

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures

Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Modélisation de la cinétique de précipitation dans
les alliages d'aluminium 6063 modifié**

Amine OUFAIDA

Mohamed Amine MEKAOUI

Sous la direction de M. Mabrouk BOUABDALLAH Professeur

Présenté et soutenu publiquement le (21/06/2016)

Composition du Jury :

Président	M .H. YOUSFI,	Professeur	ENP
Examineur	M .A. DELALI,	Maitre-Assistant A	ENP
Examineur	M .M. LARIBI,	Professeur	ENP
Promoteur	M.M.BOUABDALLAH,	Professeur	ENP
Invité	M .O. DEJMA,	Doctorant	ENP

ENP (2016)

ملخص :

عملنا يتمثل في دراسة سرعة ترسب الطور β'' أثناء مختلف المعالجة بالأمزجة لخلائط ألومنيوم 6063 بإضافة نسبة قليلة من مادة الفضة الهدف وذلك عن طريق قياس تغير الصلابة. بعد الحصول على النتائج قمنا بحساب النسبة المتكونة أثناء أزمان و درجات مختلفة بالاعتماد على علاقة Merle التي تعطينا علاقة مباشرة بين النسبة المتكونة و نتائج قياس الصلابة و مكنتنا من إعتقاد نموذج للترسب بإستعمال نموذج JMA الأصلي والمعدل. الكلمات المفتاحية : الخليط المعدني الألومنيوم 6063 (Al-Mg-Si) ، مادة الفضة Ag ، الإزمان الحراري ، الصلابة ، علاقة Merle ، النسبة المتكونة ، سرعة الترسب .

Abstract

This study is about the precipitation kinetics of β'' phase during the different aging treatments of an aluminium alloy grade 6063 (Al-Mg-Si) with addition of silver (Ag) in the alloy. For this we based on the characterizing by the measurement of the micro-hardness. The measured values are used to calculate the transformed fraction for different temperature and time values by applying Merle's equation and generating a kinetics model of precipitation using both classical and modified JMAK models.

Key words: Aluminium alloys 6063, Silver (Ag), aging treatments, Merle relationship, fraction transformed, β'' phase, precipitation kinetics, classical and modified JMAK models.

Résumé

Ce travail étudie la cinétique de la précipitation de la phase β'' pendant différents traitements thermiques de vieillissement d'un alliage d'aluminium de nuance 6063 (Al-Mg-Si) avec une addition d'Argent (Ag). Pour cela nous nous sommes basé sur l'outil de caractérisation par la mesure de la micro-dureté. Les valeurs mesurées permettent de calculer la fraction transformée pour différentes valeurs de température et de temps. Un modèle de la cinétique de la précipitation est généré en utilisant l'équation de Merle et le modèle JMAK classique et modifié.

Mots clés : Alliages d'aluminium 6063, Argent (Ag), vieillissement thermique, relation de Merle, phase β'' , cinétique de la précipitation, le modèle JMAK classique et modifié.

Dédicace

À mes très chers parents ;

À mes frères et mes sœurs ;

À toute ma famille ;

À tous mes camarades et collègues ;

À tous ceux qui me sont chers

Je dédie ce travail.

OUFAIDA Amine

Dédicace

À mes très chers parents ;

À mes frères et mes sœurs ;

À toute ma famille ;

À tous mes camarades et collègues ;

À tous ceux qui me sont chers

Je dédie ce travail.

MEKAOUI Mohamed Amine

Remerciements

Nous remercions, en premier lieu, notre Dieu le très miséricordieux qui a bien voulu nous donner la force et le courage d'effectuer le présent travail.

Nous tenons à remercier nos deux promoteurs Pr. M.BOUABDALLAH et Mr. Dussama DJEMA pour avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir durant les moments difficiles de l'élaboration de ce projet.

Nous remercions Mr. H. YOUSFI d'avoir accepté de présider le jury de notre soutenance.

Nous remercions Mr. M.LARIBI et Mr. A.DELALI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble du personnel technique et administratif du Centre Nationale de Recherche en Technologie Industrielle à Cheraga (CRTI) et plus Précisément le directeur adjoint Mr Riad BADJI et le chef de division de mécanique et métallurgie Mr. Nasser TALA IGHIL.

Sans oublier de remercier Mr. Amine SOUALILI, Mr. RIDA BADI Mr. Nabil KHERROUBA, Mr. MEHDI BRAHIM, Mr. KHIEREDDINE BETTAHAR et sans oublier Melle ZAHRA et AMANE SAHLI pour leur aide durant notre projet.

Nous remercions également le colonel FARID ET madame AICHA du BCL-BLIDA et Monsieur ALI SARI du CRNB.

Nos remerciements aussi à tous les enseignants de l'école nationale polytechnique, en particulier ceux du département de métallurgie, pour nous avoir offert un agréable cadre de formation.

Que toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail, trouve ici l'expression de nos vifs remerciements et notre profonde gratitude.

Sommaire

Sommaire

Liste des figures	9
Liste des tables	11
Introduction générale :	12
Chapitre I : Les alliages Al-Mg-Si	12
I.1. Introduction :	15
I.2. Généralités sur l'aluminium et ses alliages :	15
I.2.1. Propriétés de l'aluminium :	15
I.2.2. Influence des éléments d'alliage :	17
I.3. Familles d'alliages d'aluminium	18
I.3.1. Les alliages de moulage	18
I.3.2. Les alliages de corroyage	18
I.3.2.1. Les Alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage :	19
I.3.2.2. Les alliages d'aluminium à durcissement structural	19
I.4. Le principe du durcissement structural	19
I.5. Exemples d'application de l'aluminium et ses alliages	20
I.6. Alliages d'aluminium de la série 6xxx (Al-Mg-Si) :	22
I.6.1. La précipitation dans les Al-Mg-Si :	23
I.6.1.1. Sans excès de silicium	23
I.6.1.2. Avec excès de silicium	23
I.6.2. Alliage 6063	23
I.6.3. Influence de l'addition de l'argent sur l'alliage 6063	25
I.7. Conclusion :	27
Chapitre II : Théorie de la cinétique de précipitations en conditions isothermes	15
II.1. Introduction :	29
II.2. Chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série 6xxx	29
II.3. Précipitation et comportement mécanique de la série 6000	31
II.4. Théorie de la germination et de la croissance en phase solide	32
II.4.1. La germination	33
II.4.1.1. Germination homogène	34
II.4.1.2. Germination hétérogène	35
II.4.1.2.3. Germination dans les lacunes en excès	38
II.4.2. La croissance	38

Sommaire

II.4.3. La coalescence	38
II.5. Le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov.....	38
II.5.1. Modification du modèle JMA.....	40
II.5.2. Détermination des paramètres (n) et (k) de la réaction correspondante	40
II.5.3. L'énergie d'activation de la précipitation	42
II.6. Conclusion :	44
Chapitre III : Matériaux Et Techniques Expérimentales.....	29
III.1. Introduction	46
III.2. Identification du matériau étudié	46
III.3. Les traitements thermiques.....	46
III.4. Préparation métallographique.....	47
III.4.1. La découpe des échantillons	47
III.4.2. Enrobage des échantillons	48
III.4.3. Polissage mécanique.....	48
III.4.4. Attaque chimique.....	49
III.4.5. Examen au microscope optique :.....	49
III.5. Essai de micro-dureté	50
III.6. Diffraction des Rayons X	51
III.7. Réalisation d'une application sur MATLAB pour la détermination du coefficient d'empiètement	53
III.8. Conclusion	57
Chapitre IV : Résultats Et Interprétations	46
IV.1. Introduction	59
IV.2. Etude métallographique.....	59
IV.2.1. Etat brut de réception	59
IV.2.2. Etat après trempé	60
IV.2.3. Etat vieilli	60
IV.3. Utilisation de diagramme TTT de l'alliage 6000	62
IV.4. Cinétique du vieillissement isotherme	63
IV.4.1. Comparaison de la cinétique du vieillissement isotherme	63
IV.4.1.1. Courbes de micro-dureté	63
IV.4.1.2. Courbes de la fraction transformée	64
IV.4.1.3. Application du modèle de KJMA classique à la précipitation de la phase β'' :...	65
IV.4.1.4. Application du modèle modifié de KJMA à la précipitation de la phase β''	66

Sommaire

IV.4.1.5. Calcul Energie d'activation de la précipitation isotherme	71
IV.4.1.6. Identification des phases par la diffraction des rayons X.....	72
IV.5. Conclusion :.....	76
Conclusion Général	78
Annexe: Programme Matlab.....	79
Références Bibliographiques :.....	84

Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1 : Structures cubiques à face centrée de l'aluminium [3].	16
Figure I.2 : Diagramme de phase pseudo-binaire Al-Mg ₂ Si	24
Figure I.3 : Résultats de la micro-dureté pour un vieillissement à T=175°C, sans additions, addition-Cu, addition-Ag, Addition Cu-Ag	25
Figure I.4 : Changement de la résistivité électrique au cours de vieillissement à T=175°C, sains et avec addition du Cuivre (Cu) et de l'Argent (Ag), (a) Vers la fin de vieillissement, (b) Début de vieillissement	26
Figure II.1 : Structure monoclinique de la phase β''	30
Figure II.2 : Structure hexagonale de la phase β'	30
Figure II.3 : Structure CFC de la phase β	31
Figure II. 4: Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx	32
Figure II.5 :Variation d'énergie libre causée par la formation de germes de rayon R	34
Figure II.6 : Différents cas rencontrés dans les transformations de phases a) Germination avec un taux constant durant toute la transformation. b) Saturation des sites. c) Transformation cellulaire	36
Figure II.7 : Germe de taille critique pour une germination en joint de grain	37
Figure II.8 : Germe de taille critique ayant une relation d'orientation avec l'un des grains	37
Figure II.9 : la variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de n	41
Figure II.10 : La variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de K	42
Figure II.11 : Construction graphique pour déterminer l'énergie d'activation d'une transformation en conditions isotherme	43
Figure III.1 : Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisées	47
Figure III.2 : Micro-tronçonneuse MICRACUT 150.	47
Figure III.3 : Matériel utilisé pour l'enrobage à froid	48
Figure III.4 : Polisseuse mécanique de type Hitech Europe.	49
Figure III.6 : Principe de l'essai de micro-dureté.	50
Figure III.7 : le micro-duromètre utilisé pour nos essais.	51
Figure III. 8: Principe de la loi de Bragg.	52
Figure III.9 : Interface du logiciel MAUD.	53
Figure III. 10 : Plan vierge obtenue après le lancement de la commande « guide ».	54
Figure III. 11: Plan de l'interface graphique de notre application.	54
Figure III. 12 : La forme de l'interface graphique qui apparait après l'exécution du programme.	55
Figure III.13 : Exemple de fonctionnement du programme.	56
Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage à l'état brut.	59
Figure IV. 2: Microstructures des échantillons après la trempe à l'eau.	60

Liste des figures

Figure IV. 3: Microstructures des échantillons vieillis à 175 °C pendant 2h.....	61
Figure IV. 4: Microstructures des échantillons vieillis à 200 °C pendant 4h.....	61
Figure IV. 5: Microstructures des échantillons vieillis à 225 °C pendant 4h.....	62
Figure IV.6 : Digramme TTT d'un Alliage 6000	62
Figure IV.7 : Micro-dureté aux différentes températures de vieillissement.....	64
Figure IV.8 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps et traitement isotherme.	65
Figure IV.9 : Application du modèle de JMA classique à la précipitation de la phase β'' après les traitements isothermes.	66
Figure IV.10 : Application du modèle de JMA modifié à la précipitation de la phase β'' après les traitements isotherme	67
Figure IV.11 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps après les traitements isothermes.....	68
Figure IV.12: Evolution de la vitesse de transformation en fonction du temps des traitements isothermes.....	69
Figure IV.13: Micrographie par le HRTEM la phase β''	70
Figure IV.14 : Energie d'activation de la précipitation isotherme de la phase β''	72
Figure IV.15 : Diffractogrammes DRX . (a) : T=175 °C, (b) : T=200 °C, (c) : T=225 °C.....	74

Liste des tables

Liste des tables

Tableau I.1 : Influence des éléments d'alliage sur l'aluminium	17
Tableau I.2 : Familles d'alliages d'aluminium	18
Tableau I.3 : Les familles d'alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage	19
Tableau I.4 : Familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural	20
Tableau I.5 : Exemples d'application de l'aluminium et de ses alliages	20
Tableau I.6 : Composition moyenne de la série 6xxx.....	22
Tableau I.7 : Composition chimique d'un 6063	24
Tableau I.8 : Propriétés physiques d'un alliage 6063	24
Tableau III.1 : Composition chimique du matériau d'étude.....	46
Tableau IV.2: évolution des paramètres de transformation en fonction de la température de revenu .	70
Tableau IV.1 : List des échantillons qui on subit la DRX.	72
Tableau IV.2 : Les indices des plans diffracté et leurs positions.	74
Tableau IV.3 : Paramètres de maille obtenue après l'analyse des résultats de la DRX.....	75

Introduction générale

Introduction générale :

Les alliages à base d'aluminium font l'objet de plusieurs travaux de recherches. Leurs légèretés par rapport aux autres alliages utilisés, leurs excellentes propriétés mécaniques et électriques et comportement électrochimique ont permis leur exploitation dans divers secteurs d'activités industrielle. On peut citer l'industrie aéronautique, automobile ou le transport électrique.

Les propriétés mécaniques résultent de transformations de phase à l'état solide. Ces transformations jouent un rôle essentiel dans l'amélioration de ces propriétés. Par conséquent, la description générale et la compréhension de la cinétique des transformations de phases dans les alliages d'aluminium demeurent d'une grande importance.

Les transformations de phases sont des phénomènes physiques connus depuis longtemps. On les rencontre aussi bien dans la nature que dans l'expérience. Elles sont également mises en œuvre dans de nombreux systèmes, techniques ou procédés industriels. L'identification des transitions de phases consiste en l'observation d'un changement des propriétés de la matière. Il faut noter que l'on provoque une transformation de phases en agissant de l'extérieur par des traitements thermiques ou thermomécaniques.

Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressantes et qui ont longtemps attiré l'attention d'un bon nombre de chercheurs on trouve le phénomène de précipitation qui se produit lors des traitements de vieillissement. La précipitation représente une transformation à l'état solide à partir d'une solution solide sursaturée. Pour l'aluminium, l'ajout d'éléments d'addition avec des traitements thermiques provoque la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice α -aluminium.

Le phénomène de vieillissement concerne certains types d'alliages d'aluminium. En général, l'alliage d'aluminium est plus résistant mais aussi moins ductile que l'aluminium pur. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui se distinguent par leurs éléments d'addition. On peut citer Al-Cu (série 2000), Al-Si (série 4000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000).

Dans ce travail, nous nous intéressons aux alliages Al-Mg-Si (série 6000) qui possèdent des propriétés mécaniques intéressantes. Le problème avec ces alliages est qu'ils subissent des changements mécaniques durant leur stockage à l'ambiante (vieillissement naturel). D'autre part, la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural de ces alliages. Il est connu que le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation dépend de la connaissance de la séquence de précipitation et de son influence sur leurs propriétés mécaniques.

Introduction générale

La température de vieillissement peut favoriser la précipitation des nouvelles phases qui appauvrissent la solution solide sursaturée. De ce fait, elle réduit considérablement le potentiel de durcissement structural qui confère à ces alliages d'intéressantes propriétés physiques et mécaniques. Généralement, des vieillissements artificiels sont appliqués pour provoquer la formation des phases durcissantes.

Le premier objectif de ce travail est l'étude de la cinétique de la précipitation de la phase β'' dans notre alliage et exploiter les cinétiques isothermes obtenues aux différentes températures (175, 200 et 225°C). Le deuxième objectif est de pouvoir relier les paramètres descriptifs de chaque température (k et n) aux mécanismes des transformations impliquées en utilisant le modèle de Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami (KJMA). En dernier, calculer l'énergie d'activation de la transformation et la comparer avec les valeurs obtenues dans de récents travaux de recherche. Afin de mener à bien cette étude, nous avons eu recours à plusieurs techniques expérimentales à savoir la microscopie optique, la micro-dureté et la diffraction des rayons X.

Le présent mémoire est organisé en quatre chapitres. Le premier chapitre présente des généralités sur l'aluminium, ses alliages et les propriétés mécaniques de chacun. Dans le deuxième chapitre, nous menons une étude bibliographique détaillée de la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si. Ainsi, on y présente la chronologie des précipitations, leurs structures cristallines ainsi que l'influence de la présence de précipité sur les propriétés mécaniques de l'alliage. De plus, une synthèse de plusieurs travaux de recherche dans la thématique est fournie.

La partie expérimentale commence par la description du matériau étudié, de la procédure expérimentale et des techniques de caractérisations dans le troisième chapitre. Le quatrième chapitre rapporte en détail les résultats expérimentaux. Ils sont ensuite discutés afin d'arriver à des conclusions expérimentales sur le mécanisme de transformation et la morphologie des précipités obtenues.

Ce mémoire est clôturé par l'ensemble de conclusions qu'on a pu tirer de cette étude. Nous présentons également certaines perspectives qui nous semblent les plus intéressantes.

**Chapitre I :
Les alliages Al-Mg-Si**

I.1. Introduction :

De nos jours, l'aluminium est un métal largement utilisé dans l'industrie, il a remplacé les métaux ferreux dans plusieurs domaines industriels. Ce chapitre va décrire en premier lieu l'aluminium pur, ses propriétés physiques et mécaniques. Ensuite, on s'intéresse de plus près à l'influence des éléments d'alliages sur l'aluminium ainsi que leurs rôles dans l'amélioration des propriétés mécaniques et comportement chimique de ce métal.

On présente également les familles d'alliages d'aluminium utilisées dans l'industrie qui sont destinées soit pour la fonderie soit pour le carroyage. Enfin, on expose les domaines d'utilisation de l'aluminium et ses alliages, en particulier l'alliage 6063 et l'influence de l'Argent sur cet alliage l'objet de notre étude.

I.2. Généralités sur l'aluminium et ses alliages :

L'aluminium est le métal le plus abondant de l'écorce terrestre, pour autant il a dû attendre le XIX^e siècle pour rentrer dans une phase industrielle. De nos jours, sa production importante fait de lui le premier des métaux non ferreux. La fabrication de l'aluminium débute par l'extraction de l'alumine de la bauxite, l'électrolyse de cette alumine conduit ensuite à l'aluminium. Ce métal est malléable et très résistant à l'oxydation, mais ce sont ses propriétés de légèreté et d'inaltérabilité qui le rendent si attractif dans des secteurs comme l'aéronautique et le transport.

L'addition de métaux formant avec l'aluminium des solutions solides lui confère des résistances mécaniques comparables à celles des aciers trempés. Additif principal, additif secondaire ou même impureté, leur présence influe considérablement sur les caractéristiques de l'alliage final, dont la densité reste trois fois inférieure à celle de l'acier [1].

I.2.1. Propriétés de l'aluminium :

L'aluminium est un élément du III^{ème} groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est $Z = 13$ [2]. L'aluminium est un métal dont la structure cristalline, cubique à faces centrées (CFC) (**Figure I.1**) et un groupe spatiale Fm-3m, avec une arête égale à 0,4049 nm à 298 °K. Sa coordinence est égale à 12 et son diamètre atomique est de 0,286 nm. Contrairement à d'autres métaux usuels, l'aluminium a toujours, à l'état solide, la même structure cristalline CFC quelle que soit la température : de 4 °K à la température de fusion (933 °K). Il n'y a donc aucune variété allotropique de la structure cristalline de l'aluminium. Il en est de même pour ses alliages [2].

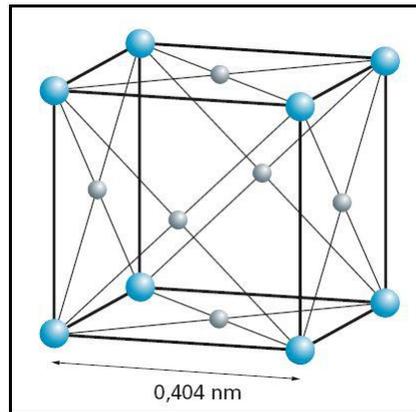


Figure I.1 : Structures cubiques à face centrée de l'aluminium [3].

- **Masse volumique :**

- ❖ Masse volumique théorique : $2698,72 \text{ Kg/m}^3$.
- ❖ Valeurs expérimentales sur matériau polycristalline comprises entre 2696,6 et $2698,8 \text{ Kg/m}^3$ sur aluminium de titre supérieur à 99,99% [4].

- **Dilatation thermique :**

Le coefficient de la dilatation thermique linéique de l'aluminium à 298K est : $23,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [5].

- **Conductivité thermique :**

À la température ambiante, la valeur de $237 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ peut être admise pour un aluminium non allié [4].

- **Résistivité électrique :**

La valeur généralement acceptée pour un aluminium de pureté 99,996% à la température ambiante est : $2,6548 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$ [4].

- **Module d'élasticité :**

La littérature cite pour le module d'élasticité de l'aluminium pur des valeurs comprises entre 63 et 71 GPa, avec 66,6 GPa comme valeur la plus probable [4].

- **Module de torsion :**

Les valeurs données pour le module de torsion de l'aluminium pur ($> 99,9\%$) sont comprises entre 22,5 et 27,5 GPa, avec 25 GPa comme valeur la plus probable. Pour l'aluminium dit commercialement pur, les valeurs varient entre 23,5 et 28 GPa, avec 26 GPa comme valeur la plus probable [4].

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

- **Coefficient de Poisson :**

Les valeurs citées dans la littérature sont comprises entre 0,32 et 0,40 avec 0,33 à 0,35 comme valeurs les plus probables [4,6].

I.2.2. Influence des éléments d'alliage :

L'aluminium pur, non allié possède des propriétés mécaniques faibles. Afin d'améliorer ces propriétés, on est amené à ajouter les éléments d'addition lors de sa fusion, tels que Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Zn, Co, etc. Ces éléments entrent en solution solide ou formant des précipités qui entraînent des compositions d'alliage[3]. L'influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium est indiquée dans le **tableau I.1**.

Tableau I.1 : Influence des éléments d'alliage sur l'aluminium [5].

