

# REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE  
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FRERES MENTOURI- CONSTANTINE 1  
FACULTE DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :33/D3C/2018  
Série :02/phy/2018

THESE

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat-LMD

**En Physique**

Spécialité : **Physique des matériaux et applications**

**THEME**

**Etude des réactions de précipitation continue  
et des propriétés mécaniques des alliages à base  
d'aluminium.**

**AMRANE CHAHIRA**

Soutenue le : 24/04/2018

Devant le jury :

Président :	M. BOUCHEAR	Prof.	Université Frères Mentouri-Constantine 1
Rapporteur :	D. HAMANA	Prof.	Université Frères Mentouri-Constantine 1
Examineurs :	S. BELHAS	Prof.	Université Hadj Lakhdar-Batna 1
	A. BOUTEFNOUCHET	Prof.	Université Badji Mokhtar-Annaba
	L. HADJADJ	Prof.	Université Frères Mentouri-Constantine 1

## Remerciements

*J'ai eu l'opportunité de pouvoir travailler pendant cinq ans en tant que doctorante au sein de l'unité de recherche « sciences des matériaux et applications » (URSMA) à l'université des Frères Mentouri (Constantine 1). Bien sûr les difficultés ont été présentes mais toutes ont été surmontées avec persévérance et si l'opportunité se présente de poursuivre un sujet je sais d'avance que de la persévérance il en faudra !*

*Mes sincères remerciements s'adressent chaleureusement en premier lieu à mon directeur de thèse **Pr. Djamel Hamana** « Directeur de l'ENPC » pour m'avoir fait l'honneur de m'accepter en thèse, pour m'avoir permis de faire un tout petit pas dans le monde de la recherche scientifique et de m'avoir permis de se familiariser avec la métallurgie. Merci pour votre temps, pour votre confiance et pour votre patience.*

*Je tiens à remercier Monsieur Boucheur Merzoug, professeur de l'université des Frères Mentouri (Constantine 1), pour avoir accepté de présider le jury, malgré ses nombreuses obligations. Mes remerciements vont également à Madame Belhas Saida, professeur de l'université de Batna 1, à Monsieur Abdelatif Boutefnouchet, Professeur de l'université d'Annaba, et à Monsieur Hadjadj Lakhdar, professeur de l'université de Constantine 1, qui ont accepté de lire ce manuscrit, d'évaluer ce travail et de participer au jury de ma thèse.*

*Que Mr. Igor S. Golovin professeur à l'université nationale de la science et de la recherche (MISIS) à Moscou et ses collaborateurs soient remerciés pour leur aide dans la réalisation de manipulations expérimentales complémentaires.*

*Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance et à remercier tous mes collègues de recherche à l'URSMA et à l'ENPC pour la qualité de leurs conseils et pour leur disponibilité.*

*Plus précisément, je remercie :*

- *Mr. Hayoune Abdelali, Mme. Azizi Assia, Mme. Amieur Leïla, M<sup>elle</sup> Boumaza Leïla, Mme. Belamri Zahira et M<sup>elle</sup> Chetibi Loubna pour l'exécution des manipulations expérimentales par : MEB, DRX, DSC, Dilatométrie et DMA.*

*Durant ma thèse, j'ai eu l'opportunité de travailler aussi pendant deux mois et demi en tant que stagiaire au sein des instituts ICS et IPCSM au CNRS de Strasbourg. Je tiens à remercier Mr. Christian Gauthier professeur de l'université de Strasbourg (Directeur de l'ICS) et Mme. Anne Rubin maître de conférences à l'université de Strasbourg pour m'avoir accueilli au laboratoire PMTP. Ce stage a nécessité tout au long de sa durée l'aide du soutien de plusieurs personnes, je remercie les membres de l'équipe qui étaient des gens dont l'humanisme m'a beaucoup plu.*

*Plus précisément, je tiens à remercier sincèrement :*

- *Mr. Damien Favier, Mr. Jacques Faerber et Mr. Dris Ihiawakrim ; les personnes que j'ai beaucoup dérangées avec mes questions, mais ils étaient toujours présents pour éviter les ambiguïtés ; merci aussi pour leur soutien technique, pour leurs suggestions et pour leur gentillesse.*
- *Mr. Athmane Boulaoued pour ces encouragements, pour ces conseils avisés et pour son aide.*

*Encore une dernière fois, merci à tous.*

*Ce travail de thèse c'est déroulé comme je le souhaite. Je suis ravie d'avoir pu effleurer un niveau aussi poussé de perfection dans le domaine des sciences. J'espère en profiter encore.*

# SOMMAIRE

<b>Introduction Générale .....</b>	<b>1</b>
------------------------------------	----------

## **Chapitre I : Synthèse bibliographique et position de l'étude des alliages Al-Mg par frottement intérieur**

<b>I-1. La métallurgie physique des alliages Al-Mg .....</b>	<b>4</b>
I-1.1. Diagramme d'équilibre et structure du système Al-Mg .....	5
<b>I-2. La précipitation continue dans les alliages Al-Mg .....</b>	<b>7</b>
I-2.1. Séquence de la précipitation continue .....	7
<b>I-2.2. Phases Constitutives dans les alliages Al-Mg .....</b>	<b>12</b>
I-2.2.1. Les zones de Guiner-Preston (zones GP) .....	12
I-2.2.2. La phase $\beta''$ .....	14
I-2.2.3. La phase $\beta'$ .....	15
I-2.2.4. La phase $\beta$ .....	17
<b>I-3. Mécanisme de Durcissement .....</b>	<b>19</b>
<b>I-4. Effet des dislocations sur la précipitation .....</b>	<b>20</b>
<b>I-5. Effet de la microstructure sur la dureté et la ductilité .....</b>	<b>20</b>
<b>I-6. Désignation des états métallurgiques .....</b>	<b>22</b>
<b>I-7. Différentes étapes d'un traitement thermique dans les alliages Al-Mg .....</b>	<b>23</b>
I-7.1. Mise en solution .....	23
I-7.2. Trempe .....	23
I-7.3. Maturation .....	24
I-7.4. Revenu .....	24

## **Chapitre II : Théorie du frottement intérieur**

<b>II-1. Définition du frottement intérieur .....</b>	<b>25</b>
<b>II-2. Effet des défauts sur les propriétés mécaniques .....</b>	<b>26</b>
II-2.1. Mouvement à longue distance des dislocations : déformation plastique .....	27
II-2.2. Frottement intérieur lié à une dislocation ancrée .....	27

II-2.3. Frottement intérieur lié à un mouvement de défauts ponctuels : cas de la relaxation de Snoek .....	28
<b>II-3. Principales sources du frottement intérieur</b> .....	30
<b>II-4. Le frottement intérieur et la précipitation</b> .....	30
<b>II-5. Mesure du frottement intérieur</b> .....	31
<b>II-6. L'activation thermique</b> .....	31
<b>II-7. Principales études sur les alliages du système Al-Mg</b> .....	33

## **Chapitre III : Méthodes expérimentales et matériaux étudiés**

<b>III-1. Matériaux étudiés</b> .....	38
III-1.1. Choix des alliages.....	38
III-1.2. Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués.....	38
<b>III-2. Préparation des échantillons</b> .....	39
III-2.1. Echantillons pour microscopie optique et électronique à balayage (MEB, EBSD)	39
III-2.1.1. Tronçonnage et polissage .....	39
III-2.1.2. Attaque chimique .....	40
III-2.2. Echantillons pour la microscopie électronique à transmission (MET) .....	40
III-2.3. Echantillons pour caractérisation mécanique (frottement intérieur, microdureté, traction) .....	42
III-2.4. Echantillons pour DSC et dilatométrie.....	42
<b>III-3. L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)</b> .....	42
<b>III-4. L'analyse dilatométrique différentielle</b> .....	43
<b>III-5. Caractérisation mécanique</b> .....	44
III-5.1. La microdureté Vickers (HV) .....	44
III-5.2. La traction .....	46
III-5.3. L'analyseur mécanique dynamique (spectroscopie mécanique) .....	48
<b>III-6. Caractérisation structurale</b> .....	51
III-6.1. Diffraction des rayons X .....	51
III-6.2. La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) .....	53
<b>III-7. Caractérisation microstructurale</b> .....	55
III-7.1. La Microscopie optique.....	55
III-7.2. La Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	56
III-7.3. La Microscopie électronique à transmission (MET) et diffraction d'aire sélectionnée des électrons (SAED) .....	57

## Chapitre IV : Résultats expérimentaux & Discussion

<b>IV-1. Cas de l'alliage Al-12 % Mg</b> .....	58
IV-1.1. L'analyse par spectroscopie mécanique .....	58
IV-1.2. L'analyse dilatométrique différentielle .....	63
IV-1.3. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	69
IV-1.4. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté .....	72
IV-1.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	73
IV-1.6. Analyse micrographique par microscopie optique (MO) .....	80
IV-1.7. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) .....	82
IV-1.8. Morphologie des précipités basée sur la microscopie électronique à transmission (MET) .....	91
IV-1.9. Synthèse et discussion .....	93
<b>IV.2. Cas de l'alliage Al-10% Mg</b> .....	<b>94</b>
IV-2.1. analyse dilatométrique différentielle .....	94
IV-2.2. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté .....	99
IV-2.3. Comportement mécanique basé sur l'essai de traction .....	100
IV-2.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	104
IV-2.5. Analyse micrographique par microscopie optique (MO) .....	107
IV-2.6. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) .....	109
IV-2.7. Mesure des orientations locales basée sur l'EBSD .....	110
IV-2.5. Synthèse et discussion .....	115
<b>IV.3. Cas de l'alliage Al-8% Mg</b> .....	<b>116</b>
IV-3.1. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté.....	116
IV-3.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	117
IV-3.3. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) .....	119
IV-3.4. Morphologie des précipités basée sur la microscopie électronique à transmission (MET) .....	123
IV-3.5. Synthèse et discussion .....	124
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>125</b>
<b>Références</b> .....	<b>127</b>

# **Introduction générale**

**Introduction générale :**

Les alliages métalliques binaires sont des matériaux dont l'utilisation s'est le plus développée depuis de nombreuses années. Lors des traitements thermiques spécifiques, diverses transformations de phases se produisent dans ces alliages notamment la précipitation. La compréhension de ces phénomènes est très compliquée car les mécanismes et les cinétiques de ses transformations ne sont pas dus à un seul facteur mais résultent de causes diverses internes et externes; ce qui se reflète dans le nombre important des travaux publiés sur ce sujet.

Les industriels s'intéressent à l'élaboration et la caractérisation des alliages résistants, légers et bon marché, et beaucoup plus aux alliages à base d'aluminium qui sont de plus en plus courants dans le monde entier. Ils trouvent une utilisation accrue dans une variété d'applications telles que la haute technologie de l'industrie aérospatiale, maritime et de la construction au ménage quotidien (utilisation des feuilles d'aluminium).

La raison de l'intérêt pour ce système d'alliages qui subissent les transitions de phases par précipitation est que les grandes améliorations de leurs propriétés mécaniques peuvent être obtenues par des traitements de mise en solution et des vieillissements convenables. Cela est illustré pour plusieurs alliages du système Al-Mg.

