et homogène des précipités, ce qui reflète sur le durcissement [229,230]. Cette distribution peut être causée par le réarrangement des dislocations afin de former des sous-grains. Plusieurs sous-joints de structures allongées se transforment en joints de grains durant le chauffage.

Le vieillissement à 180°C fournit un durcissement additionnel malgré la diminution de la densité de dislocations. Cela signifie que les dislocations générées par la déformation sont inférieures à celles annihilées par la restauration. La diminution de densité des dislocations est causée par la formation des sous joints de grains et β' qui contribuent aussi dans le durcissement total. En outre les précipités fins dispersés peuvent agir comme des sites d'accumulation des dislocations autour d'eux améliorant ainsi l'interaction dislocation-dislocation [224, 231].

La prolongation du maintien à des temps supérieurs à 1h conduit à une chute des valeurs de la microdureté à cause des phénomènes de survieillissement et la décomposition accélérée de la solution solide sursaturée.

V.2.2 Analyse calorimétrique et dilatométrique

V.2.2.1 État vieilli 12h à 180°C

La figure V.39 illustre la courbe DSC de l'échantillon homogénéisé, trempé, et porté à une température correspondante au pic de dureté (12h à 180°C). La courbe DSC comporte quatre effets calorimétriques : deux effets exothermiques (C_1 et E_1) et deux endothermiques (D_1 et F_1).

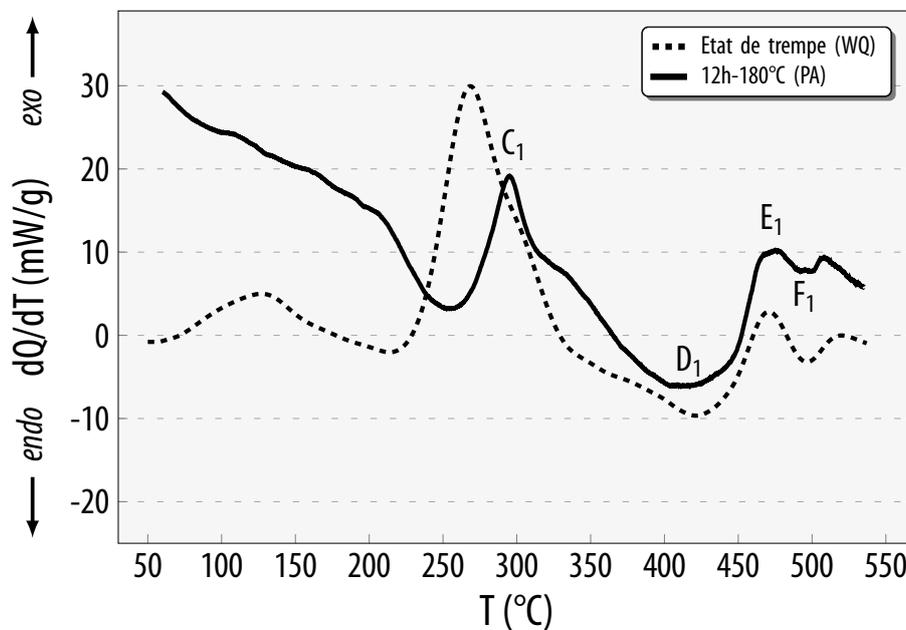


Figure V.39 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de l'état de trempé, vieilli à la température du pic de dureté (12h à 180°C)

- Dans l'intervalle de température [260-330°C] on observe un pic exothermique assez large noté (C_1) suivi d'un pic endothermique (D_1), qui atteint un minimum autour de 415°C. Le pic (C_1) est dû essentiellement à la formation des précipités β'' et β' . La superposition des deux pics est probablement causée par la faible énergie des précipités β'' formés durant le vieillissement à la température du pic de dureté et qui se transforment durant le chauffage continu en précipités β' . Par conséquent, la dissolution de la phase β' se traduit par la formation du pic (D_1).
- À haute température, dans l'intervalle [460-500°C], la formation et la dissolution de la phase d'équilibre β correspondent à la formation de deux pics exothermique (E_1) et endothermique (F_1).

La courbe dilatométrique et sa dérivée du segment de chauffage du même état sont présentées dans la figure V.40.

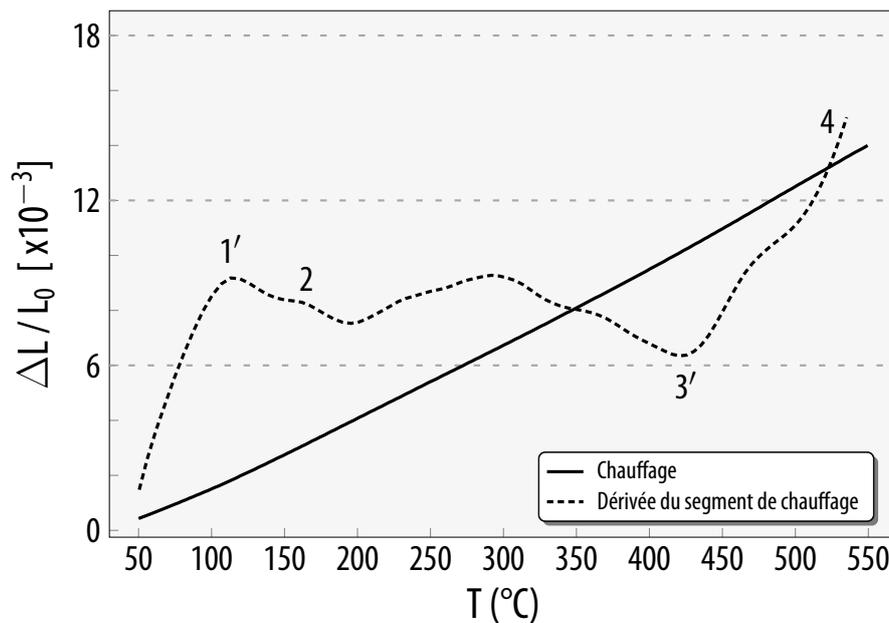


Figure V.40 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée de l'état de trempe, vieilli à la température du pic de dureté (12h à 180°C)

- À basse température vers 110°C, une expansion (1) est enregistrée et correspond à la dissolution des zones GP qui se forment après la trempe et qui restent insolubles jusqu'à leur dissolution en donnant l'expansion (1') avec un épaulement dû à la formation du précipité β'' . La dissolution de la phase métastable β' donne une contraction (3'). Par contre, la formation de la phase d'équilibre β laisse apparaître une nouvelle expansion (4) qui commence vers 530°C.

V.2.2.2 Cas du cycle 1

La figure V.41 représente les courbes DSC d'un échantillon du cycle 1 soumis à un vieillissement à la température du pic de dureté (1h à 180°C). La comparaison du thermogramme avec celui de l'état précédant (CR-PrA) montre une légère différence.

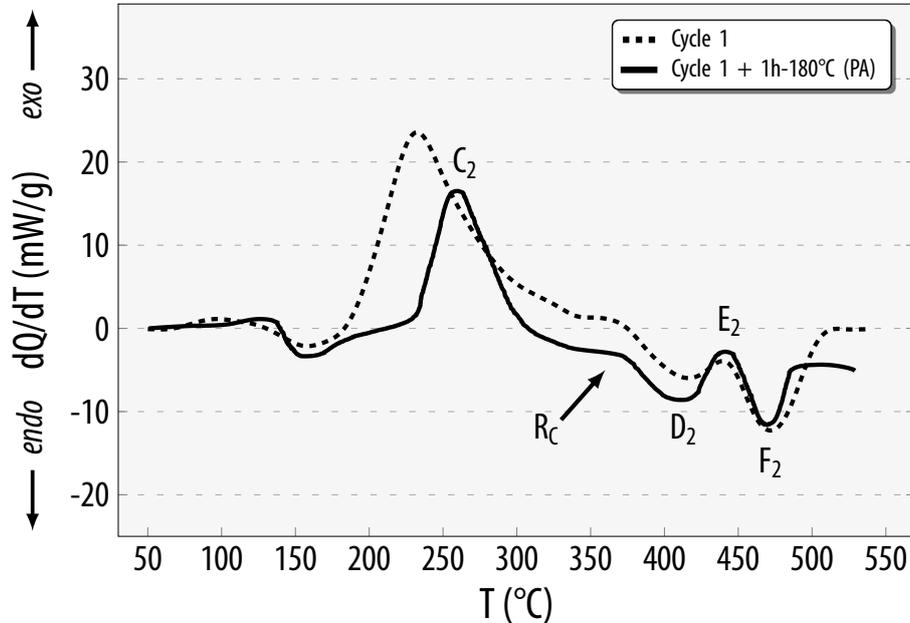


Figure V.41 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 1, vieilli à la température du pic de dureté (1h-180°C)

- Le pic noté (C_2) est un pic exothermique dédoublé qui apparaît à 260°C et correspond à la formation des précipités β'' et β' . Ce pic est décalé vers les hautes températures à cause de la nouvelle structure générée par le processus de recristallisation durant les deux vieillissements (PrA et PA). La retardation de la précipitation indique que le phénomène est thermiquement activé et requiert une haute énergie d'activation qui nécessite l'élévation de température afin de faciliter la diffusion des solutés.
- La formation du précipité β'' se produit le long des dislocations qui servent comme des sites de germination préférentielle pour la précipitation [40], et qui ne disparaissent pas pendant le vieillissement à 180°C [229, 230]. D'autre part l'absence du pic de β'' est causée par le faible effet de chaleur sensible lors de sa précipitation [232].
- Le pic (R_C) situé dans l'intervalle [350-370°C] est un pic de recristallisation. Il est identique au pic apparaissant à l'état précédant (CR-PrA) et signifie que la structure reste toujours

déformée. Le pic exothermique noté (D_3) situé autour de 408°C correspond à la dissolution du précipité β' . À haute température les deux pics endothermique (E_2) et exothermique (F_2) situés successivement à 440°C et 472°C correspondent à la formation et à la dissolution de la phase d'équilibre.

La figure V.42 représente la courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage du même état. À l'aide de la courbe calorimétrique, on note une similarité entre les deux courbes avec quelques changements.

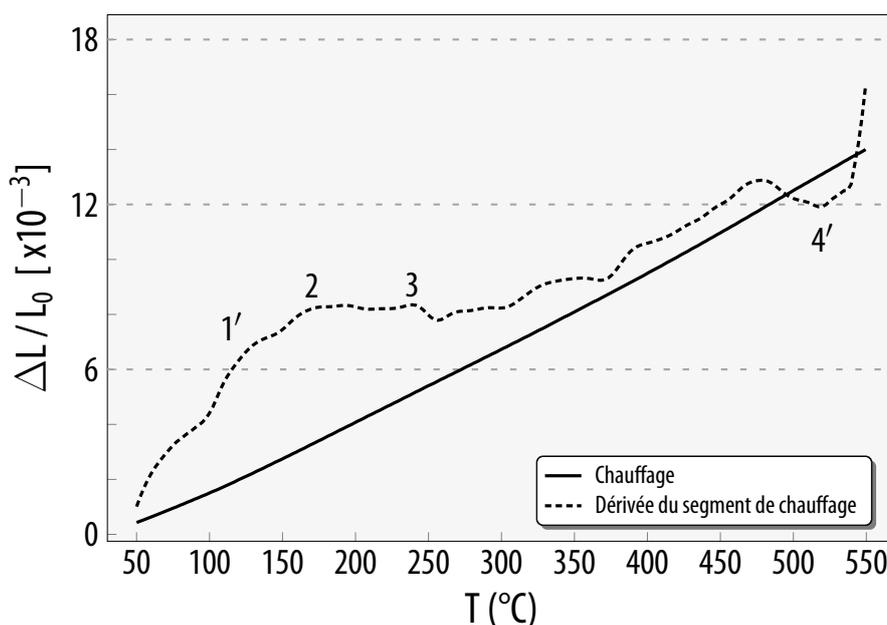


Figure V.42 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 1, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)

- Les résultats obtenus sont en bon d'accord avec la courbe DSC. On observe une expansion (1') avec deux épaulements (2) et (3) entre 100 et 230°C , suivie d'une contraction (4') située vers 530°C . La comparaison avec la courbe DSC dans le même intervalle de température révèle ;
- La dissolution des zones GP en donnant l'expansion (1).
- La précipitation des phases métastables β'' et β' . Elles sont représentées par les épaulements (2) et (3) ainsi que la restauration éventuellement.
- À haute température, la contraction (4') représente la dissolution de la phase d'équilibre β .

V.2.2.3 Cas du cycle 2

Afin de suivre l'effet du vieillissement à la température du pic de dureté, l'échantillon du cycle 2 a subi un vieillissement de 1h à 180°C. La figure V.43 représente la séquence de précipitation après le vieillissement. L'interprétation des différents effets se fait par rapport à l'état précédant (PrA-CR). La courbe calorimétrique révèle l'apparition de six effets.

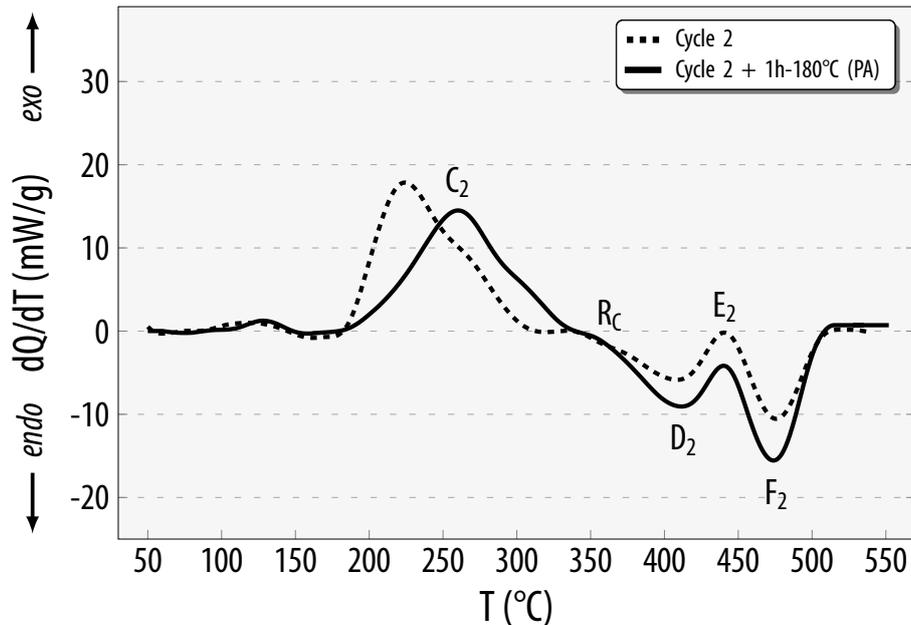


Figure V.43 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 2, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)

- Le pic (C_2) est décalé vers les hautes températures autour de 260°C (proche du même pic de l'état de trempe qui apparaît à 270°C). Selon les résultats de précédents travaux [241,242], ce pic correspond à la précipitation de la phase métastable β' .
- La disparition du pic de β'' est due essentiellement à la faible densité de β'' formée lors du prévieillissement, causée par les interactions de la restauration et de la précipitation ; la déformation plastique sert à former les phases les plus stables riches en Si ($post-\beta''$) non dissoutes pendant le vieillissement.
- D'autre part, le vieillissement diminue la densité des dislocations et favorise le phénomène de diffusion qui conduit par conséquent, à la formation des fins précipités homogènement répartis β'' qui se transforment en β' lors du chauffage continu.