Elément d'addition	Influence
Cuivre	<ul style="list-style-type: none">- Alliages à durcissement structural.- Améliore les caractéristiques mécaniques.- Diminue la résistance à la corrosion.- Diminue la conductivité électrique.- Facilite l'usinage.- Rend le soudage très difficile.- Mise en forme possible sur état recuit ou sur trempe fraîche.- Bonne aptitude aux traitements de surface.
Manganèse	<ul style="list-style-type: none">- Alliages à durcissement par écrouissage.- Améliore les caractéristiques mécaniques.- Facilite l'emboutissage.- Bonne tenue à la corrosion.
Magnésium	<ul style="list-style-type: none">- Alliages à durcissement par écrouissage.- Améliore les caractéristiques mécaniques.- Améliore la tenue à la corrosion.- Alliages soudables.- Bonne Aptitude aux traitements de surface.
Silicium	<ul style="list-style-type: none">- Alliages à durcissement structural, si présence de 0,3 à 0,6% de Mg.- Améliore la coulabilité de l'aluminium.- Diminue l'usinabilité, le silicium étant un élément dur et abrasif.- Diminue le coefficient de dilatation linéique.- Possibilité de soudage de certains alliages de moulage ne contenant pas de cuivre.- Bonne tenue à la corrosion pour les alliages sans cuivre.
Silicium + Magnésium	<ul style="list-style-type: none">- Alliages à durcissement structural.- Améliorent les caractéristiques mécaniques.

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

	<ul style="list-style-type: none">- Très bonne tenue à la corrosion.- Très bonne aptitude aux traitements de surface.
Zinc	<ul style="list-style-type: none">- Améliore les caractéristiques mécaniques.- Les alliages Al-Zn ont les caractéristiques mécaniques les plus élevées de tous les alliages d'aluminium.- Alliages soudable, s'il n'y a pas d'addition de cuivre.- Tenue à la corrosion médiocre.

I.3. Familles d'alliages d'aluminium :

Les alliages d'aluminium appartiennent tous à l'une des huit familles d'alliages. Ils sont disponible sous forme de :

- Produits moulés ;
- Demi-produits corroyés : laminés, filés ou matricés.

Les alliages d'une même famille présentent un ensemble de propriétés communes. Par exemple, l'aptitude au moulage, les caractéristiques mécaniques, la résistance à la corrosion, etc [5]. Le **tableau I.2** représente les familles d'alliages d'aluminium.

Tableau I.2 : Familles d'alliages d'aluminium [5].

Élément d'alliage	Famille des moulés	Famille des corroyés
Aucun	10000	1000
Cuivre	20000	2000
Manganèse	----	3000
Silicium	40000	4000
Magnésium	50000	5000
Magnésium et silicium	-----	6000
Zinc (et cuivre)	70000	7000

I.3.1. Les alliages de moulage :

Ils sont utilisés en fonderie pour la fabrication de pièces obtenues par la coulée du métal liquide dans des moules en sable, c'est la coulée en sable, ou des moules en acier ou en fonte, c'est la coulée en coquille. Par ce procédé, on élabore des pièces aux formes plus ou moins complexes [6].

I.3.2. Les alliages de corroyage :

Les alliages d'aluminium pour corroyage se divisent en deux groupes, alliages à durcissement par écrouissage et à durcissement structural, très distincts tant par la gamme de fabrication et par leurs propriétés [4,6].

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

I.3.2.1. Les Alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage :

Il faut bien retenir que tous les métaux et alliages durcissent par écrouissage. Mais, dans la métallurgie de l'aluminium, cette désignation est réservée aux alliages des familles qui ne sont pas susceptibles de durcissement structural [5]. Le durcissement par écrouissage correspond à une modification de structure provoquée par une déformation plastique. Il se produit lors de la fabrication des demi-produits pendant le laminage, l'étirage, le tréfilage, etc., mais également au cours de par mise en œuvre par formage, par pliage, chaudronnage [5]. L'augmentation progressive de la résistance mécanique atteint toujours une limite, il faut alors si l'on veut poursuivre pratique des traitements thermiques de recuit [5]. Les familles d'alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage sont indiquées dans le **tableau I.3**.

Tableau I.3 : Les familles d'alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage [5].

Famille	Élément d'alliage	Étendue de la teneur(%)	Éléments d'addition	Résistance mécanique $R_m(MPa)$
1000	Aucun		Cu	50-160
3000	Manganèse	0.5 à 1.5	Mg, Cu	100-240
5000	Magnésium	0.5 à 5	Mn, Cr	100-340
8000	Fer et silicium	Si : 0.3 à 1 Fe : 0.6 à 2		130-190

I.3.2.2. Les alliages d'aluminium à durcissement structural :

Ce sont ceux des série 2000,6000, 7000.

Le durcissement structural des alliages d'aluminium est dû à des transformations métallurgiques à la suite des traitements thermiques de mise en solution, de trempe et revenue, aboutissant à la précipitation à l'intérieur des grains ou aux joints de grains de précipités de phase durcissent. Bien que, connu dans son principe depuis de très nombreuses années, le durcissement structural des alliages d'aluminium est toujours l'objet d'études métallurgiques [4,7].

I.4. Le principe du durcissement structural :

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement comprenant trois étapes :

- Un chauffage à une température élevée, définie pour chaque alliage, pour effectuer la mise en solution des éléments d'alliages dans l'aluminium;

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

- b) Un refroidissement rapide, appelé « La trempe », en général par immersion dans l'eau à la température ambiante. Il a pour effet de maintenir les éléments d'alliages et d'addition en solution solide sursaturée dans l'aluminium;
- c) Un maintien :
- à la température ambiante, autour de 20°C. C'est la « maturation »;
 - ou à température élevée, entre 100 et 200°C, appelé « revenu ». Il provoque la formation de précipités durcissant à partir de la solution solide sursaturée. La nature, la taille et la fraction volumique des précipités durcissant règlent le niveau des propriétés mécaniques [5].

Les alliages d'aluminium à durcissement structural sont indiqués dans le **tableau I.4** :

Tableau I.4 : Familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural [5].

Famille	Élément d'alliage	Étendue de la teneur (%)	Éléments d'additions	Résistance mécanique R_m (MPa)
2000	Cuivre	2 à 6	Si, Mg	300-480
4000	Silicium	0.8 à 1.7		150-400
6000	Magnésium et silicium	Si : 0.5 à 1.5 Mg : 0.5 à 1.5	Cu, Cr	200-320
7000	Zinc et magnésium	Zn : 5 à 7 Mg : 1 à 2	Cu	Sans cuivre 320-350 Avec cuivre 430-600

I.5. Exemples d'application de l'aluminium et ses alliages :

Le **tableau I.5** présente des exemples des domaines d'application des alliages d'aluminium :

Tableau I.5 : Exemples d'application de l'aluminium et de ses alliages [8].

Application	Principaux critères de choix des utilisateurs	Alliages usuels retenus par les utilisateurs	Remarque
Chaudonnerie, tôlerie	Mise en forme et soudage	1200, 1100,1050A, 3105, 3003,3004, 5049, 5052, 5454,5754, 5086, 5083, 6082,6061	
Applications mécaniques	Caractéristiques mécaniques Usinabilité	2618A, 2024,2017A, 2014, 2214, 2030, 2011, 5086, 5083,	Les 2030, 2011, 6012 et 6262 sont des alliages pour décolletage.

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

		6005A, 6082, 6061, 6012, 6262, 7075, 7039A	
Construction aéronautique et spatial	Légèreté, Caractéristiques mécanique, Mise en forme, Usinage, Aptitude aux traitements de surface, Tenue à la corrosion	2618A, 2024, 2014, 2214, 2219, 7020, 7075, 7175, 7475, 7050, 7010	
Véhicules industriels	Mise en forme Assemblage (soudage) Fonctionnalités des demi- produits Esthétique Tenue à la corrosion	3003, 3004, 5052, 5454, 5754, 5086, 5083, 6005A, 6082	
Construction naval	Mise en forme Soudage Tenue à la corrosion	5754, 5086, 5083, 6005A, 6082	Tôles relief en 5086
Bâtiment	Mise en forme Assemblage Aptitude à l'anodisation, au laquage Tenue à la corrosion	1050A, 3105, 3003, 3005, 5005, 5052, 6060, 6005A, 6106	Bandes prélaquées : 1050A, 3105, 3003, 3005, 5052 Bande péranoxydées : 5005
Équipements de territoire, mobilier urbain	Mise en forme Assemblage (soudage) Fonctionnalités des demi- produits Esthétique Tenue à la corrosion	3003, 5052, 5086, 5083, 6005A, 6082, 6060, 6106	En tôles relief : 3003, 5754, 5086
Plasturgie	Caractéristiques mécaniques Usinabilité Conductivité thermique	2017A, 5083, 6061, 7075	
Automobile	Mise en forme Caractéristiques mécaniques Aspect après peinture Tenue à la corrosion	5251, 5754, 5182 5083 6060, 6005A, 6106 6082, 6016	Pour les échangeurs brasés : 3003 et 3005 plaqués
Luminaires, décoration	Aspect de surface Aptitude aux traitements de surface	1199, 1198, 1095 1090, 1085, 1080 5005, 5657	Il s'agit de « Qualités spéciales »
Échangeurs thermiques	Conductivité thermique Mise en forme Assemblage (brasage) Tenue à la corrosion	1050A, 1100, 3003, 3005, 6060, 6063, 8011	Pour les échangeurs brasés : 3003 et 3005 plaqués
Conducteurs électriques	Résistivité électrique	050A, 1350, 1370, 6101	
Emballage	Légèreté Mise en forme	1200, 3000, 3104, 3004, 5052,	

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

	Aptitude à la décoration Effet barrière Compatibilité alimentaire	5154A, 5182	
Articles culinaires	Emboutissabilité Aptitude aux traitements de surface	1050A, 3003, 3004, 4006, 4007, 5052, 5754	Les 4006 et 4007 sont des alliages pour émaillage
Fil	Caractéristiques mécaniques Tenue à la corrosion	5051, 5052, 5754, 5056, 6101	Fil soudage 4043 5754, 5356, 5183

I.6. Alliages d'aluminium de la série 6xxx (Al-Mg-Si) :

Les alliages de la série 6xxx ont comme principaux éléments d'addition le magnésium et le silicium. Ils peuvent aussi contenir du cuivre, du manganèse et d'autres éléments en plus de petite quantité. En effet, l'addition de manganèse (ou de chrome) dans la plupart des alliages de la série 6xxx permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain. Le cuivre possède le même effet sur ces alliages mais lorsqu'il est présent à plus de 0.5%, il peut réduire la résistance à la corrosion [9].

La composition moyenne d'un alliage de la série 6xxx est donnée dans le **tableau I.6** :

Tableau I.6 : Composition moyenne de la série 6xxx [9].

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Ti	Al
0.5-1.4	0.6-1.5	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	≤0.1	Reste

Selon [5] les alliages de la série 6xxx présentent les caractéristiques suivantes :

- Une bonne aptitude à la transformation à chaud par laminage, par filage et par forgeage ;
- Une bonne résistance à la corrosion, atmosphérique en particulier ;
- Un bon niveau de caractéristiques mécaniques qui peut être amélioré soit par addition de silicium (au-delà de la teneur stœchiométrique dans le précipité durcissant Mg_2Si), soit par addition de cuivre ;
- Une bonne aptitude au soudage à l'arc, ainsi qu'au brasage ;
- Une bonne aptitude à la mise en forme à froid (cintrage de profilés, emboutissage de tôles).
- Un bel aspect de surface après brillantage ou anodisation.

La série 6xxx fait partie des alliages d'aluminium à durcissement structural. Ces alliages subissent des traitements thermiques permettant une précipitation durcissante, fine et homogène qui augmente les propriétés mécaniques de l'alliage. Bien que celle-ci ait été considérablement étudiée, la séquence de précipitation dans la série 6xxx, très complexe, est toujours soumise à discussions. Elle dépend notamment du rapport des concentrations en magnésium et silicium ainsi que de la présence ou non de cuivre [9].

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

I.6.1. La précipitation dans les Al-Mg-Si :

Dans ces alliages, le durcissement est assuré par la phase métastable β'' . Cette phase est présente pour le traitement thermique au pic de dureté. Si l'alliage contient un excès de silicium, on assiste à une précipitation plus fine de cette phase durcissante. Nous allons détailler la séquence de précipitation observée en fonction de la composition en silicium de l'alliage [9].

I.6.1.1. Sans excès de silicium :

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

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

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

Cependant, des études récentes, notamment en utilisant des sondes atomiques, suggèrent que les premières étapes de la précipitation sont plus complexes. Le premier stade verrait la formation d'amas d'atomes de Si et d'amas d'atomes de Mg. Puis des co-amas de Mg et Si apparaîtraient avec la même composition chimique que les zones GP à qui ils donneraient naissance [6].

I.6.1.2. Avec excès de silicium :

L'excès de silicium par rapport à la stœchiométrie de la phase Mg₂Si change considérablement les phases en présence dans les alliages Al-Mg-Si. Les chercheurs ont observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase β . Ces phases ne sont pas décrites ici car elles sortent du contexte de notre étude.

Enfin les phases d'équilibre sont soit β si l'excès de silicium n'est pas trop important, soit du silicium le cas échéant [9].

I.6.2. Alliage 6063 :

La position d'un alliage 6063 dans un diagramme pseudo-binaire Al-Mg₂Si est donnée dans la **figure I.2**.

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

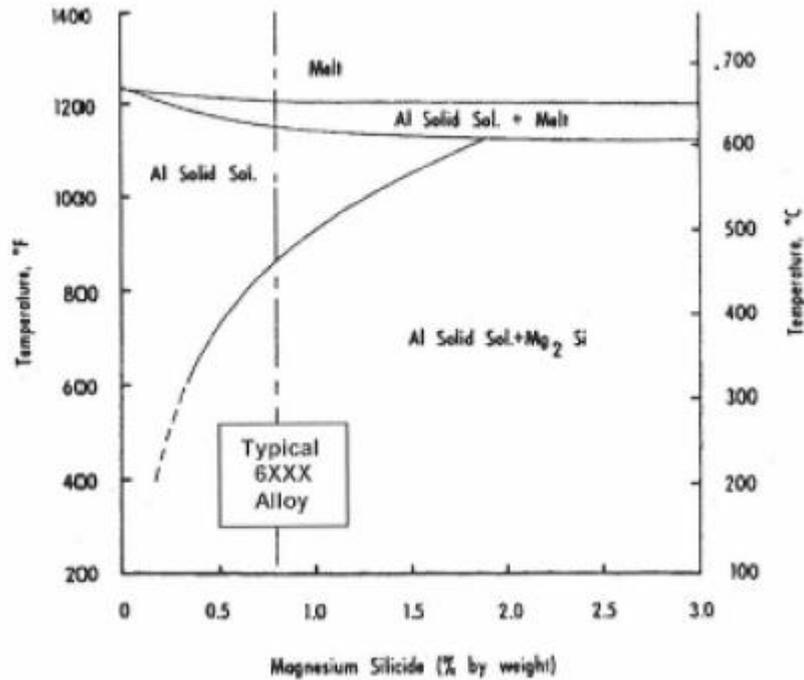


Figure I.2 : Diagramme de phase pseudo-binaire Al-Mg₂Si [10].

L'alliage d'aluminium 6063 est un alliage de la série 6xxx, la composition chimique de l'alliage 6063 est donnée dans le **tableau I.7** ci-dessous :

Tableau I.7 : Composition chimique d'un 6063 [5].

Eléments	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al	Autres	
										Chaque	Total
Pourcentage pondéral (%)	0.2-0.6	≤0.1	≤0.1	≤0.1	0.45-0.9	≤0.1	≤0.1	≤0.1	Reste	≤0.05	≤0.1

Ainsi que les propriétés physiques d'un alliage 6063 sont données dans le **tableau I.8**.

Tableau I.8 : Propriétés physiques d'un alliage 6063 [5].

Intervalle de fusion (°C)	Masse volumique ($Kg.m^{-3}$)	Dilatation thermique linéique α_l ($10^{-6}K^{-1}$) 20 à 200°C	Capacité thermique massique c ($J.Kg.^{\circ}C^{-1}$) 0 à 100°C	Module d'élasticité E (MPa)	Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}K^{-1}$) à 20°C	Résistivité électrique ρ ($10^{-3}\mu\Omega.m$) à 20°C
615-655	2690	23.4	900	69500	218	29

I.6.3. Influence de l'addition de l'argent sur l'alliage 6063 :

[11] étudie l'influence de l'addition d'une faible quantité d'Argent ($\leq 0,1$ %at), Les résultats obtenus sont les suivants :

L'influence de l'addition de l'argent et du cuivre sur la micro-dureté est donnée dans la figure I.3.

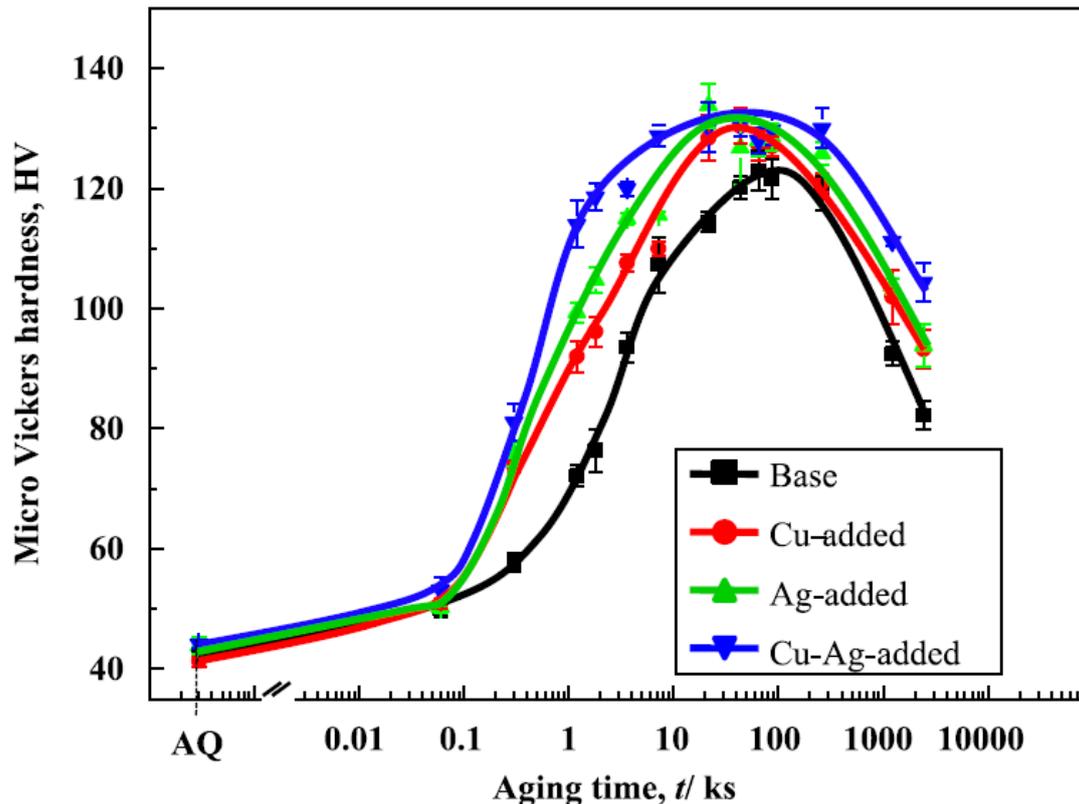


Figure I.3 : Résultats de la micro-dureté pour un vieillissement à $T=175^{\circ}\text{C}$, sans additions, addition-Cu, addition-Ag, Addition Cu-Ag [11].

La figure I.3 représente les résultats de la micro-dureté en fonction du temps de maintien isotherme à $T=175^{\circ}\text{C}$ dans l'alliage de base et avec l'addition du cuivre, de l'Argent, et du Cuivre et l'Argent au même temps. On remarque dans la figure I.3 que l'addition du Cuivre ou de l'Argent ou les deux au même temps augmente la micro-dureté par rapport à l'alliage de base. De plus, la position du pic est décalée vers la gauche, ceci signifie que la cinétique de précipitation est accélérée et que la résistance mécanique s'améliore avec l'addition de ces éléments [11].

La figure I.4 représente l'influence de l'addition de l'Argent et du Cuivre sur la résistivité électrique de l'alliage 6063.

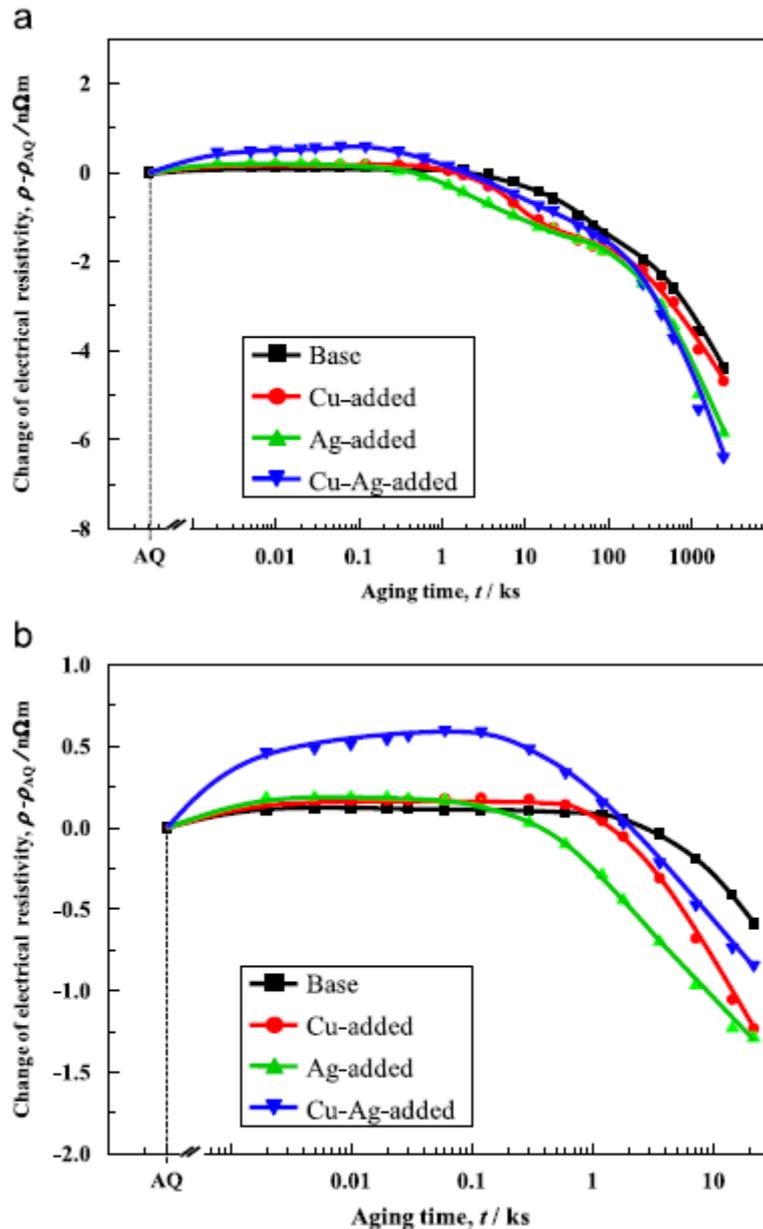


Figure I.4 : Changement de la résistivité électrique au cours de vieillissement à $T=175^{\circ}C$, sains et avec addition du Cuivre (Cu) et de l'Argent (Ag), (a) Vers la fin de vieillissement, (b) Début de vieillissement [11].