Les propriétés mécaniques de ces alliages sont liées à la morphologie et au degré de dispersion des phases qui les constituent. Plusieurs travaux ont, en effet, montré le rôle essentiel joué par les interphases entre les différentes phases en présence, dans les variations des propriétés mécaniques observées. La création de structures hétérogènes étant ainsi souhaitée, la compréhension des divers aspects des transformations de phases devient donc nécessaire pour la technologie des matériaux métalliques.

La précipitation des phases riches en magnésium à partir d'une matrice sursaturée est un processus complexe. Il a été établi que dans l'alliage Al-12% mass. Mg chaque phase qui apparaît pendant la décomposition de la solution solide sursaturée, ne contribue pas directement à la formation de la phase suivante de la séquence de précipitation (zones GP, phases métastables  $\beta''$  et  $\beta'$  et la phase d'équilibre  $\beta$ ).

Lorsque l'alliage est trempé rapidement, le soluté n'est pas immédiatement capable de diffuser hors de la phase  $\alpha$  et l'alliage est sursaturé. D'autre part, il y a une sursaturation des lacunes. Ces lacunes en excès existent parce que la trempe maintient la concentration

des lacunes formées à la température d'homogénéisation. Ces lacunes accélèrent beaucoup la précipitation à des températures auxquelles il y aurait normalement de faibles vitesses de diffusion. Cependant, même avec les lacunes en excès la précipitation à température ambiante est trop lente pour être commercialement acceptable. Alors que le vieillissement à haute température réduit le temps exigé pour la transformation de phase, lui assurant ainsi la viabilité commerciale ; il résulte aussi en une baisse de fraction de deuxième phase qui peut précipiter.

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. La température de vieillissement peut favoriser la précipitation des nouvelles phases qui appauvrissent la solution solide sursaturée et de ce fait 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.

Les alliages vieillis possédant une dispersion élevée des phases constituantes ont trouvé une grande utilisation dans divers domaines technologique. En utilisant différents types de traitements thermiques et thermomécaniques, on peut obtenir un large spectre des propriétés mécaniques, magnétiques, électriques et une haute résistance mécanique à chaud. Pour des conditions d'emploi données, le traitement thermique des alliages nécessite une connaissance parfaite des cinétiques de précipitation et des variations de propriété mécanique qu'elles entraînent.

Plusieurs outils utilisés par la technologie travaillent sous l'action de contraintes dynamiques. Ces contraintes peuvent changer le degré de stabilité des états métastables et des structures qui prennent naissance lors du traitement thermomécanique. Donc, l'étude des particularités de la cinétique de précipitation des solutions solides sursaturées sous l'influence des contraintes externes statiques et dynamiques est d'une grande importance pour la théorie des transformations de phases et pour la métallurgie pratique et peut être considérée comme un sujet d'actualité.

Notre objectif dans cette thèse est l'étude des phénomènes de précipitation continue ainsi que la structure et les caractéristiques physiques et mécaniques des produits des

différentes réactions dans les alliages du système Al-Mg, au cours de différents traitements thermiques et thermomécaniques.

Ce manuscrit est présenté comme suit :

Le premier chapitre est un rappel bibliographique sur les alliages du système Al-Mg ainsi que la cinétique de la précipitation continue dans ce type d'alliage et les différentes phases constitutives.

Dans le deuxième chapitre on se focalise sur la théorie du frottement intérieur et sa relation avec la cinétique de la précipitation dans les alliages à base d'aluminium dont on expose les principales études réalisées.

Dans le troisième chapitre nous présentons les matériaux étudiés et les méthodes expérimentales utilisées pour les caractériser et les analyser. Nous rappelons les bases théoriques des techniques non-usuelles, et pour les techniques standards, nous nous limiterons à détailler la préparation des échantillons. Les protocoles de préparations des échantillons et les procédures des traitements sont aussi présentés.

Ce travail a fait l'objet du quatrième et plus long chapitre représentant plus de 50 % de ce manuscrit. Dans ce chapitre, sont présentés les résultats obtenus sur trois alliages qui ont fait l'objet de cette thèse. Les études sont menées dans un même état d'esprit et sont présentés chacune dans une partie suivant un même schéma clôturé par une synthèse et discussion.

Finalement la conclusion générale ainsi que les perspectives issues de ce travail seront données.

---

*Chapitre*

**I**

**Synthèse bibliographique  
et position de l'étude  
des alliages Al-Mg par  
frottement intérieur**

### **I-1. La métallurgie physique des alliages Al-Mg :**

L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce aux propriétés particulières qu'il présente.

Lors de sa fusion, il est possible d'améliorer les propriétés de l'aluminium non allié (pur), ayant des propriétés mécaniques très réduites, en ajoutant des éléments tels que le Mg qui modifient plus ou moins profondément la microstructure. Cet élément entre en solution solide ou formant des précipités qui entraînent des compositions d'alliages industriels. Les alliages formés possèdent une résistance mécanique moyenne. Ils sont utilisés dans le domaine de placage, lorsqu'avec l'aluminium il s'avère difficile. Ils sont faciles à polir et conservent longtemps leur poli à cause de la haute résistance chimique. L'avantage des alliages d'aluminium est qu'ils permettent d'avoir une bonne résistance mécanique tout en conservant une faible masse volumique.

Les alliages d'aluminium de la série 5XXX, dans lesquels l'élément d'alliage primaire est le magnésium, sont généralement classés comme étant des alliages d'aluminium non traitables thermiquement [1]. Contrairement aux alliages thermo-rétractables tels que les séries 2XXX, 6XXX et 7XXX, dans lesquelles un niveau désiré de résistance mécanique est obtenu par des traitements thermiques visant au durcissement par précipitation ; la résistance des alliages d'Al-Mg est assurée principalement par le renforcement de la solution solide, le durcissement à dispersion et/ ou l'écrouissage [1-2]. Bien qu'une grande partie de la résistance soit effectivement réalisée grâce à un renforcement de la solution solide avec du Mg et à l'écrouissage, ce système particulier d'alliage peut effectivement former plusieurs phases de précipitations distinctes et devrait donc être classé comme pouvant être traité thermiquement. La description et la classification de ce système souvent mentionnées dans les manuels scolaires et la littérature sont vagues et nécessitent des précisions supplémentaires. La dernière version du manuel ASM indique que ce système d'alliage devient thermo-thérapeutique lorsque la teneur en magnésium est supérieure à 7% en poids [3]. Cela correspond à d'autres études [4-7]. Cependant, le type de phases précipitées dépend fortement de la chimie de l'alliage et des conditions de traitement thermique et nécessite donc une attention accrue.

Ces alliages sont fortement utilisés dans l'industrie suivant leur teneur en magnésium, ils peuvent être classés d'après leurs propriétés mécaniques [8]:

- a- faible teneur en magnésium (1.5 et 2.5 %) : alliages très ductiles, s'emboutissent très facilement, et possèdent une bonne résistance à la corrosion (industrie alimentaire).
- b- Moyenne teneur en magnésium (3 à 5 %) : alliages encore très ductiles avec une meilleure résistance à la corrosion et de bonnes propriétés mécaniques.
- c- Fortes teneurs en magnésium (6 à 8 %) : alliages d'étirage, de profilés, de tubes, de cadres de bicyclettes, par exemple ou de carters d'avion.

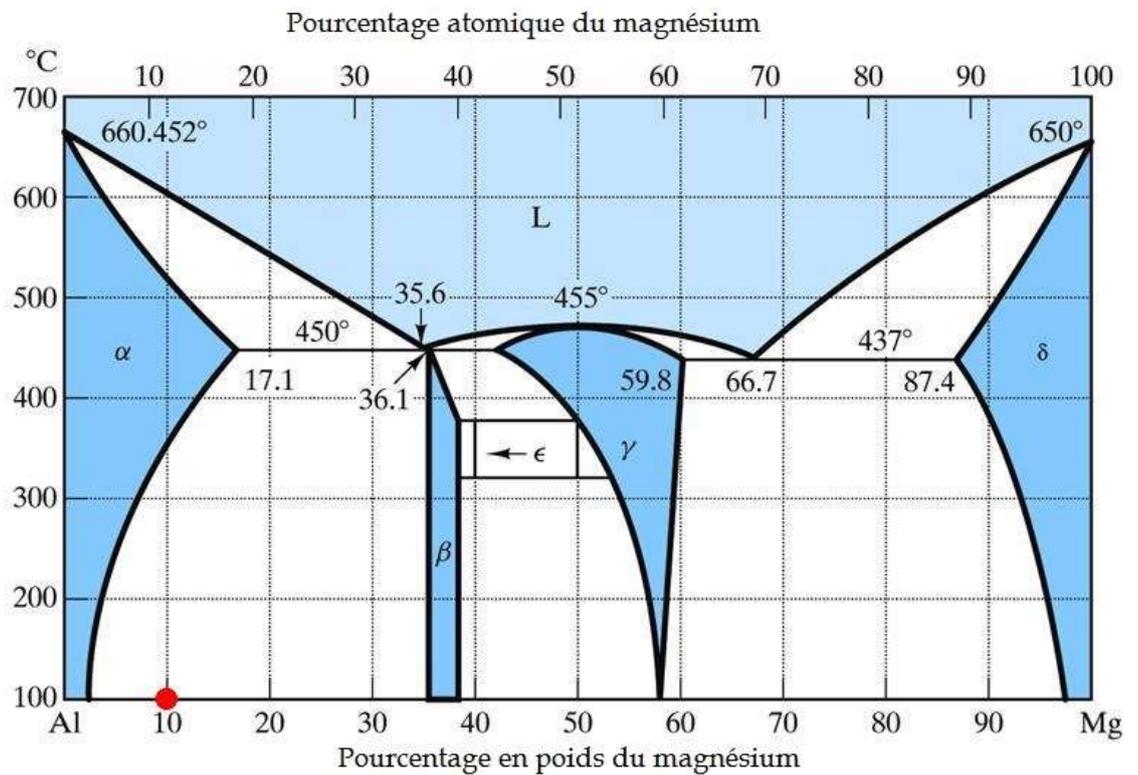
### I-1.1. Diagramme d'équilibre et structure du système Al-Mg :

Les diagrammes de phases sont considérés comme feuilles de route pour les industriels. Les compositions sur lesquelles des phases d'équilibre spécifiques existent en fonction de la température dans les alliages de la série 5XXX peuvent être évaluées par l'examen du diagramme de phase binaire Al-Mg [Fig. I.1] [9]. On a montré que cinq phases solides à l'équilibre existent sous toute la gamme de compositions: i) solution solide d'Al, ii) le composé  $\beta$  intermétallique, iii) le composé linéaire  $\epsilon$ , iv) le composé  $\gamma$ , et v) la solution solide de Mg [10]. On constate qu'il existe une quantité appréciable de solubilité Mg lorsqu'il est présent dans une solution solide d'aluminium.