- L'effet (D₂) apparaissant entre 370°C et 420°C, correspond à la dissolution du précipité β' tandis que les deux derniers effets (E₂ et F₂), sont respectivement des pics exothermique et endothermique représentant la formation et la dissolution de la phase d'équilibre β situés à 440°C et 475°C respectivement.

La figure V.44 représente la courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage du même échantillon.

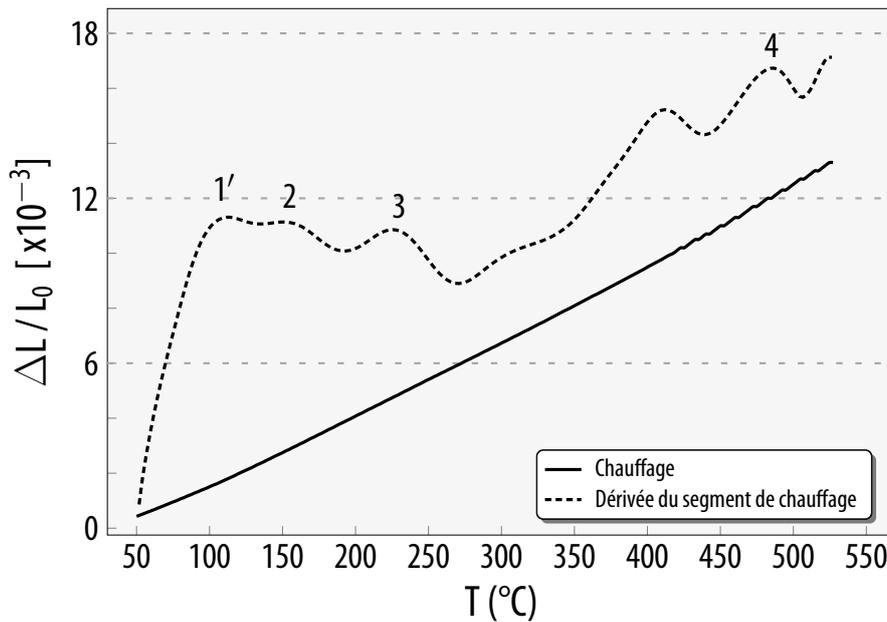


Figure V.44 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 2, vieilli à la température du pic de dureté (1h-180°C)

- L'anomalie semble être similaire à celle de DSC, on observe ;
- À basse température vers 120°C, une expansion (1') qui représente la dissolution des zones GP qui se forment immédiatement après la trempe de l'échantillon. Cette expansion est suivie par deux expansions successives (2) et (3) dans l'intervalle de température [180-260°C]. Elles correspondent à la précipitation des phases β'' et β'.
- À basse température, l'expansion 4 représente la précipitation de la phase d'équilibre β par comparaison avec la courbe DSC du même intervalle.

V.2.2.4 Cas du cycle 3

La figure V.45 présente l'effet du vieillissement à la température du pic de dureté à 180°C sur la séquence de précipitation de l'échantillon du cycle 3. Le thermogramme est assez similaire à l'état précédant (PrA-WR).

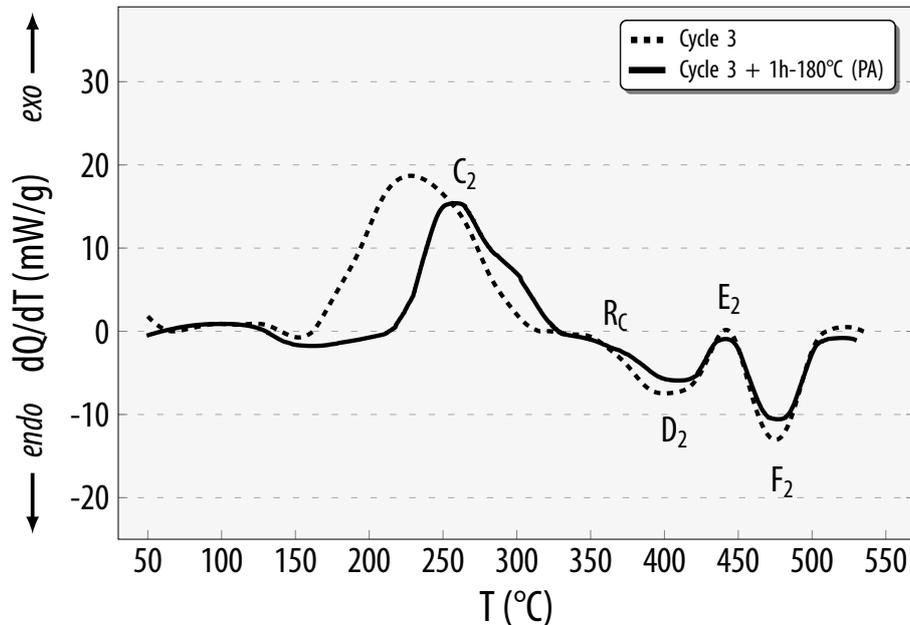


Figure V.45 Courbe DSC obtenue au cours du chauffage du cycle 3, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)

- Le pic exothermique (C_2) apparaissant vers 260°C correspond à la précipitation simultanée de fins précipités β'' et β' . Il est important de noter qu'un chauffage autour de température du pic de dureté (1h à 180°C) diminue le quantité de β'' préexistante à cause de la compétition des solutés à former des précipités riches en Si (*post- β''*) [202,224]. Ce pic est décalé vers les hautes températures à cause essentiellement de la diminution de la force motrice générée par les dislocations dont la densité baisse à cause des interactions de restauration, de recristallisation et la compétition des précipités avec la croissance des grains qui nécessite un chauffage relativement élevé.
- La dissolution des précipités β' donne un pic endothermique (D_2) dans l'intervalle [390-410°C].
- À haute température on observe la formation du précipité β qui se dissout ensuite entre 440°C et 500°C avec respectivement deux pics ; exothermique (E_2) et endothermique (F_2).

La courbe de dilatation et sa dérivée du segment de chauffage du même échantillon, sont montrées dans la figure V.46.

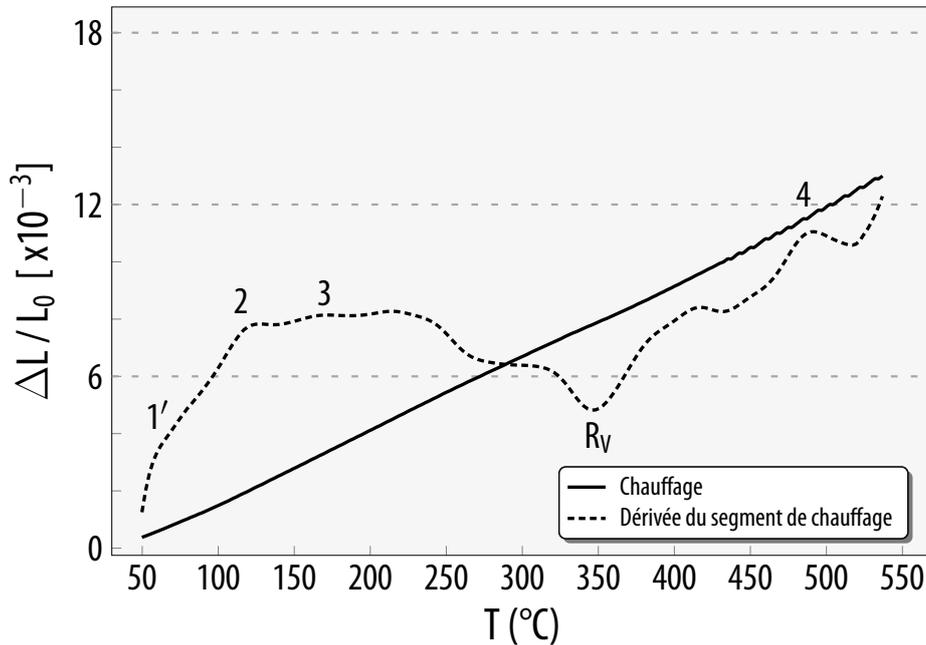


Figure V.46 Courbe dilatométrique du chauffage et sa dérivée du cycle 3, vieilli à la température du pic de dureté (1h à 180°C)

- Les résultats de la courbe dilatométrique sont en bon d'accord avec le thermogramme de DSC. On note ;
- À basse température, une expansion (1') qui correspond à la dissolution des zones GP avec deux épaulements successifs (2) et (3) dûs à la formation des phases β'' et β' . Par ailleurs, la dissolution de β' peut être accompagnée du phénomène de restauration qui donne la contraction importante (R_V).
- Finalement, la phase d'équilibre β précipite à haute température (environ 500°C) donnant une expansion (4).

V.2.3 Étude par diffraction des rayons X

V.2.3.1 Identification des phases

La figure V.47 représente les spectres de diffraction des différents états après le traitement thermique à 180°C (vieillessement à la température du pic de dureté).

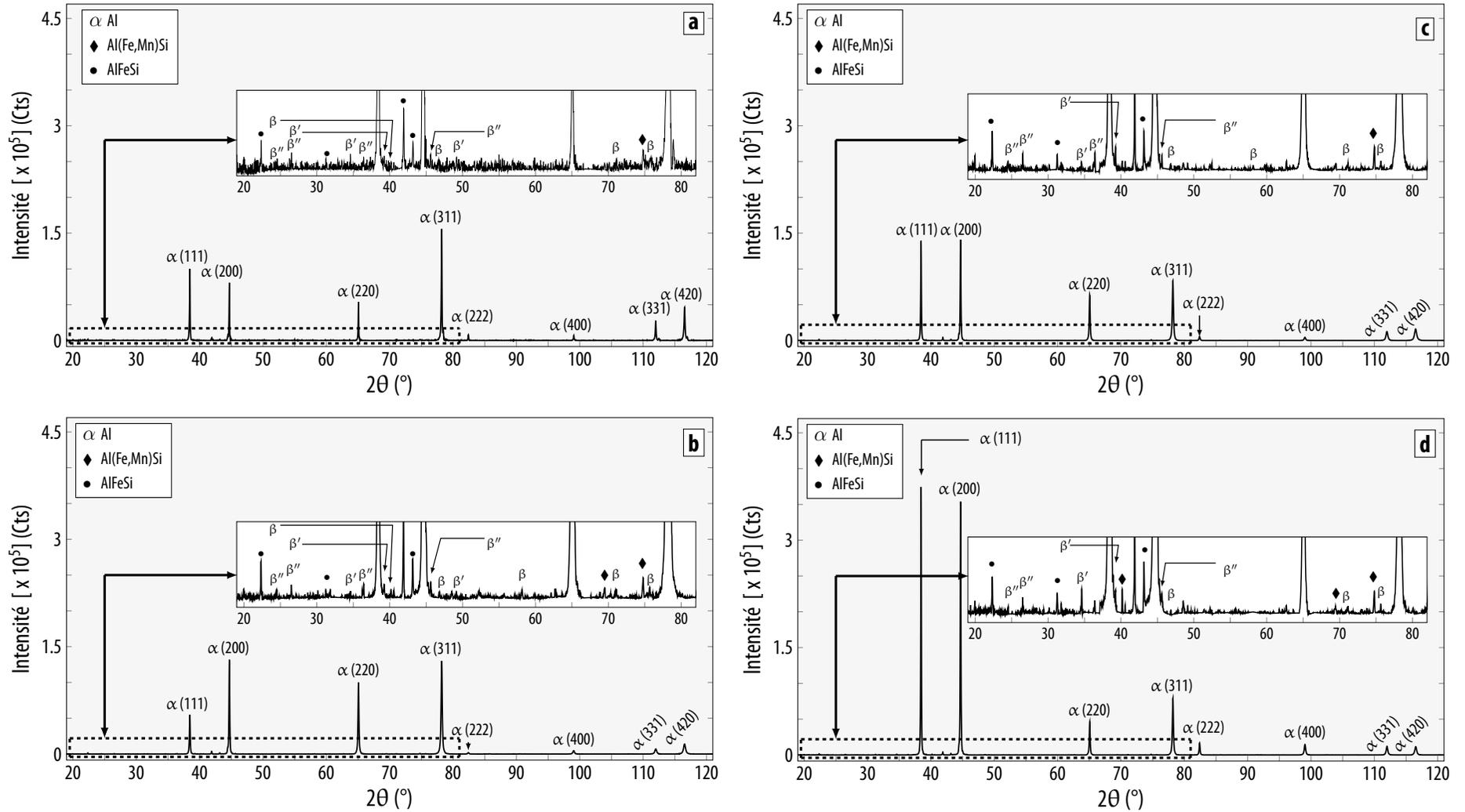


Figure V.47 Spectres de diffraction des rayons X des différents états vieillis à la température du pic de dureté : a) état de trempe, b) Cycle 1, c) Cycle 2 et d) Cycle 3

La comparaison des spectres des états vieillis à la température du pic de dureté avec ceux des états précédents montre l'apparition d'une nouvelle texture. On note ;

- L'apparition de pics intenses correspondant à la matrice d'aluminium.
- L'apparition des pics à faible intensité qui correspondent aux précipités intermétalliques AlFeSi et Al(Fe,Mn)Si et les précipités β'' , β' , β qui sont favorisés par ce genre de traitements.