La **figure I.4** représente le changement de la résistivité électrique au cours du maintien isotherme à $T=175^{\circ}C$, on remarque que la résistivité électrique augmente dans les premiers temps du traitement de vieillissement ceci est dû à la formation des amas de soluté, la dureté diminue dans les derniers temps de vieillissement à cause de la précipitation de la phase β'' [11].

Selon [11] l'addition de l'Argent provoque dans l'alliage 6063 :

- Augmente la micro-dureté de l'alliage.
- Accélère la précipitation de la phase β'' .
- Augmente la densité en nombre de la phase β'' dans l'alliage.

Chapitre I: Les Alliages Al-Mg-Si

I.7. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'aluminium et ses alliages classés en familles. Nous avons synthétisé, à l'aide d'un tableau, les propriétés de chaque famille d'alliage, l'ordre de grandeur de sa résistance mécanique ainsi que son usage industriel. En particulier, nous avons traité les alliages de la série 6000, donné également leurs compositions chimiques et l'ordre de grandeur de leurs résistances mécaniques.

Nous nous sommes intéressés de plus près à l'alliage 6063 qui est le sujet de notre étude en donnant quelques informations supplémentaires surtout l'influence de l'addition sur ce type d'alliage. Le prochain chapitre présente la chronologie de précipitation dans les alliages de la série 6000

**Chapitre II : Théorie de la
cinétique de précipitations en
conditions isothermes**

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

II.1. Introduction :

Une étude bibliographique de la chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série Al-Mg-Si est nécessaire afin de comprendre la morphologie et la structure des précipités qui se forment au cours du vieillissement. Ce chapitre va traiter en premier lieu la chronologie du phénomène de précipitations de la série Al-Mg-Si , la structure et la morphologie des précipités. Ensuite, on s'intéresse de plus près à la théorie de la germination, la croissance et la coalescence.

On présente également le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov classique et modifié, les étapes à suivre pour la détermination des paramètres de ce modèle ainsi que l'énergie d'activation de la précipitation.

II.2. Chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série Al-Mg-Si :

Les premières études de la précipitation dans le système ternaire Al-Mg-Si datent du milieu du siècle dernier avec les caractérisations par diffraction de rayons X des alliages d'aluminium industriels. Bien que Guinier et Lambot n'aient pu observer la présence d'amas de solutés dans la matrice après maturation à l'ambiante (notamment à cause des facteurs de diffusion extrêmement proches entre les trois éléments) le durcissement mesuré lors de la maturation a été interprété par analogie avec d'autres alliages d'aluminium comme le fait de la présence d'agrégats de solutés cristallographiquement cohérents avec la matrice. Ces zones sont communément appelées zones de Guinier-Preston (zones GP). Après revenu, la présence de zones GP devient décelable sur les diffractogrammes de Guinier et Lambot. Ces derniers interprètent les intensités diffuses observées perpendiculairement aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de l'aluminium comme provenant d'amas allongés dans les directions $\langle 001 \rangle$ de l'aluminium. Les traînées diffuses se fractionnent en cours de revenu, signe d'une mise en ordre interne de ces zones GP [12].

Durant les années suivantes, plusieurs auteurs ont travaillé sur ces alliages à l'aide de la diffraction X et ont pu montrer l'évolution de ces zones GP en matière de taille (diamètre et longueur) et l'effet de différentes températures de revenu. Lutts suggère par ailleurs que les zones GP sont probablement constituées d'un nombre significatif de lacunes. Finalement, un changement de structure a été démontré entre les zones GP en forme d'aiguilles maintenant dénommées β'' et la phase β [12].

La séquence de précipitation communément admise pour les alliages pseudo-binaires Al-(Mg₂Si) est la suivante :

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

Solution solide sursaturée → Amas de solutés et/ou zones GP → β'' en forme d'aiguilles → β' en forme de bâtonnets → β phase stable, Mg_2Si en forme de plaquettes.

Cette séquence de précipitation est une fonction décroissante de la cohérence des précipités. En effet, les zones GP (ou amas de Mg et Si) sont cohérentes.

Alors que : les précipités β'' (monocliniques $a=1.52$ nm, $b=0.405$ nm, $c=0.67$ nm et $\beta=105^\circ$). Selon [13] le groupe spatial phase β'' est $C2/m$ est sa composition chimique est Mg_5Si_6 .

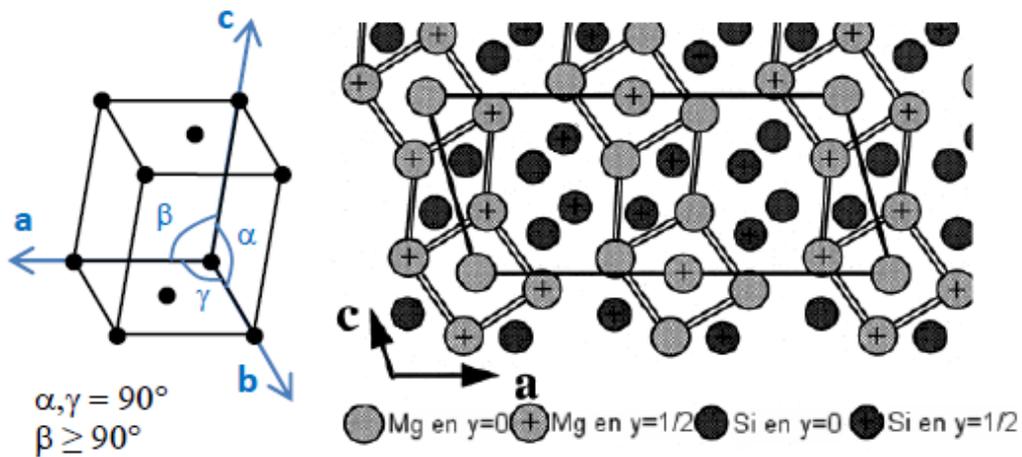


Figure II.1 : Structure monoclinique de la phase β'' [14].

La phase β' précipite sous la forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de groupe spatial $P6_3$ et de paramètres :

$$a = 0,705\text{nm} \text{---} c = 0,405\text{nm}$$

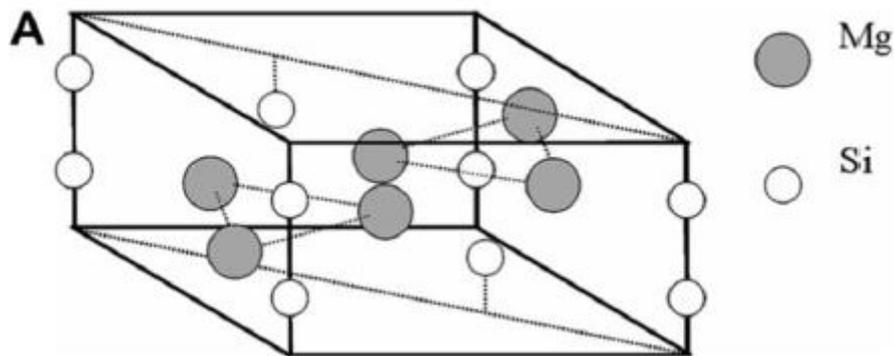


Figure II.2 : Structure hexagonale de la phase β' [14].

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

Les précipités β - Mg_2Si sont incohérents avec la matrice. La phase stable Mg_2Si précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique faces centrées ordonnée comme CaF_2 de groupe spatial Fm-3m. Elle ne contient pas d'aluminium. Avec un paramètre de maille:

$$a = 0,639\text{nm}$$

La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [12] :

$$(001)_\beta // (001)_{Al} \text{ et } [110]_\beta // [100]_{Al}$$

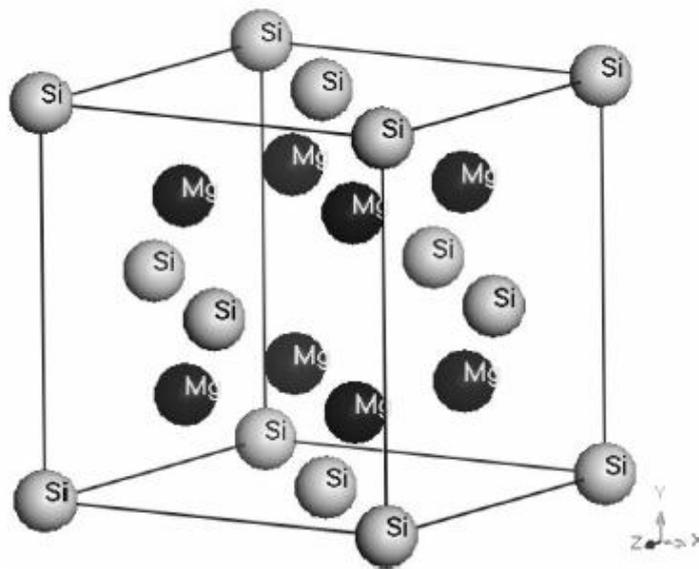


Figure II.3 : Structure CFC de la phase β [15].

II.3. Précipitation et comportement mécanique de la série 6000 :

La faible précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6000 n'influence pas le comportement linéaire élastique du matériau. Cependant, la valeur de la limite d'élasticité dépend de la présence de ces précipités durcissant puisqu'ils constituent des obstacles au mouvement des dislocations.

Dans les alliages de la série 6000, la microstructure et la précipitation influencent directement la contrainte d'écoulement (point à partir duquel les dislocations peuvent se déplacer) et ensuite la capacité d'écrouissage. Selon la nature des obstacles à franchir : la nature de la solution solide qu'est la matrice, les dislocations générées par l'écrouissage, les contraintes résiduelles, les joints de grains et les précipités, les mécanismes seront différents. Par exemple, deux mécanismes de durcissement structural peuvent intervenir dans le cas des précipités [16]:

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

- Le franchissement de l'obstacle par cisaillement, qui concerne en général les précipités cohérents ou semi-cohérents avec la matrice de petite taille et le contournement de l'obstacle par le mécanisme d'Orowan, qui concerne les précipités incohérents ou de taille élevée.
- Le durcissement structural permet d'obtenir une limite d'élasticité élevée ; leur vieillissement donne à l'alliage une capacité d'écroutissage satisfaisante pour obtenir un bon niveau de ténacité. Toutefois, la présence de ces précipités, en plus des dispersoïdes au manganèse, introduit des sites potentiels de germinations de cavités en rupture ductile, qui seront retrouvés lors des examens fractographiques des éprouvettes [16].

La **figure II.4** présente l'évolution de la résistance mécanique en fonction de type de précipité :

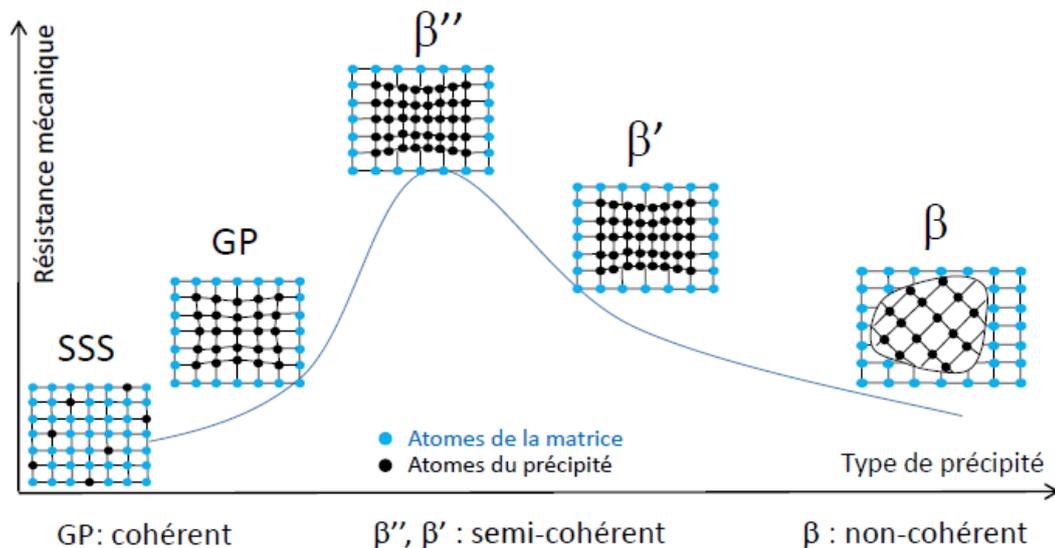


Figure II. 4: Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx [17].

II.4. Théorie de la germination et de la croissance en phase solide :

Les propriétés des matériaux dépendent de leur composition chimique et de leur microstructure. Ainsi, la manière la plus efficace d'améliorer les propriétés des matériaux est la maîtrise des changements de composition et/ou de microstructure lors de leur fabrication par divers processus industriels.

Dans l'histoire des sciences des matériaux, la compréhension et la maîtrise des transformations de phase menaient progressivement à l'amélioration de leurs différentes propriétés vis-à-vis des utilisations dictées par l'industrie. En métallurgie physique, la cristallisation, la croissance des grains et le durcissement des différents alliages métalliques suite à des transformations de phases continuent de faire l'objet de nombreux travaux

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

scientifiques. Les procédures expérimentales adoptées pendant toutes ces évolutions concernent deux modes de transformation de phases:

- Les transformations non isothermes qui se produisent durant le refroidissement à vitesse constante et qui ont conduit à l'élaboration des diagrammes de transformation en refroidissement continu (TRC). Lorsque la microstructure à l'ambiante est métastable, on assiste aussi à des transformations durant un chauffage continu.
- Les transformations de phase en conditions isothermes où un traitement thermique est appliqué à une température fixe. Cette température T_i est atteinte soit après homogénéisation puis trempe rapide, soit après trempe et revenu. L'étude des transformations structurales d'un matériau à différents niveaux de température conduit à l'établissement des diagrammes de transformation en conditions isothermes (TTT).

Pour chacune de ces deux méthodes, un modèle empirique approprié est nécessaire pour évaluer les paramètres cinétiques et thermodynamiques et établir les liens existant avec les mécanismes mis en jeu lors de la transformation. Les premiers travaux ont été entamés par Kolmogorov, Johnson et Mehl en 1939 puis poursuivis par Avrami en 1940. Cette approche, baptisée depuis la théorie de Kolmogorov-Johnson-Mehl et Avrami (KJMA), traduit la cinétique globale de transformation au cours du temps au sein d'un matériau solide. Basée sur le calcul statistique du volume transformé au cours du temps, la théorie de KJMA devient encore plus performante lorsque les données intrinsèques de la nouvelle phase formée sont intégrées, entendu les données de la théorie de la germination et de la croissance classique.

L'emploi du modèle de KJMA s'est vu fortement généralisé par le développement des techniques d'analyse thermique. De nombreux travaux de recherche ont été effectués pour élargir le champ de cette théorie aux transformations non isothermes. Cette évolution a nécessité cependant de prendre en compte l'ensemble des hypothèses énoncées par KJMA [18] : la germination, la croissance et la coalescence.

II.4.1. La germination :

La germination est l'étape initiale de la précipitation, suppose la formation, à partir de la matrice, de germes stables, riches en soluté et dotés d'une interface définie avec la matrice.

La germination semble se faire au hasard et être due aux fluctuations naturelles de concentration de la phase mère [19].

On distingue deux types de germination: germination homogène et hétérogène

II.4.1.1. Germination homogène :

Qui ne peut théoriquement exister que dans un cristal parfait. Les germes peuvent résulter de fluctuations statistiques de composition de taille suffisante (de l'ordre du nanomètre) au sein de la solution solide avec une cinétique de formation très rapide en présence de lacunes en sursaturation. La variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe s'écrit sous la forme :

$$\Delta G_{hom} = -\frac{4}{3} \pi r^3 (\Delta G_v + \Delta G_s) + 4 \pi r^2 \gamma_{\alpha/\beta} \quad (\text{II.1})$$

Où l'énergie libre dans ce cas possède un terme surfacique lié à l'interface créée α/β ($\gamma_{\alpha/\beta}$), un terme volumique lié au volume créé (ΔG_v) et un terme relatif à la résistance à la déformation du réseau (ΔG_s).

En différentiant l'équation (II.1) et en la mettant égale à zéro, on obtient l'enthalpie libre critique équation II.2 :

$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma^3}{(\Delta G_v + \Delta G_s)^2} \quad (\text{II.2})$$

D'où :

$$r^* = -\frac{2\gamma}{(\Delta G_v + \Delta G_s)} \quad (\text{II.3})$$

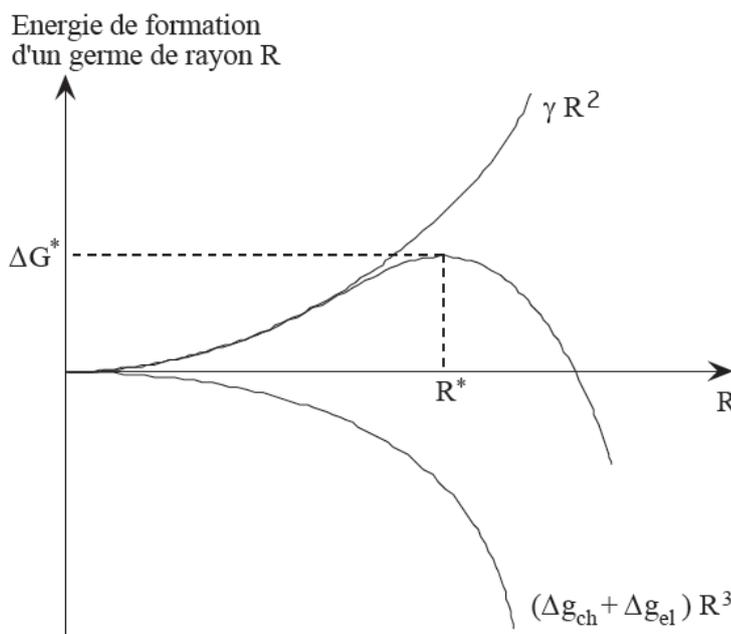


Figure II.5 : Variation d'énergie libre causée par la formation de germes de rayon R [19].

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

- Si $r < r^*$: le système peut réduire l'énergie libre par la dissolution du germe. Dans ce cas-là, les particules de la nouvelle phase sont instables et sont sous forme d'un amas ou d'embryons,
- Si $r > r^*$: l'énergie libre du système diminue si le germe croît. Dans ce cas-là, les particules stables sont considérées comme des germes avec un rayon supérieur au rayon critique,
- Si $r = r^*$: on obtient ce cas si $dG = 0$. Le germe est à l'état d'équilibre [19].

II.4.1.2. Germination hétérogène :

La germination démarre presque toujours sur des hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant, soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation, soit les deux. Ces imperfections peuvent être les joints de grains, les surfaces de polygonisation, les dislocations isolées, les défauts d'empilement et les défauts ponctuels [19].

L'équation (II.1) devient:

$$\Delta G_{hét} = -V(\Delta G_v + \Delta G_s) + A \gamma_{\alpha/\beta} - \Delta G_d \quad \text{(II.4)}$$

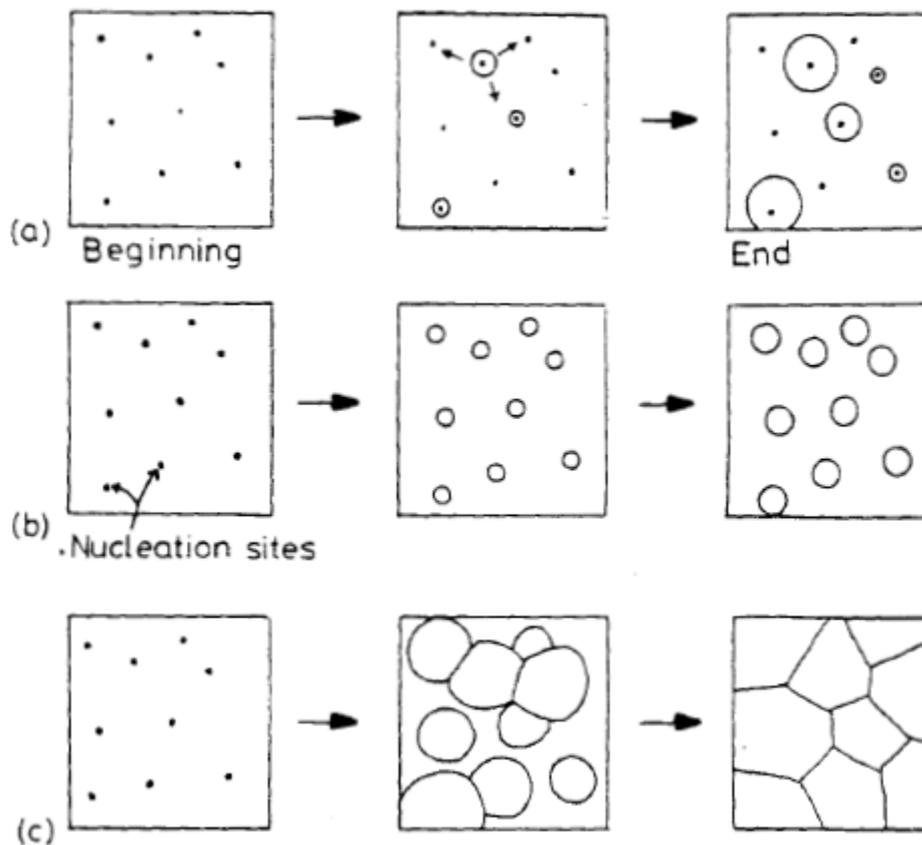


Figure II.6 : Différents cas rencontrés dans les transformations de phases a) Germination avec un taux constant durant toute la transformation. b) Saturation des sites. c) Transformation cellulaire [18].

Pratiquement, Comme illustré dans la **figure II.6**, la transformation peut se dérouler sous plusieurs formes.

- Après avoir trempé l'échantillon à la température voulue, la phase α contient plusieurs sites de germination, dans un premier cas, on a des germes β qui apparaissent à différents temps (**Figure II.6.a**),
- On obtient donc des germes de tailles différentes tout au long de la transformation, dans ce cas, la transformation dépend du taux de germination et de croissance.
- Dans un autre cas, les germes se forment tous au même temps (**Figure II.6.b**), occupant ainsi tous les sites de germination, ce phénomène est appelé saturation des sites, dans ce cas la transformation dépend seulement du nombre de sites et du taux de croissance.
- Enfin, on a le cas des transformations du type $\alpha \rightarrow \beta$ ou $\alpha \rightarrow \beta + \gamma$, dans ce cas on a une consommation de toute la phase mère, ce type de transformation est appelé cellulaire (**figure II.6.c**), il se termine par l'empiètement des différents germes qui croissent et non pas par une diminution graduelle du taux de germination [18].