La structure de ces alliages se compose de la solution solide  $\alpha$  et d'inclusions grossières de particules  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  qui se déposent aux joints de grains en fragilisant l'alliage. C'est pourquoi ces alliages s'emploient après trempe à 430 °C avec refroidissement à l'huile (40 à 50) °C et un séjour à la température de trempe pendant 12 à 20 h, ce qui assure la dissolution des particules  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  dans la solution solide  $\alpha$  et l'obtention après trempe, d'une solution solide homogène [11].

Le diagramme d'équilibre du système Al-Mg présente, pour le côté riche en aluminium, un domaine de solubilité (maximale) limité à 17,1 % de Mg à 450 °C. Dans le domaine à deux phases, cette solution solide est en équilibre avec le précipité  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ). Cette solubilité est relativement élevée par rapport à d'autres éléments d'alliage tels que le germanium, le cuivre, le silicium ou le nickel, bien qu'elle soit nettement inférieure à la solubilité solide du zinc. La gamme de composition de la phase  $\beta$  est très étroite, elle commence à 36,1 et se termine à 37,8 % en poids de Mg. La stœchiométrie du composé  $\beta$  est  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  et se produit sur la plage de température (à laquelle cette phase est stable) entre 0 et 450 °C. La composition du composé de ligne  $\epsilon$  est de 39 % en poids de Mg et cette phase est stable à des températures élevées entre 320-370 °C. A 450 °C la composition de  $\gamma$  est dans la plage 42 et 58 % en poids, ce qui se rétrécit avec une température décroissante (par exemple 53-

57,5 % en poids à 300 °C). Il a été rapporté qu'une composition stœchiométrique de la phase  $\gamma$  peut être  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  (44,0 % en poids d'Al) [10, 12-13]. La solubilité solide maximale de l'aluminium dans (Mg) est de 12,9 % en poids à 437 °C, et elle peut être réduite par addition de zinc; cependant, cela augmente la résistance de l'alliage car le nombre de précipités augmente pendant le vieillissement [14]. Mis à part les phases d'équilibre principales évidentes représentées dans le diagramme de phase et décrites ci-dessus, il faut attirer l'attention sur la ligne d'équilibre, en séparant le champ de phase  $\alpha$ -aluminium et la région aluminium-magnésium biphasée. La pente de la ligne d'équilibre a une courbure positive, qui est révélatrice d'un système d'alliages pouvant subir des précipitations.



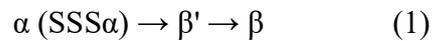
**Figure I.1.** Diagramme d'équilibre du système Al-Mg

## I-2. La précipitation continue dans les alliages Al-Mg :

Le comportement de la précipitation des alliages Al-Mg a fait l'objet de nombreuses études de recherche visant à étudier la manière dont les phases stables et métastables germent et croissent à partir d'une solution solide sursaturée. Les sections suivantes tentent d'examiner ce sujet en ce qui concerne la théorie de la germination, la structure cristalline, la cinétique et la caractérisation de telles phases.

### I-2.1. Séquence de la précipitation continue :

Kelly et al. [15] ont été parmi les premiers à proposer une séquence de décomposition d'une solution solide sursaturée Al-Mg:



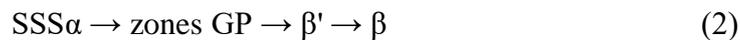
Où :

SSS $\alpha$  : est la solution solide sursaturée  $\alpha$ .

$\beta'$  : est la phase semi-cohérente métastable.

$\beta$  : est la phase incohérente stable.

Dans cette séquence de précipitation proposée, l'alliage est chauffé à haute température et maintenu dans le domaine de la solution solide sursaturée monophasée (pour une période de temps déterminée puis refroidit rapidement). Il a été suggéré que deux phases précipitées peuvent se former: i) la phase  $\beta'$  intermédiaire et ii) la phase  $\beta$  d'équilibre ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ). Les deux phases ont une composition similaire mais ne diffèrent que par la structure cristalline. Plus tard, le travail de Pollard [9] a montré que la séquence de précipitation impliquait la formation de zones Guinier-Preston (zones GP) et, par conséquent, il proposait une séquence modifiée:

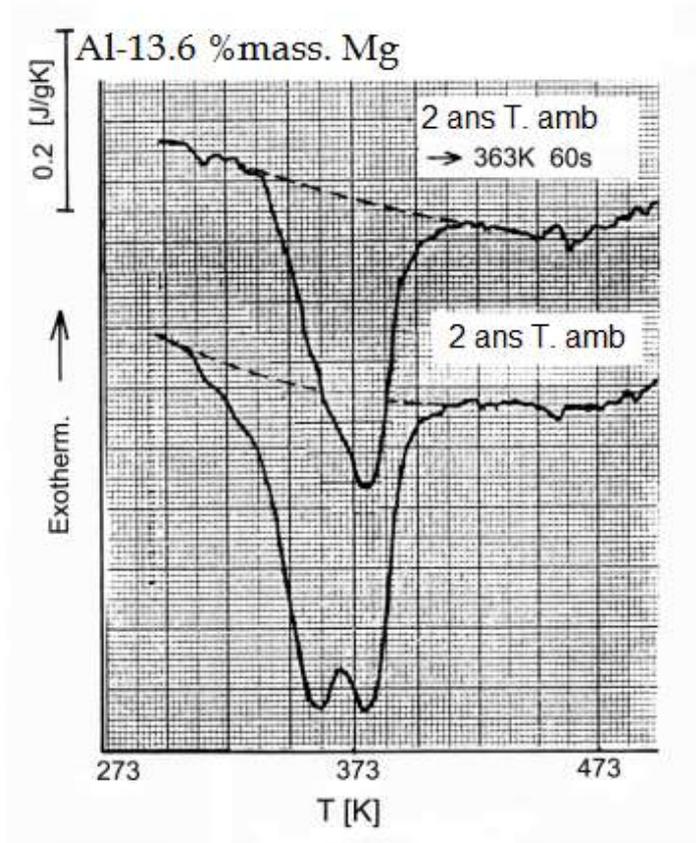


Où :

Zones GP : sont les zones de Guiner-Preston

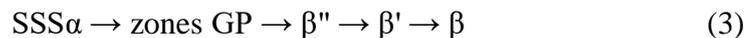
Cette conclusion était basée sur un essai de traction dans lequel il a été trouvé qu'en appliquant un traitement de vieillissement au-dessus de 50 °C à l'alliage vieilli

naturellement, il était possible de retomber sur les propriétés de traction à l'état de trempe. Pollard a expliqué ses résultats par la formation des zones GP pendant le vieillissement naturel qui a pour effet d'augmenter les propriétés de traction. Le traitement thermique appliqué au-dessus de 50 °C aux échantillons vieillis naturellement a entraîné la dissolution des zones GP et a ainsi entraîné la réversion des propriétés de traction. Komarova et al. [16] a signalé qu'il existe un deuxième type de zones GP qui peuvent se former. En se référant à ces précipités métastables comme zones GP2 (autrement appelées la phase  $\beta''$ ), Komarova a montré, en utilisant des techniques de caractérisation par microscopie électronique à transmission (MET), que ces précipités se forment à la suite du vieillissement naturel seulement après une longue période. La transition des zones GP aux zones GP2 a été observée expérimentalement et les conclusions qui en découlent reposaient sur des mesures de résistance électrique [17]. Une augmentation rapide de la résistivité pendant les premières minutes après trempe a été notée et correspond à la formation des zones GP (grappes d'atomes de soluté), puis une résistivité décélétratrice subséquente a été observée lors d'un vieillissement supplémentaire correspondant à la transformation des zones GP en phase  $\beta''$ . Ces résultats ont ensuite été corroborés par Osamura et Ogura [18] où des tendances similaires de la résistivité ont été signalées lors du vieillissement des alliages à basse température (23-43 °C). En plus des mesures de résistance électrique, Osamura et Ogura ont également montré, par l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), une scission en deux pics endothermiques dans un alliage Al 13,6% en poids de Mg qui a été vieilli pendant une longue période à température ambiante (Fig. I.2). Ces observations ont suggéré l'existence d'une structure double consistant en deux phases métastables possédant des zones GP lentes à la cinétique de transformation  $\beta''$  (2 ans de vieillissement naturel).



**Figure I.2.** Thermogrammes de DSC illustrant l'existence d'une structure à double phase pendant le vieillissement naturel [18].

L'aboutissement de ces efforts de recherche et les résultats probants par d'autres chercheurs dans ce domaine [19-23] ont donné la séquence de décomposition suivante qui est communément rapportée dans la littérature publiée :



Où :

$\beta''$  : appelée aussi zones GP2.

Une interprétation plus approfondie de cette séquence de précipitation peut être faite par l'examen d'un diagramme de phase Al-Mg modifié qui affiche les températures d'équilibre pour les précipités métastables et stables construits par Nozato et Ishihara [20]. La plage de température sur laquelle se situent les phases de Guinier-Preston (zones GP) et  $\beta''$  se situe entre 0 et 45 °C, avec leur dissolution entre 50 et 100 °C.

Une augmentation de la température de l'alliage Al-13.6 % mass. Mg de 100 °C à 200 °C marque la formation de la phase  $\beta'$  suivie de la formation de la phase stable  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) dans la plage de 250-300 °C [23].

Se basant sur des essais calorimétriques, la dissolution de la phase  $\beta$  a débuté à environ 430 °C, ce qui est cohérent car cette température est proche de la température d'isotherme de transformation de phase dans la figure I.1. [19, 23].

Il existe deux types de précipitation : discontinue et continue. Nous nous intéressons à cette dernière qui est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment jusqu'à sa valeur d'équilibre. Au cours de la décomposition de la solution solide sursaturée, le paramètre de réseau varie alors de façon continue.

La précipitation peut être généralement décrite par la succession de trois étapes: germination, croissance et coalescence. Pendant la germination une augmentation du nombre de précipités a lieu du fait d'une sursaturation importante de la solution solide. Lorsque la barrière de germination devient élevée, la germination s'arrête et les précipités existants vont croître. Pendant cette étape de croissance, le rayon des particules créées lors de la germination augmente, alors que le nombre de précipités reste constant. Enfin, lorsque la sursaturation s'approche de zéro, la seule force motrice qui permet au système d'évoluer est la diminution de la surface totale des précipités. Ce mécanisme se traduit par la croissance des plus gros précipités aux dépens des plus petits: c'est la coalescence. Elle se traduit par une diminution du nombre de précipités. En réalité, ces trois étapes peuvent intervenir simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation. Pour cela, il existe plusieurs méthodes qui permettent de simuler ces cinétiques, à différentes échelles. Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut passer par les trois étapes suivantes:

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

- **deuxièmement** : une trempe rapide pour obtenir une seule phase hors équilibre. Elle est dite solution solide sursaturée, puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre à cette température; en plus une autre sursaturation en lacunes peut être provoquée.

- **troisièmement** : un vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases. Il existe deux approches qui permettent de décrire la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée : la décomposition spinodale et la théorie classique de la germination et de la croissance.