V.2.3.2 Analyse des profils de diffraction

La figure V.48 montre la variation de paramètre cristallin après le vieillissement à la température du pic de dureté (PA).

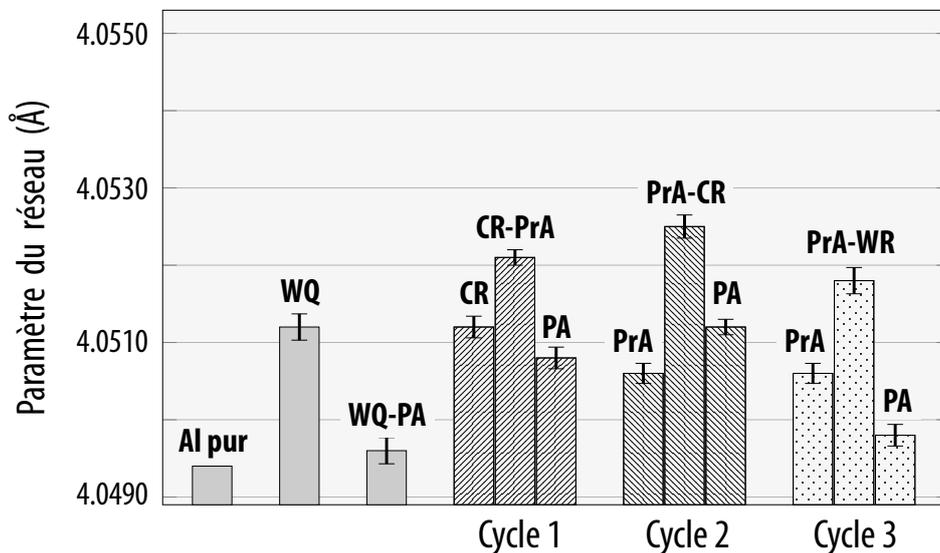


Figure V.48 La variation du paramètre cristallin après le vieillissement à la température du pic de dureté de chaque cycle

- Pour les trois cycles, la chute des valeurs du paramètre cristallin est essentiellement due à la formation des précipités indépendamment dans la matrice d'aluminium menant à son appauvrissement des solutés.
- La formation des précipités est généralement facilitée par le taux élevé de diffusion grâce à la nouvelle structure générée lors de l'annihilation des dislocations.

V.2.4 Étude métallographique par MO et MEB

- Les figures V.49 à V.60 représentent les micrographies obtenues par microscopie optique et par MEB des états vieillis à la température du pic de dureté.
- La microstructure optique de l'échantillon trempé puis vieilli à la température du pic de dureté (12h à 180°C) montrée sur la figure V.49a montre une nouvelle microstructure homogène caractérisée par une taille de grain moyenne entre 30 et 35 μm , plus petite que la taille de l'état de trempe et plus régulière.
- On note aussi la présence des particules sombres réparties aléatoirement à l'intérieur des grains et le long des joints de grains, ce qui confirme que le vieillissement à la température du pic de dureté n'a aucun effet notable sur leur présence.
- À l'aide du MEB (la figure V.49b) et la cartographie X (la figure V.50), les particules claires sur le MEB correspondent à des régions riches en Al, Fe et Si qui peuvent donc être des intermétalliques de type AlFeSi (la figure V.51).
- Les échantillons des cycles vieillis à la température du pic de dureté (1h à 180°C) présentent un état similaire à celui des états précédents qu'on peut résumer comme suit :
 - Les microstructures (les figures V.52a, V.55a, V.58a) sont toujours plus ou moins fibreuses et les grains gardent leur morphologie déformée, allongés et orientés vers la direction de déformation,
 - Les particules sombres montrées sur MO (les figures V.52a, V.55a, V.58a) et claires montrées sur MEB (les figures V.52b, V.55b, V.58b) sont des précipités intermétalliques de type AlFeSi (les figures V.53, V.54, V.56, V.57, V.59, V.60), toujours présents et distribués particulièrement le long des joints de grains.

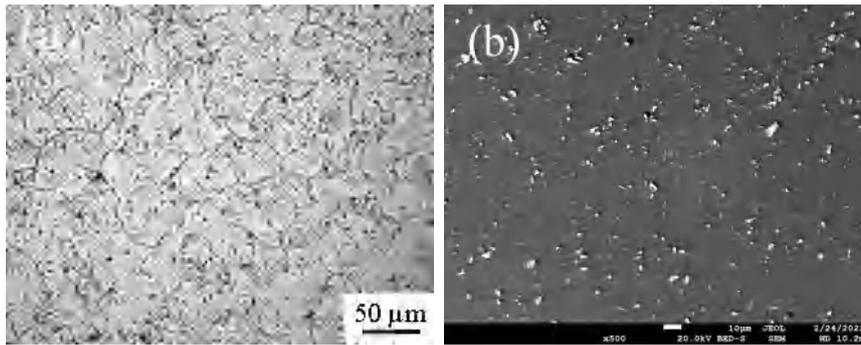


Figure V.49 Micrographies de l'état de trempe et vieilli à la température du pic de dureté : a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 500$)

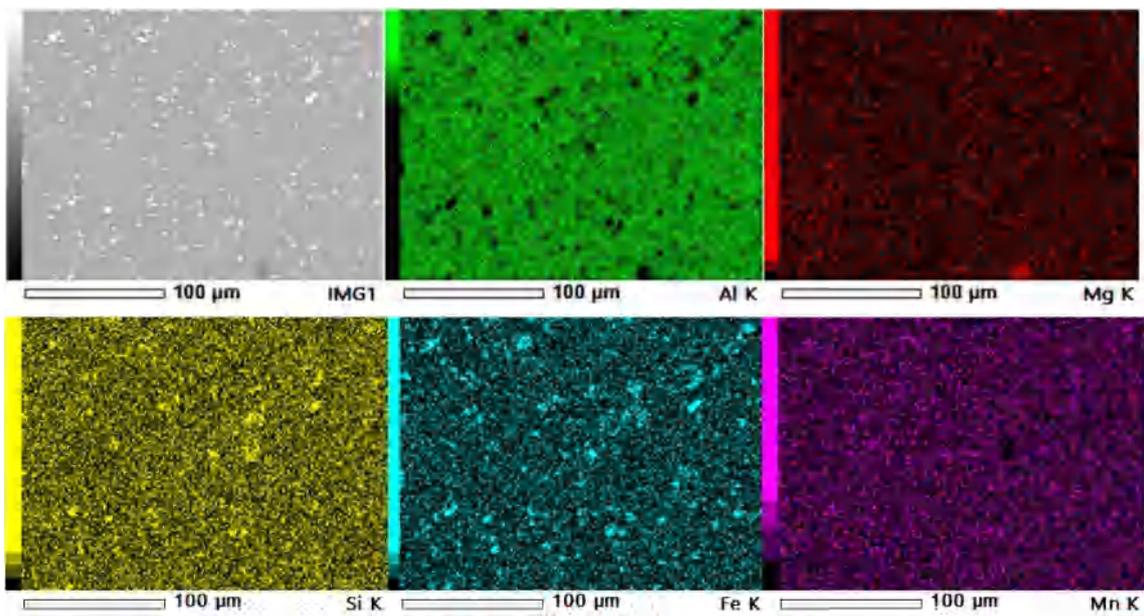


Figure V.50 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments à l'état de trempe et vieilli à la température du pic de dureté

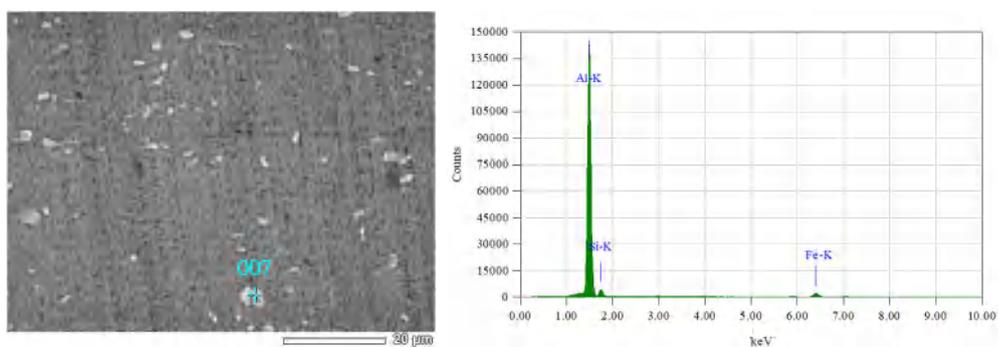


Figure V.51 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 007

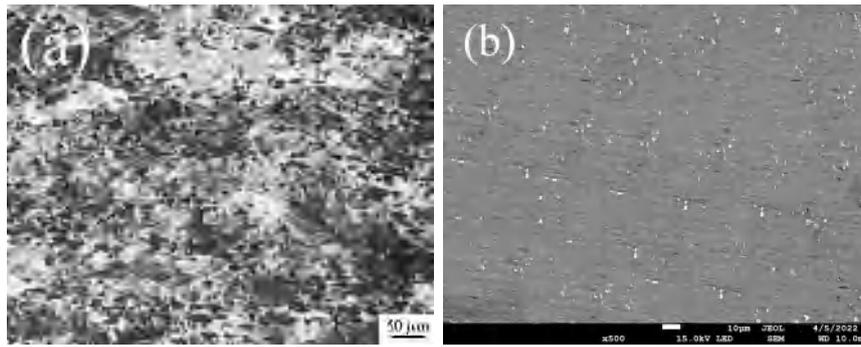


Figure V.52 Micrographies de l'échantillon du cycle 1 vieilli à la température du pic de dureté : a) MO ($\times 200$) et b) MEB ($\times 500$)

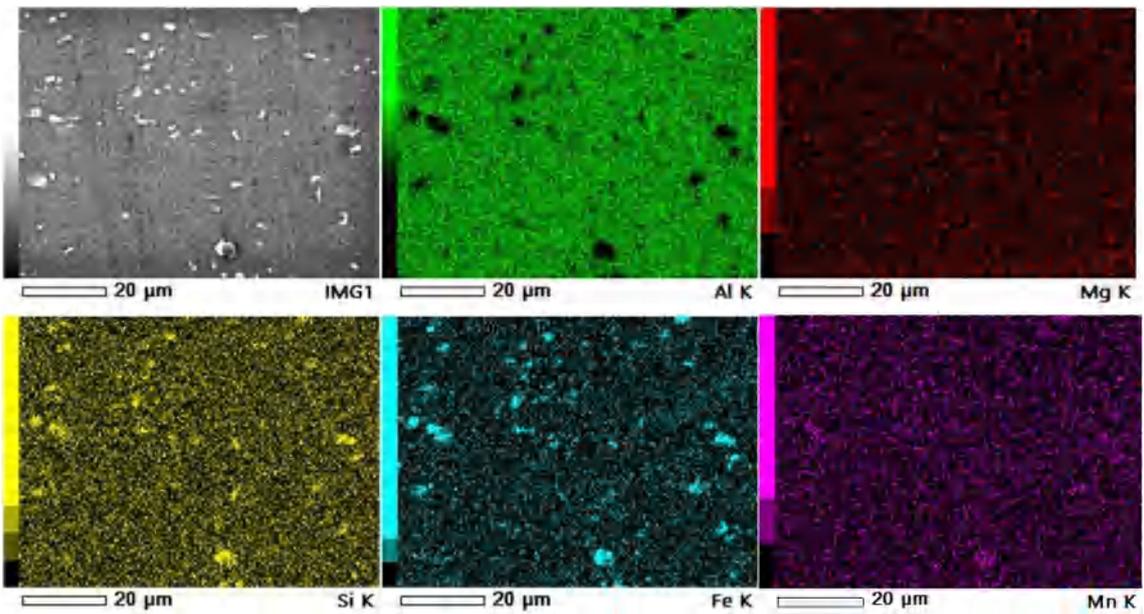


Figure V.53 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 1 vieilli à la température du pic de dureté

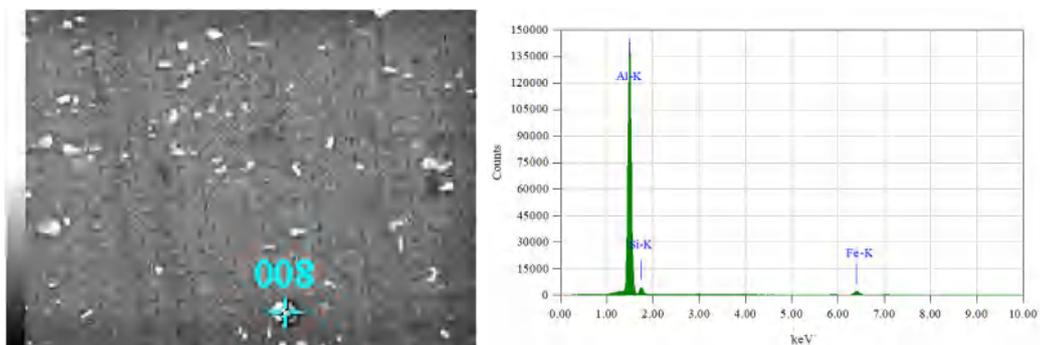


Figure V.54 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 008

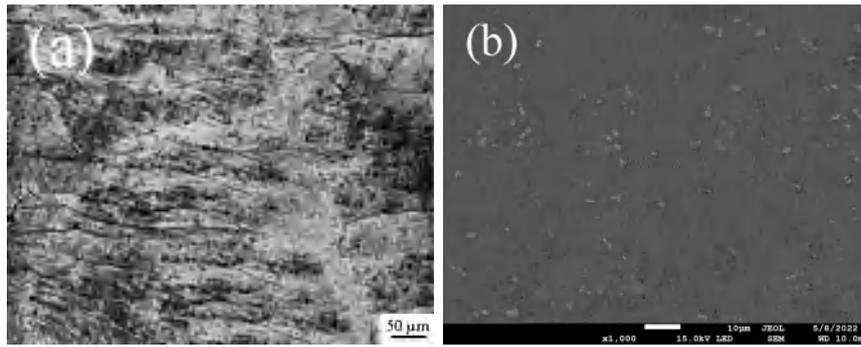


Figure V.55 Micrographies de l'échantillon du cycle 2 vieilli à la température du pic de dureté : a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 1000$)