II.4.1.2.1. Germination dans les joints de grains :

En ignorant la déformation du réseau, La forme du germe devrait être de façon à minimiser au maximum l'énergie interfaciale, pour ce cas cette forme est celle d'une calotte sphérique (**Figure II.7**) [18].

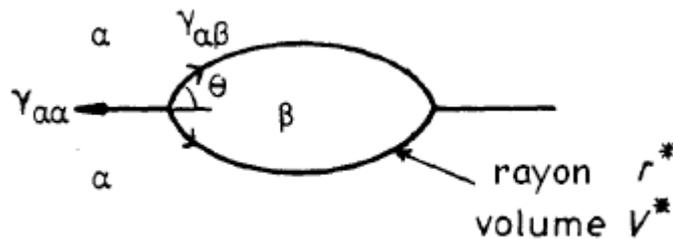


Figure II.7 : Germe de taille critique pour une germination en joint de grain [18].

On peut avoir une réduction plus importante de ΔG^*_{het} si l'embryon a une relation d'orientation avec l'un des grains qui l'entourent (figure II.8).

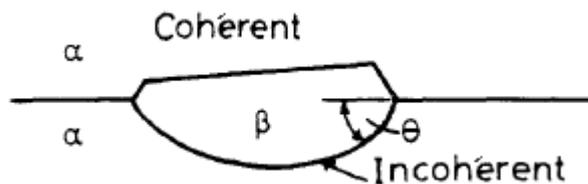


Figure II.8 : Germe de taille critique ayant une relation d'orientation avec l'un des grains [18].

Les autres défauts surfaciques ont un effet de réduction similaire à celui des joints de grains, mais à un degré moindre. Ce qui fait d'eux des sites potentiels de germination [18].

II.4.1.2.2. Germination dans les dislocations :

Les dislocations facilitent la germination par la diminution de ΔG_s grâce à la distorsion du réseau dans son voisinage. Ce type de germination peut être aussi facilité par une ségrégation qui peut élever la composition de la matrice vers une composition plus proche de celle du précipité. La dislocation peut aussi faciliter la croissance d'un embryon au-delà de la taille critique en fournissant une ligne de diffusion avec ΔG_m plus petit. Les dislocations ne sont pas très efficaces pour abaisser la contribution de l'énergie interfaciale sur ΔG^* . Ceci veut dire que la germination dans les dislocations exige une accommodation entre les précipités et la matrice sur un plan au moins, pour que les précipités cohérents ou semi-cohérents à basse énergie puissent se former [18].

II.4.1.2.3. Germination dans les lacunes en excès :

Lorsqu'un alliage à durcissement structural est trempé depuis une haute température, les lacunes en excès retenues lors de la trempe peuvent devenir des sites favorables de la germination. En effet, les lacunes peuvent influencer le processus de germination soit en favorisant la diffusion des atomes de soluté, soit en diminuant de façon notable l'énergie de contrainte [18].

II.4.2. La croissance:

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la phase β se fait à l'aide de deux types de flux: un échange d'atomes A et d'atomes B à travers l'interface α/β et la diffusion en volume des atomes B. Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface α/β par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est limitée et parce que la distance sur laquelle la diffusion doit se produire est voisine de zéro, c'est donc la traversée de l'interface qui est la plus lente. Mais lorsque les précipités sont plus gros, c'est l'inverse qui est vrai : le flux de diffusion diminue progressivement parce que la disparition continue du soluté de la solution solide réduit le gradient de concentration qui est la force motrice de la diffusion tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de ce dernier [20].

II.4.3. La coalescence :

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent aux dépens des plus petites particules car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces [14].

La coalescence des précipités prend place quand la concentration des atomes du soluté est plus importante aux voisinages des particules fines par rapport à celle du volume adhérent aux grandes particules. Cette différence de concentration ne fait que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

II.5. Le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov :

L'application de cette théorie à une transformation donnée nécessite le regroupement de trois phénomènes physiques qui sont la germination, la croissance et la coalescence des

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

précipités jusqu'à leur empiètement. Les travaux de Kolmogorov, Johnson et Mehl et Avrami ont concerné le suivi des mécanismes des transformations hétérogènes qui se produisent à la suite de la variation d'un paramètre tel que la température, le temps, la concentration ... etc.

L'équation de Johnson Mehl Avrami Kolmogorov (JMAK) est du type:

$$y = 1 - \exp(-(Kt)^n) \quad (\text{II.5})$$

Avec :

y: fraction transformée,

t: temps de maintien isotherme (en secondes),

k: constante de vitesse dépendant essentiellement de la température,

n: coefficient de JMAK,

Dans le cas de transformations pour lesquelles un seul mécanisme gouverne la transformation, les paramètres n et k peuvent être significatifs pour des mécanismes de croissance ou de germination et croissance. Sous cette forme, y varie bien entre 0 et 1 suivant une forme caractéristique dite sigmoïdale [15].

Le développement de l'équation de JMAK conduit à :

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = n \ln K + n \ln t \quad (\text{II.6})$$

La dérivation de l'équation II.5 donne la vitesse de la transformation au cours du temps :

$$\frac{dy}{dt} = nk^n t^{n-1} (1-y) \quad (\text{II.7})$$

Ainsi on peut obtenir le temps et la fraction qui correspondent à la cinétique maximal (t_m, y_m) en utilisant les équations (II.8) et (II.9).

$$t_m = \frac{1}{k} \sqrt[n]{\frac{n-1}{n}} \quad (\text{II.8})$$

$$y_m = 1 - \exp\left(\frac{1-n}{n}\right) \quad (\text{II.9})$$

II.5.1. Modification du modèle JMA :

Le modèle de JMA ne tient pas compte de l'effet de la morphologie et de l'interaction des précipités entre eux. En fait au bout d'un certain temps de croissance, les précipités se trouvent confrontés l'un à l'autre et la croissance n'est plus libre. De ces remarques certains auteurs ont été amenés à modifier le modèle de JMA en introduisant le concept d'empiètement « c » de la fraction non transformée $(1 - y)$ qui remplace $\exp(-kt)^n$ dans l'équation (II.7) [21].

Ce paramètre tient compte des effets morphologiques ou chimiques de la transformation :

- Une création de front de croissance directe entre germes en croissance.
- Un épuisement en sites de germination
- Une déplétion du soluté dans la matrice non transformée due à la croissance compétitive des produits de la transformation.

Dérivons l'équation de JMA en ajoutant l'exposant d'empiètement « c ». Ainsi le dérivé s'écrit sous la forme :

$$\frac{dy}{dt} = kn(1 - y)^{c+1}(kt)^{n-1} \quad \text{(II.10)}$$

En choisissant une valeur convenable du paramètre c , les résultats expérimentaux de la cinétique se rapprochent le mieux possible à la droite théorique du modèle de KJMA.

L'intégration de l'expression donne finalement [21]:

$$y = \left[\frac{1}{1 + c(kt)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad \text{(II.11)}$$

Après modification de l'équation II.11 on obtient l'équation linéaire II.12 qui a comme pente l'indice d'Avrami « n » et « $n \ln(k)$ » comme intersection avec l'origine :

$$n \ln(t) + n \ln(k) = \ln \left(\frac{(1 - y)^{-c} - 1}{c} \right) \quad \text{(II.12)}$$

II.5.2. Détermination des paramètres (n) et (k) de la réaction correspondante :

Le coefficient n est caractéristique du mécanisme de transformation qui contrôle la réaction de précipitation. Afin de mieux comprendre l'interprétation que l'on peut donner à la valeur des coefficients caractéristiques à la réaction de transformation (et en particulier du

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

coefficient n caractéristique du mécanisme lui-même), il est intéressant de rappeler brièvement les hypothèses et les principes de calculs aboutissant à l'approximation de JMAK pour les différents mécanismes simples de transformation de phase. La précipitation peut être gouvernée soit par la germination soit par la croissance :

- ✓ La réaction de précipitation est gouvernée par le mécanisme de germination sur les joints de grains, si celle-ci est assez rapide, les sites de nucléation sur la surface du joint sont saturés bien avant que le volume du grain ne soit rempli de précipités. L'exposant est alors caractéristique de la croissance et conduit généralement à un coefficient de JMAK autour de 1.
- ✓ La croissance est le processus dominant dans la transformation, la croissance d'un précipité peut être gouvernée soit par une réaction d'interface soit par la diffusion. On observe généralement que pour des petits germes, la diffusion se fait plus vite que la traversée de l'interface (que peu d'atomes de soluté peuvent traverser simultanément); lorsque la taille des précipités devient assez grande l'inverse pourra produire.
- ✓ Si la réaction est contrôlée par une réaction d'interface, la fraction volumique transformée augmente proportionnellement à $(t)^{1/3}$. Compte tenu d'une interaction faible entre précipités, un coefficient de JMAK autour de $n=3$ est généralement trouvé. Les réactions contrôlées par la diffusion présentent quant à elles des coefficients variant de 1 à 2 en fonction de la morphologie des précipités développés

[22].

Sur la **figure II.9** apparaît l'effet de « n » qui modifie l'allure de la fraction transformée.

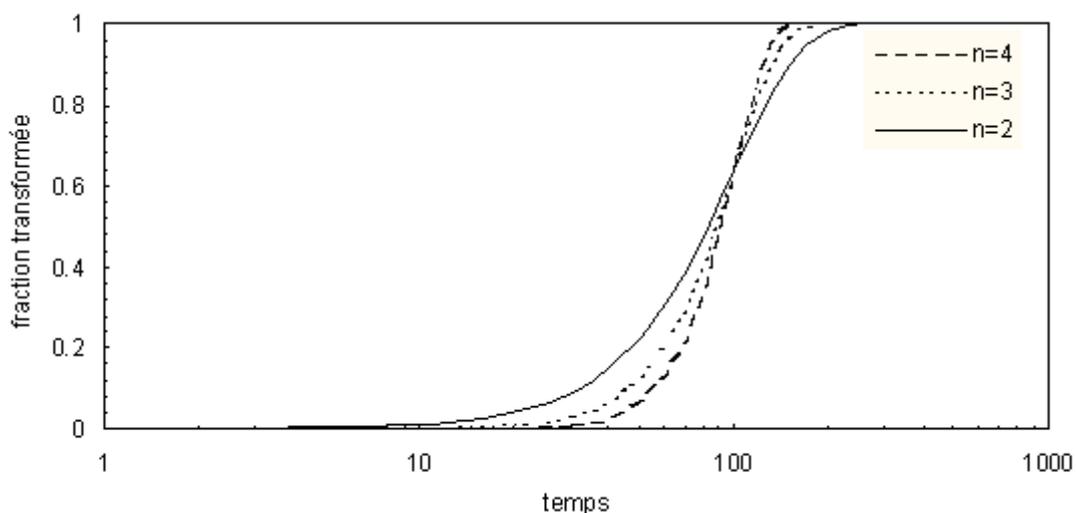


Figure II.9 : la variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de n [23].

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

L'effet du coefficient K est plus appréciable. Plus K est petit plus la cinétique diminue (déplacement de la courbe $y=f(t)$ à droite sur la **figure. II.9**), donc K exprime une constante de vitesse.

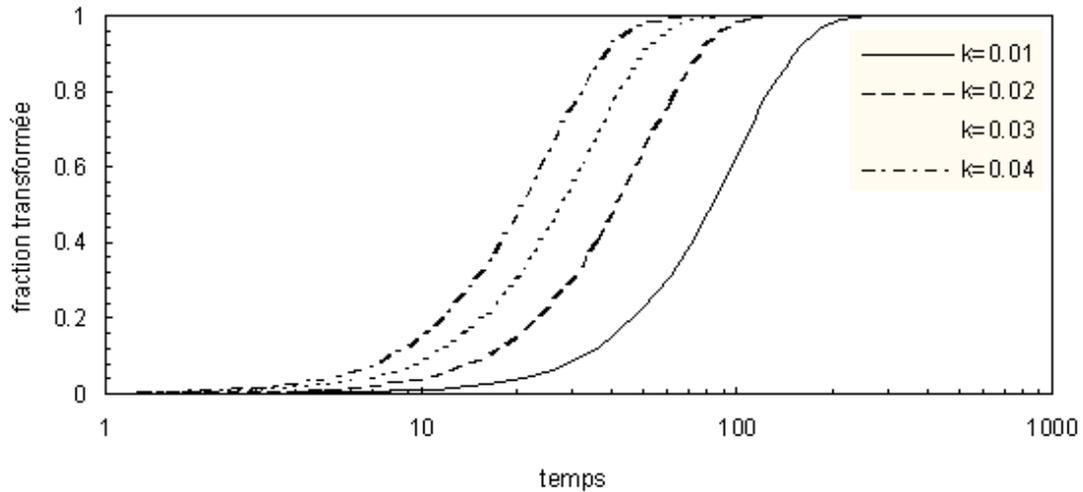


Figure II.10 : La variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de K [23].

II.5.3. L'énergie d'activation de la précipitation :

La cinétique de croissance peut être écrite sous la forme de la relation d'Arrhenius :

$$\frac{dy}{dt} = A(y) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{II.13})$$

Où $A(y)$ est un facteur de fréquence qui dépend de la fraction transformée y , $Q(y)$ est une énergie qui dépend de y . A partir d'un taux transformé donné y_a on peut calculer l'énergie d'activation si l'on connaît t_{ya} à différentes températures.

Le logarithme est une droite de pente $-Q/R$ [23]. Puis on détermine Q graphiquement :

$$\ln\left(\frac{dy}{dt}\right)_{y_a} = -\frac{Q(y_a)}{RT} + \ln A(y_a) \quad (\text{II.14})$$

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

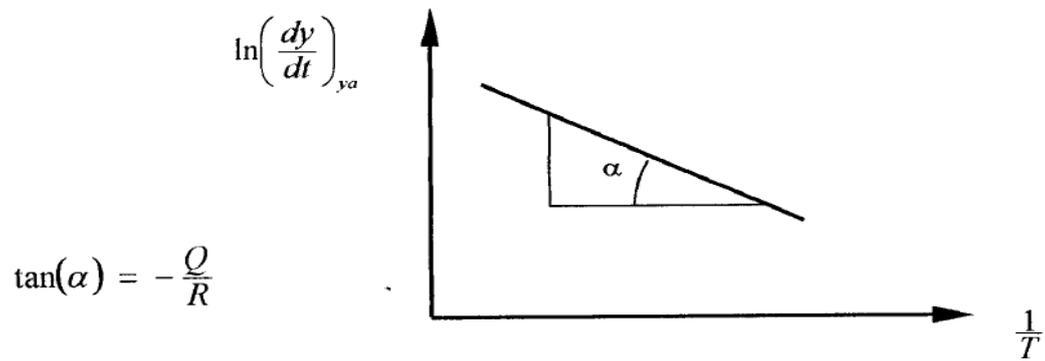


Figure II.11 : Construction graphique pour déterminer l'énergie d'activation d'une transformation en conditions isotherme [23].

En faisant varier y_a on peut trouver la relation $Q(y)$ [23].

Chapitre II: Théorie de la cinétique de précipitation en conditions isotherme

II.6. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons expliqué la chronologie de la précipitation dans les alliages de la série 6000, la structure des précipités, leurs morphologies, leurs ordres de précipitations ainsi que leurs effets sur la résistance mécanique des alliages de cette série. De plus, nous avons donné quelques notions sur les étapes de la précipitation à savoir la germination, la croissance et la coalescence.

Nous nous sommes intéressés de plus près au modèle de précipitation proposé par KJMA, détailler ses paramètres ainsi que les modifications de ce même modèle. Le prochain chapitre présente les matériaux et techniques expérimentales retenus pour la réalisation de notre étude.

**Chapitre III : Matériaux Et
Techniques Expérimentales**

III.1. Introduction :

De nombreuses techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la microstructure des échantillons en fonction de leur histoire thermique. Dans cette partie nous présentons en détail ces techniques et les matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail.

III.2. Identification du matériau étudié :

Pour notre étude expérimentale, on a utilisé un alliage d'aluminium 6063, qui est un alliage à durcissement structurale. Il a été élaboré dans un four à induction. L'analyse chimique du matériau a été effectuée à l'aide d'un spectromètre à émission optique.

La composition chimique en pourcentage massique est donnée dans le **tableau III**.

Tableau III.1 : Composition chimique du matériau d'étude.

Mg	Si	Ag	Al
0.462	0.354	0.130	Le reste

Les résultats du **tableau III.1** confirment nettement que notre alliage appartient à la nuance 6063 avec une modification d'Argent.

III.3. Les traitements thermiques :

Afin d'éliminer les effets de la mise en forme, l'alliage est homogénéisé à haute température (560°C) avec un maintien de 60 min. Ce traitement est suffisant pour dissoudre les éléments d'alliage et obtenir une solution solide homogène. La durée de traitement à haute température provoque un fort grossissement constituant une dégradation des propriétés mécaniques de l'alliage. Cependant, dans le cas de notre étude, notre souci concerne les effets du vieillissement thermique plutôt que les propriétés mécaniques de l'alliage.

Après homogénéisation, les échantillons subissent une trempe à l'eau. L'alliage ainsi obtenu subit un traitement de vieillissement en paliers isothermes pendant des durées échelonnées. L'objectif de provoquer les phénomènes de précipitation jusqu'à un niveau donné puis rompre le processus par une trempe à l'eau dans le but de figer la microstructure. La séquence de ces traitements thermiques est représentée schématiquement dans la **figure III.1**.

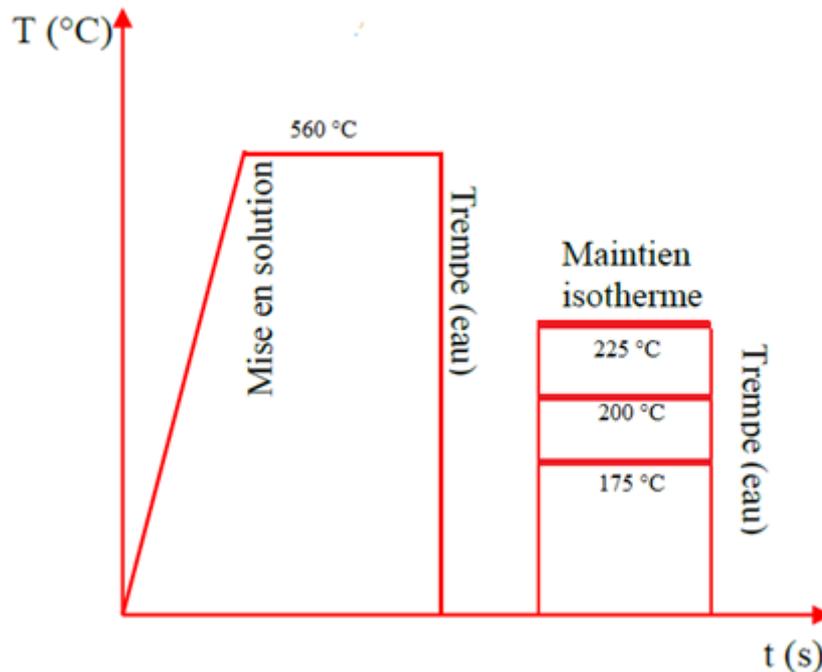


Figure III.1 : Représentation schématisée des séquences des traitements thermiques utilisés.

Afin de réaliser ces traitements on a consacré 11 échantillons pour chaque traitement, les échantillons sont traités pendant des durées allant de 30min à 96 heures, ceci est pour obtenir des courbes représentatives du phénomène de précipitation de la phase β'' .

III.4. Préparation métallographique :

III.4.1. La découpe des échantillons :

L'alliage obtenu est découpé en utilisant une micro-tronçonneuse (**Figure III.2**). Lors de cette opération, il est indispensable de lubrifier le disque. La découpe doit être aussi précise que possible. Nous avons préparé un total de 33 échantillons dont la forme cubique ($10 \times 10 \times 10$) mm^3 .



Figure III.2 : Micro-tronçonneuse MICRACUT 150.

III.4.2. Enrobage des échantillons :

La manipulation des échantillons prélevés a nécessité leur enrobage à froid dans des résines époxydes, durcissantes à froid (durcissement à l'air dans des moules plastiques). Cet enrobage permet de faciliter le polissage manuel de petits échantillons. La figure III.3 présente le matériel utilisé pour la réalisation de l'enrobage à froid.



(a).Résine plus durcisseur.



(a).Moule.

Figure III.3 : Matériel utilisé pour l'enrobage à froid.

III.4.3. Polissage mécanique :

Les échantillons enrobés à froid ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (80, 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2400 et 4000). Un polissage de finition à la pâte diamantée de 6, 3 et 0.1 microns est effectué en dernier sur un feutre sous une lubrification appropriée. Les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée puis avec du méthanol et sont immergés dans un bain de nettoyage ultrasonore et séchés à l'air avant d'être attaqués.



Figure III.4 : Polisseuse mécanique de type Hitech Europe.

III.4.4. Attaque chimique :

L'attaque chimique donne des différences de relief ou de coloration, entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase. Pour cela, nous avons procédé à une attaque chimique appelée « Keller » pendant une minute à la température ambiante.

La composition chimique du réactif utilisé est :

- Acide fluorhydrique (HF) : 2 ml
- Acide chlorhydrique (HCl) : 3ml
- Acide nitrique (NHO₃) : 5 ml
- Eau distillée (H₂O) : 180 ml

III.4.5. Examen au microscope optique :

Afin d'observer la microstructure, on a utilisé un microscope optique NIKON couplé à une caméra (**figure III.5**) au laboratoire de Métallurgie et Mécanique au Centre de Recherche en Technologies industrielles CRTI). Les agrandissements utilisés sont x50, x100, x200.