Après avoir établi la présence de phases précipitées distinctes, les chercheurs se sont tournés vers l'étude de la théorie derrière ces événements de précipitation. Il a été signalé que les zones GP germent de manière homogène à partir de la solution solide sursaturée, alors que la germination hétérogène a lieu pour le cas de précipitation des phases  $\beta''$ ,  $\beta'$  et  $\beta$  [24]. Par conséquent, la germination homogène et hétérogène de la deuxième phase peut avoir lieu dans les alliages d'aluminium-magnésium, bien qu'il ait été indiqué que dans la majorité des cas, la germination est de nature hétérogène [11]. Les transformations de phase qui se produisent à l'état solide sont décrites dans la littérature comme des transformations de précipitation diffusives, qui peuvent être représentées par la réaction suivante:



$\alpha$  est la solution solide sursaturée, tandis que  $\alpha'$  est la solution solide plus stable (qui a la même structure cristalline que  $\alpha$ ) et  $\beta'$  est un précipité métastable ou stable. Étant donné que la force motrice pour la germination homogène est liée au degré de surfusion, la trempe rapide de la solution solide sursaturée entraînerait une germination homogène, qui est également aidée par la présence des lacunes figées après trempe [25-27]. La caractérisation de la germination homogène est le nombre élevé, mais à l'échelle de petite taille, des zones GP. Les premières tentatives d'étude et de détection des zones GP étaient brutes puisque les instruments de caractérisation utilisés étaient moins développés. La précipitation des phases  $\beta$  et  $\beta'$  est habituellement de nature hétérogène et se produit sur des défauts tels que des points triples, des interfaces intermétalliques / matricielles, des joints de grains, des dislocations, des inclusions et des excès des lacunes [27-29]. La germination sur ces défauts se produit puisque l'énergie d'activation est réduite.

## **I-2.2. Phases Constitutives dans les alliages Al-Mg :**

Après une remise en solution totale des atomes de soluté, l'alliage est trempé pour empêcher la décomposition de la solution en précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en éléments d'alliage et en lacunes. Les phases constitutives formées dans les alliages Al-Mg ont été largement étudiées par de nombreux auteurs essayant d'identifier et de caractériser leur morphologie, leur structure cristalline et leur cinétique. De nombreuses techniques telles que la diffusion des rayons X [30-31], la diffusion des neutrons [32], la microscopie électronique [33-36], les mesures par ultrasons [37-38], l'analyse calorimétrique [4, 20, 23, 24, 36, 39], et des mesures de résistance électrique [5, 18, 31] ont été utilisées pour construire un «modèle» de ces phases.

### **I-2.2.1. Les zones de Guiner-Preston (zones GP) :**

Le premier stade de la précipitation dans les alliages Al-Mg correspond à la formation des zones G.P., appelé aussi stade de pré-précipitation. Les zones G.P. qui se forment dans les alliages binaires sont de petits domaines enrichis en atomes de soluté. Elles provoquent souvent des distorsions dans le réseau cristallin de la matrice [40]. On qualifie la formation des zones G.P. de pré-précipitation au lieu de précipitation à cause du fait que les rassemblements d'atomes que représente les zones G.P., n'ont pas une structure cristalline avec une périodicité à trois dimensions bien définie. Elles sont cohérentes avec la matrice, ce qui les favorise lors de la germination avec une interface totalement cohérente à faible énergie; cependant, du fait que les atomes de magnésium aient un rayon plus élevé que celui des atomes d'aluminium, ce rassemblement provoquera un effet de taille positif; ce qui va créer des distorsions dans le réseau soit pour accommoder la différence de volume, soit pour garder la cohérence des zones avec la matrice. Ces distorsions restent la cause principale du durcissement provoqué par les zones G.P.; un durcissement qui vient se superposer à celui dû à la solution solide, car il entrave le mouvement des dislocations, en les soumettant à un champ de contrainte supplémentaire. La forme que peuvent prendre les zones G.P., dépend fortement de l'ampleur de la déformation nécessaire pour garder la cohérence et pour occuper un volume qui est le plus souvent plus grand (effet de taille négatif) ou plus petit (effet de taille positif) [41].

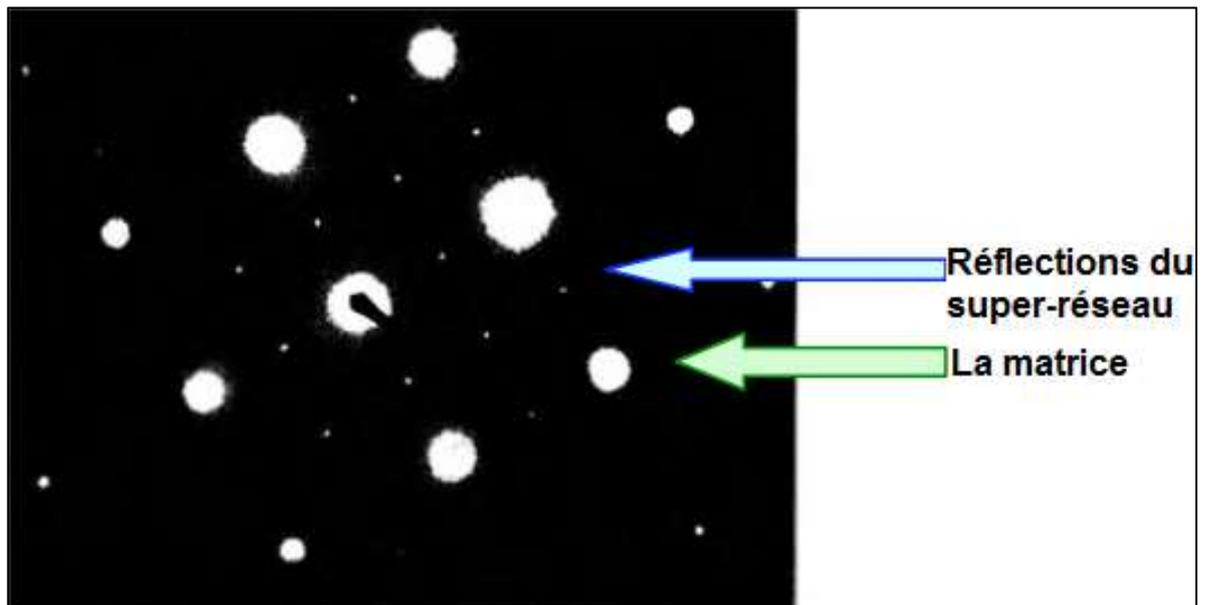
La formation des zones GP se produit à une température relativement basse et leur dissolution est estimée entre 60-100 °C [9, 18, 23, 24, 33, 34]. Il a été souligné que les zones GP apparaissent juste après la trempe et/ ou pendant le vieillissement à basse température (par exemple, la température ambiante). Le développement des zones GP a été étudié par mesure de dureté et par analyse calorimétrique par Nebti et al. [23] ; il a été rapporté que la formation est un processus basé sur la diffusion qui implique le mouvement des atomes de soluté de la matrice vers des zones riches en soluté [33]. Comme la diffusion à basse température semble être lente, l'existence des lacunes facilite le mouvement des atomes de soluté en grappes. Ainsi, la trempe rapide accélère la formation des zones GP puisqu'elle augmente le nombre des lacunes désactivées [23, 33]. Avec un vieillissement supplémentaire, la formation des zones GP ralentit parce que la concentration des lacunes diminue. En outre, leur faible volume pendant le début du vieillissement rend encore plus difficile leur détection dans un diagramme de diffraction. En outre, la faible température de dissolution des zones GP entraîne des difficultés à les analyser [20]. Malgré ces difficultés, il a été établi que les zones GP sont de fines plaques orientées selon les directions  $\langle 100 \rangle$  [18, 34]. Elles contiennent des grappes riches en magnésium avec l'épaisseur de l'ordre d'un ou deux atomes [34, 35]. Les zones GP se forment dans les premiers stades du vieillissement et sont cohérentes avec la matrice [20, 23, 24, 36, 42]. Même si elles ne sont pas visibles dans les études de diffraction électronique à transmission (MET), l'existence des zones GP peut être détectée et confirmée, par exemple, par des tests de dureté ou de résistance électrique [5].

Avec une quantité croissante de magnésium, on a constaté une augmentation des zones GP et l'accélération de la formation de la phase  $\beta$ . En outre, il a été estimé que 9% en poids de magnésium est une quantité critique pour former des zones GP [12, 33], alors que certains auteurs ont suggéré que ce niveau de magnésium est beaucoup plus bas, 4,5% en poids de Mg [20, 43]. Certaines zones GP n'ont pas été trouvées dans les alliages avec 3% en poids de teneur en Mg [44, 45].

**I-2.2.2. La phase  $\beta''$ :**

Certains chercheurs se sont référés à cette phase comme zones GP ordonnées ou zones GP2 [18, 32, 33, 36, 46]. La structure cristalline de la phase  $\beta''$  ordonnée a été confirmée par des analyses MET et des études de diffraction comme étant de type  $L1_2$  [4, 6, 20, 24, 34, 47] dans laquelle les atomes d'aluminium et de magnésium sont alternativement alignés dans une périodicité tridimensionnelle le long des directions  $\langle 100 \rangle$  [36, 48]. Les réflexions du super-réseau de la structure ordonnée sont facilement discernables à partir des réflexions fondamentales de la matrice Al dans le diagramme de diffraction, comme le montre la Figure I.3. Gault et al. [36] ont montré, ce qui était en accord avec le travail d'Osamura et al. [18], que la structure  $\beta''$  est cohérente avec la matrice Al. Cette cohérence a été conclue sur la base de mesures ultrasonores, dans lesquelles il n'y avait aucune différence dans les ondes dispersées à l'interface. La stœchiométrie de  $\beta''$  est  $Al_3Mg$  et la taille de ces précipités (qui sont de forme sphérique) peut atteindre 8-10 nm [18, 34].

Certains auteurs pensent que même les zones G.P. peuvent se former au cours de la trempe [49], ce qui contredit d'autres [50-51] qui affirment qu'elles ne peuvent se former que lors du vieillissement ultérieur.



**Figure I.3.** Modèle de diffraction d'une zone sélectionnée autour de la zone de l'axe [001] d'un alliage Al-Mg possédant la structure ordonnée (la phase  $\beta''$ ) [36].