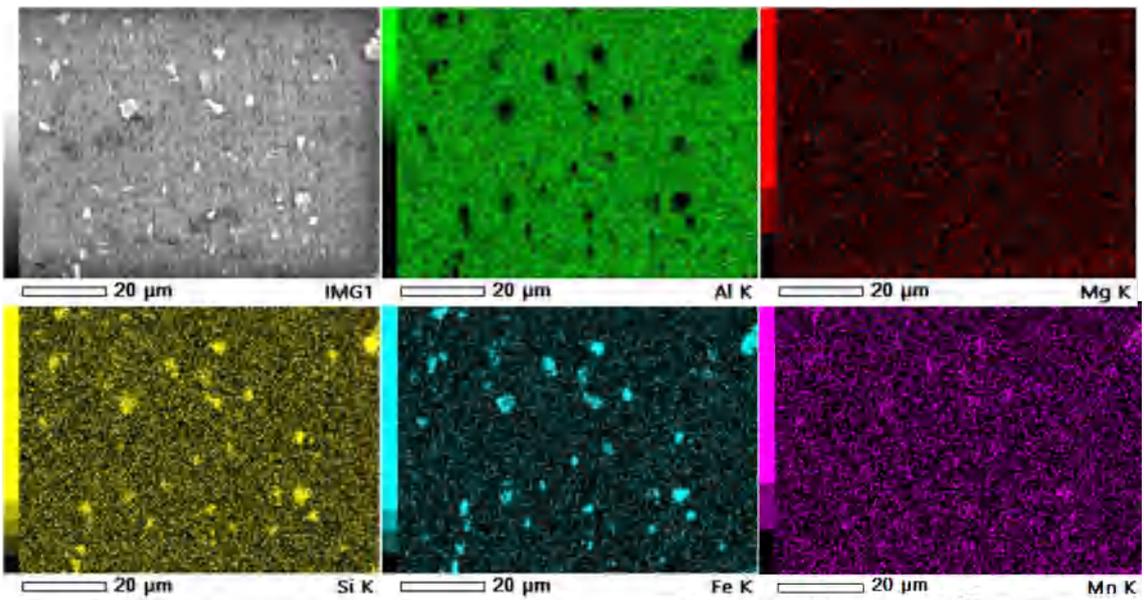


Figure V.56 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 2 vieilli à la température du pic de dureté

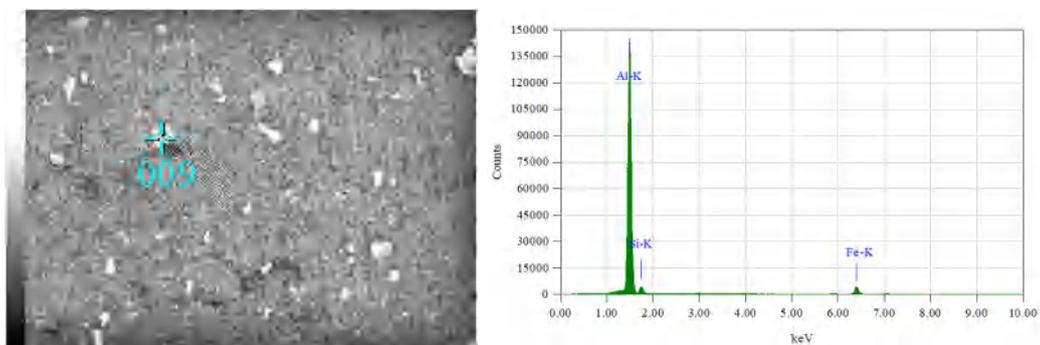


Figure V.57 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 009

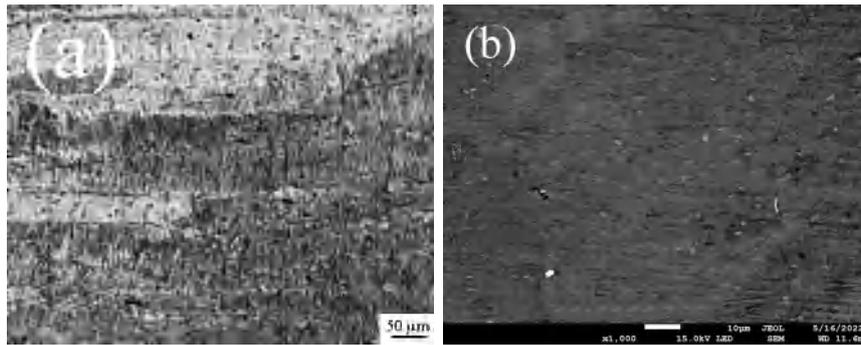


Figure V.58 Micrographies de l'échantillon du cycle 3 vieilli à la température du pic de dureté : a) MO ($\times 100$) et b) MEB ($\times 1000$)

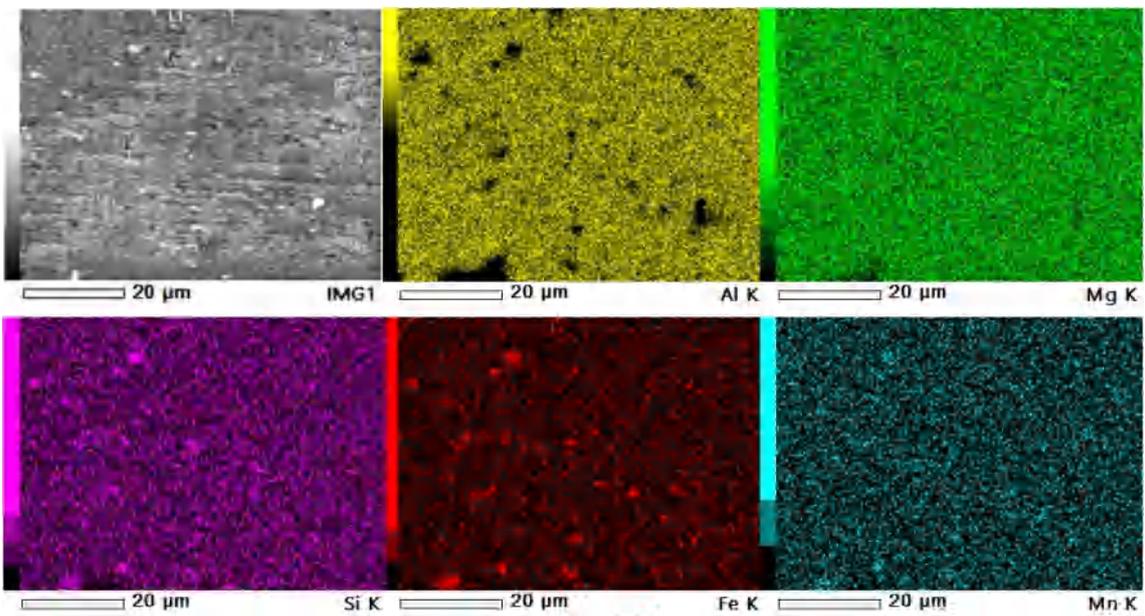


Figure V.59 Image obtenue par cartographie X montrant la distribution des différents éléments de l'échantillon du cycle 3 vieilli à la température du pic de dureté

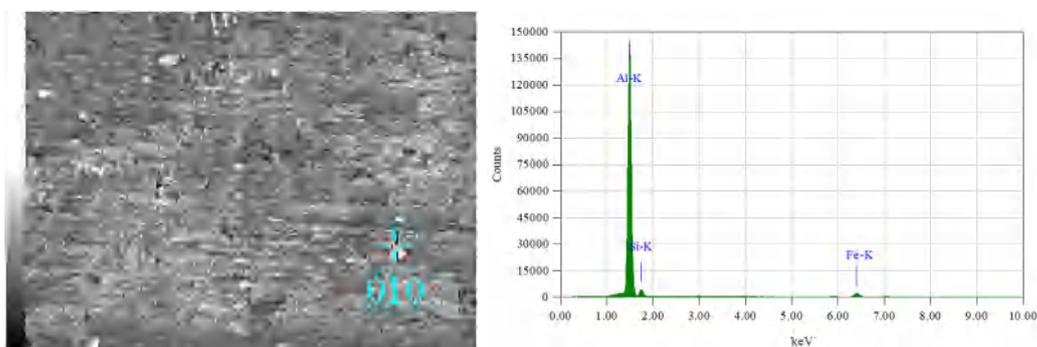


Figure V.60 Analyse chimique élémentaire par EDS de la particule 010

V.3 Étude d'effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur le frottement intérieur

V.3.1 État de trempe

La figure V.61 illustre le frottement intérieur en fonction de la température à l'état de trempe. La mesure du frottement intérieur présente une variation typique dans laquelle on note un comportement similaire pour toutes les fréquences : l'apparition d'un pic P_1 à faible intensité vers 195°C , superposé à un fond continu et pour ($f > 1 \text{ Hz}$), le fond d'amortissement devient plus faible car il est activé thermiquement et se déplace donc vers une température plus élevée.

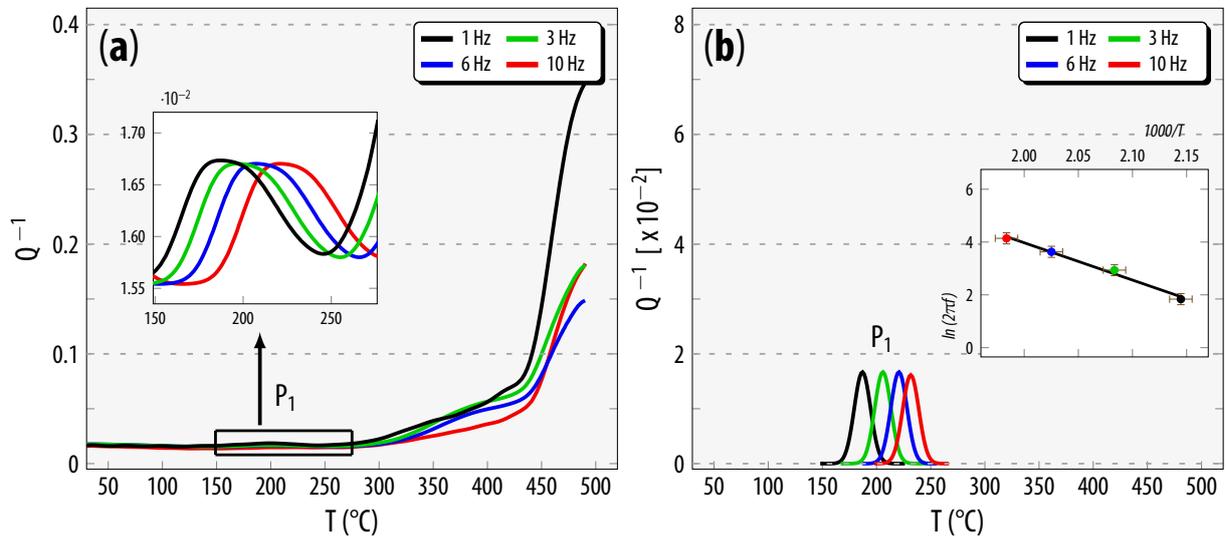


Figure V.61 La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe

La résolution de la nature du pic P_1 dans les alliages Al-Mg-Si a fait l'objet de nombreuses études [168, 233–237]. Les résultats obtenus par MET [168] et à l'aide des modèles proposés par Schöck [238], et Pichler [239] sur l'origine du pic ont permis de résoudre ce problème. En effet, la formation du pic P_1 est due initialement à la traînée des nuages de Cottrell (les paires des solutés Mg et/ou Mg-Si) par les boucles des dislocations. Aussi, selon les résultats précédents [168, 233–237], le pic montre une dépendance en température, en fonction de la fréquence mesurée, c.-à-d. le processus est un phénomène thermiquement activé. Carreño *et al.* [168] ont pu déterminer les paramètres caractéristiques du pic P_1 ($H = 1.6 \text{ eV}$, $\tau_0 = 1.01 \times 10^{-18} \text{ s}$), qui sont confirmées ultérieurement par Xie *et al.* [237] ($H = 1.57 \text{ eV}$, $\tau_0 = 2.06 \times 10^{-19} \text{ s}$) pour un alliage de la même famille.

Dans la présente étude, la détermination des paramètres caractéristiques du pic P_1 nécessite la soustraction du fond continu. La figure V.61b montre le pic P_1 obtenu après sa soustraction à l'aide du logiciel PeakFit. Les paramètres caractéristiques sont calculés à partir de la droite $\omega = f(1/T)$, qui peut être exprimée sous forme d'équation d'Arrhenius, et par conséquent, les paramètres déterminés sont $H = 1.22$ eV et $\tau_0 = 1.01 \times 10^{-14}$ s.

L'énergie d'activation H reste toujours inférieure à celles mentionnées précédemment, mais il est intéressant de noter que cette valeur est proche de celle obtenue par Belson *et al.* [240] pour un alliage Al-Mg ($H = 1.4$ eV), et supérieure à celle publiée dans une étude faite par Pichler [239] sur un alliage Al-Si ($H = 1.0$ eV). De plus, la présente valeur est très proche à l'énergie d'activation de diffusion de Mg déterminée par Xie *et al.* [237] dans le même travail. Cela implique qu'on peut conclure que la présence des atomes de Mg a un effet notable sur le mécanisme du pic.

La comparaison des spectres du frottement intérieur avec les courbes de DSC (la figure V.3) et de la dérivée de la courbe dilatométrique (la figure V.4) montre que la formation du pic P_1 coïncide avec la formation des phases métastables β'' et β' . D'autre part, la séquence de précipitation dans cet alliage peut être considérée comme une fonction croissante avec la quantité de Mg diffusée c.-à-d. la phase qui se forme est plus riche en Mg que la phase précédente.

De plus, comme le frottement intérieur est proportionnel aux interactions des défauts avec les dislocations [165], cela permet d'affirmer que pendant le chauffage continu, les boucles des dislocations servent à freiner les atomes de Mg (considérés comme des défauts à cause de la différence des rayons atomiques avec Al) qui diffusent vers le précipité. Cet argument est en bon accord avec la contribution des paires Mg.