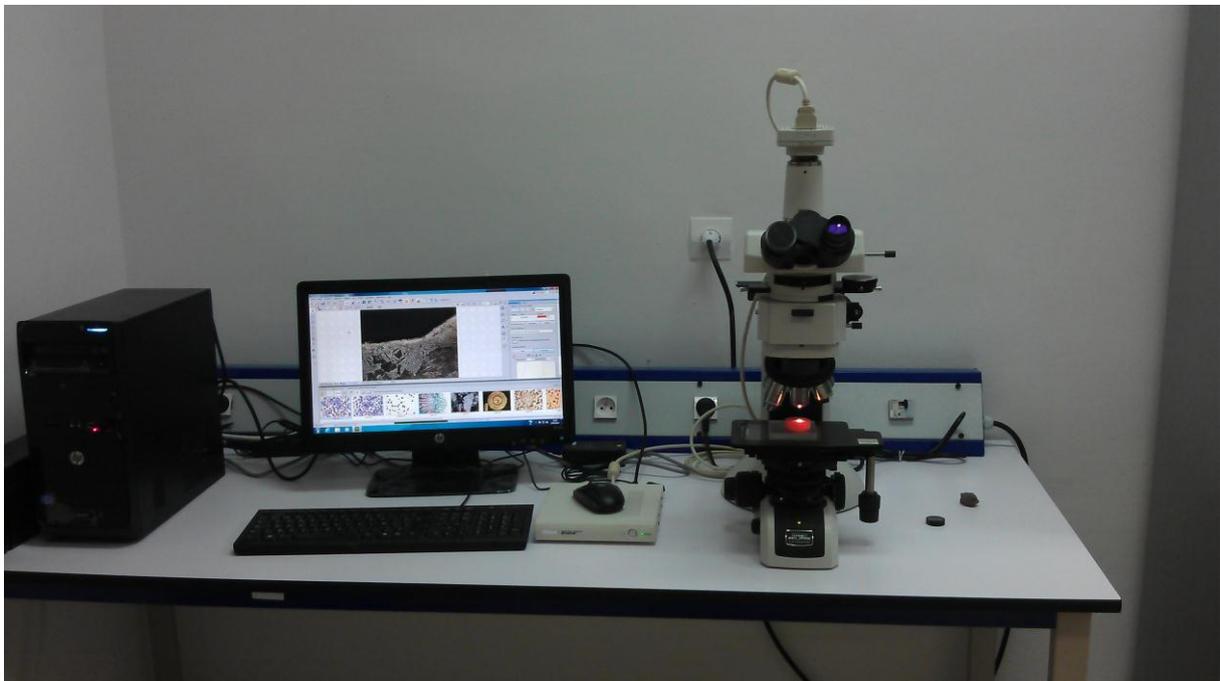


Figure III. 5 : Le Microscope optique utilisé.

III.5. Essai de micro-dureté :

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de micro-dureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants. La micro-dureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermiques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée.

Avant qu'on procède aux essais, il est nécessaire que les échantillons soient polis, La charge choisie est de 100 g l'objectif est de maximiser les écarts de tailles d'empreintes entre les différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 20 secondes. Vickers HV est liée à la diagonale moyenne (d) de l'empreinte mesurée en μm et à la charge pondérale appliquée (F) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$Hv = \frac{189 \cdot F \cdot 10^3}{d^2} \quad (\text{III.1})$$

Où F est le niveau de la charge appliquée ; d est le diamètre de l'empreinte et d_m est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ;

$$d_m = \frac{d1 + d2}{2} \quad (\text{III.2})$$

La **figure III.6** montre la dimension de l'empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vickers :

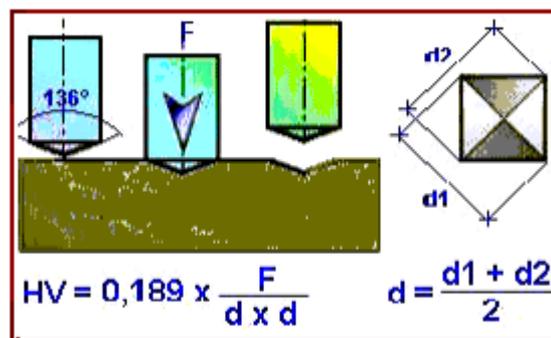


Figure III.6 : Principe de l'essai de micro-dureté.



Figure III.7 : le micro-duromètre utilisé pour nos essais.

III.6. Diffraction des Rayons X :

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette cible est refroidie par une circulation d'eau. Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition de loi de BRAGG est réalisée :

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

Avec :

n: ordre de la diffraction.

λ: longueur d'onde du faisceau de rayon X.

d: distance de deux plans réticulaires.

θ: angle d'incidence des rayons X.

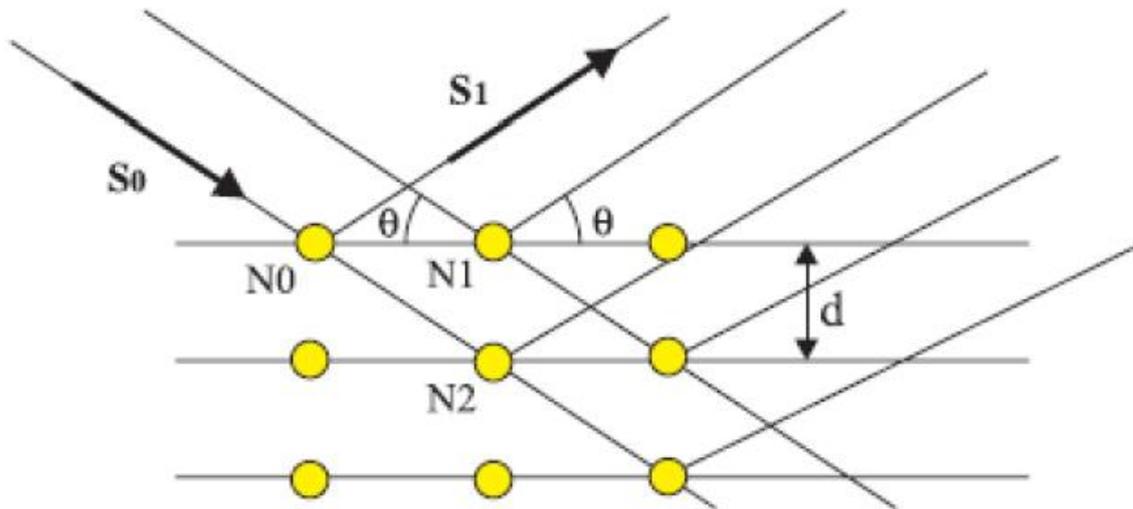


Figure III. 8: Principe de la loi de Bragg.

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est à dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié est égal à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance inter-planaire ou inter-réticulaire d . Si l'on connaît la longueur d'onde du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance d et ainsi identifier la structure du cristal [24].

Afin d'identifier les phases présente dans le traitement qui correspond à la micro-dureté maximal dans les trois traitements, on a eu recours à l'utilisation de la DRX.

Le logiciel MAUD (Material Analysis Using Diffraction) a été utilisé pour indexer les pics du diffractogramme réalisé. En fait, ce logiciel permet aussi l'analyse quantitative, l'analyse de texture et d'anisotropie et la détermination des contraintes résiduelles. Dans notre étude, on se limite à l'indexation des pics (**Figure III.9**).

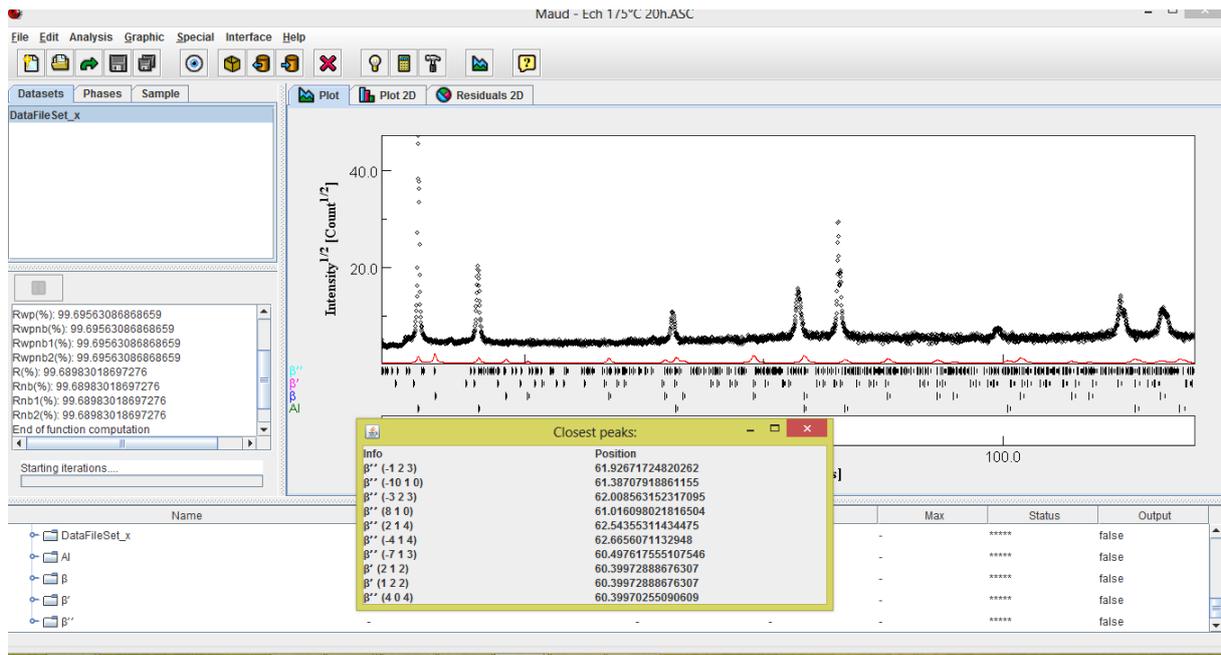


Figure III.9 : Interface du logiciel MAUD.

III.7. Réalisation d'une application sur MATLAB pour la détermination du coefficient d'empiètement :

Afin de déterminer le coefficient d'empiètement de l'alliage 6063 (qu'on a du mal à trouver dans les publications), nous avons eu recours à l'utilisation du MATLAB afin d'évaluer ce coefficient, dans cette section du troisième chapitre de techniques et procédures expérimentales on va vous expliquer le principe théorique du fonctionnement de l'application ainsi que les étapes suivies pour la réalisation de l'application en utilisant Matlab :

De ce point de vue, l'équation de calcul des paramètres « n » « k » (II.12) est une équation d'une droite linéaire avec une pente « n » et intersection avec l'origine « $n \ln(k)$ ». Etant donnée le coefficient « c », on cherche le coefficient qui donne une meilleure linéarité de la courbe de l'équation II.12. Ceci en calculant le coefficient de régression linéaire.

Afin de réaliser le programme sur Matlab on a suivi les étapes suivantes :

- Conception de l'interface graphique :

Afin de concevoir l'interface graphique, on a utilisé la fonction « guide » qui permet d'ouvrir un plan vierge qu'on peut utiliser pour la réalisation de l'interface graphique. La **figure III.10** illustre le plan vierge obtenu après le lancement de la commande « guide » sur Matlab.

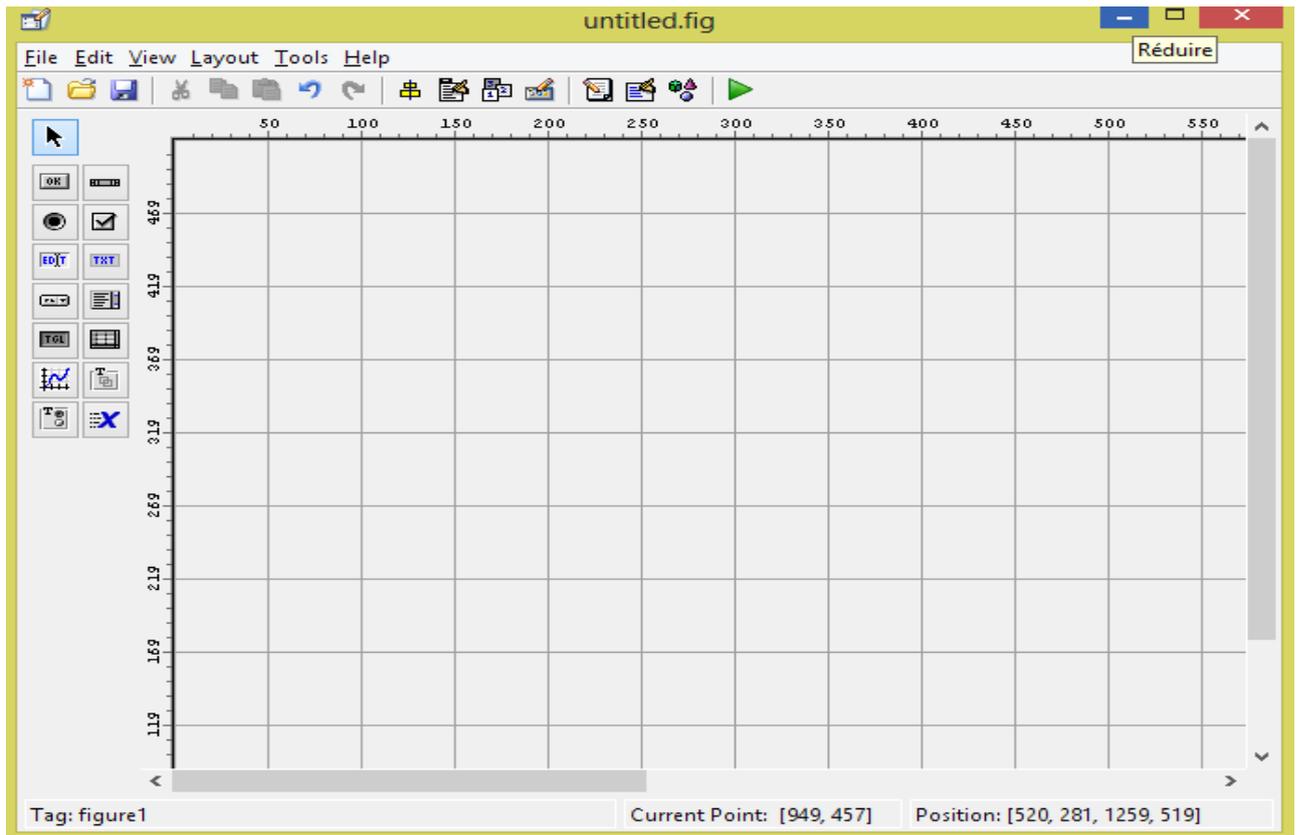


Figure III. 10 : Plan vierge obtenue après le lancement de la commande « guide ».

Après l'ajout des boutons des fonctions d'entrée et le squelette de la courbe on a obtenu le plan dans la **figure III. 11** :

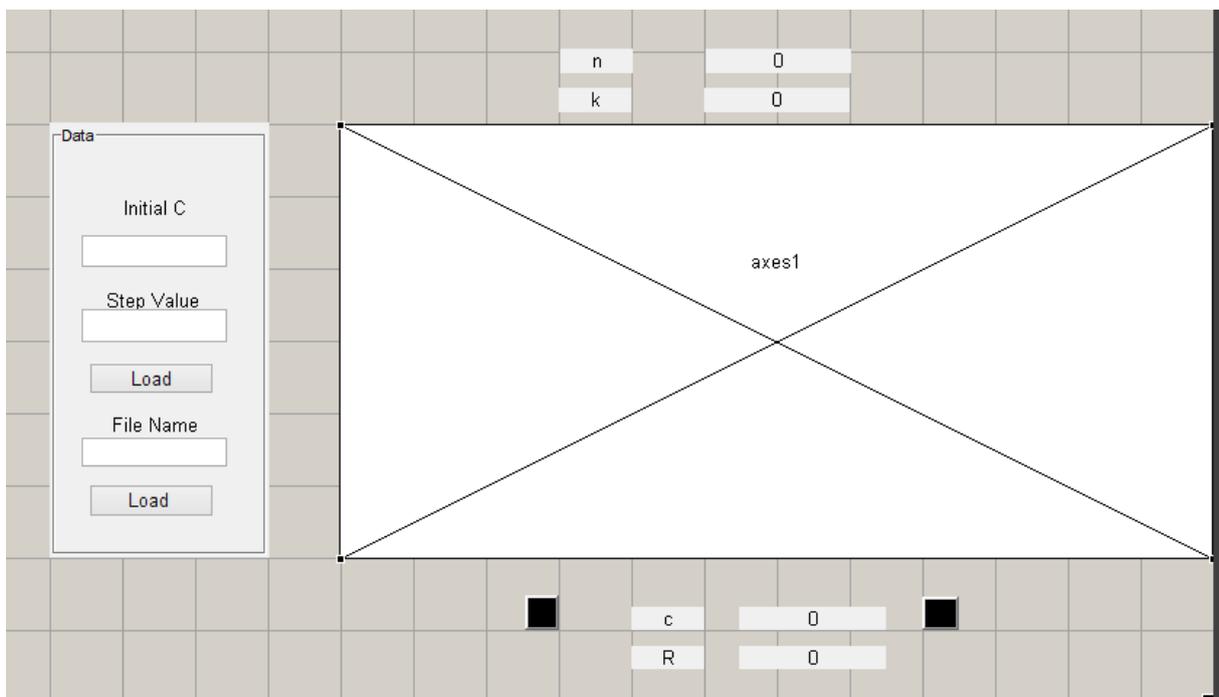


Figure III. 11: Plan de l'interface graphique de notre application.

La **figure III. 12** représente la forme de l'interface graphique qui apparaît après l'exécution du programme :

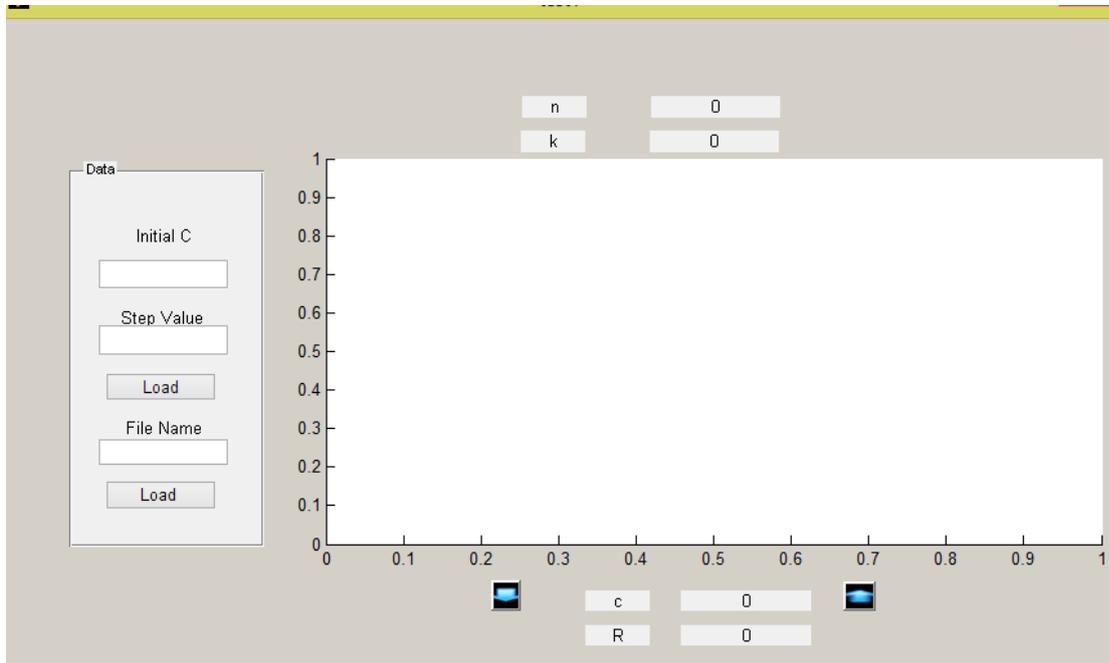


Figure III. 12 : La forme de l'interface graphique qui apparaît après l'exécution du programme.

Les paramètres d'entrées sont :

- La valeur initiale du coefficient « c » situé dans « Intial C ».
- La valeur du pas d'incrément ou décrémentation situé dans « Step Value ».
- Le premier bouton « Load » sert à importer les données du « Initial C » et « Step value ».
- Le nom du fichier Excel qui contient les données de $\ln(t)$ et y est introduit dans la case qui correspond à « File Name ».
- Le deuxième bouton « Load » sert à importer les données du fichier Excel.

Les paramètres de sortie sont :

- L'indice d'Avrami « n ».
- La constante de la vitesse k.
- Le coefficient de régression linéaire R.
- Les points expérimentaux modifiés et la droite théorique.

Un exemple de fonctionnement du programme est illustré dans la figure **III. 13**.

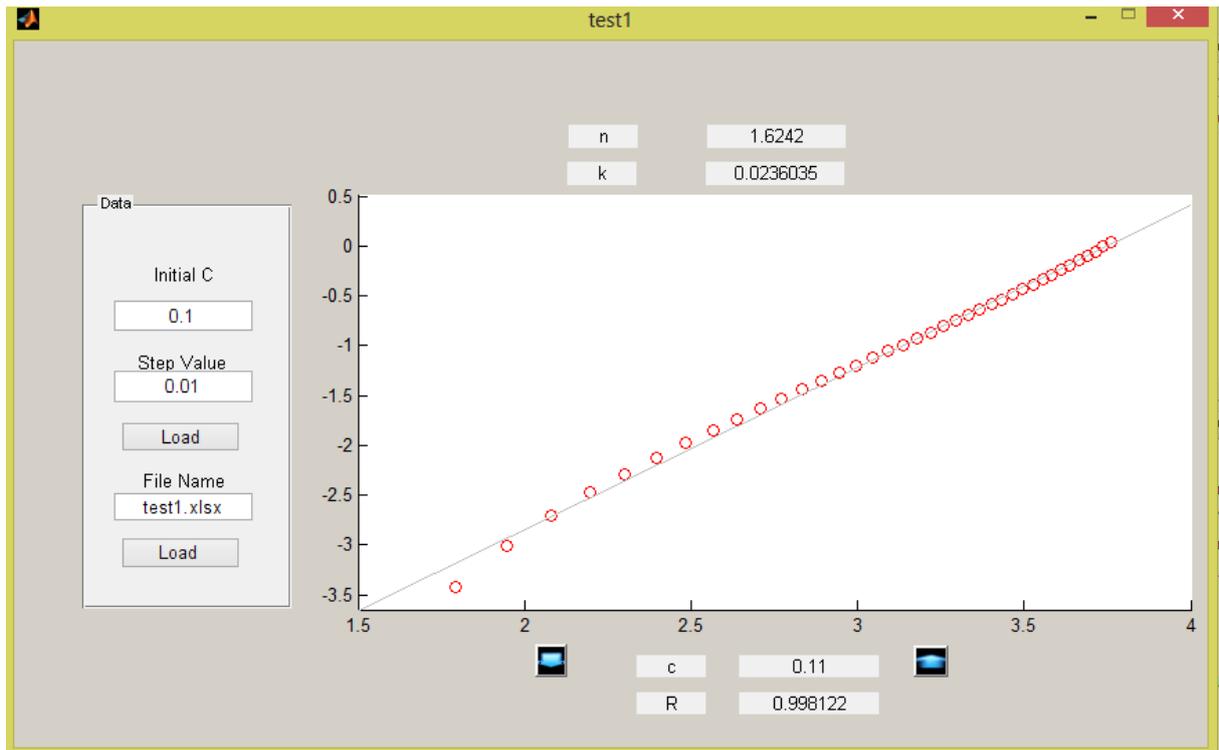


Figure III.13 : Exemple de fonctionnement du programme.