**I-2.2.3. La phase  $\beta'$ :**

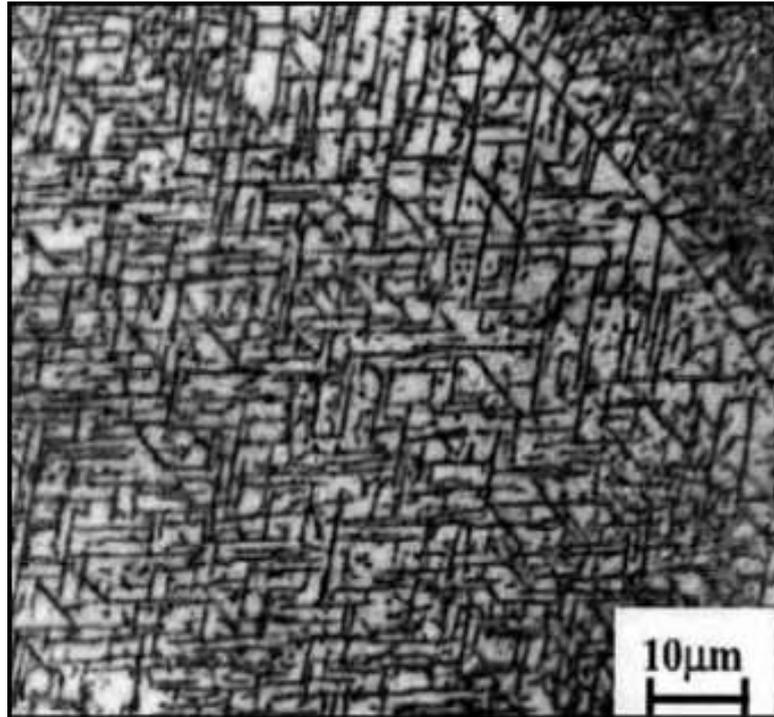
Une élévation de la température de recuit aux environs de 100 °C [52] conduit à la dissolution des zones G.P. et des particules  $\beta''$  permettant ainsi la formation de la phase intermédiaire également métastable  $\beta'$  qui se forme par germination et croissance sur les hétérogénéités structurales, surtout sur celles qui résultent de la condensation des lacunes figées après trempe. La phase  $\beta'$  a une structure cristalline hexagonale avec des paramètres de réseau égaux  $a = 1,002$  nm,  $c = 1,636$  nm [18]. C'est une phase métastable avec une stœchiométrie  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ . Les précipités  $\beta'$  sont de nature semi-cohérente et ont la relation d'orientation suivante avec la matrice:

$$(0001)_{\beta'} // (001)_{\alpha} \text{ et } [01\bar{1}10]_{\beta'} // [110]_{\alpha} \quad (6)$$

Lorsqu'ils sont visualisés et mesurés à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET), l'échelle de la taille des précipités  $\beta'$  peut aller de 10 à 300 nm selon la composition et le traitement thermique appliqué. Plusieurs variantes morphologiques de cette phase ont été mentionnées dans la littérature.

Il a été rapporté que lorsque la phase  $\beta'$  a une forme de tige (forme d'aiguille), elle se trouve le long des directions  $\langle 110 \rangle$  si la précipitation a lieu sur une boucle prismatique [15].

D'autre part, les précipités  $\beta'$  peuvent également se produire sous forme de plaques, qui sont formées sur des plans  $\{110\}$  ou  $\{120\}$ . La phase  $\beta'$  est un précipité de durcissement principal lorsque la teneur en magnésium est supérieure à 7 % en poids et avec qui elle forme une structure de Widmanstätten (figure I.4.) [5, 23, 53, 54]. L'une des caractéristiques de la précipitation de Widmanstätten, rapportée par plusieurs auteurs, est la formation d'une région exempte de précipitation près des joints de grains [5, 7, 9, 55]. En outre, cette précipitation de Widmanstätten n'est pas soumise à une réversion comme dans le cas des zones GP [9].



**Figure I.4.** Structure de Widmanstätten de l'alliage Al-12% mass. Mg qui a été vieilli 50 h à 150 °C [6].

La formation de la phase  $\beta'$  n'est pas toujours bien définie puisqu'il y a eu une certaine dissemblance dans les travaux publiés. Il est convenu que la température de formation de cette phase est comprise entre 100 et 200 °C [23]. En outre, il est évident et prouvé que la phase  $\beta''$  ne se transforme pas en  $\beta'$  et qu'il n'y a pas de dépendance entre ces deux phases puisque  $\beta''$  se dissout au-dessous de 100 °C.

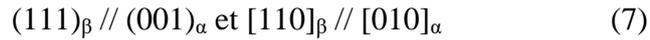
Cependant, certains auteurs affirment [15, 23, 29, 45, 53] que la formation de la phase  $\beta'$  se produit sur des défauts structuraux tels que les dislocations et les lacunes/ les boucles, les joints de sous-grainées, ce qui soutient une hypothèse antérieure de Embury et al. [56]. En accord avec ces résultats, Komarova et al. [54] ont montré qu'avec une augmentation de la déformation plastique, le nombre des particules  $\beta'$  augmente et leur répartition est plus uniforme. Elle a rapporté cela au nombre accru de dislocations, qui peuvent servir comme sites de germination pour cette phase. D'autre part, les résultats d'un travail antérieur (Eikum et al. [26]) ont suggéré que les boucles de dislocations n'ont aucune influence sur la nucléation de la phase  $\beta'$ . Cette théorie s'accorde avec celle des travaux ultérieurs de Starink et Zahra [36]. Se basant sur l'analyse calorimétrique et sur l'étude par la microscopie électronique à transmission (MET), ils ont montré qu'il n'y avait aucune preuve de germination des particules  $\beta'$  sur les structures défectueuses, même si beaucoup d'entre elles ont été détectées (principalement des boucles de dislocations). Cette théorie

peut être davantage soutenue par les résultats de Kaygorodova, qui ont montré que pendant le cycle thermique, la formation et la dissolution des particules  $\beta'$  se produisent, ce qui entraîne le développement d'une structure de dislocation distinctive [29]. Cela pourrait indiquer que la phase  $\beta'$  ne précipite pas sur les défauts structuraux, bien que dans les alliages d'aluminium-magnésium avec des additions supplémentaires d'alliage, il a été constaté que la germination de la phase  $\beta'$  a eu lieu à l'interface matricielle intermétallique-matrice. Ce concept a également été corroboré par d'autres chercheurs [53, 56].

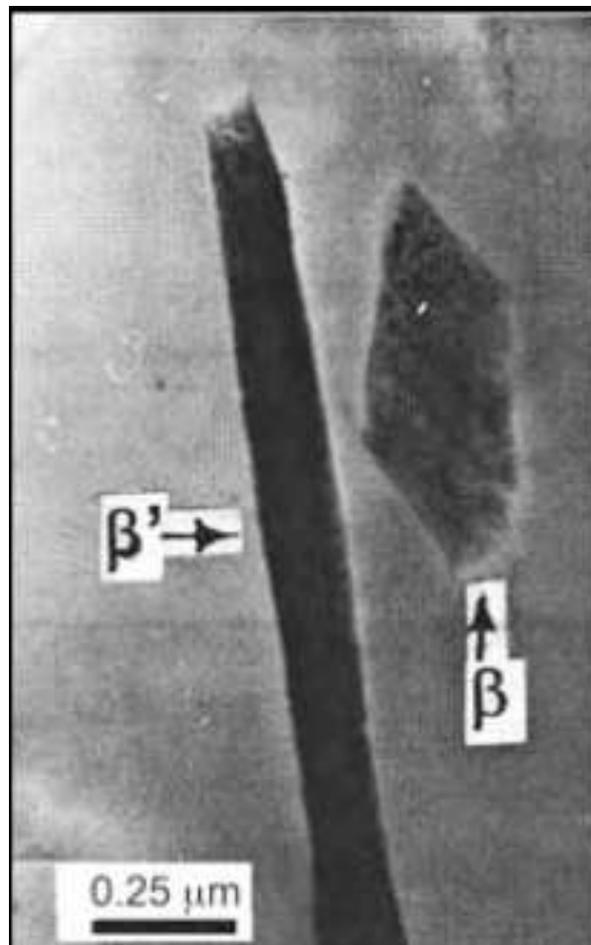
En plus de tous ces résultats, Starink et Zahra dans leur travail ultérieur ont proposé un modèle de formation de la phase  $\beta'$ , qui comporte deux étapes et semble être très acceptable [57]. Maintenant, il a été reconnu que les boucles de dislocations jouent un rôle et ils proposent que la formation de la phase  $\beta'$  dans la première étape pourrait avoir lieu sur les boucles des lacunes car beaucoup sont présents en dessous de 140 °C [58]. Au-dessus de 140 °C, lorsque les lacunes excédentaires disparaissent, la deuxième étape prend progressivement de l'importance car les lacunes accessibles de la région autour de ces premiers précipités diffusent loin des précipités et deviennent disponibles pour une nouvelle germination d'autres précipités [57]. Par conséquent, cette libération des lacunes constitue une étape essentielle du processus auto-catalytique.

#### **I-2.2.4. La phase $\beta$ :**

Selon le diagramme d'équilibre, le refroidissement suffisamment lent des alliages du système Al-Mg permet d'obtenir la phase d'équilibre dite  $\beta$  [59]. Cependant, elle peut aussi apparaître directement lors des vieillissements après trempe pour des températures supérieures ou égales 250 °C, sans passer par les autres phases intermédiaires. En effet la germination de la phase  $\beta$  s'opère de préférence, et en premier lieu, sur les hétérogénéités de structure, en l'occurrence les joints de grains, ce qui provoque une dégradation des propriétés de l'alliage vis-à-vis de la corrosion, surtout lorsque les précipités ont le temps de former un film continu le long du joint. La phase d'équilibre  $\beta$  cristallise suivant une structure CFC complexe avec un paramètre du réseau  $a = 2,824$  nm contenant 1168 atomes [60]. La morphologie de cette phase peut être comme une forme de tige ou en forme de plaque, comme le montre la figure I.5 [23, 37, 45]. La stœchiométrie de cette phase est  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  et elle est incohérente avec la matrice. La relation d'orientation précipité/matrice est comme suit:



C'est la seule phase stable de la séquence de précipitation mentionnée dans la section I.2.1. La taille des particules  $\beta$  varie de quelques nanomètres à environ 250 nm [5]. L'étude de cette phase dans les alliages d'aluminium et de magnésium a commencé en 1936, alors que, à cette époque, la structure cristalline proposée était hexagonale avec le paramètre du réseau  $a = 11,38 \text{ kX}$  et  $c = 17,99 \text{ kX}$  et la composition de  $\text{Mg}_5\text{Al}_8$  [61]. Environ dix ans plus tard, Perlitz [62] en supposant la composition de la phase  $\beta$  comme  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  a proposé une structure cristalline cubique de la phase  $\beta$  avec le paramètre du réseau  $a = 2,822 \text{ nm}$  et une cellule unitaire contenant environ 1166 atomes, ce qui était assez proche des enregistrements actuels. Ces résultats ont été obtenus sur l'alliage Al-38% en poids de Mg. En 1965, Samson [60] a proposé que le nombre d'atomes par unité de cellule soit d'environ 1168 et le paramètre de réseau  $2.28239 \pm 0,0001 \text{ nm}$ .



**Figure I.5.** Micrographie MET représentant la différence de morphologie entre les précipités  $\beta'$  et  $\beta$  [5].