V.3.2 Étude d'effet du traitement thermique (8h à 100°C)

La figure V.62 représente le frottement intérieur en fonction de la température de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C. Le comportement de l'échantillon prévieilli 8h à 100°C semble similaire à celui de l'état de trempe. On note ;

- L'apparition du pic P_1 autour de 190°C pour $f = 1$ Hz montre une dépendance de sa position en fonction de la fréquence ; le pic est donc thermiquement activé ; ses paramètres caractéristiques sont $H = 1.3$ eV et $\tau = 1.98 \times 10^{-15}$ s.

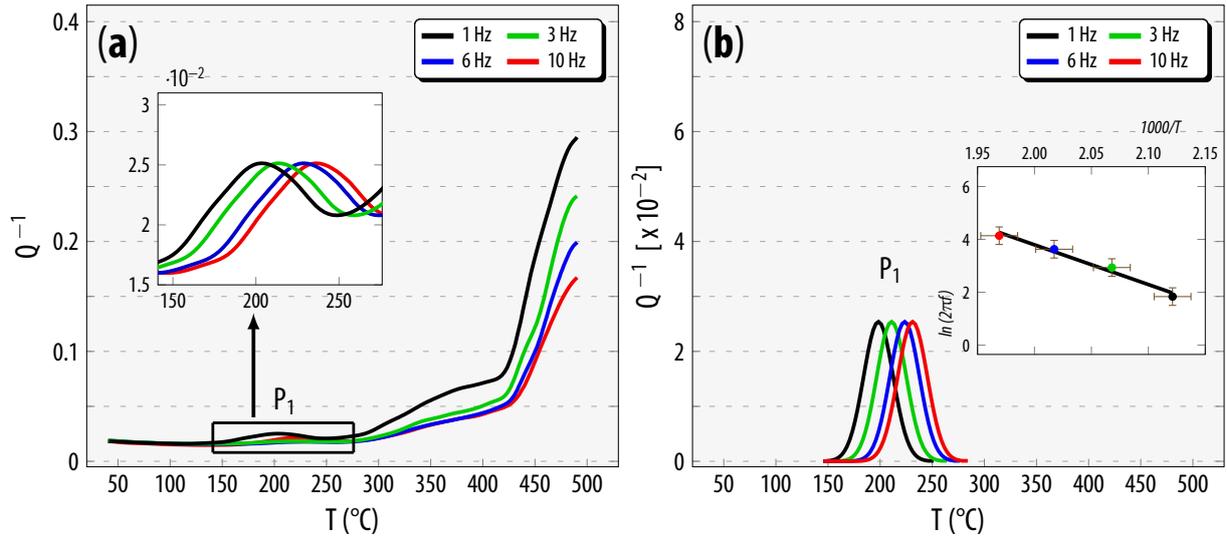


Figure V.62 La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe et prévieilli 8h à 100°C

Ce qui est aussi intéressant à noter c'est que la hauteur du pic augmente sensiblement et cette dernière correspond au modèle proposé par Granato et Lücker [241] et représenté dans la figure V.63. Comme le pic est un pic de relaxation thermiquement activé, il satisfait alors la formule suivante ;

$$FI = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad (V.1)$$

Où Δ représente l'intensité du pic de relaxation et ;

$$\Delta = \frac{1}{6} \Lambda L_N^2 \quad ; \quad \tau = \frac{k T L^2}{12 L_c D} \exp\left(\frac{H}{K T}\right) \quad (V.2)$$

Λ représente la densité des dislocations et L la longueur des boucles de déplacement de dislocation, K , T et D étant respectivement la constante de Boltzmann, la température absolue et le coefficient de diffusion et H est l'énergie d'activation. Comme le montre le modèle il y a une proportionnalité avec :

- L_N est la longueur de boucles de dislocation (ou la distance entre les précipités) dans laquelle les précipités ont un effet faible à cause de leur faible quantité,
- L_c est la distance entre les solutés qui sont considérés comme des points d'épinglage fort contrairement aux précipités qui sont des points faibles.

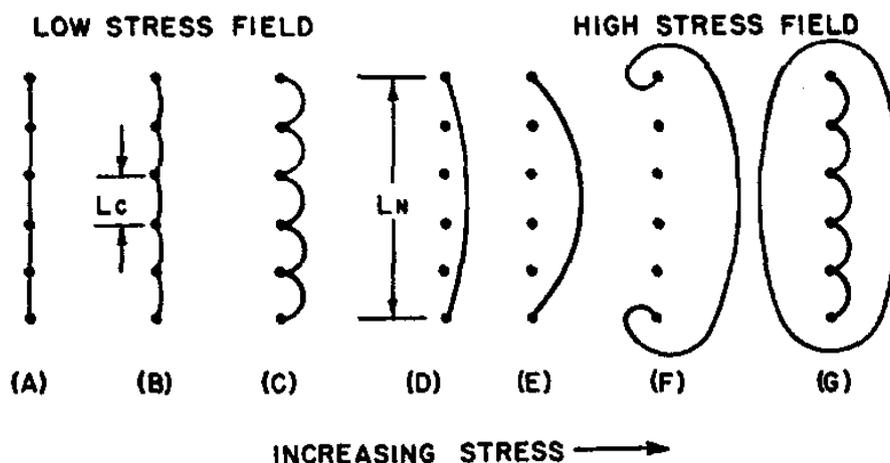


Figure V.63 Modèle théorique proposé par Granato-Lücke [241]

La différence de l'effet des solutés ainsi que les précipités peut s'expliquer à l'aide de la courbe calorimétrique (la figure V.9) et dilatométrique (la figure V.10) du même état où on observe que le pic P_1 apparaît dans le même intervalle que celui de la formation des précipités β'' et β' . Le prévieillissement 8h à 100°C conduit à la formation de fins précipités β'' et β' . Au début de chauffage, les solutés sont libres avec une haute concentration et distribués aléatoirement dans la matrice ; par conséquent, les distances entre les solutés sont toujours très courtes.

Les boucles de dislocations empêchent alors les solutés de se déplacer vers les germes formés, et en même temps les précipités nouvellement présents épinglent les dislocations, c.-à-d. plus les atomes solutés se déplacent plus l'effet des dislocations augmente, et par conséquent ; l'effet des précipités augmente.

V.3.3 Étude d'effet des cycles thermomécaniques

Les figures V.64, V.65 et V.66 illustrent les courbes des états soumis aux traitements thermomécaniques. Le comportement du frottement intérieur des différents échantillons déformés semble différent de celui de l'état de trempe mais on remarque une similarité entre eux. On note également un deuxième pic notée P_R qui apparaît à haute température .

Le pic P_1 semble être identique au pic P_1 qui apparaît à l'état de trempe. Comme le montrent les figures V.64b, V.65b et V.66b le pic est thermiquement activé, car il se déplace vers les hautes températures avec l'augmentation de la fréquence. Ses paramètres caractéristiques sont déterminés à partir de la loi d'Arrhenius.

Tableau (V.1) Les paramètres du pic P_1 pour chaque cycle thermomécanique

	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3
T (°C)	195	198	197
$Q^{-1} [\times 10^{-2}]$	3.68	4.91	3.96
H (eV)	1.22	1.3	1.5
τ (s)	1.00×10^{-14}	1.98×10^{-15}	1.63×10^{-17}

Ces valeurs sont proches aux valeurs du pic P_1 de l'état de trempe. On peut conclure que le pic P_1 de l'échantillon déformé à froid est un pic de relaxation qui résulte de l'effet de traînée des paires des solutés Mg et/ou Mg-Si par les boucles des dislocations en présence des précipités β'' et β' .

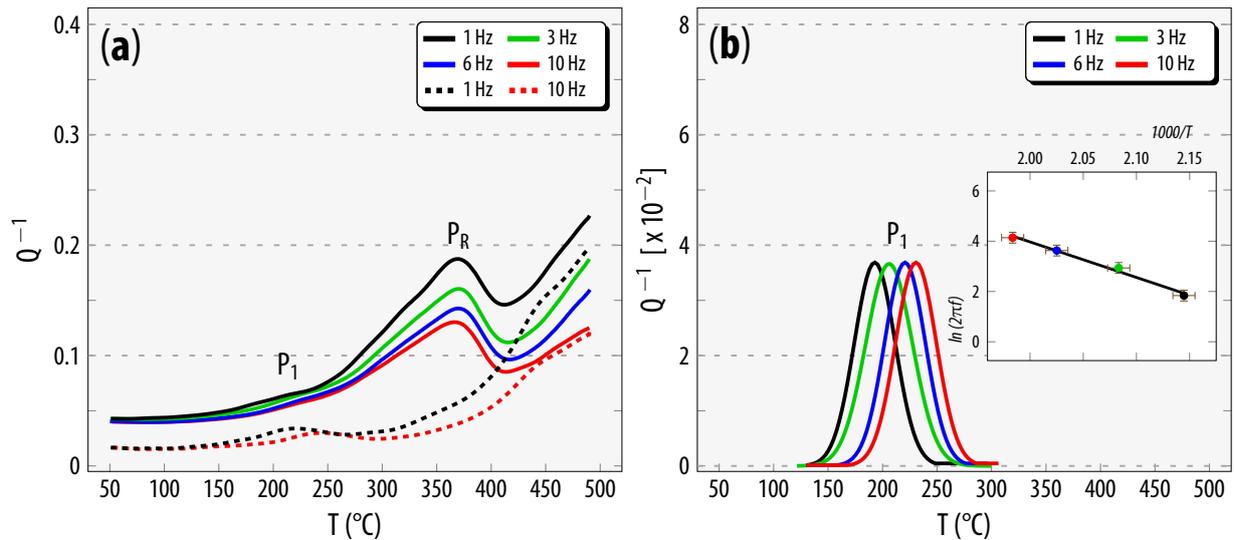


Figure V.64 La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe et déformé à froid

Le pic P_R qui apparaît à 370°C, est considéré comme une augmentation du fond continu avec la température. Il disparaît complètement après le deuxième essai. L'intensité du pic P_R décroît avec l'augmentation de la fréquence de mesure ; par contre son maximum ne dépend pas de la fréquence. Selon les classifications des pics mentionnés dans la partie théorique et les travaux publiés par Blanter et. al [165] et Golovin et. al [242], le pic est une transition d'amortissement à haute température vers l'amortissement à basse température sous l'effet du processus de recristallisation.

Sur les courbes DSC (les figures V.5, V.9 et V.13) des mêmes états, on peut observer qu'il y a un dégagement de chaleur associé au processus de recristallisation (R_C), tandis que les courbes dilatométriques (les figures V.6, V.10 et V.14) enregistre un processus de restauration (R_V). Généralement, la restauration est un processus qui se produit simultanément ou avant la recristallisation. Elle est responsable de la réduction de la densité de dislocations par leur annihilation.

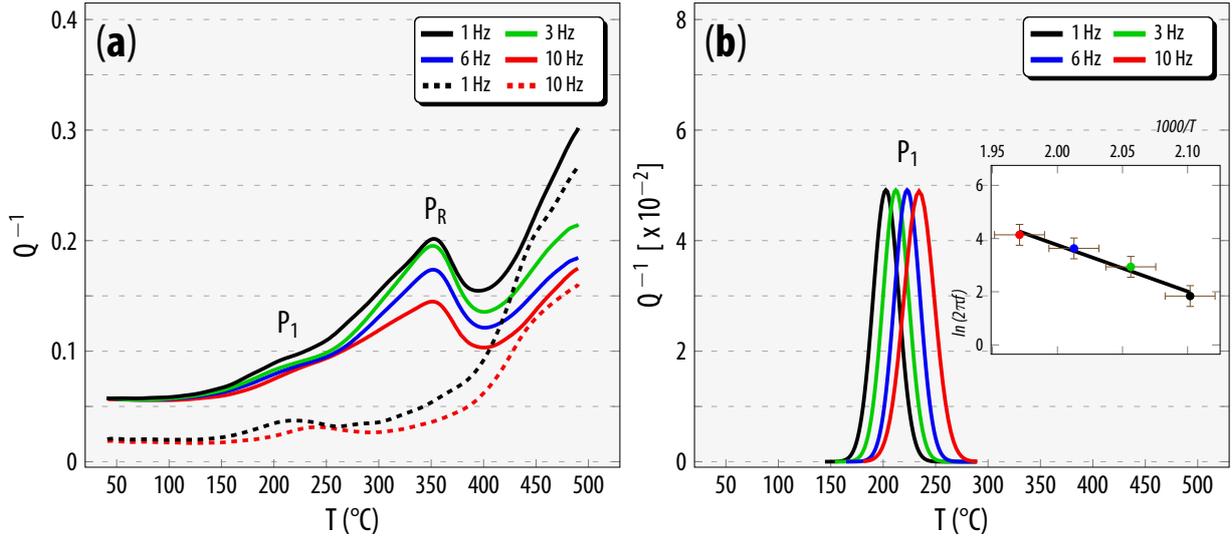


Figure V.65 La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à froid

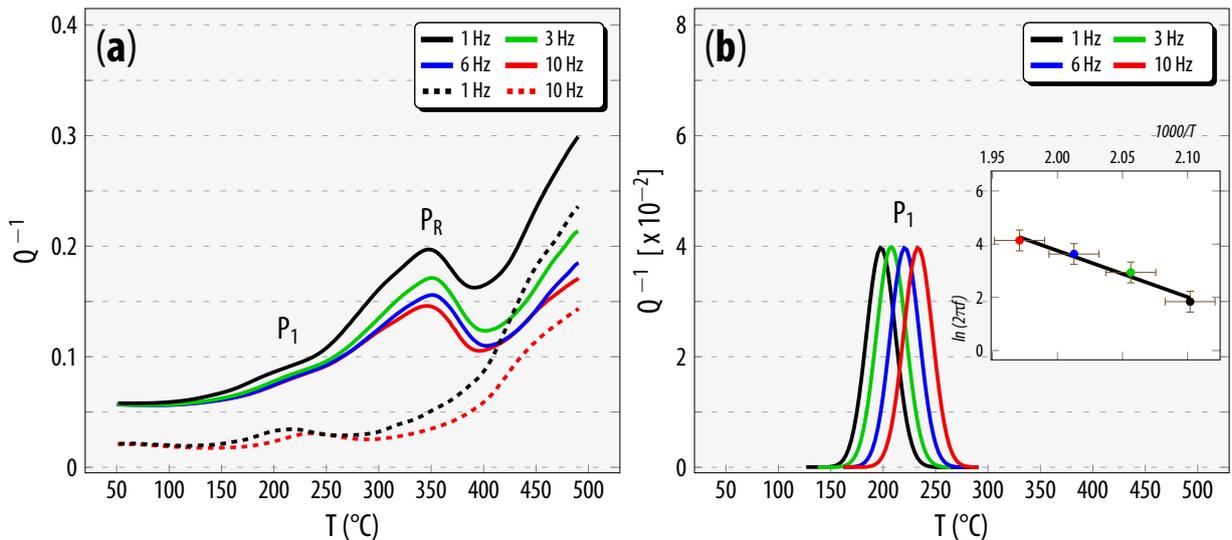


Figure V.66 La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'état de trempe, prévieilli 8h à 100°C et déformé à 100°C

Conclusion générale

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de cette thèse avait pour objectif essentiel d'étudier l'influence de la déformation plastique à différentes températures sur la séquence et la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si de la série 6000 et l'influence du vieillissement artificiel sur l'évolution microstructurale des échantillons étudiés.