III.8. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes techniques et outils utilisés dans la réalisation de notre étude. Nous avons adopté une démarche expérimentale rigoureuse dans le but d'assurer, au mieux, la cohérence et la fiabilité des résultats obtenus. Nous avons également présenté notre outil d'évaluation du coefficient d'empiétement que nous avons réalisé à l'aide du logiciel Matlab.

La combinaison de ces matériaux, techniques expérimentales et outil logiciel est indispensable pour l'aboutissement de nos expérimentations. Le prochain chapitre détaille les résultats expérimentaux de notre étude.

**Chapitre IV : Résultats Et
Interprétations**

IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre nous présenterons l'analyse chimique des échantillons élaborés, la caractérisation métallographique par microscope optique ainsi que la micro-dureté et la diffraction des rayons X avec les interprétations des résultats obtenus. Les différents résultats seront interprétés en relation avec d'autres travaux et informations recueillies dans la bibliographie.

IV.2. Etude métallographique :

Cette partie concerne plus particulièrement l'observation métallographique des échantillons étudiés à l'état de réception, suite aux traitements d'homogénéisation et de vieillissement. Cette observation permet principalement d'avoir une idée sur la taille des grains et la présence des particules.

IV.2.1. Etat brut de réception :

La **figure IV.1** représente la microstructure de l'alliage 6063 à l'état brut. On observe des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur des grains. On remarque aussi que la taille des grains est non uniforme.

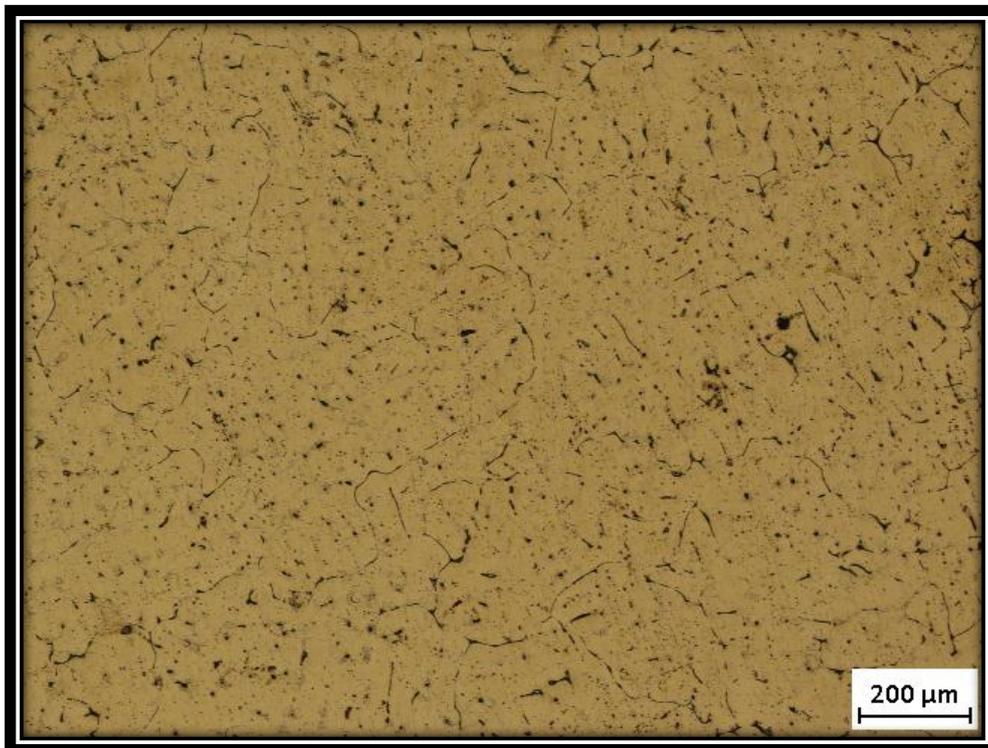


Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage à l'état brut.

IV.2.2. Etat après trempé :

La **figure IV.2** illustre la microstructure obtenue après un traitement d'homogénéisation et trempé à l'eau. On remarque que la microstructure est devenue plus au moins homogène avec une distribution uniforme des taches. On constate également un grossissement important de la taille des grains par rapport à l'état de réception.

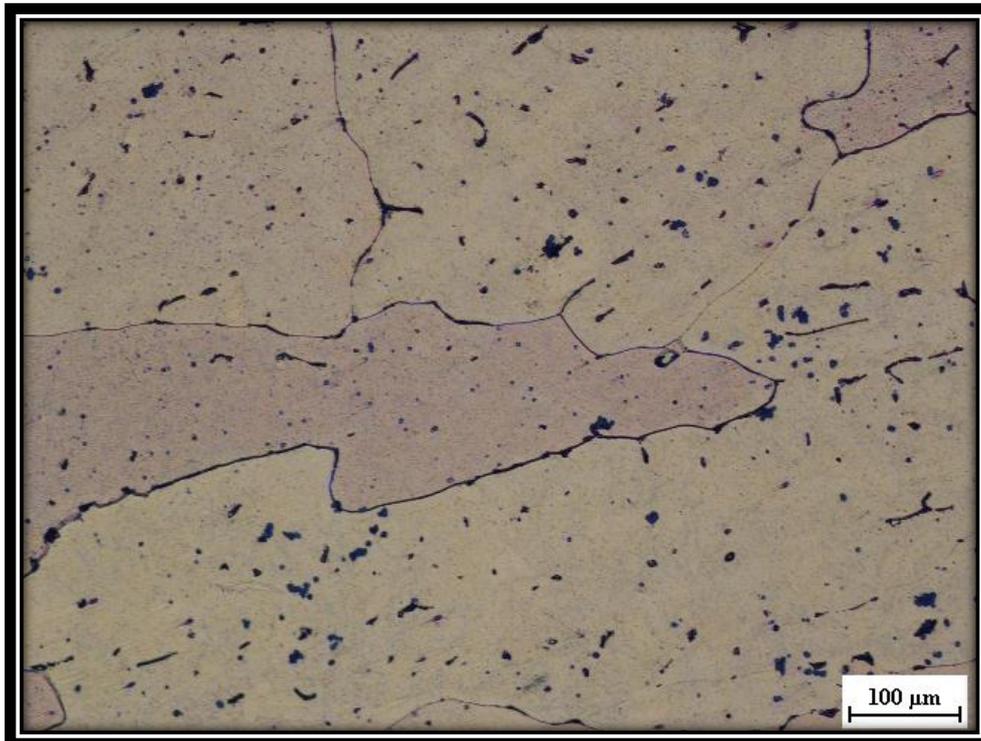


Figure IV. 2: Microstructures des échantillons après la trempé à l'eau.

IV.2.3. Etat vieilli:

Les microstructures issues des traitements de revenu à 175 °C (2h), 200 °C (4h) et 225 °C (4h) sont présentées dans les figures **IV.3**, **IV.4** et **IV.5**. Ce qui attire notre attention est que ces microstructures sont semblables à celles obtenues à l'état trempé.

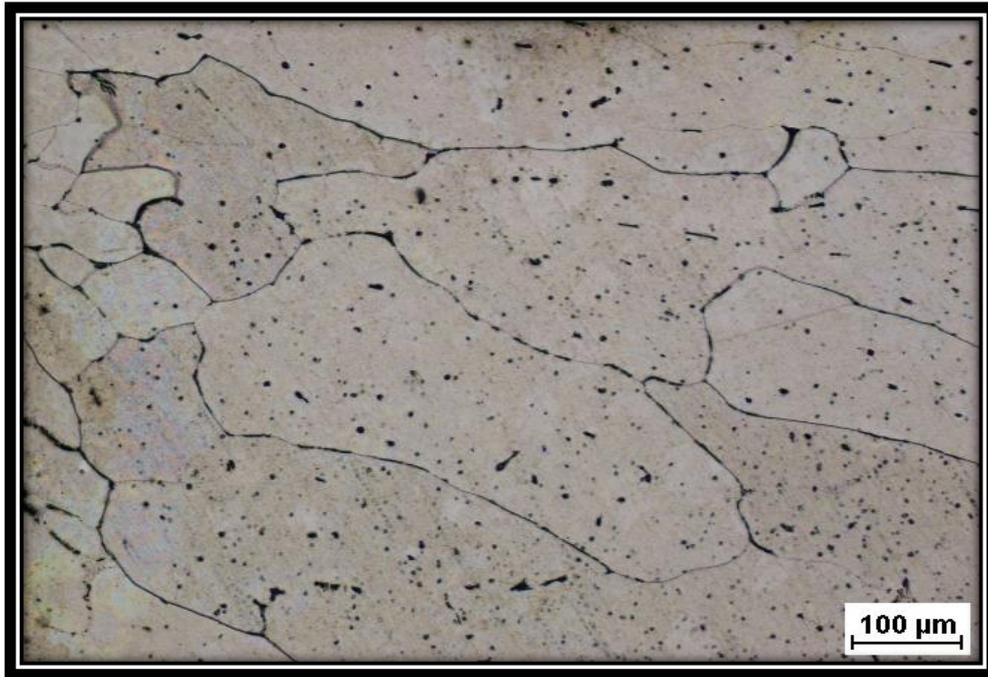


Figure IV. 3: Microstructures des échantillons vieillis à 175 °C pendant 2h.

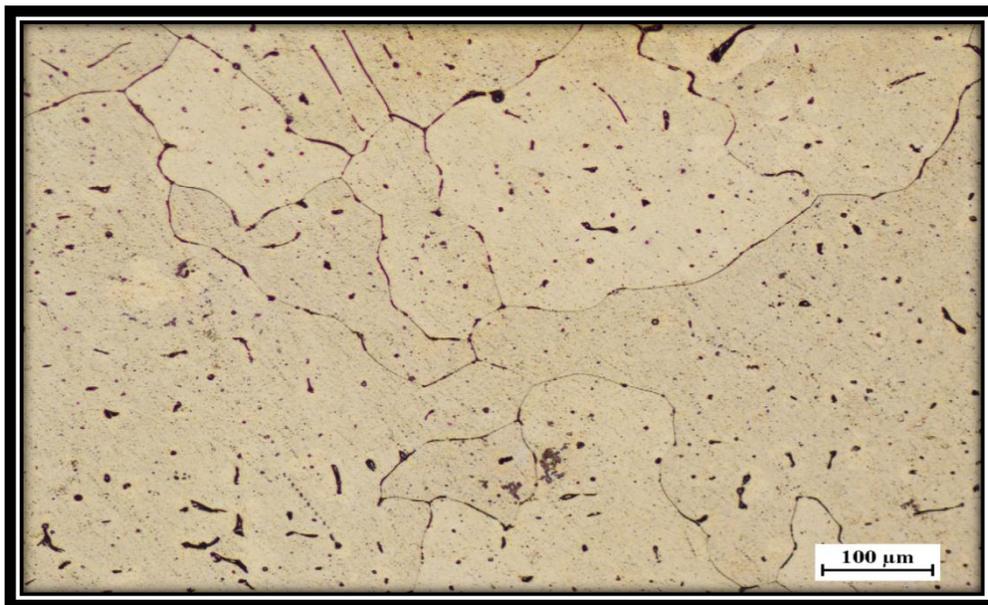


Figure IV. 4: Microstructures des échantillons vieillis à 200 °C pendant 4h.

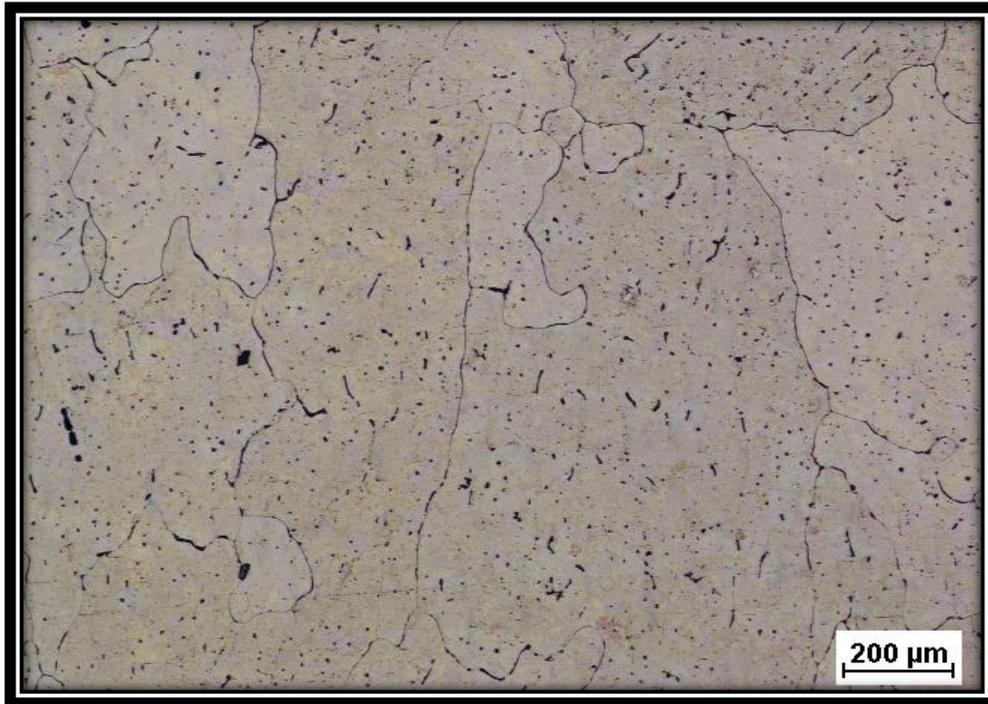


Figure IV. 5: Microstructures des échantillons vieillis à 225 °C pendant 4h.

IV.3. Utilisation de diagramme TTT de l'alliage 6000:

Pour étudier la cinétique de la précipitation de notre alliage, on utilise le diagramme TTT de l'alliage 6000 (Figure IV.6). Il possède une composition chimique très proche de celle de notre alliage. L'étude qualitative du diagramme TTT, nous permet d'avoir une idée sur les natures des phases qui peuvent exister pendant le maintien aux températures de revenu.

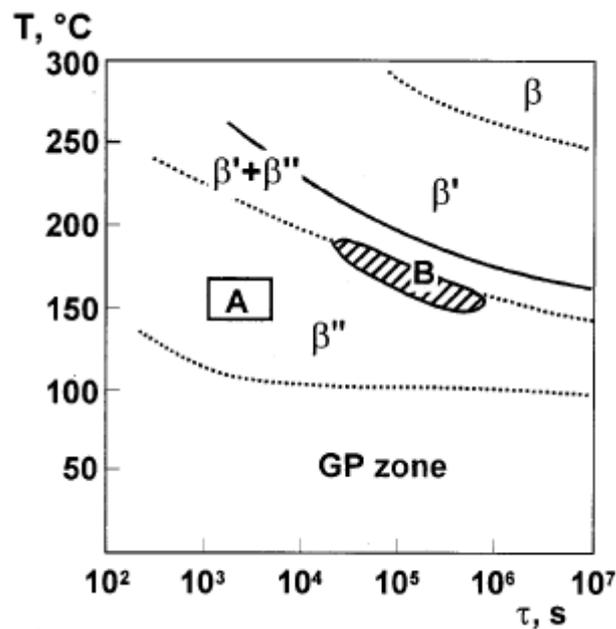


Figure IV.6 : Diagramme TTT d'un Alliage 6000 [25].

L'objectif de notre étude est de suivre l'évolution de la cinétique de précipitation de la phase β'' qui se forme à des températures supérieures à 100°C , d'où le choix des températures des vieillissements 175, 200 et 225°C .

IV.4. Cinétique du vieillissement isotherme :

Afin de décrire la cinétique du vieillissement, nous avons procédé à des traitements de vieillissement pour chaque température, les durées de maintien croissantes de 30min à 96 h. Cette procédure nous permet de suivre le taux de la phase β'' qui précipite en fonction du temps de maintien isotherme.

Pour quantifier le taux de la phase β'' nous avons eu recours à l'équation de Merle de chaque échantillon vieilli à T (°C) et en t (s) :

$$y = \frac{Hv(t) - Hv(0)}{Hv(max) - Hv(0)} \quad \text{(IV.1)}$$

Où :

$Hv(t)$: est la micro-dureté à l' instant t.

$Hv(0)$: est la micro-dureté à l'état trempé.

$Hv(max)$: est la micro-dureté maximale obtenue.

y : est la fraction transformée et t est le temps de maintien isotherme.

IV.4.1. Comparaison de la cinétique du vieillissement isotherme:

L'étude de la cinétique de précipitation de la phase β'' a été réalisée pour les trois températures de revenu (175 °C, 200 °C et 225°C). Cependant, nous nous contentons dans ce travail de présenter, avec plus de détails, l'évolution du taux de la phase β'' qui précipite en fonction du temps de maintien pour les échantillons revenus. Les résultats obtenus sont les suivants :

IV.4.1.1. Courbes de micro-dureté :

La **figure IV.7** rassemble les courbes des micro-duretés mesurées à différents températures isothermes.

On remarque que la micro-dureté augmente au cours du temps pour atteindre un maximum pour chaque température. Le pic de la micro-dureté correspond à la précipitation maximale des phases β'' , lorsque les germes de la phase β'' se forment, les zones de GP se dissolvent pour alimenter les particules de la phase β'' en atomes de soluté. La croissance des particules de la phase β'' est responsable du durcissement observé à l'issue du pic. L'adoucissement

est attribué à la coalescence des particules de la phase β'' et à la précipitation des particules des phases β' et β .

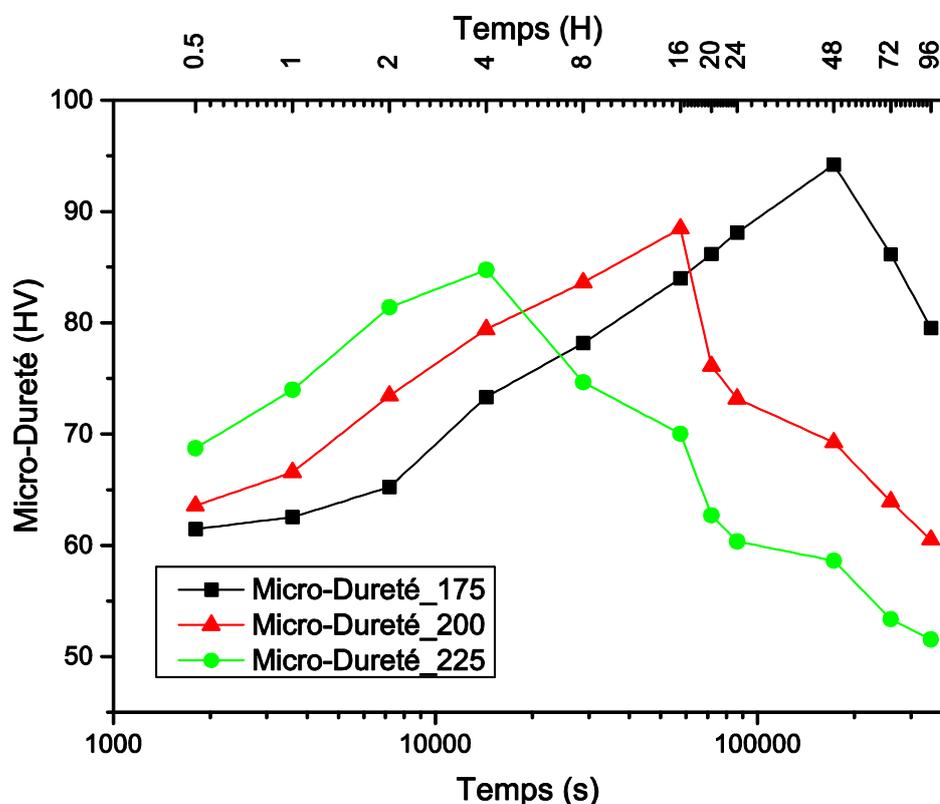


Figure IV.7 : Micro-dureté aux différentes températures de vieillissement.

L'augmentation de la température de vieillissement de 175 °C à 200 °C et à 225°C, réduit le temps de vieillissement nécessaire pour l'obtention la dureté maximale. Parce que le taux de diffusion de Mg et Si à 225°C est plus rapide que 200 °C et 175 °C. La figure indique également que la valeur de dureté maximale obtenue à la température de vieillissement de 175 °C est supérieure à la valeur de dureté maximale atteinte au 200 °C et 225 °C. Par conséquent, il est préférable de faire vieillir les échantillons à 175 °C.

IV.4.1.2. Courbes de la fraction transformée :

L'allure des courbes des taux de transformation (**figure IV.8**) montre que la température de vieillissement isotherme, influe sur la cinétique de précipitation. On remarque que le taux de transformation est affaibli par diminution de la température de revenu. L'interprétation de ces résultats peut être faite sur la base que la quantité de la phase β'' formée à 175 °C est plus grande par rapport à 200°C et 225°C, ce qui a été confirmé par le diagramme TTT de la **figure IV.6**.

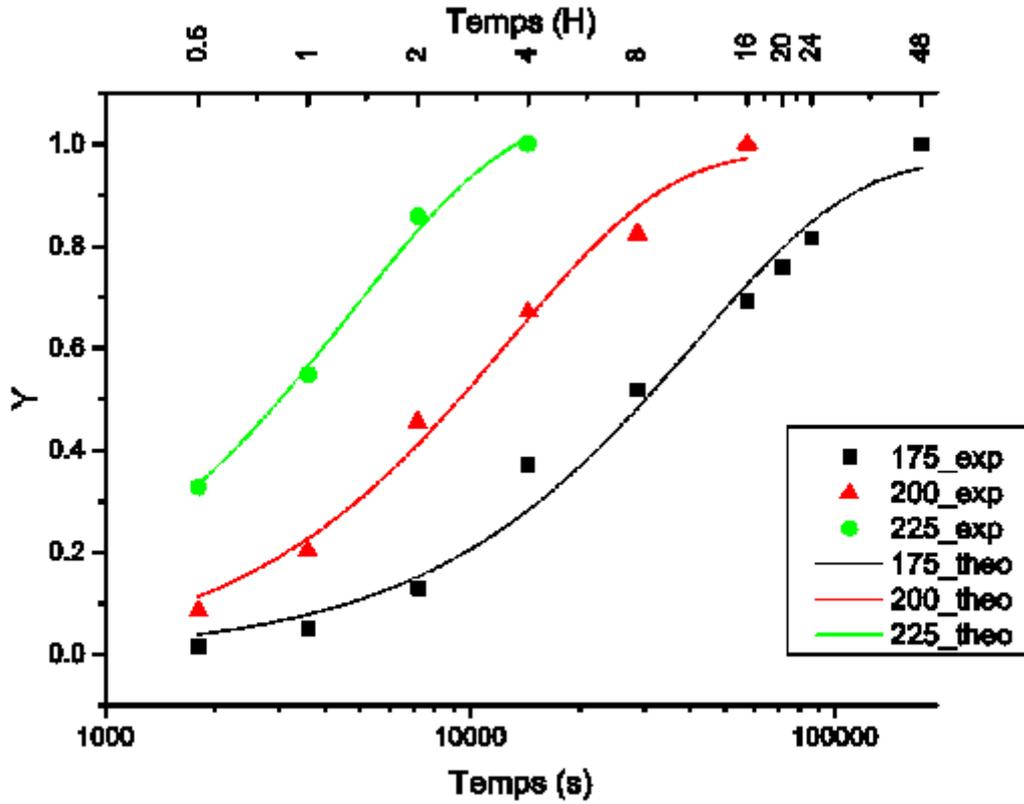


Figure IV.8 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps et traitement isotherme.