De la revue de la littérature, la formation de la phase  $\beta$  semble moins compliquée par rapport à la phase  $\beta'$ , bien qu'il existe également un désaccord entre les auteurs. La formation de la phase  $\beta$  se déroule au cours des dernières étapes du vieillissement [36, 57, 58]. Il a été rapporté que la phase  $\beta$  se forme d'abord aux points triplets, puis aux joints de grains [28, 36, 46]. Il existe également une preuve de la croissance de la phase  $\beta$  sur l'interface  $\beta'$ /matrice, c'est-à-dire une transformation des particules  $\beta'$  en  $\beta$  pendant le vieillissement [6, 7, 23, 39, 45, 58, 64]. La phase  $\beta$  se développe de manière préférentielle sur les plans d'interface  $\{111\}_\alpha$  et si ces plans sont parallèles au plan du joint de grains, la formation de la phase  $\beta$  est rapide, ce qui aboutit à une couverture entière des joints de grains (film continu). Lorsque l'interface avance les divergences par rapport au plan frontal, la précipitation discontinue de 'la dent de scie' se produit. Par conséquent, non seulement la faiblesse des joints, mais aussi le plan du joint semble être essentiel pour établir la morphologie de la croissance des précipités des joints de grains. La température de la dissolution de la phase  $\beta$  a été estimée à partir des résultats expérimentaux à environ 430-450 °C [10], ce qui est en accord avec le diagramme de phase Al-Mg. Cette découverte s'accorde également avec les résultats de Starink et Zahra de l'analyse DSC. Un pic endothermique à 449,7 °C a été observé, ce qui indique une dissolution de phase [36]. Il est important de mentionner que ce pic n'est pas apparu lors du test d'un alliage d'une teneur en magnésium de 14,5% en poids et qu'il n'a pas été révélé dans des alliages dont la teneur en magnésium est inférieure à 14,5% en poids.

### **I-3. Mécanisme de Durcissement:**

Les propriétés mécaniques des alliages à durcissement structural dépendent de la nature, de la taille et de la répartition des précipités. Elles sont optimales pour un état microstructural bien défini.

Le durcissement de la contrainte se produit lorsque la densité des dislocations augmente avec l'écroutissage appliqué, ce qui entraîne des interactions dislocation-dislocation [1, 2, 64]. Lorsque le durcissement des joints de grains se produit, la force augmente car la densité des joints de grains augmente, ce qui devient une barrière pour le déplacement des dislocations. Ainsi, le nombre de dislocations augmente aux joints de grains et une force supplémentaire est nécessaire pour déplacer la dislocation d'un grain à l'autre.

Le durcissement de la solution solide est un autre type de mécanisme de renforcement, où le durcissement est associé aux atomes de soluté et la façon dont les dislocations efficaces

peuvent être entravées par le champ de contrainte imposé par la présence de ces solutés. Le dernier mécanisme est le durcissement par précipitation. Dans ce processus, le mouvement des dislocations est épinglé par les précipités. Avec une force supplémentaire, les dislocations peuvent les contourner ou les dépasser en fonction de leur échelle de taille, ce qui, dans les deux cas, entraîne une augmentation de la résistance du matériau. Ce type de durcissement exige que soient introduits dans l'alliage des éléments susceptibles d'être mis en solution solide à haute température mais qui sont insolubles ou très faiblement solubles à la température ambiante. Le durcissement est alors obtenu à l'aide d'un traitement thermique ; c'est la raison pour laquelle les alliages correspondants sont appelés « alliages à traitement thermique » [65].

#### **I-4. Effet des dislocations sur la précipitation:**

Itoh *et al.* ont conclu, en se basant sur une étude par microscopie électronique à transmission sur la précipitation dans l'alliage Al-8.3 % mass. Mg, que la germination de la phase  $\beta'$  ne s'est pas produite sur les boucles de dislocations. Au lieu de cela, la germination sur les lacunes en forme de tétraèdre a été observée [66]. Ceci est en accord avec le travail mené par Eikum et Thomas [26]. Cependant, cette vue est en contradiction avec l'étude par microscopie électronique à transmission réalisée par Boucheur *et al.* sur les alliages Al-8,8 et Al-9,9 % mass. Mg dans lesquels  $\beta'$  a précipité autour des boucles de dislocations [45], ce qui est en accord avec le travail effectué par Embury et Nicholson [56].

#### **I-5. Effet de la microstructure sur la dureté et la ductilité:**

Il a été reconnu que lorsque les alliages Al-Mg sont naturellement (à la température ambiante) ou artificiellement (à la température élevée) vieillis, un effet positif est observé avec une augmentation de la résistance [16, 25, 53]. Selon les conditions du traitement de vieillissement imposé, c'est-à-dire la température et le temps, la microstructure peut être modifiée de manière significative. Par exemple, la taille des grains peut augmenter avec des températures et des temps de vieillissement plus élevés, ce qui a un effet négatif sur la résistance en fonction de l'effet Hall Petch. L'échelle de la taille, le type et la morphologie des phases de précipitation, d'autre part, sont également influencés par des conditions de vieillissement qui, à leur tour, ont un effet sur la résistance. La formation des zones GP a

été démontrée pour augmenter la résistance mais diminuer la ductilité [20, 34, 35]. Par exemple, le taux d'élasticité augmente de 200 à 350 MPa dans l'alliage Al-10 % en poids de Mg, tandis que l'allongement diminue de 20 à environ 2 % pendant le vieillissement naturel pendant 3 ans [35].

L'augmentation du rendement et de la force finale et la réduction sévère subséquente de l'allongement sont liées à la formation de la phase  $\beta$ . Lorsque la teneur en magnésium est suffisamment élevée,  $\beta'$  peut former une microstructure de type Widmanstätten [4-7]. Le temps et la température de vieillissement ont un fort effet sur la quantité relative de cette phase. Par exemple, il a été montré que cette structure est présente après vieillissement à 75 °C pendant 1658 jours [9] ou après un temps plus court de 16 jours mais à une température supérieure à 150 °C [7]. La formation de la structure Widmanstätten entraîne habituellement les propriétés de traction les plus élevées. En outre, il a été rapporté que l'augmentation de la quantité de magnésium de 10 % et plus accélère le processus de vieillissement à température ambiante, et donc une plus grande quantité de cette morphologie peut être produite dans un temps plus court [10].

L'influence de la température de vieillissement sur la dureté a été étudiée par Nebti et al. [23]. Ils ont constaté que pour l'alliage Al-12 % Mg la dureté la plus élevée s'est produite lorsqu'il était vieilli à 100 et 150 °C, alors qu'une dureté plus faible était observée lorsqu'il était vieilli à des températures plus élevées. La plage de température entre 100 et 200 °C est la plage dans laquelle  $\beta'$  se forme; Par conséquent, le durcissement est attribué à la formation des particules intermédiaires  $\beta'$  [5, 6, 9, 23].

En outre, il a été démontré qu'avec une augmentation de la teneur en magnésium, la valeur maximale de la dureté est obtenue plus rapidement et qu'il y a une limite dans la quantité de magnésium à laquelle l'augmentation de la dureté peut être observée [6, 44, 46]. Ainsi, les alliages Al-3% Mg [44] et Al-5% Mg [34] n'ont présenté aucun changement de dureté pendant le vieillissement, tandis qu'une dureté maximale a été obtenue pour l'alliage Al-8% Mg. Les différences dans les niveaux de dureté réalisables s'expliquent par une augmentation de la fraction volumique des précipités semi-cohérents et cohérents, qui peuvent interagir avec les dislocations et entraver, efficacement, leur mouvement [44]. En outre, une différence dans la vitesse de refroidissement entraîne des changements de dureté; des valeurs de dureté plus importantes ont été remarquées beaucoup plus tôt dans un alliage à forte vitesse de refroidissement que dans un alliage à lente vitesse de refroidissement. Ceci a été attribué à l'apparition accélérée de particules  $\beta'$  [25, 44]. La

différence de dureté mesurée 24 h après trempe peut même dépasser plus de 30%. En plus de la vitesse de refroidissement, le processus de précipitation peut être accéléré en appliquant une déformation, ce qui entraîne une apparition antérieure de la dureté maximale [53]. La déformation a augmenté le nombre de défauts qui facilitent la germination des particules.

### **I-6. Désignation des états métallurgiques:**

L'état métallurgique d'un alliage, en lien avec ses propriétés mécaniques, résultant de l'application d'un traitement thermique, est représenté par une désignation standard, décrite pour les alliages corroyés dans la norme NF EN 515 [67].

Un traitement thermique est désigné par les lettres suivantes :

F : Tel que fabriqué à chaud

O : Recuit ou recristallisé

H : Ecroui par déformation à froid

T : Traité thermiquement

Les états F et O n'ont pas de subdivision. Les états H et T sont définis de façon plus précise par des chiffres complémentaires.

Subdivision de l'état H:

- Le premier chiffre derrière le symbole H indique le mode d'obtention de la dureté:

H1 par écrouissage

H2 par écrouissage suivi d'un recuit de restauration

H3 par écrouissage suivi d'une stabilisation.

- Le second chiffre indique le niveau de dureté du métal.

2 : Etat 1/4 dur, 4 : Etat 1/2 dur, 6 : Etat 3/4 dur. 8 : Etat dur, 9 : Etat extra dur.

Subdivision de l'état T:

- Le premier chiffre derrière le symbole T précise le type de traitement thermique appliqué:

T1 : Pas de mise en solution, maturation

T2, T6 : Mise en solution, trempe, revenu

T3 : Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation

T4 : Mise en solution, trempe, maturation

T5 : Pas de mise en solution, revenu

T7 : Mise en solution, trempe, sur revenu

T8 : Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu

T9 : Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage [68].

- Parfois, on rencontre derrière ces symboles des chiffres de complément supplémentaires. Ils précisent des variantes ou des combinaisons des traitements avec une opération à froid (p. ex. T41, T61, T651) [69].

## **I-7. Différentes étapes d'un traitement thermique dans les alliages Al-Mg:**

### **I-7.1. Mise en solution:**

L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (ex. Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène. Le tout permettant de bénéficier de la réaction du durcissement par précipitation [70]. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450 °C à 500 °C pour l'aluminium et de 450 °C à 590 °C pour les alliages d'aluminium [71].

### **I-7.2. Trempe:**

Malgré sa très courte durée, la trempe est l'une des opérations les plus cruciales effectuées lors d'un traitement thermique. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est tout d'abord de supprimer la formation de la phase à l'équilibre pendant le refroidissement et de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide ( $\sim 260$  °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce [70].

La trempe consiste en un refroidissement suffisamment rapide de cette solution solide pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. L'état résultant est métastable : c'est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes.

**I-7.3. Maturation:**

Durant une période de maturation à température ambiante (ou vieillissement naturel), cette solution solide se décompose pour former les zones GP. Cette étape dure généralement plusieurs jours, et conduit à une augmentation notable de la dureté de l'alliage. Les lacunes apparues au moment de la trempe favorisent la cinétique d'apparition des zones GP.

**I-7.4. Revenu:**

Un traitement thermique ultérieur à température modérée (100 °C, 200 °C), dit traitement de revenu ou vieillissement artificiel, conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables réparties de manière homogène dans les grains, de taille comprise typiquement entre 15 et 60 Å.