L'interprétation et la comparaison des résultats obtenus par les différentes techniques expérimentales utilisées (DSC, dilatométrie, DRX et les mesures de la microdureté) nous ont permis d'arriver aux conclusions suivantes :

- La réponse des échantillons déformés au durcissement est plus rapide que celle des échantillons recuits ; cela est dû à la déformation plastique qui induit une grande densité de dislocations qui facilite la diffusion des solutés et par conséquent, la formation des phases durcissantes ;
- Le durcissement maximal est assuré par la formation de fins précipités métastables β'' ;
- Généralement la déformation plastique tend à former les précipités proches de l'équilibre, tandis que les traitements thermiques successives donnent de fins précipités responsables du durcissement ;
- La déformation plastique modifie beaucoup la séquence de précipitation et mène à la formation des phases proches de l'équilibre et à la suppression de la précipitation de la phase durcissante β'' ;
- L'introduction de la déformation plastique montre un effet notable sur la cinétique de précipitation en induisant une grande densité de dislocations et en créant un excès de défauts préférentiels pour la précipitation, ce qui permet une meilleure diffusion des atomes solutés dans la matrice ;
- Le changement de la séquence de précipitation ainsi que le durcissement sont contrôlés essentiellement par l'intervention des processus de précipitation, de restauration et de recristallisation :

- Le durcissement offert par les trois cycles donne des valeurs plus ou moins proches l'un par rapport à l'autre ; le meilleur durcissement est obtenu par l'application de la déformation plastique à froid suivie de deux traitements thermiques ;
- L'étude métallographique par MO et MEB est limitée. Cela est due à la nature des précipités durcissants, qui sont indétectables à cause de la similarité du comportement des éléments Al, Mg et Si avec les rayons X au niveau nanométrique, ce qui rend l'étude métallographique limitée par la présence des intermétalliques qui ont un effet indésirable sur le durcissement ;
- L'étude par spectroscopie mécanique et l'analyse des différents effets anélastiques par frottement intérieur montrent un comportement similaire pour les échantillons déformés à différentes températures dans laquelle on note :
- L'état de trempe montre l'apparition d'un pic P_1 à basse température à faible intensité dû au phénomène de relaxation qui vient de l'entrave des paires des solutés Mg ou et/ou Mg-Si par les boucles de dislocations ; son intensité augmente sensiblement avec le traitement thermique, ce qui permet de dire que le phénomène de précipitation améliore le mécanisme de relaxation en épinglant le mouvement des dislocations ;
- L'apparition d'un deuxième pic P_R qui disparaît après le deuxième essai. Il correspond à une transition d'amortissement à haute température vers l'amortissement à basse température et par conséquent, la diminution du niveau du fond continu qui est le résultat de processus de recristallisation permettant la création d'une nouvelle structure recristallisée à travers l'annihilation des dislocations.

Bibliographie

- [1] J. P. MERCIER, G. ZAMBELLI et W. KURZ : *Introduction à la Science des Matériaux*. PPUR Presses Polytechniques, 3ème édition, 1999.
- [2] ASM HANDBOOK : *Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials*, volume 2. ASM International, 1990.
- [3] I. J. POLMEAR : *Light Alloys : From Traditional Alloys to Nanocrystals*. Elsevier, 4ème édition, 2006.
- [4] W. F. MIAO et D. E. LAUGHLIN : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31:361–371, 2000.
- [5] J. E. HATCH : *Aluminium : Properties and Physical Metallurgy*. ASM, 10ème édition, 2005.
- [6] R. N. WRIGHT : *Practical Engineering for Aluminum Extrusion Note*. Institut Polytechnique de Rensselaer, New York, 1992.
- [7] K. D. WADE : *Physical metallurgy of aluminium alloys*. Institut Polytechnique de Rensselaer, New York, 1993.
- [8] M. USTA : Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Rensselaer, New York, 2001.
- [9] R. C. DORWARD : *Metallurgical Transactions*, 4:507–512, 1973.
- [10] R. LUMLEY : *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. Woodhead Publishing, 2011.
- [11] D. A. PORTER, K. E. EASTERLING et M. SHERIF : *Phase Transformations in Metals and Alloys*. CRC Press, 3ème édition, 2009.
- [12] H. I. AARONSON, M. ENOMOTO et J. K. LEE : *Mechanisms of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys*. CRC Press, 1ère édition, 2010.
- [13] P. M. DERLET, S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA et A. FRØSETH : *Journal of Physics : Condensed Matter*, 14:4011–4024, 2002.
- [14] P. OSUCH, M. WALKOWICZ, T. KNYCH et S. DYMEK : *Materials*, 11:1239–1251, 2018.
- [15] G. A. EDWARDS, K. STILLER, G. L. DUNLOP et M. J. COUPER : *Acta Metallurgica*, 46:3893–3904, 1998.

- [16] W. F. SMITH : *Metallurgical Transactions*, 4:2435–2440, 1973.
- [17] C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, J. JANSEN et H. W. ZANDBERGEN : *Acta Materialia*, 49:321–328, 2001.
- [18] K. MATSUDA, T. NAOI, K. FUJII, Y. UETANI, T. SATO, A. KAMIO et S. IKENO : *Materials Science and Engineering A*, 262:232–237, 1999.
- [19] A. G. FRØSETH, R. HØIER, P. M. DERLET, S. J. ANDERSEN et C. D. MARIOARA : *Physical Review B*, 67:224106, 2003.
- [20] K. MATSUDA, Y. SAKAGUCHI, Y. MIYATA, Y. UETANI, T. SATO, A. KAMIO et S. IKENO : *Materials Science*, 5:179–189, 2000.
- [21] S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA, R. VISSERS, A. FRØSETH et H. W. ZANDBERGEN : *Materials Science and Engineering A*, 444:157–169, 2007.
- [22] M. A. van HUIS, J. H. CHEN, H. W. ZANDBERGEN et M. H. F. SLUITER : *Acta Materialia*, 54:2945–2955, 2006.
- [23] M. A. van HUIS, J. H. CHEN, M. H. F. SLUITER et H. W. ZANDBERGEN : *Acta Materialia*, 55:2183–2199, 2007.
- [24] C. RAVI et C. WOLVERTON : *Acta Materialia*, 52:4213–4227, 2004.
- [25] J. BANHART, C. S. T. CHANG, Z. LIANG, N. WANDERKA, M. D. H. LAY et A. J. HILL : *Advanced Engineering Materials*, 12:559–571, 2010.
- [26] K. MATSUDA, H. GAMADA, K. FUJII, Y. UETANI, T. SATO, A. KAMIO et S. IKENO : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29A:1161–1167, 1998.
- [27] H. W. ZANDBERGEN, S. J. ANDERSEN et J. JANSEN : *Journal of Science*, 277:1221–1225, 1997.
- [28] S. J. ANDERSEN, H. W. ZANDBERGEN, J. JANSEN, C. TRÆHOLT, U. TUNDAL et O. REISO : *Acta Materialia*, 46:3283–3298, 1998.
- [29] R. VISSERS, M. A. van HUIS, J. JANSEN, H. W. ZANDBERGEN, C. D. MARIOARA et S. J. ANDERSEN : *Acta Materialia*, 55:3815–3823, 2007.
- [30] S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA, A. FRØSETH, R. VISSERS et H. W. ZANDBERGEN : *Materials Science and Engineering A*, 390:127–138, 2005.
- [31] S. WENNER : Thèse de doctorat, NTNU, Trondheim, Norvège, 2014.
- [32] C. CAYRON, L. SAGALOWICZ, O. BEFFORT et P. A. BUFFAT : *Philosophical Magazine A*, 79:2833–2851, 1999.

- [33] S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA, R. VISSERS, A. L. FRØSETH et P. DERLET : *In Proceedings de 13ème Congrès Européen de Microscopie*, volume 2, pages 599–600, 2004.
- [34] C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, T. N. STENE, H. HASTING, J. WALMSLEY, A. T. J. Van HELVOORT et R. HOLMESTAD : *Philosophical Magazine*, 87:3385–3413, 2007.
- [35] S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA, R. VISSERS, M. TORSÆTER, R. BJØRGE, F. J. H. EHLERS et R. HOLMESTAD : *Materials Science Forum*, 638-642:390–395, 2010.
- [36] I. DUTTA et S. M. ALLEN : *Materials Science Letters*, 10:323–326, 1991.
- [37] D. W. PASHLEY, J. W. RHODES et A. SENDOREK : *The Japan Institute of Light Metals*, 94:41–49, 1966.
- [38] M. MURAYAMA et K. HONO : *Acta Materialia*, 47:1537–1548, 1999.
- [39] G. A. EDWARDS, K. STILLER et G. L. DUNLOP : *Applied Surface Science*, 76/77:219–225, 1994.
- [40] W. F. MIAO et D. E. LAUGHLIN : *Materials Science Letters*, 19:201–203, 2000.
- [41] M. MURAYAMA, K. HONO, M. SAGA et M. KIKUCHI : *Materials Science and Engineering*, A250:127–132, 1998.
- [42] F. De GEUSER, W. LEFEBVRE et D. BLAVETTE : *Philosophical Magazine Letters*, 86:227–234, 2006.
- [43] J. RØYSET, T. STENE, J. A. SÆTER et O. REISO : *Materials Science Forum*, 519:239–244, 2006.
- [44] J. BANHART, C. S. CHANG, Z. LIANG, N. WANDERKA, M. D. LAY et A. J. HILL : *In Proceedings de 12ème ICAA*, pages 381–388, 2010.
- [45] F. A. MARTINSEN, F. J. H. EHLERS, M. TORSÆTER et R. HOLMESTAD : *Acta Materialia*, 60:6091–6101, 2012.
- [46] H. SEYEDREZAI, D. GREBENNIKOV, P. MASCHER et H. S. ZUROB : *Materials Sciences and Engineering A*, 525:186–191, 2009.
- [47] J. KIM, E. KOBAYASHI et T. SATO : *Materials Transactions*, 52:906–913, 2011.
- [48] C. S. T. CHANG et J. BANHART : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42:1960–1964, 2011.
- [49] J. BANHART, M. D. H. LAY, C. S. T. CHANG et A. J. HILL : *Physical Review B*, 83:1–13, 2011.
- [50] A. SERIZAWA, S. HIROSAWA et T. SATO : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39:243–251, 2008.

- [51] M. TORSÆTER, H. S. HASTING, W. LEFEBVRE, C. D. MARIOARA, J. C. WALMSLEY, S. J. ANDERSEN et R. HOLMESTAD : *Journal of Applied Physics*, 108:073527, 2010.
- [52] J. BUHA, R. N. LUMLEY, A. G. CROSKY et K. HONO : *Acta Materialia*, 55:3015–3024, 2007.
- [53] J. H. CHEN, E. COSTAN, M. A. van HUIS, Q. XU et H. W. ZANDBERGEN : *Science*, 312:416–419, 2006.
- [54] K. NILSSON et D. HJERTSÉN : Precipitation Hardening of Sapa 6005A alloys. 2000.
- [55] M. Van ROOYEN, J. A. Sinte MAARTENSDIJK et E. J. MITTEMEIJER : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 19:2433–2442, 1988.
- [56] L. ZHEN et S. B. KANG : *Materials Letters*, 37:349–353, 1998.
- [57] C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, J. JANSEN et H. W. ZANDBERGEN : *Acta Materialia*, 51:789–796, 2003.
- [58] N. MARUYAMA, R. UEMORI, N. HASHIMOTO, M. SAGA et M. KIKUCHI : *Scripta Materialia*, 36:89–93, 1997.
- [59] P. DONNADIEU et A. PROULT : *In Aluminium Alloys - ICAA5*, volume 217-222, page 719–724, 1996.
- [60] T. EPICIER, V. MASSARDIER et P. MERLE : *Journal of Physics : Conference Series*, 6:253–258, 1999.
- [61] G. A. EDWARDS, K. STILLER, G. L. DUNLOP et M. J. COUPER : *Materials Science Forum*, 217:713–718, 1996.
- [62] D. BARDEL : Thèse de doctorat, INSA, Lyon, 2014.
- [63] M. H. JACOBS : *Philosophical Magazine*, 26:1–13, 1973.
- [64] K. MATSUDA, S. IKENO, H. MATSUI, T. SATO, K. TERAYAMA et Y. UETANI : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36:2007–2012, 2005.
- [65] J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TLBOT : *Métallurgie générale*. Masson et Cie, 3ème édition, 1969.
- [66] C. QIAN, X. QUAN, Z. FENG-JUAN, C. DONG-MENG et L. XU-ZHEN : *In Forum international sur la technologie de l'information et applications*, volume 1, pages 338–341, 2009.
- [67] D. E. LAUGHLIN, W. F. MIAO, L. M. KARABIN et D. J. CHAKRABARTI : *Minerals, Metals and Materials Society/AIME*, pages 63–79, 1998.
- [68] R. DEVELAY : *Revue de l'aluminium*, pages 345–368, 1978.