IV.4.1.3. Application du modèle de KJMA classique à la précipitation de la phase β'' :

L'équation (II. 6) nous permet de tracer les variations de $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right)$ en fonction de $\ln t$ pour les trois traitements de vieillissements. Les résultats sont présentés dans la **figure IV.9**.

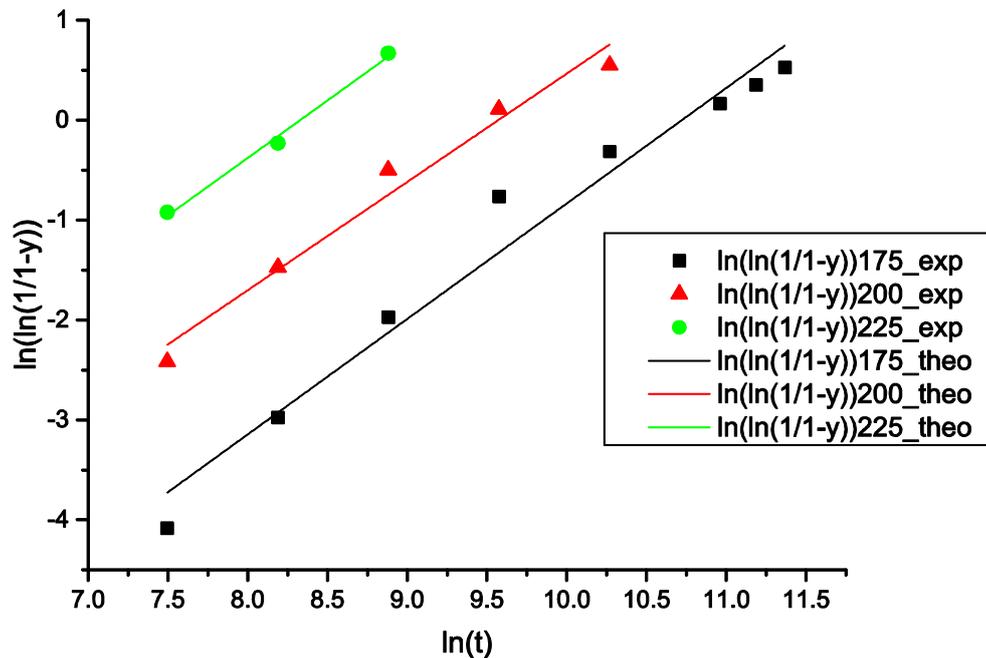


Figure IV.9 : Application du modèle de JMA classique à la précipitation de la phase β'' après les traitements isothermes.

Les courbes montrent qu'au début de la transformation, les résultats expérimentaux sont en accord avec la droite théorique de régression du modèle. Cependant, à partir d'un certain taux de transformation les points expérimentaux s'écartent de la droite théorique.

Cette déviation peut être due à l'une des deux raisons suivantes :

- Au dernier stade de la transformation, les précipités en croissance entrent en concurrence en raison de la rencontre des fronts de croissance formant un joint de grains. Ce phénomène peut se poursuivre jusqu'à l'empiètement des grains des précipités.
- La composition de la phase mère (la matrice d'aluminium) se rapproche de l'équilibre et les atomes du soluté (Mg et Si) atteignant le précipité deviennent de plus en plus rares. On parle donc d'épuisement de la matrice en soluté.

IV.4.1.4. Application du modèle modifié de KJMA à la précipitation de la phase β'' :

Dans ce cas la vitesse de croissance des précipités dépend de la fraction non encore transformée en l'occurrence $(1 - y)$. Dans ce nouveau modèle il est nécessaire d'ajuster en premier lieu le paramètre d'empiètement de sorte que la corrélation avec la droite de régression soit optimale. Les résultats obtenus sont présentés dans la **figure IV.10**.

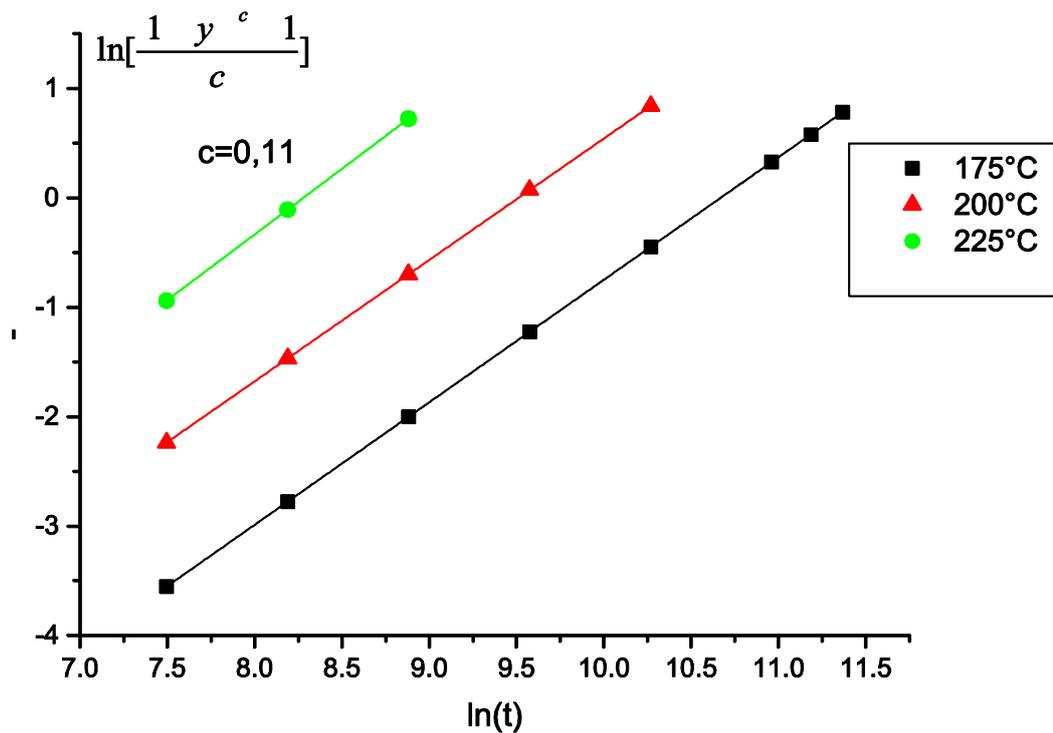


Figure IV.10 : Application du modèle de JMA modifié à la précipitation de la phase β'' après les traitements isotherme.

On constate qu'après modification et prise en compte de l'effet de l'empiètement, on obtient un bon accord entre les résultats expérimentaux et la droite théorique de régression.

Dans le cas présent le paramètre c donnant la meilleure corrélation est voisin de 0.11. Le fait d'obtenir la même valeur du paramètre c dans les trois traitements de revenu montre que la croissance des grains β'' au stade final de la transformation est identique.

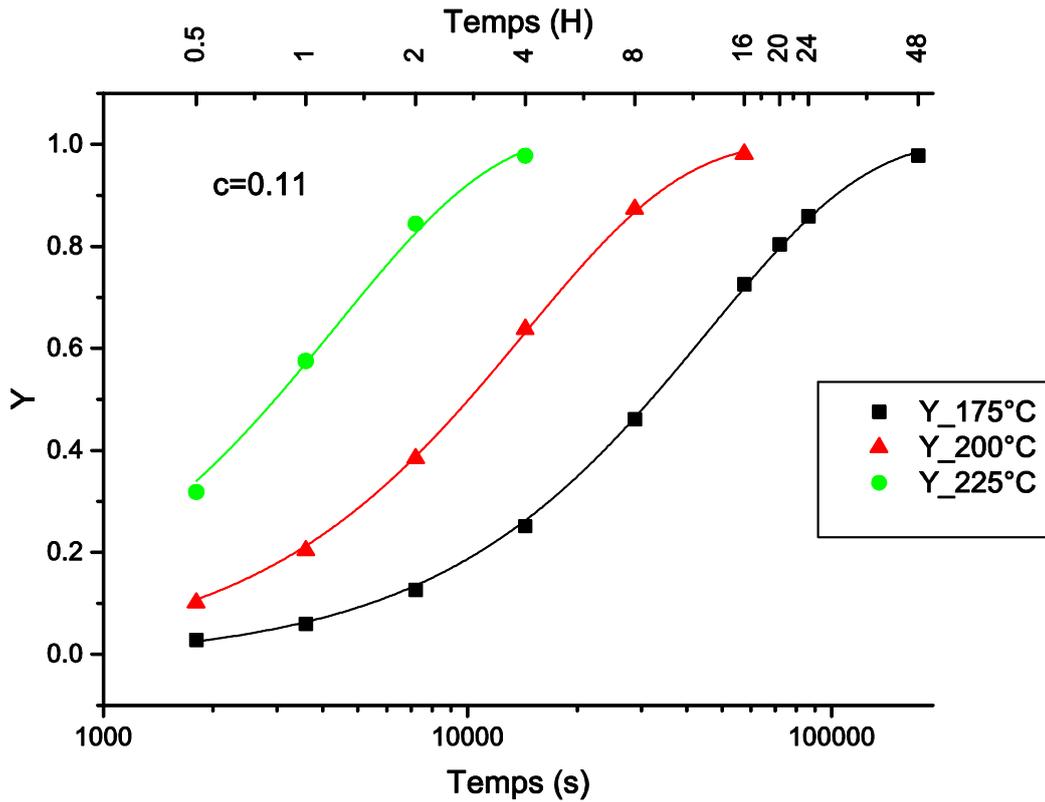


Figure IV.11 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps après les traitements isothermes.

L'allure des courbes des taux de transformation (**figure IV.11**) et de la vitesse de croissance (**figure IV.12**) montre que la température de vieillissement isotherme, influe sur la cinétique de précipitation de la phase. Le taux de transformation est affaibli par diminution de la température de revenu. L'interprétation de ces résultats peut être faite sur la base que la quantité de la phase β'' formée à 175 °C est plus grande par rapport à 200°C et 225°C.

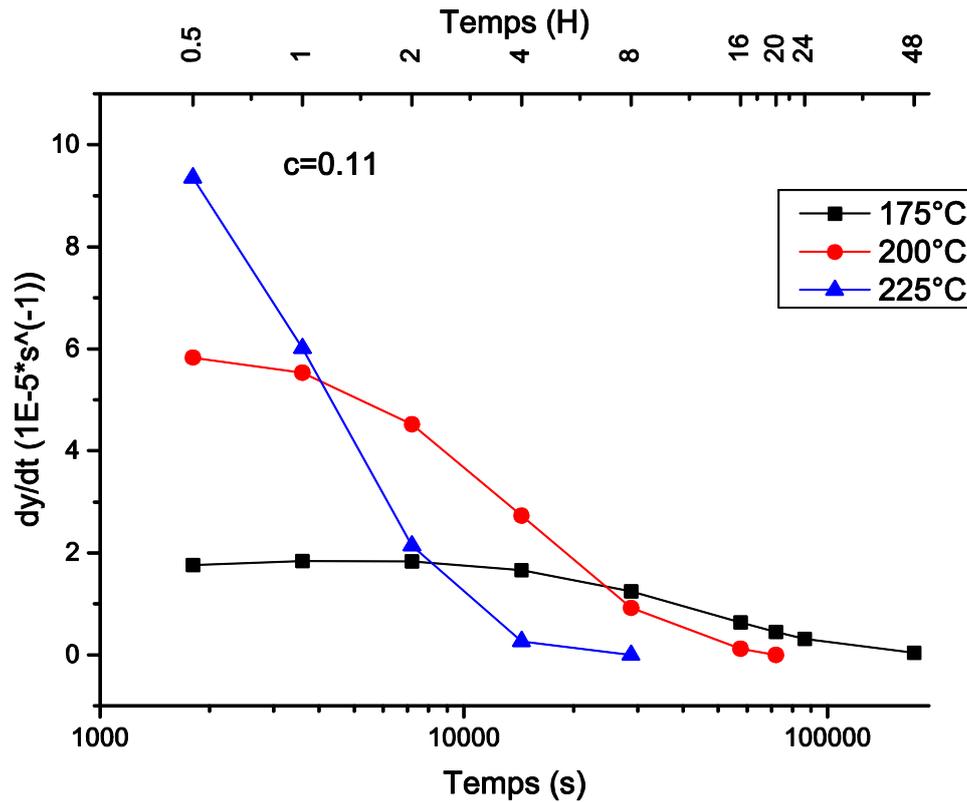


Figure IV.12: Evolution de la vitesse de transformation en fonction du temps des traitements isothermes

On remarque que la vitesse de transformation est affaiblie par diminution de la température de revenu. L'interprétation de ces résultats peut être faite sur la base que la vitesse de diffusion de Mg et Si qui augmente avec l'augmentation de la température de vieillissement.

D'après l'allure de la figure, la vitesse de transformation atteint une valeur maximale dans le maintien isotherme. Si on regarde la courbe représentative de l'évolution de la vitesse de précipitation $\frac{dy}{dt}$ en fonction du temps (Equation II.7), on remarque qu'on peut la diviser en trois parties :

- $t \leq t_{c.m}$

Dans cette région, la vitesse de transformation augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale. Cette zone correspond au stade où la germination et la croissance augmentent simultanément.

- $t_{c.m} < t \leq t_f$

Dans cette zone, la vitesse de transformation décroît jusqu'à s'annuler. Cette zone correspond à une germination très lente (voir nulle), on assiste, ainsi, à la croissance des germes préalablement formés.

- $t > t_f$

Chapitre IV: Résultats et interprétations

Dans cette zone la vitesse devient nulle. La germination et la croissance cessent, cédant la place à la coalescence des gros grains au détriment des plus petits.

Le **tableau IV.2** résume les résultats de l'étude de la cinétique de précipitation de la phase β'' pour les différentes températures de vieillissement.

Tableau IV.2: évolution des paramètres de transformation en fonction de la température de revenu.

Température (°C)	n	k (s ⁻¹)	v_{max} (10 ⁻⁵ s ⁻¹)	$t_{c.m}$ (s)	$y_{c.m}$	c	Observations	Morphologie
175	1.11	2.33× 10 ⁻⁵	1.838	5348	0.09	0.11	Cinétique contrôlée par la diffusion	Aiguilles et plaquettes très espacées
200	1.12	7.45× 10 ⁻⁵	5.827	1827	0.1	0.11	Cinétique contrôlée par la diffusion	Aiguilles et plaquettes très espacées
225	1.2	2.54× 10 ⁻⁴	9.3559	884	0.15	0.11	Cinétique contrôlée par la diffusion	Aiguilles et plaquettes très espacées

Il apparaît clairement que la valeur de l'exposant n et la constante k augmente lorsque la température de revenu est augmentée.

Une valeur de $n \approx 1$ correspond à une croissance des précipités sous forme d'aiguilles, cette constatation est confirmée à l'aide de HRTEM (**figure IV.13**).

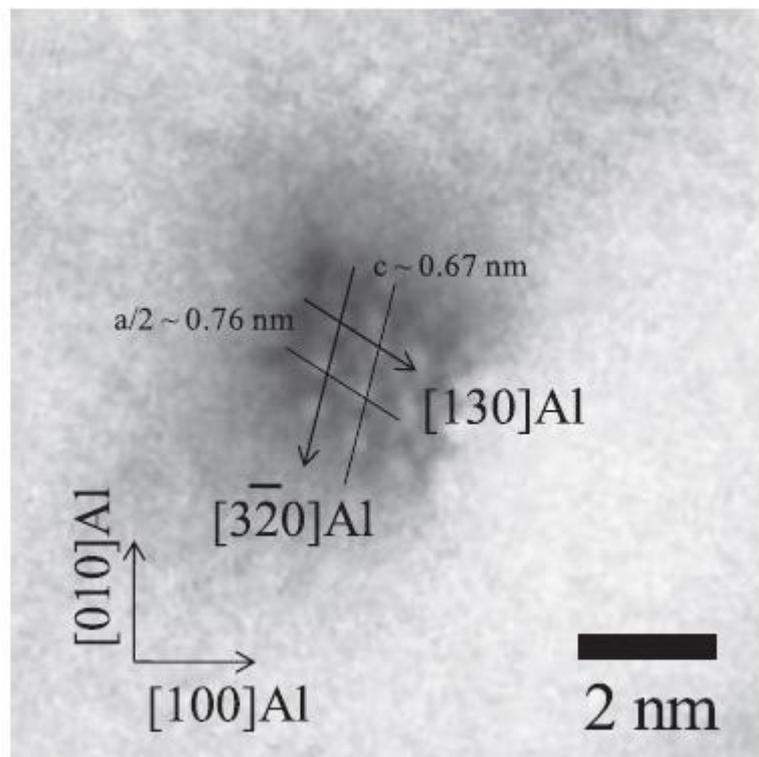


Figure IV.13: Micrographie par le HRTEM la phase β'' [11].

On constate, en fait, que la cinétique de précipitation est plus rapide avec l'augmentation de la température de vieillissement ce qui a été montré par l'augmentation de la constante de vitesse. On remarque aussi, que plus la température de revenu augmente, plus le temps correspondant à la cinétique maximale de précipitation diminue, par contre la fraction transformée correspondant augmente. En effet, le taux de diffusion de Mg et Si augmente avec l'augmentation de température de revenu ce qui favorise la précipitation de la phase β'' .

Finalement on obtient la fraction transformée qui évolue avec le temps de maintien pour les échantillons revenus selon les équations suivantes :

$$y = \begin{cases} 1 - \exp(-2.33 \times 10^{-5} t)^{1.11} & \dots\dots\dots 175^\circ\text{C}. \\ 1 - \exp(-7.45 \times 10^{-5} t)^{1.12} & \dots\dots\dots 200^\circ\text{C}. \\ 1 - \exp(-2.54 \times 10^{-4} t)^{1.2} & \dots\dots\dots 225^\circ\text{C}. \end{cases} \quad \text{(IV.2)}$$

IV.4.1.5. Calcul Energie d'activation de la précipitation isotherme :

L'énergie d'activation de la précipitation est calculée graphiquement de la courbe $\ln(k)=f(1/T)$, où la pente de la droite ainsi construite est égale à « - Q/R » d'après la relation d'Arrhenius :

$$k = k_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{(IV.3)}$$

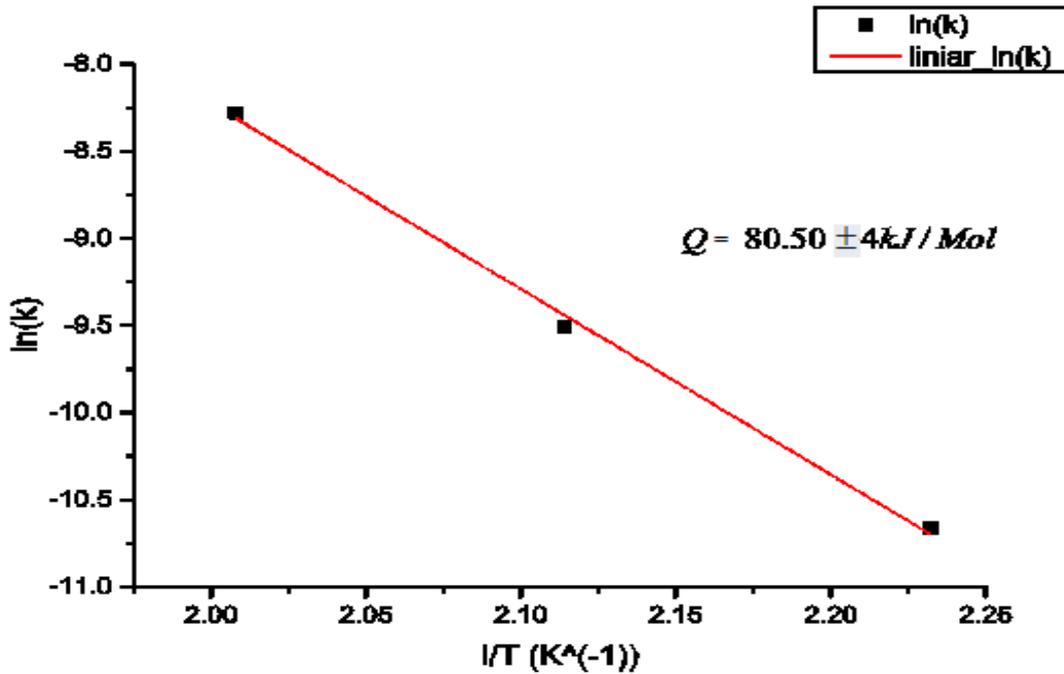


Figure IV.14 : Energie d'activation de la précipitation isotherme de la phase β'' .

D'où : $\ln(k) = \frac{-Q}{RT} + \ln(k_0)$ est approché par la courbe linéaire $y = 88501,962 \times \left(\frac{-1}{RT}\right) + 13,608$. La pente Q de cette droite nous donne la valeur de l'énergie d'activation :
 $Q = 88501.962 \text{ J/mol} = 88.5 \text{ KJ/mol} (\pm 4 \text{ KJ/mol})$.

Selon [26] et [27] l'énergie d'activation de la précipitation de la phase β'' est de l'ordre de 116 KJ/mol et 104 KJ/mol respectivement. Dans notre cas l'énergie est bien plus basse que les deux valeurs trouvées par les chercheurs. On peut conclure que l'addition d'argent dans l'alliage 6063 a réduit significativement l'énergie d'activation associée à la formation de la phase β'' par rapport à l'alliage non modifié.