---

*Chapitre*

**II**

**Théorie  
du frottement intérieur**

### II-1. Définition du frottement intérieur :

Les solides, les métaux et les alliages en particulier, ne sont pas parfaitement élastiques. On sait que le mouvement d'un corps en vibration s'amortit au bout d'un certain temps même si le corps est très bien isolé du milieu extérieur. La propriété que possède un solide en vibration de dissiper de l'énergie sous forme de chaleur est désignée sous le nom de frottement intérieur (FI) ou capacité d'amortissement. La perte d'énergie est mesurée par l'aide du cycle décrit dans le diagramme contrainte-déformation (figure II.1). On définit la capacité d'amortissement interne par [72]:

$$K = \frac{\Delta W}{W} \quad (8)$$

Où  $\Delta W$  est l'énergie dissipée au cours du cycle complet et  $W$  l'énergie potentielle du solide lors de la déformation maximale.

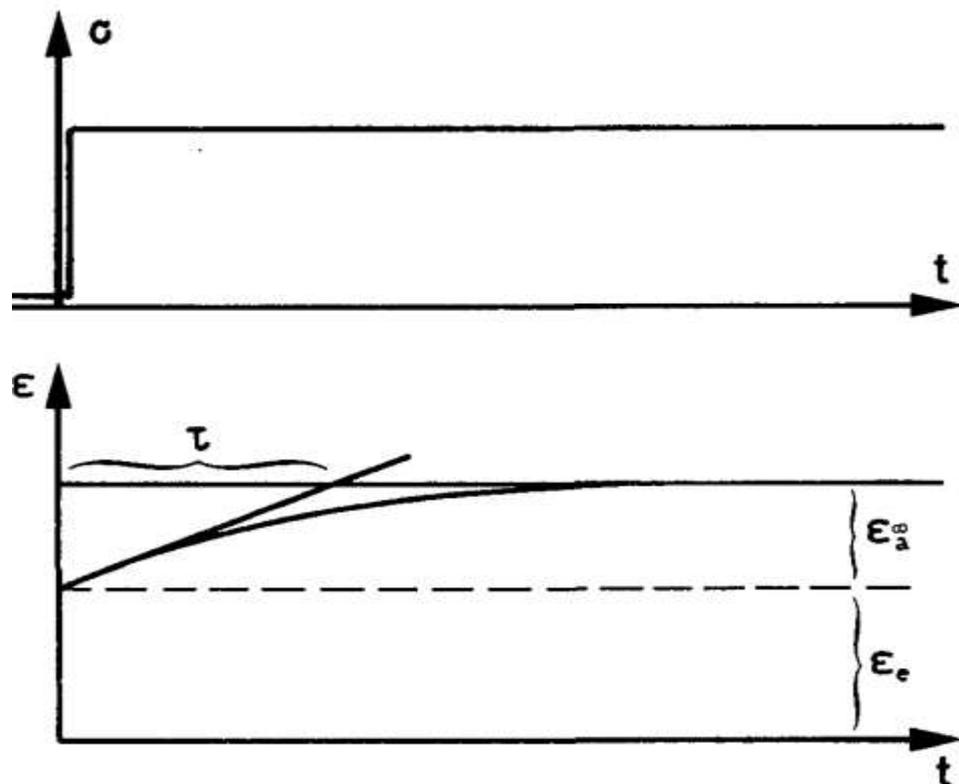


Figure II.1. Réponse anélastique d'un échantillon soumis à une contrainte faible [73].

Lorsqu'une contrainte faible constante est appliquée au temps  $t = 0$  à un échantillon, celui-ci répond en se déformant. Dans le cas le plus simple, l'évolution de la déformation au cours du temps peut être décrite au moyen de deux termes : un terme élastique, indépendant du temps  $\varepsilon_e$ , et un terme anélastique, dépendant du temps  $\varepsilon_a$  [73].

$\varepsilon_a$  évolue exponentiellement vers  $\varepsilon_a^\infty$  pour  $t$  tendant vers l'infini avec un temps de relaxation caractéristique  $\tau$ .

On a :

$$\varepsilon_e = \sigma J_N \quad (9)$$

$$\varepsilon_e + \varepsilon_a^\infty = \sigma J_R \quad (10)$$

qui définissent les complaisances (inverse du module de Young) non relaxé ( $J_N$ ) et relaxé ( $J_R$ ).

Au lieu d'une contrainte constante (fig. II.1), on peut appliquer une contrainte alternative à l'échantillon et mesurer le déphasage  $\delta$  entre la contrainte appliquée et la déformation mesurée

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad \text{et} \quad \varepsilon = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \delta)} \quad (11)$$

L'inverse du facteur de qualité,  $Q^{-1}$ , est défini par la tangente de déphasage  $\delta$  et est souvent appelé frottement intérieur du matériau.

$$\text{Frottement intérieur} = Q^{-1} = \text{tg } \delta \quad (12)$$

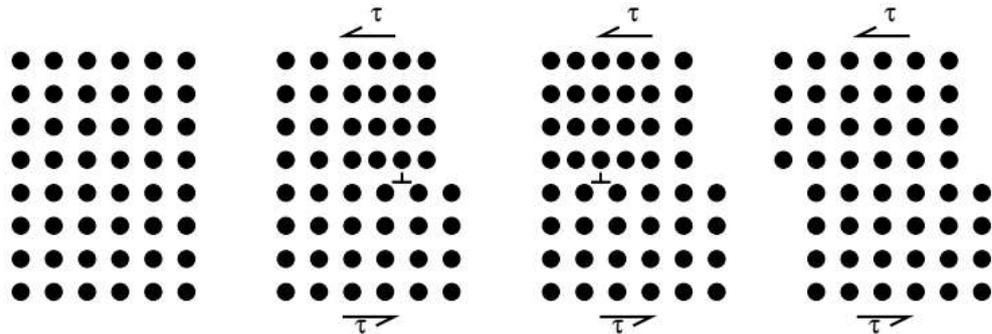
## II-2. Effet des défauts sur les propriétés mécaniques:

La présence des défauts de structure modifie les propriétés mécaniques des matériaux. La modification des propriétés du fer par la présence d'impuretés dans les aciers en est un exemple (augmentation de la limite élastique ou de la dureté par l'ajout de carbone). Les défauts ont principalement un effet sur la plasticité et l'anélasticité des matériaux. Sur la plasticité, les principales modifications dues aux défauts sont l'habilité à la déformation plastique (mouvement à grande distance des dislocations) et l'augmentation de la limite élastique (épinglage des dislocations). Les effets sur l'anélasticité sont l'existence de déformation anélastique (réversible non-instantanée) et la modification des propriétés d'amortissement (due aux mouvements des défauts sous l'action d'une contrainte). Comme exemples on peut citer :

### II-2.1. Mouvement à longue distance des dislocations : déformation plastique :

Dans les métaux, la déformation plastique est causée par le mouvement des dislocations. Il est en effet intuitif que le déplacement d'une dislocation (figure 4.2) à travers un cristal va créer une marche sur l'échantillon et donc entraîner une déformation plastique de l'échantillon. Lorsque le matériau qui est soumis à une contrainte ne possède pas de dislocations mobiles, d'autres modes de déformation plastique peuvent intervenir, comme le glissement des grains les uns sur les autres.

Plusieurs mécanismes peuvent coexister pour un même phénomène. Il est donc important de pouvoir distinguer entre ces phénomènes, car l'amélioration d'un matériau passe par la compréhension des mécanismes qui contrôlent ses propriétés.

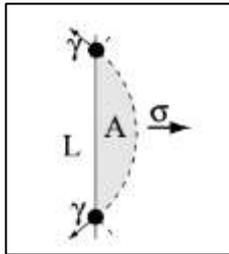


**Figure II.2.** Déplacement d'une dislocation dans un cristal sous l'effet d'une contrainte de cisaillement  $\tau$  : on voit clairement que le mouvement des dislocations génère une déformation plastique du cristal [74].

### II-2.2. Frottement intérieur lié à une dislocation ancrée :

Les dislocations étant des défauts de structure, une énergie leur est associée. Ceci a pour effet que les dislocations tendent à minimiser leur longueur. Il apparaît une force généralisée, appelée tension de ligne et notés  $\gamma$ . On peut donc assimiler la dislocation à une corde élastique. Dans le cas de faibles contraintes, les dislocations peuvent rester bloquées sur d'autres défauts (sites d'ancrage fort, comme un précipité, un interstitiel avec un faible coefficient de diffusion, une autre dislocation non-glissile,...) et voir ainsi leur mouvement limité à de faibles déplacements. La dislocation va donc s'arquer, ce qui génère une déformation anélastique du cristal. Dans le cas où la contrainte est relâchée, la dislocation revient à sa position d'équilibre sous l'effet de la tension de ligne afin de minimiser sa longueur. Ce mouvement est l'un des mécanismes responsables de l'anélasticité des métaux. Dans le cas d'une contrainte cyclique, ce mouvement des dislocations va dissiper

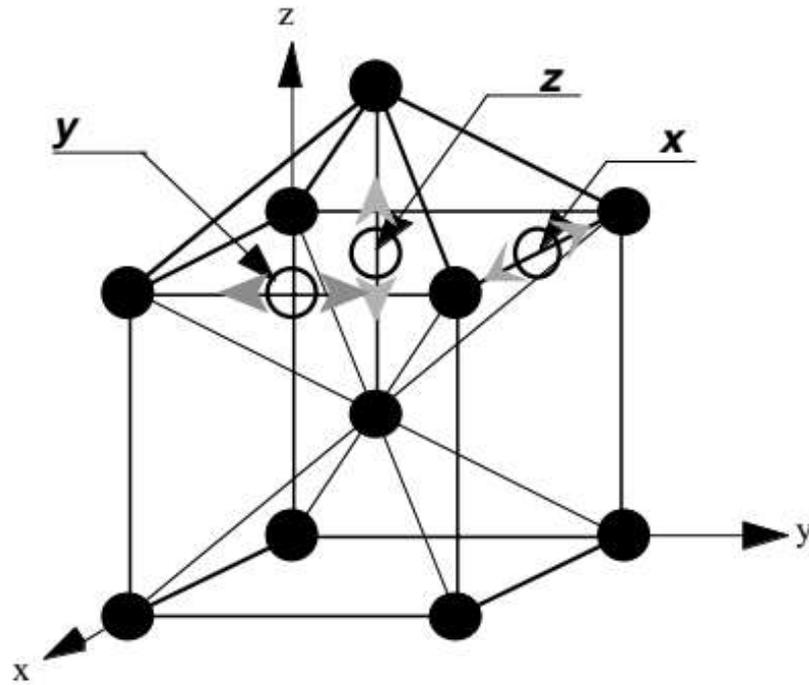
de l'énergie [75] (travail des forces agissant sur la dislocation) et générer un déphasage entre la contrainte et la déformation. Cette dissipation est appelée "frottement intérieur". La mesure du déphasage entre contrainte et excitation permet de déterminer le frottement intérieur (§ II.1). **Le frottement intérieur est donc une mesure des propriétés d'amortissement du matériau.** On remarquera que les mêmes défauts peuvent causer soit de la plasticité, soit de l'anélasticité selon les conditions de contrainte. La connaissance des mécanismes anélastiques peut donc aider à comprendre la plasticité.