- [69] G. WANTE : Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 1999.
- [70] D. J. CHAKRABARTI et D. E. LAUGHLIN : *Progress in Materials Science*, 49:389–410, 2004.
- [71] A. K. GUPTA, D. J. LLOYD et S. A. COURT : *Materials Science and Engineering A*, 316:11–17, 2001.
- [72] J. Daniel BRYANT : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30:1999–2006, 1999.
- [73] C. CAYRON et P. A. BUFFAT : *Acta Materialia*, 48:2639–2653, 2000.
- [74] J. Y. YAO, D. A. GRAHAM, B. RENDERED et M. J. COUPER : *Micron*, 32:865–870, 2001.
- [75] D. G. ESKIN, V. MASSARDIER et P. MERLE : *Journal of Materials Science*, 34:811–820, 1999.
- [76] L. ZHEN, W. D. FEI, S. B. KANG et H. W. KIM : *Journal of Materials Science*, 32:1895–1902, 1997.
- [77] D. L. ZHANG et D. H. St JOHN : *In Proceedings de ICAMAA*, pages 3–15, 1996.
- [78] K. LI, M. SONG, Y. DU et X. FANG : *Archives of Metallurgy and Materials*, 57:457–467, 2012.
- [79] L. SAGALOWICZ, G. HUG, D. BECHET, P. SAINFORT et G. LAPASSET : *In Proceedings de ICAAA-4*, pages 636–643, 1994.
- [80] K. MATSUDA, Y. UETANI, T. SATO et S. IKENO : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32:1293–1299, 2001.
- [81] H. S. HASTING, A. G. FRØSETH, S. J. ANDERSEN, R. VISSERS, J. C. WALMSLEY, C. D. MARIOARA, F. DANOIX, W. LEFEBVRE et R. HOLMESTAD : *Journal of Applied Physics*, 106:123527, 2009.
- [82] R. VISSERS, C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN et R. HOLMESTAD : *In Proceedings de ICAAA-11*, pages 1263–1269, 2008.
- [83] J. C. BENEDYK. *In* P. K. MALLICK, éditeur : *Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles*, pages 79–113. Woodhead Publishing, 2010.
- [84] J. A. S. GREEN : *Aluminum recycling and processing for energy conservation and sustainability*. ASM International, 2007.
- [85] K. M. ENTWISTLE : *Journal de Physique Colloques*, 32:112, 1971.
- [86] G. SVENNINGSEN, M. H. LARSEN, J. C. WALMSLEY, J. H. NORDLIEN et K. NISANCIOGLU : *Corrosion Science*, 48:1528–1543, 2006.

- [87] G. SVENNINGSSEN, J. LEIN, A. BJØRGUM, J. H. NORDLIEN, Y. YU et K. NISANCIOGLU : *Corrosion Science*, 48:226–242, 2006.
- [88] H. ZAHN, J. M. C. MOL, F. HANNOUR, L. ZHUANG, H. TERRYN et J. H. W. de WIT : *Materials and Corrosion*, 59:670–675, 2008.
- [89] M. TORSÆTER, F. J. H. EHLERS, C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN et R. HOLMESTAD : *Philosophical Magazine*, 92:3833–3856, 2012.
- [90] C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, A. BIRKELAND et R. HOLMESTAD : *Journal of Materials Science*, 43:4962–4971, 2008.
- [91] C. WOLVERTON : *Acta Materialia*, 49:3129–3142, 2001.
- [92] L. ARNBERG et B. AURIVILLIUS : *Acta Chemica Scandinavica*, 34:1–5, 1980.
- [93] F. J. H. EHLERS, S. WENNER, S. J. ANDERSEN, C. D. MARIOARA, W. LEFEBVRE, C. B. BOOTHROYD et R. HOLMESTAD : *Journal of Materials Science*, 49:6413–6426, 2014.
- [94] T. SAITO, C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, W. LEFEBVRE et R. HOLMESTAD : *In Journal of Physics : Conference Series*, volume 522, page 012030, 2014.
- [95] European ALUMINIUM : *The Aluminium Automotive Manual : Materials – Alloy Constitution*, 1ère édition, 2002.
- [96] R. E. SMALLMAN et R. J. BISHOP : *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*. Butterworth-Heinemann, 7ème édition, 1999.
- [97] D. MICHEL : *Aide-Mémoire Sciences des Matériaux*. Dunod, Paris, 2004.
- [98] R. E. SMALLMAN et A.H.W. NGAN : *Physical Metallurgy and Advanced Materials*. Elsevier, Amsterdam, 8ème édition, 2014.
- [99] C. S. BARRETT : *Structure of Metals : Crystallographic Methods, Principles, and Data*. McGraw-Hill, Cambridge, 1ère édition, 1943.
- [100] S. J. LILLYWHITE, P. B. PRANGNELL et F. J. HUMPHREYS : *Materials Science and Technology*, 16:1112–1120, 2000.
- [101] F. J. HUMPHREYS et M. HATHERLY : *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier, Oxford, 2ème édition, 2004.
- [102] O. ENGLER et J. HIRSCH : *Materials Science and Engineering A*, 336:249–262, 2002.
- [103] M. F. ASHBY : *Philosophical Magazine*, 14:1157–1178, 1966.
- [104] M. F. ASHBY : *Philosophical Magazine*, 21:399–424, 1970.

- [105] B. BAY, N. HANSEN, D. A. HUGHES et D. KUHLMANN-WILSDORF : *Acta Metallurgica et Materialia*, 40:205–219, 1992.
- [106] B. BAY, N. HANSEN, D. A. HUGHES et D. KUHLMANN-WILSDORF : *Materials Science and Engineering A*, 158:139–146, 1992.
- [107] C. T. YOUNG, T. J. HEADLEY et J. L. LYTTON : *Materials Science and Engineering A*, 81:391–407, 1986.
- [108] Q. LIU, D. J. JENSEN et N. HANSEN : *Acta Materialia*, 46:5819–5838, 1998.
- [109] E. NES et K. MARTHINSEN : *Materials Science and Engineering A*, 322:176–193, 2002.
- [110] P. GAY et A. KELLY : *Acta Crystallographica*, 6:165–172, 1953.
- [111] P. GAY, P. B. HIRSCH et A. KELLY : *Acta Crystallographica*, 7:41–49, 1954.
- [112] R. LABUSCH : *Physica Status Solidi (b)*, 41:659–669, 1970.
- [113] J. FRIEDEL : *Interscience*, 1963.
- [114] M. LEBYODKIN, L. DUNIN-BARKOWSKII, Y. BRECHET, Y. ESTRIN et L. P. KUBIN : *Acta Materialia*, 48:2529–2541, 2000.
- [115] D. BLAVETTE, E. CADEL, A. FRACZKIEWICZ et A. MENAND : *Science*, 286:2317–2319, 1999.
- [116] A. H. COTTRELL : *American Journal of Physics*, 22:242–243, 1954.
- [117] R. E. REED-HILL et R. ABBASCHIAN : *Physical Metallurgy Principals*. PWS-Kent Publishing, Boston, 3ème édition, 1991.
- [118] A. H. COTTRELL et M. A. JASWON : *Proceedings de la société royale de Londres*, 199:104–114, 1949.
- [119] S. NOURBAKHSI et J. NUTTING : *Acta Metallurgica*, 28:357–365, 1980.
- [120] M. VERDIER, M. JANECEK, Y. BRECHET et P. GUYOT : *Materials Science and Engineering A*, 248:187–197, 1998.
- [121] E. NES : *Acta Metallurgica et Materialia*, 43:2189–2207, 1995.
- [122] X. WANG, W. J. POOLE, J. D. EMBURY et D. J. LLOYD : *In Materials Science Forum*, volume 519, pages 1913–1918, 2006.
- [123] L. K. SINGHAL et M. L. VAIDYA : *Metallurgical Transactions*, 1:1044–1045, 1970.
- [124] C. G. SCHMIDT et A. K. MILLER : *Acta Metallurgica*, 30:615–625, 1982.
- [125] I. GUTIERREZ-URRUTIA, M. A. MUNOZ-MORRIS et D. G. MORRIS : *Materials Science and Engineering A*, 394:399–410, 2005.

- [126] I. GUTIERREZ-URRUTIA, M. A. MUNOZ-MORRIS et D. G. MORRIS : *Journal of Materials Research*, 21:329–342, 2006.
- [127] O. R. MYHR, Ø. GRONG et S. J. ANDERSEN : *Acta Materialia*, 49:65–75, 2001.
- [128] M. ASHBY, H. SHERCLIFF et D. CEBON : *Materials Engineering, Science, Processing and Design*. Butterworth-Heinemann, 1ère édition, 2007.
- [129] H. PROUDHON, W. J. POOLE, X. WANG et Y. BRÉCHET : *Philosophical Magazine*, 88:621–640, 2008.
- [130] P. HIRTH et L. KUBIN : *Dislocations in solids*. Elsevier, 1ère édition, 2009.
- [131] C. VARGEL : *Le Comportement de l'aluminium et de ses alliages*. Dunod, 1979.
- [132] R. D. DOHERTY, D. A. HUGHES et F. J. HUMPHREYS : *Materials Science and Engineering A*, 238:219–274, 1997.
- [133] L. P. TROEGER et E. A. Starke JR : *Materials Science and Engineering A*, 293:19–29, 2000.
- [134] L. P. TROEGER, E. A. Starke JR et R. CROOKS, Brevet N°. EU 6350329, 2002.
- [135] Z. C. WANG et P. B. PRANGNELL : *Materials Science and Engineering A*, 328:87–97, 2002.
- [136] N. E. PATON et C. H. HAMILTON, Brevet N°. EU 4092181, 1978.
- [137] J. WALDMAN, H. J. SULINSKI et H. MARKUS, Brevet N°. EU 3847681, 1973.
- [138] H. JAZAERI et F. J. HUMPHREYS : *Acta Materialia*, 52:3239–3250, 2004.
- [139] H. JAZAERI et F. J. HUMPHREYS : *Acta Materialia*, 52:3251–3262, 2004.
- [140] F. J. HUMPHREYS et H. M. CHAN : *Materials Science and Technology*, 12:143–148, 1996.
- [141] P. B. PRANGNELL, J. S. HAYES, J. R. BOWEN, P. J. APPS et P. S. BATE : *Acta Materialia*, 52:3193–3206, 2004.
- [142] J. F. HUMPHREYS : *In Recrystallization and Grain Growth*, volume 467 de *Materials Science Forum*, pages 107–116. Trans Tech Publications, 2004.
- [143] R. D. DOHERTY : *Progress in Materials Science*, 42:39–58, 1997.
- [144] H. FRANK : *Recrystallization of Metallic Materials*. Institut de Max Black, Stuttgart, 2ème édition, 1978.
- [145] S. TANGEN, K. SJØLSTAD, T. FURU et E. NES : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41:2970–2983, 2010.

- [146] W. C. LIU et B. RADHAKRISHNAN : *Materials Letters*, 64:1829–1832, 2010.
- [147] Y. BIROL : *Scripta Materialia*, 59:611–614, 2008.
- [148] M. SOMERDAY et F. J. HUMPHREYS : *Materials Science and Technology*, 19:30–35, 2003.
- [149] J. LI, W. C. LIU, T. ZHAI et E. A. KENIK : *Scripta Materialia*, 52:163–168, 2005.
- [150] Q. ZENG, X. WEN et T. ZHAI : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40:2488–2497, 2009.
- [151] K. TEICHMANN, C. D. MARIOARA, K. O. PEDERSEN et K. MARTHINSEN : *Materials Science and Engineering A*, 565:228–235, 2013.
- [152] B. POORGANJI, P. SEPEHRBAND, H. JIN et S. ESMAEILI : *Scripta Materialia*, 63:1157–1160, 2010.
- [153] L. P. TROEGER et E. A. Starke JR : *Materials Science and Engineering A*, 293:19–29, 2000.
- [154] P. N. RAO, S. K. PANIGRAHI et R. JAYAGANTHAN : *Materials Science and Technology*, 26:371–374, 2010.
- [155] P. SEPEHRBAND, X. WANG, H. JIN et S. ESMAEILI : *In Proceeding de 12ème ICAA*, pages 308–313, Yokohama, Japan, 2010. The Japan Institute of Light Metals.
- [156] R. HU, T. OGURA, H. TEZUKA, T. SATO et Q. LIU : *Journal of Materials Science and Technology*, 26:237–243, 2010.
- [157] S. ESMAEILI, D. J. LLOYD et H. JIN : *Materials Letters*, 65:1028–1030, 2011.
- [158] G. BURGER, A. K. GUPTA, L. SUTAK et D. J. LLOYD : *In Materials Science Forum*, volume 217, pages 471–478, 1996.
- [159] O. PODDAEVA et A. FEDOSOVA : *Energy Reports*, 7:299–307, 2021.
- [160] J. V. HUMBEECK : *Journal of Alloys and Compounds*, 355:58–64, 2003.
- [161] J. FIOCCHI, C. A. BIFFI, D. SCACCABAROZZI, B. SAGGIN et A. TUISSI : *Advanced Engineering Materials*, 22:1900722, 2020.
- [162] Joachim von der HAGEN : Thèse de doctorat, Institut de Max-Planck, Stuttgart, 2001.
- [163] Juan-Jorge MARTINEZ-VEGA et RIVIERE ANDRÉ : *Techniques de l'ingénieur Frottement, usure et lubrification*, TIP574WEB (p1310), 2000.
- [164] C. ZENER : Presse de l'Université de Chicago, 1948.
- [165] M. S. BLANTER, I. S. GOLOVIN, H. NEUHÄUSER et H.-R. SINNING : *Internal Friction in Metallic Materials*. Springer, 2007.