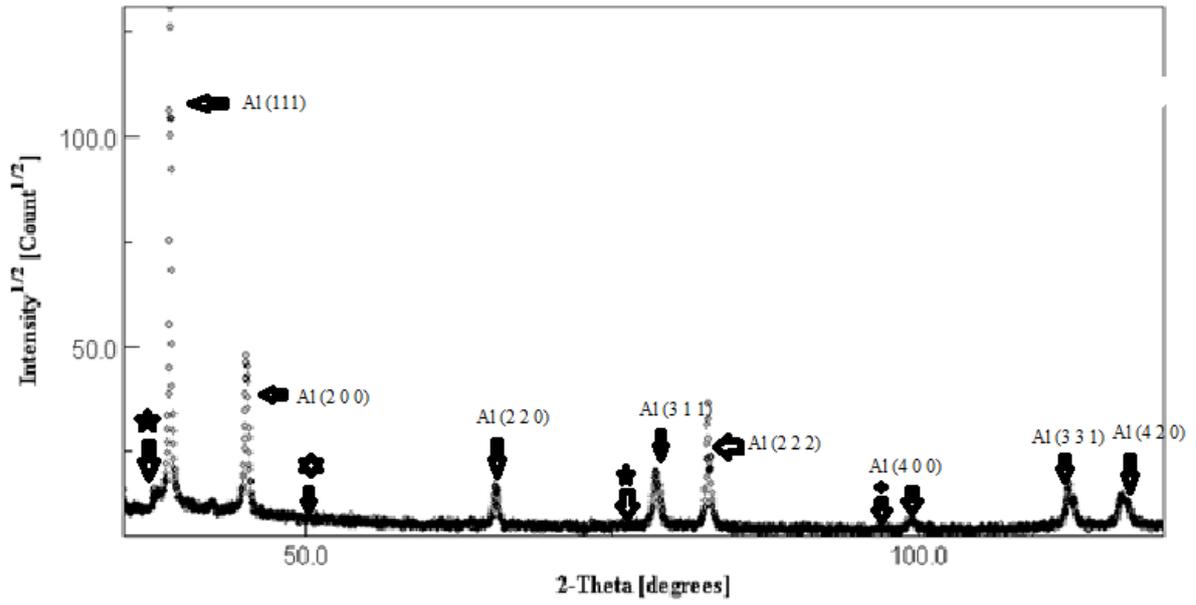
IV.4.1.6. Identification des phases par la diffraction des rayons X :

Les trois échantillons qui présentent les valeurs maximales de la micro-dureté dans chaque traitement ont subi la diffraction des rayons X comme montré dans le **tableau IV. 1** :

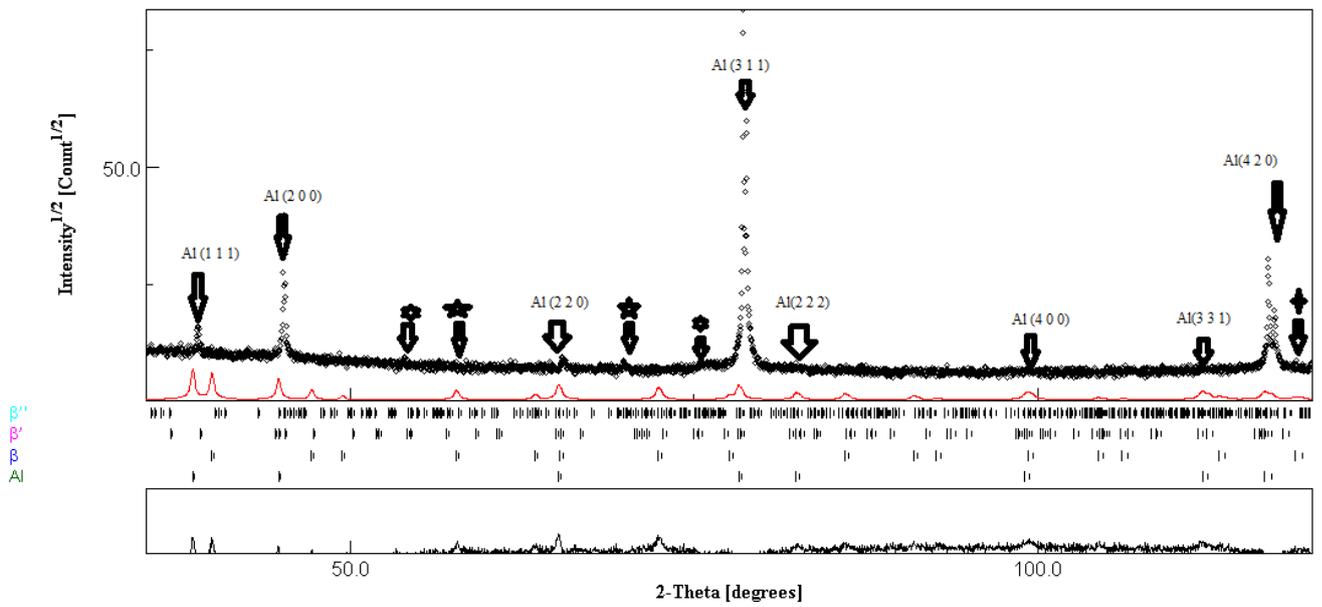
Tableau IV.1 : List des échantillons qui on subit la DRX.

Température (°C)	Temps (s)	Dureté (HV)
175	172800 (48h)	94.23
200	57600 (16h)	88.47
225	14400 (4h)	84.77

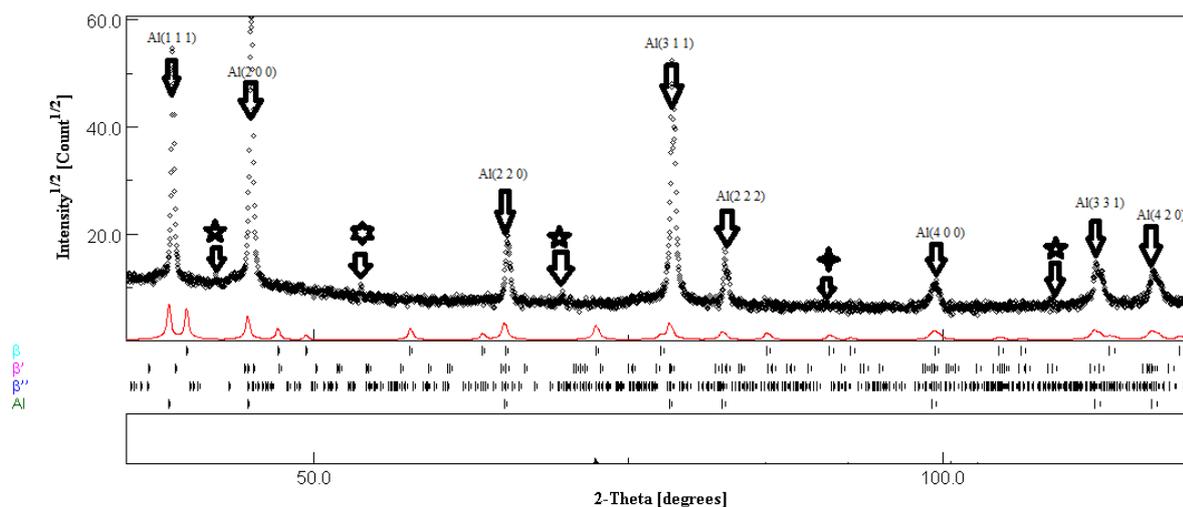
La **figure IV.15** montre les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X. On remarque que la majorité des pics les plus intenses appartiennent à la phase α (la matrice d'aluminium), l'indexation des pics de diffraction a été réalisée en utilisant le logiciel MAUD.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.15 : Diffractogrammes DRX . (a) : T=175 °C, (b) : T=200 °C, (c) : T=225 °C.

★ : β ★ : β'' ◆ : β'

Les résultats obtenus sont illustrées dans le **tableau IV. 2**:

Tableau IV.2 : Les indices des plans diffracté et leurs positions.

Phases	h	k	l	Position (2θ)
Al	1	1	1	38.47°
	2	0	0	44.72°
	2	2	0	65.09°
	3	1	1	78.23°
	2	2	2	82.43°
	4	0	0	99.08°
	3	3	1	112.02°
	4	2	0	116.57°
β''	5	0	1	36.70°
	1	2	2	54.63°
	1	1	2	37.26°
	5	0	1	77.81°
	-3	1	2	36.52°
β'	2	0	1	36.84°
	2	0	2	54.32°
	5	2	0	103.97°
	2	5	0	103.97°
	2	4	2	100.41°
β	5	5	1	118.80°
	7	1	1	118.80°
	4	2	0	65.23°
	5	1	1	77.55°
	2	2	2	49.35°

Chapitre IV: Résultats et interprétations

Le **tableau IV.3** donne les paramètres de maille de chaque phase calculés d'après les résultats de la DRX :

Tableau IV.3 : Paramètres de maille obtenue après l'analyse des résultats de la DRX.

Phases	a(Å)	b(Å)	c (Å)	$\alpha(^{\circ})$	$\beta(^{\circ})$	$\gamma(^{\circ})$
Al	4.05	4.05	4.05	90	90	90
β''	15.2	4.05	6.7	105	90	90
β'	7.05	7.05	4.05	120	90	90
β	6.39	6.39	6.39	90	90	90

IV.5. Conclusion :

Nous avons présenté dans ce chapitre les résultats des expérimentations conduites dans le cadre de cette étude. Ces expérimentations avaient comme premier objectif l'étude de la cinétique de précipitation durant le maintien isotherme à différentes températures. Le deuxième objectif était l'évaluation de l'énergie d'activation de la précipitation en conditions isothermes. De plus, nous avons confirmé la présence de la phase β'' dans notre alliage.

Les résultats issus de chaque analyse étaient en bonne cohérence avec les hypothèses de l'étude et confirment bien que l'addition de l'argent diminue l'énergie nécessaire pour le déclenchement de la précipitation de la phase β'' .

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Conclusion Général :

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de notre projet de fin d'étude avait pour objectif essentiel l'étude de la cinétique de précipitation de la phase β'' dans les alliages d'aluminium 6063 modifié par l'argent à l'aide de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami. Nous avons essayé de comprendre l'influence de la température de vieillissement sur le durcissement de l'alliage étudié. Pour aboutir à nos objectifs, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales dont essentiellement la diffraction des rayons X, les mesures de la micro dureté et la microscopie optique. Nous avons eu dans ce travail, l'occasion d'utiliser le logiciel MAUD pour l'indexation du diffractogramme et le calcul des paramètres des mailles. Il s'est avéré que ce dernier est très efficace pour ce type d'analyse. En effet, les résultats obtenus sont très proche de ceux donnés par la littérature. Nous avons aussi eu l'occasion de travailler avec MATLAB afin d'évaluer le coefficient d'empiètement par la conception d'une interface graphique.

Les principaux résultats qu'on a obtenus se résument comme suit :

- ✓ L'essai de micro-dureté est une méthode convenable pour étudier les cinétiques de transformations de phases en conditions isothermes.
- ✓ Les résultats de la métallographie optique permettent juste de visualiser les grains et les joints de grains et non pas la phase β'' .
- ✓ L'introduction du coefficient d'empiètement ajuste les valeurs de la courbe de la fraction transformée du modèle JMA classique.
- ✓ La modélisation par l'équation de JMA nous a permis de déterminer l'indice d'Avrami ($n \approx 1$), caractérise une transformation contrôlée par la diffusion, et une croissance sous forme d'aiguilles.
- ✓ La valeur de la constante de vitesse k est proportionnelle à la température du maintien isotherme.
- ✓ L'addition d'argent a réduit l'énergie d'activation pour la formation de la phase β'' en comparant avec le alliage de base.
- ✓ Le modèle empirique de Johnson-Mehl-Avrami utilisé dans cette étude permet de décrire la cinétique de précipitation de la phase β'' .
- ✓ L'analyse des échantillons par la diffraction des rayons X a mis en évidence la présence des pics correspondant à la structure C.F.C de la matrice α d'aluminium et des phases β'' , β' et β .

Les résultats qu'on a pu obtenir sont en bon accord avec la théorie et le niveau de précision est acceptable. On s'intéresse par la suite, en vue d'améliorer nos calculs et d'élargir notre étude à :

- ✓ Tracer le diagramme TTT propre à notre alliage.
- ✓ Réaliser d'autres essais à différentes températures de mise en solution.
- ✓ Etudier la cinétique de précipitation en conditions an-isotherme.

Annexe: Programme Matlab

```
function varargout = test1(varargin)
% TEST1 M-file for test1.fig
%   TEST1, by itself, creates a new TEST1 or raises the existing
%   singleton*.
%
%   H = TEST1 returns the handle to a new TEST1 or the handle to
%   the existing singleton*.
%
%   TEST1('CALLBACK',hObject,eventData,handles,...) calls the local
%   function named CALLBACK in TEST1.M with the given input arguments.
%
%   TEST1('Property','Value',...) creates a new TEST1 or raises the
%   existing singleton*. Starting from the left, property value pairs
are
%   applied to the GUI before test1_OpeningFcn gets called. An
%   unrecognized property name or invalid value makes property
application
%   stop. All inputs are passed to test1_OpeningFcn via varargin.
%
%   *See GUI Options on GUIDE's Tools menu. Choose "GUI allows only one
%   instance to run (singleton)".
%
% See also: GUIDE, GUIDATA, GUIHANDLES

% Edit the above text to modify the response to help test1

% Last Modified by GUIDE v2.5 04-Jun-2016 21:51:39

% Begin initialization code - DO NOT EDIT
gui_Singleton = 1;
gui_State = struct('gui_Name',       mfilename, ...
                  'gui_Singleton',  gui_Singleton, ...
                  'gui_OpeningFcn', @test1_OpeningFcn, ...
                  'gui_OutputFcn',  @test1_OutputFcn, ...
                  'gui_LayoutFcn',  [], ...
                  'gui_Callback',    []);
if nargin && ischar(varargin{1})
    gui_State.gui_Callback = str2func(varargin{1});
end

if nargout
    [varargout{1:nargout}] = gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
else
    gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
end
% End initialization code - DO NOT EDIT
```

Annexes

```
% --- Executes just before test1 is made visible.
function test1_OpeningFcn(hObject, eventdata, handles, varargin)
% This function has no output args, see OutputFcn.
% hObject    handle to figure
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)
% varargin   command line arguments to test1 (see VARARGIN)

% Choose default command line output for test1
handles.output = hObject;

% Update handles structure
guidata(hObject, handles);
clc;
[k,m]=imread('arrow_up1.jpg');
I2=imresize(k, [11 50]);
set(handles.pushbutton1, 'Cdata', I2);
[x,l]=imread('arrow_down.jpg');
I3=imresize(x, [11 50]);
set(handles.pushbutton2, 'Cdata', I3);

% UIWAIT makes test1 wait for user response (see UIRESUME)
% uiwait(handles.figure1);

% --- Outputs from this function are returned to the command line.
function varargout = test1_OutputFcn(hObject, eventdata, handles)
% varargout  cell array for returning output args (see VARARGOUT);
% hObject    handle to figure
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)

% Get default command line output from handles structure
varargout{1} = handles.output;

function cin_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject    handle to cin (see GCBO)
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)

% Hints: get(hObject, 'String') returns contents of cin as text
%        str2double(get(hObject, 'String')) returns contents of cin as a
double

% --- Executes during object creation, after setting all properties.
function cin_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
% hObject    handle to cin (see GCBO)
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    empty - handles not created until after all CreateFcns called

% Hint: edit controls usually have a white background on Windows.
%        See ISPC and COMPUTER.
```

Annexes

```
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function sv_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject    handle to sv (see GCBO)
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)

% Hints: get(hObject,'String') returns contents of sv as text
%         str2double(get(hObject,'String')) returns contents of sv as a
double

% --- Executes during object creation, after setting all properties.
function sv_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
% hObject    handle to sv (see GCBO)
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    empty - handles not created until after all CreateFcns called

% Hint: edit controls usually have a white background on Windows.
%         See ISPC and COMPUTER.
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

% --- Executes on button press in pushbutton1.
function pushbutton1_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject    handle to pushbutton1 (see GCBO)
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)

x=handles.x;
y=handles.y;
a=length(x);
c=str2num(get(handles.text6,'string'))+handles.cp;
set(handles.text6,'String',c);
for (i=1:a)
    z(i,1)=log(((1-y(i))^-c)-1)/c);

end

scatter(handles.axes1,x,z,'r','r');
h=lsline;
p=polyfit(get(h,'xdata'),get(h,'ydata'),1);
r=corr2(x,z);
p1=p(1);
p2=exp(p(2)/p1);
set(handles.eq,'string',p1)
set(handles.lnk,'string',p2)
set(handles.reg,'string',r);
```

Annexes

```
% --- Executes on button press in pushbutton2.
function pushbutton2_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to pushbutton2 (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)

%fname=get(handles.fn,'string');
%x=xlsread(fname,'A:A');
%y=xlsread(fname,'B:B');
x=handles.x;
y=handles.y;
a=length(x);
c=str2num(get(handles.text6,'string'))-handles.cp;
set(handles.text6,'String',c);
for(i=1:a)
    z(i,1)=log(((1-y(i))^-c)-1)/c);
end
scatter(handles.axes1,x,z,'r','r');
h=lsline;
p=polyfit(get(h,'xdata'),get(h,'ydata'),1);
r=corr2(x,z);
p1=p(1);
p2=exp(p(2)/p1);
set(handles.eq,'string',p1)
set(handles.lnk,'string',p2)
set(handles.reg,'string',r);

function fn_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to fn (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)

% Hints: get(hObject,'String') returns contents of fn as text
%        str2double(get(hObject,'String')) returns contents of fn as a
double

% --- Executes during object creation, after setting all properties.
function fn_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to fn (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      empty - handles not created until after all CreateFcns called

% Hint: edit controls usually have a white background on Windows.
%        See ISPC and COMPUTER.
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
```

Annexes

```
        set(hObject, 'BackgroundColor', 'white');
end

% --- Executes on button press in pushbutton3.
function pushbutton3_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to pushbutton3 (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)

fname=get(handles.fn, 'string');
x=xlsread(fname, 'A:A');
y=xlsread(fname, 'B:B');
handles.x=x;
handles.y=y;
guidata(hObject, handles)
msgbox('Operation Completed');

% --- Executes on button press in loaddat.
function loaddat_Callback(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to loaddat (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)
handles.c0=str2num(get(handles.cin, 'string'));
handles.cp=str2num(get(handles.sv, 'string'));
set(handles.text6, 'String', handles.c0);
guidata(hObject, handles)
msgbox('Operation Completed');

% --- Executes on key press with focus on pushbutton2 and none of its
controls.
function pushbutton2_KeyPressFcn(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to pushbutton2 (see GCBO)
% eventdata    structure with the following fields (see UICONTROL)
%   Key: name of the key that was pressed, in lower case
%   Character: character interpretation of the key(s) that was pressed
%   Modifier: name(s) of the modifier key(s) (i.e., control, shift) pressed
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)

% --- Executes on mouse press over figure background.
function figure1_ButtonDownFcn(hObject, eventdata, handles)
% hObject      handle to figure1 (see GCBO)
% eventdata    reserved - to be defined in a future version of MATLAB
% handles      structure with handles and user data (see GUIDATA)
```

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques :

- [1] « L'aluminium », *Tech. Ing. Tech. Bâtim. Connaître Matér. Constr.*, vol. base documentaire : TIE804DUO., n° ref. article : tba1066, 1989.
- [2] V. C, « Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. », *Tech. Ing.*, 2005.
- [3] A. ZEMMAL, « Effet de vieillissement thermique sur la résistance mécanique dans l'alliage Al-Zn-Mg de nuance 7020 », École Nationale Polytechnique, Alger, 2013.
- [4] R. DEVELAY, « Données numériques sur l'aluminium non allié », *Tech. Ing.*, 1989.
- [5] C. VARGEL, « Les propriétés physiques de l'aluminium », in *Corrosion de l'Aluminium*, Dunod, 2004.
- [6] C. VARGEL, « Généralités sur l'aluminium et ses alliages », in *Le comportement de l'aluminium et de ses alliages*, 1979.
- [7] R. DEVELAY, « Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés », *Tech. L'ingénieur Doss. M*, vol. 440, 1992.
- [8] R. Max, « Corrosion des alliages d'aluminium », Techniques de l'ingénieur, 2005.
- [9] D. FABREGUE, « Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 », Doctorat, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE, 2004.
- [10] T. L. Durbin, « Modeling Dissolution In Aluminium Alloys », Doctorat, Georgia Institute of Technology, 2005.
- [11] J. Kim, C. Daniel Marioara, R. Holmestad, E. Kobayashi, et T. Sato, « Effects of Cu and Ag additions on age-hardening behavior during multi-step aging in Al-Mg-Si alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 560, p. 154- 162, janv. 2013.
- [12] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie : élaboration, structures—propriétés,normalisation*. Nathan, 1997.

Références Bibliographiques

- [13] C. D. Marioara, H. Nordmark, S. J. Andersen, et R. Holmestad, « Post- β'' phases and their influence on microstructure and hardness in 6xxx Al-Mg-Si alloys », *J. Mater. Sci.*, vol. 41, n° 2, p. 471- 478, janv. 2006.
- [14] P. Zieba, « Committee of Metallurgie, Archives of Metallurgy », in *Committee of Metallurgie, Archives of Metallurgy*, Polish Academy of Sciences., 1991, p. 655- 662.
- [15] J. Chakrabarti, Y. Peng, et D. E. Laughlin, « Precipitation In Al-Mg-Si Alloys with Cu Additions and the Role of the Q' and Related Phases », *Mater. Sci. Forum*, 2002.
- [16] A. Zaoui, A. Pineau, et D. François, « Comportement mécanique des matériaux, Tome: Elasticité et Plasticité, Ed », *Hermes*, 2000.
- [17] E. Sarrazin, « Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium », Doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.
- [18] M. BOUABDALLAH, *Microstructure et Propriétés aux Interfaces Métalliques*. 2004.
- [19] Z. C.Y et Z. AM, « THE PERKIN-ELMER 1020-SERIES THERMAL-ANALYSIS SYSTEM », *Thermochim. Acta*, vol. 276, p. 161- 174, 1996.
- [20] S. . Ringer, S. . Caralrer, et I. . Polmear, *Scr. Mater.*, vol. 39, p. 1955, 1998.
- [21] R. BADJI, « Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205 », Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique Alger, Paris 13, Alger, 2008.
- [22] M. J. Starink et A.-M. Zahra, « An analysis method for nucleation and growth controlled reactions at constant heating rate », *Thermochim. Acta*, vol. 292, n° 1-2, p. 159- 168, mai 1997.
- [23] H. CHENITI, « Alliage à Mémoire de Forme type Cu-Al-Ni », Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2010.
- [24] N. Kherrouba, « Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205 », Magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2006.
- [25] L. B. Ber, « Accelerated artificial ageing regimes of commercial aluminium alloys. II: Al-Cu, Al-Zn-Mg-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu) alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 280, n° 1, p. 91- 96, mars 2000.
- [26] M. Stipcich, A. Cuniberti, et V. Nosedo Grau, « Electrical resistometry study of an AlMgSi alloy under artificial aging », *J. Alloys Compd.*, vol. 542, p. 248- 252, nov. 2012.

Références Bibliographiques

- [27] S. Esmaeili et D. J. Lloyd, « Modeling of precipitation hardening in pre-aged AlMgSi(Cu) alloys », *Acta Mater.*, vol. 53, n° 20, p. 5257- 5271, déc. 2005.