- [166] A. NOWICK : *In Internal Friction, Damping, and Cyclic Plasticity*. ASTM International, 1965.
- [167] J. MERLIN : Thèse de doctorat, INSA, Lyon, 1969.
- [168] E. CARREÑO-MORELLI, A. A. GHILARDUCCI et S. E. URRETA : *Physica Status Solidi (a)*, 158:449–462, 1996.
- [169] G. FRADE : *Métallographie – Essais mécaniques*, volume 15. Encyclopédie Universalis, École des Mines, Paris, 2010.
- [170] C. ZENER : *Trans. AIME*, 152:122–126, 1943.
- [171] M. RONAN : Thèse de doctorat, EPFL, Suisse, 2009.
- [172] T. KÊ : *Physical Review*, 71:533–546, 1947.
- [173] A. RIVIÈRE : *Scripta Materialia*, 43:991–995, 2000.
- [174] A. RIVIÈRE : *In Solid State Phenomena*, volume 115, pages 87–98, 2006.
- [175] S. KISS, R. SCHALLER et W. BENOIT : *Physica Status Solidi (a)*, 92:K109–K112, 1985.
- [176] S. VYAZOVKIN, N. KOGA et C. SCHICK : *Handbook of thermal analysis and calorimetry*, volume 6. Elsevier, 2ème édition, 2018.
- [177] G. W. H. HÖHNE, W. HEMMINGER et H.-J. FLAMMERSHEIM : *Differential scanning calorimetry : an introduction for practitioners*. Springer-Verlag, Berlin, 1ère édition, 1996.
- [178] J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT : *Métallurgie générale*. Masson, Paris, 2ème édition, 1984.
- [179] Y. LENG : *Materials Characterization : Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods*. John Wiley and Sons, Singapore, 2ème édition, 2008.
- [180] Catalogue du microscope EUROMEX : *Part 2 : Microscope for laboratories*, 2016.
- [181] G. HÜBSCHEN, I. ALTPETER, R. TSCHUNCKY et H.-G. HERRMANN : *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Woodhead Publishing, Elsevier, 2016.
- [182] A. CHASSAIGNE : Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay, Paris, 2020.
- [183] ASTM : *ASTM International*, 384:1–40, 2017.
- [184] H. CHANDLER : *Hardness testing*. ASM international, 1999.
- [185] ASM HANDBOOK : *Mechanical Testing and Evaluation*, volume 8. ASM International, 2000.

- [186] S. POGATSCHER, H. ANTREKOWITSCH, H. LEITNER, T. EBNER et P. J. UGGOWITZER : *Acta Materialia*, 59:3352–3363, 2011.
- [187] S. ESMAEILI, D. J. LLOYD et W. J. POOLE : *Acta Materialia*, 51:2243–2257, 2003.
- [188] J. BUHA, R. N. LUMLEY et A. G. CROSKY : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37:3119–3130, 2006.
- [189] S. POGATSCHER, H. ANTREKOWITSCH, T. EBNER et P. J. UGGOWITZER. In C. E. SUAREZ, éditeur : *Light Metals 2012*, pages 415–420. Springer, Cham, 2012.
- [190] Y. YE, X. YANG, J. WANG, X. ZHANG, Z. ZHANG et T. SAKAI : *Journal of Alloys and Compounds*, 615:249–254, 2014.
- [191] S. ud DIN, J. KAMRAN, B. A. HASAN, N. H. TARIQ, M. MEHMOOD et M. S. uz ZUHA : *Materials and Design*, 64:366–373, 2014.
- [192] K. HUANG et R. E. LOGÉ : *Materials and Design*, 111:548–574, 2016.
- [193] Z. WANG, H. LI, F. MIAO, B. FANG, R. SONG et Z. ZHENG : *Materials Science and Engineering A*, 607:313–317, 2014.
- [194] H. LI, M. QINGZHONG, Z. WANG, F. MIAO, B. FANG, R. SONG et Z. ZHENG : *Materials Science and Engineering A*, 617:165–174, 2014.
- [195] M. VEDANI, G. ANGELLA, P. BASSANI, D. RIPAMONTI et A. TUISSI : *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 87:277–284, 2007.
- [196] S. K. PANIGRAHI, R. JAYAGANTHAN, V. PANCHOLI et M. GUPTA : *Materials Chemistry and Physics*, 122:188–193, 2010.
- [197] M. KOLAR, K. O. PEDERSEN, S. G. DAHL, K. TEICHMANN et K. MARTINSEN : *Materials Transactions*, 52:1356–1362, 2011.
- [198] A. HAYOUNE : *Materials Sciences and Applications*, 3:460–466, 2012.
- [199] Y. BIROL : *Materials Characterization*, 80:69–75, 2013.
- [200] A. HAYOUNE : *Defect and Diffusion Forum*, 367:103–109, 2016.
- [201] N. AFIFY, A. GABER, M. S. MOSTAFA et Gh. ABBADY : *Materials Sciences and Applications*, 462:80–87, 2008.
- [202] P. N. RAO, B. VISWANADH et R. JAYAGANTHAN : *Materials Science and Engineering A*, 606:1–10, 2014.
- [203] A. SERIZAWA, T. SATO et M. K. MILLER : *Materials Science and Engineering A*, 561:492–497, 2013.

- [204] Y. BIROL et M. KARLIK : *Scripta Materialia*, 55:625–628, 2006.
- [205] Y. YAN, Z. LIANG et J. BANHART : *Materials Science Forum*, 796:903–908, 2014.
- [206] Y. BIROL : *Scripta Materialia*, 52:169–173, 2005.
- [207] H. L. LEE, W. H. LU et S. L. I. CHAN : *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25:2165–2170, 1991.
- [208] R. S. YASSAR, D. P. FIELD et H. WEILAND : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36:2059–2065, 2005.
- [209] K. TEICHMANN, C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN, K. O. PEDERSEN, S. G DAHL, M. KOLAR, R. HOLMESTAD et K. MARTHINSEN : *Philosophical Magazine*, 91:3744–3754, 2011.
- [210] K. TEICHMANN, C. D. MARIOARA, S. J. ANDERSEN et K. MARTHINSEN : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43:4006–4014, 2012.
- [211] A. HAYOUNE et N. TITOUCHE : *Applied Mechanics and Materials*, 432:32–38, 2013.
- [212] A. HAYOUNE et D. HAMANA : *Materials Science and Engineering A*, 527:7261–7264, 2010.
- [213] S. FARÈ, N. LECIS et M. VEDANI : *Journal of Metallurgy*, 2011:1–8, 2011.
- [214] H. NEMOUR, D. M. IBRAHIM et A. TRIKI : *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 123:19–26, 2015.
- [215] V. G. ARIGELA, N. R. PALUKURI, D. SINGH, S. K. KOLLI, J. RENGASWAMY, P. CHEKHONIN, J. SCHARNWEBER et W. SKROTZKI : *Journal of Alloys and Compounds*, 790:917–927, 2019.
- [216] H. J. ROVEN, M. LIU et J. C. WERENSKIOLD : *Materials Science and Engineering A*, 483:54–58, 2008.
- [217] G. ANGELLA, P. BASSANI, A. TUISSI et M. VEDANI : *Materials Transactions*, 45:2282–2287, 2004.
- [218] K. MISUMI, K. KANEKO, T. NISHIYAMA, T. MAEDA, K. YAMADA, K. I. IKEDA, M. KIKUCHI, K. TAKATA, M. SAGA et K. USHIODA : *Journal of Alloys and Compounds*, 600:29–33, 2014.
- [219] W. HUANG, Z. LIU, L. XIA, P. XIA et S. ZENG : *Materials Science and Engineering A*, 556:801–806, 2012.
- [220] P. NAGESWARA et R. JAYAGANTHAN : *Journal of Materials and Design*, 39:226–233, 2012.

- [221] U. G. KANG, H. J. LEE et W. J. NAM : *Journal of Materials Science*, 47:7883–7887, 2012.
- [222] V. D. SITDIKOV, P. S. CHIZHOV, M. Y. MURASHKIN, A. A. GOIDENKO et R. Z. VALIEV : *Materials Characterization*, 110:222–227, 2015.
- [223] V. D. SITDIKOV, M. Y. MURASHKIN et R. Z. VALIEV : *Journal of Materials Engineering and Performance*, 26:4732–4737, 2017.
- [224] J. GUBICZA, I. SCHILLER, N. Q. CHINH, J. ILLY, Z. HORITA et T. G. LANGDON : *Materials Science and Engineering A*, 460:77–85, 2007.
- [225] S. K. PANIGRAHI et R. JAYAGANTHAN : *Materials Science and Engineering A*, 492:300–305, 2008.
- [226] M. ZIDANI, Z. BOUMERZOU, T. BAUDIN et R. PENELLE : *In Materials Science Forum*, volume 514, pages 554–558, 2006.
- [227] M. ZIDANI, Z. BOUMERZOU, D. SOLAS et T. BAUDIN : *In Materials Science Forum*, volume 550, pages 447–452, 2007.
- [228] A. JAAFAR, A. RAHMAT, Z. HUSSAIN et I. ZAINOL : *Journal of Alloys and Compounds*, 509:8632–8640, 2011.
- [229] Z. WANG, H. LI, F. MIAO, W. SUN, B. FANG, R. SONG et Z. ZHENG : *Materials Science and Engineering A*, 590:267–273, 2014.
- [230] E. M. ELGALLAD, Z. ZHANG et X. G. CHEN : *Materials Science and Engineering A*, 625:213–220, 2014.
- [231] C. XU, M. FURUKAWA, Z. HORITA et T. G. LANGDON : *Acta Materialia*, 53:749–758, 2005.
- [232] P. N. RAO et R. JAYAGANTHAN : *Journal of Materials and Design*, 39:226–233, 2012.
- [233] K. J. WILLIAMS : *Journal of Alloys and Compounds*, 21:393–395, 1967.
- [234] G. SZENES et D. ZSAMBOK : *Physica Status Solidi (a)*, 21:K105–K107, 1974.
- [235] K. ZHENG, S. LIU et D. TIAN : *Physica Status Solidi (a)*, 116:621–626, 1989.
- [236] C. Y. XIE, E. CARREÑO-MORELLI et R. SCHALLER : *Scripta Materialia*, 39:225–230, 1998.
- [237] C. Y. XIE, E. CARREÑO-MORELLI, R. SCHALLER, Y. PITTON et R. C. FORNEROD : *Philosophical Magazine A*, 81:2149–2160, 2001.
- [238] G. SCHÖCK : *Acta Metallurgica*, 11:617–622, 1963.

- [239] A. PICHLER, M. WELLER et E. ARZT : *Acta Metallurgica et Materialia*, 42:3801–3809, 1994.
- [240] J. BELSON, D. LEMERCIER, P. MOSER et P. VIGIER : *Physica Status Solidi (b)*, 40:647–655, 1970.
- [241] A. V. GRANATO et K. LÜCKE : *Journal of Applied Physics*, 27:583–593, 1956.
- [242] I. S. GOLOVIN, A. V. MIKHAYLOVSKAYA et H.-R. SINNING : *Journal of Alloys and Compounds*, 577:622–632, 2013.

ملخص

دراسة استقرار البنية المجهرية لمواد الهياكل الصناعية خلال العلاجات الحرارية و الميكانيكية الحرارية المعقدة

هذا العمل هو مساهمة في فهم الظواهر التي تحدث أثناء التسخين المستمر لسبائك Al-Mg-Si وذلك من خلال التحقيق في تأثير التشوه البلاستيكي في درجات حرارة مختلفة (على البارد و ١٠٠ درجة مئوية) مطبق بعد أو بين علاجين حراريين على التغيرات التي تظهر على تسلسل الترسيب والتي تحدث أثناء التسخين المستمر.

لمتابعة تطور البنية المجهرية أثناء تلك العلاجات تم استخدام العديد من التقنيات التجريبية: قياس المسعر التفاضلي، حيد الأشعة السينية، قياس الطول التفاضلي و المجهر الضوئي و المجهر الالكتروني الماسح و قياسات الصلابة الدقيقة وكذلك الاحتكاك الداخلي.

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن العلاج الحراري المستخدم وكذلك التشوه البلاستيكي المطبق أدى إلى تعديل تسلسل الترسيب للسبيكة والذي تم تفسيره من خلال التفاعلات بين ظواهر الترسيب والترميم وإعادة التبلور وتحسين خواصها الميكانيكية وخاصة قيم الصلابة

كلمات مفتاحية: Al-Mg-Si، تصلب إنشائي، تشوه بلاستيكي، الترسيب، قياس المسعر التفاضلي، حيد الأشعة السينية، الصلابة الدقيقة.

Abstract

Study of the microstructural stability of industrial materials for structures during complicated thermal and thermomechanical treatments

This work is a contribution to the understanding of the phenomena occurring during the continuous heating of an Al-Mg-Si alloy plastically deformed. Thus, the effect of plastic deformation at two temperatures (cold and 100°C), applied after two heat treatments, on the precipitation sequence occurring during continuous heating, has been investigated. In order to follow the microstructure evolution during the applied treatments, several techniques have been used such as differential scanning calorimetry (DSC), X-rays diffraction (XRD), differential dilatometry, optical microscopy, SEM, microhardness and internal friction measurements.

The obtained results showed that the heat treatments used as well as the plastic deformation applied lead to the modification of the precipitation sequence of the alloy, which has been interpreted by the interactions between precipitation, recovery and recrystallization reactions, the improvement of their mechanical properties and in particular the microhardness values.

Keywords : Al-Mg-Si, age hardening, plastic deformation, precipitation, DSC, XRD, microhardness.

Résumé

Étude de la stabilité microstructurale des matériaux de structure industriels durant les traitements thermiques et thermomécaniques compliqués

Ce travail est une contribution à la compréhension des phénomènes se produisant durant le chauffage continu d'un alliage Al-Mg-Si déformé plastiquement. Pour cela on a étudié l'effet de la déformation plastique à deux températures (à froid et à 100°C), appliquée après et/ou avant deux traitements thermiques, sur la séquence de précipitation se produisant au cours du chauffage continu. Pour suivre l'évolution de la microstructure au cours des traitements appliqués, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales : l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), la dilatométrie différentielle, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie optique et électronique à balayage, les mesures de la microdureté, ainsi que le frottement intérieur.

Les résultats obtenus ont montré que les traitements thermiques ainsi que la déformation plastique appliqués conduisent à la modification de la séquence de précipitation de l'alliage. Cette modification a été interprétée par les interactions entre les réactions de précipitation, de restauration et de recristallisation, et l'amélioration des propriétés mécaniques et notamment les valeurs de leur microdureté.

Mots-clés : Al-Mg-Si, durcissement structural, déformation plastique, précipitation, DSC, DRX, microdureté.