**Figure II.3.** Mouvement d'une dislocation ancrée. La position d'équilibre en l'absence de contrainte est en trait plein et la position d'équilibre avec contrainte est en pointillé. Le segment de longueur  $L$  parcourt l'aire  $A$  sous l'effet d'une contrainte  $\sigma$  non nulle. La tension de ligne  $\gamma$  est la force motrice qui ramène la dislocation vers sa position d'équilibre (trait plein) [74].

### II-2.3. Frottement intérieur lié à un mouvement de défauts ponctuel : cas de la relaxation de Snoek:

La présence de défauts ponctuels (lacune, interstitiel, impureté substitutionnelle) dans un cristal génère une distorsion du réseau cristallin. Suivant la géométrie, cette distorsion donne lieu à une déformation isotrope du réseau ou à l'apparition d'un **dipôle élastique**. Dans ce dernier cas, la réorientation du dipôle sous l'effet d'une contrainte appliquée est une cause d'anélasticité. Comme cette réorientation nécessite le déplacement d'un atome (diffusion), elle n'est pas instantanée [76, 77].



**Figure II.4.** Mécanisme de Snoek: les impuretés interstitielles peuvent occuper les trois sites  $x$ ,  $y$ ,  $z$ . Les flèches indiquent les dipôles élastiques formés. Sans contrainte, les trois sites sont équiprobables. Sous l'effet d'une contrainte de traction selon  $Ox$ , les interstitiels auront tendance à migrer sur le site  $x$  car il est plus favorable énergétiquement. Ce mouvement donne naissance à un phénomène de relaxation dans le cas d'une contrainte cyclique [74].

On peut remarquer que cette réorientation de dipôle est très analogue à la réorientation d'un dipôle sous l'effet d'un champ électrique. Tous deux donnent lieu à un phénomène de relaxation, cependant le dipôle élastique est un directeur ( $d = -d$ ), contrairement au dipôle électrique qui est un vecteur ( $v = -(-v)$ ) (pas de charge  $+$  et  $-$  dans le cas des dipôles plastiques). Le mécanisme de Snoek (figure II.4) dans les cristaux cubiques centrés (cc) est un exemple d'anélasticité due aux défauts ponctuels. Une impureté interstitielle peut se loger sur différents sites dans une maille cc. Les trois sites les plus favorables,  $x$ ,  $y$  et  $z$ , sont illustrés sur la figure II.4, ainsi que les dipôles élastiques formés. Un atome occupant l'un de ces sites génère un dipôle élastique en repoussant légèrement ses deux plus proches voisins. La direction du dipôle élastique ainsi formé est selon l'un des axes du réseau cubique. En l'absence de contrainte, les trois orientations sont équiprobables. En présence d'une contrainte appliquée, les probabilités  $p(i)$  d'occupation des sites dont le dipôle est orienté dans la direction  $i$  peuvent être différentes, par exemple, dans le cas d'une traction uni-axiale selon  $Ox$ ,  $p(x) > p(y) = p(z)$ . Il va donc se passer une diffusion d'une partie des atomes en site  $y$  et  $z$  vers des sites  $x$ . Cette diffusion est responsable d'une déformation

macroscopique du cristal, une déformation anélastique. Comme il s'agit d'un mécanisme de diffusion, il n'est pas instantané. En cas de compression selon  $Ox$ ,  $p(x) < p(y) = p(z)$  et les impuretés vont quitter le site  $x$  au profit des sites  $y$  et  $z$ . Dans le cas d'une excitation cyclique, ce mécanisme va générer du frottement intérieur, car les atomes vont avoir besoin d'énergie pour diffuser d'un site à l'autre.

### **II-3. Principales sources du frottement intérieur:**

Dans le cadre des alliages à durcissement structural, selon ce qui est mentionné dans la section précédente, trois principales sources de frottement intérieur entrent en considération : le mouvement des dislocations et leurs interactions éventuelles avec d'autres défauts, le mouvement ou la réorganisation des défauts ponctuels en solution solide et les effets anélastiques dus aux précipités.

Le frottement intérieur lié au mouvement des dislocations dépend de la longueur des arcs mobiles entre deux points d'ancrage. Lorsque le maximum de frottement dû à ce mouvement est situé à haute température, on assimile l'augmentation monotone du frottement intérieur à un fond. Ce fond baisse lorsqu'on diminue la densité des dislocations ou la longueur des arcs mobiles par précipitation de défauts épingleurs.

La réorganisation des défauts ponctuels sous l'effet de la contrainte appliquée et les relaxations anélastiques dues aux précipités donnent naissance à des pics, définis par leur hauteur  $\Delta/2$  et leur temps de relaxation  $\tau$  [73].

### **II-4. Le frottement intérieur et la précipitation:**

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

Ainsi, les pics de Zener [78], dus à la réorientation sous l'effet de la contrainte appliquée de dipôle élastique formé par les paires d'atomes de soluté, permettent l'étude de l'évolution de la solution solide sursaturée.

Les pics de précipités signalent l'apparition des précipités métastables, leur hauteur étant proportionnelle à la fraction volumique de la phase ainsi formée. L'évolution du fond sous

les pics et simultanément du module élastique dynamique permet de suivre l'effet de durcissement par précipitation.

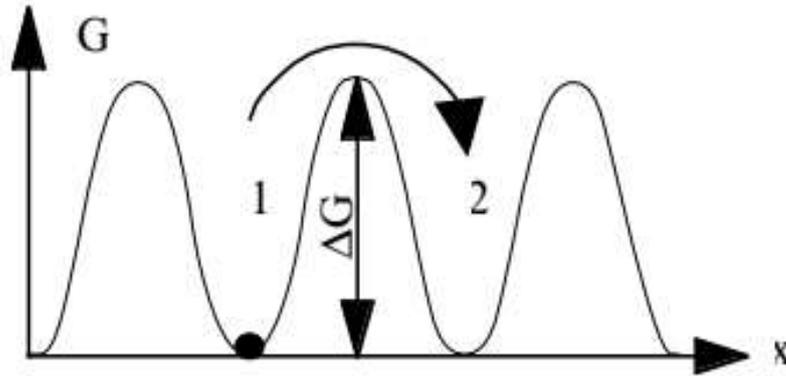
### **II-5. Mesure du frottement intérieur:**

La mesure du frottement intérieur est basée sur des relaxations dues à des mouvements réversibles des défauts de structure autour de leur position d'équilibre. Cet équilibre est déterminé par les traitements thermodynamiques de l'échantillon et non par les conditions de mesure. De plus, le frottement intérieur fournit une caractéristique technique supplémentaire de l'alliage étudié : sa capacité d'amortir les vibrations (paramètre important en construction mécanique pour la lutte contre le bruit ou la fatigue des pièces en mouvement).

Le frottement intérieur d'un matériau est un paramètre indépendant ; il ne peut pas être prévu ou calculé à partir des propriétés mécaniques classiques. Pour cette raison, l'utilisation du frottement intérieur pour étudier la précipitation dans le but d'optimiser les caractéristiques d'un alliage, requiert une explication claire du spectre et de son évolution : nature et origine des pics et du fond [73].

### **II-6. L'activation thermique:**

Tous les atomes d'un cristal (parfait ou imparfait) sont piégés sur des sites énergétiquement favorables : ils sont dans des puits de potentiel (Figure 4.5). Pour faire diffuser un atome, i.e. le faire passer d'un puit de potentiel à un autre, il faut lui fournir l'énergie nécessaire pour vaincre la barrière de potentiel  $\Delta G$ . deux contributions vont s'ajouter : la force externe fournie par l'expérimentateur et l'énergie thermique.



**Figure II.5.** Représentation schématique de la distribution d'énergie libre  $G$  dans un cristal. L'atome situé en 1 doit franchir la barrière énergétique  $\Delta G$  pour passer en 2 [74].

L'exemple le plus simple qui montre l'effet de l'énergie thermique est la diffusion : les atomes ne sont pas fixes mais vibrent au fond de leur puits de potentiel avec une certaine fréquence et une amplitude dépendant de la température (amplitude nulle à  $T = 0$  K). Cette amplitude n'est pas identique pour tous les atomes, mais elle est distribuée selon la statistique de Boltzmann. A chaque température différente de zéro, il y a donc une probabilité non nulle que certains atomes aient la possibilité de diffuser; cette probabilité augmente avec la température. Ce phénomène de diffusion est un exemple de phénomène thermiquement activé. Dans le cas du mécanisme de Snoek, les atomes doivent diffuser pour réorienter le dipôle élastique, il sera donc thermiquement activé. Ceci signifie que le temps de relaxation du pic de Snoek va varier avec la température, puisque les atomes auront plus de facilité à migrer d'un site à l'autre à haute température qu'à basse température. Ce point est important pour les études du frottement intérieur.

Il faut remarquer que tous les mécanismes ayant lieu dans un cristal ne sont pas thermiquement activés, même lorsqu'ils dépendent de la température. Un exemple typique de mécanisme dépendant de la température et non thermiquement activé est la transition de phase martensitique: Pour  $T < T_c$  le matériau est dans sa phase martensitique, pour  $T > T_c$  il est dans sa phase austénitique. Le passage d'une phase à l'autre s'accompagne d'un pic de frottement intérieur, mais le phénomène n'est pas activé thermiquement.

### I-7. Principales études sur les alliages du système Al-Mg:

Beaucoup de travaux ont été réalisés par les équipes dirigées par Hamana sur les alliages du système Al-Mg [4-6, 19, 52, 59, 79-86]. La cinétique de précipitation d'une solution solide sursaturée de l'alliage Al-8% mass. Mg dans des conditions de fluage, sous l'action d'une petite contrainte de compression  $\sigma < \sigma_{0,25}$  (limite d'élasticité à 0,2%) a été étudiée [79]. L'interaction directe entre les précipités et l'un des joints de grains a été observée avec un microscope optique. Pendant le fluage, ce joint est attiré par le précipité, qui a été identifié comme une phase  $Mg_2Si$  à l'aide d'un analyseur de microsonde électronique. Cette attraction est facilitée par l'appauvrissement de la matrice en magnésium, ce qui est nécessaire pour la croissance des particules/ précipités de  $Mg_2Si$ . En outre, les vibrations ultrasonores réduisent considérablement le temps de recuit d'homogénéisation de l'alliage Al-8% Mg [80]. D'autre part, l'étude du frottement intérieur lors du vieillissement des alliages Al-5% Mg et Al-8% Mg a montré l'existence d'un pic d'amortissement en raison de la présence de précipités de la phase semi-cohérente  $\beta'$  [59]. La hauteur de ce pic dépend principalement de la quantité de la phase précipitée  $\beta'$ . De plus, il a été démontré que l'addition de Zr à l'alliage Al-8 % Mg a un effet de raffinement important sur le grain; il retarde également le processus de précipitation et provoque une répartition plus homogène des précipités [81].

On a également montré qu'une réaction auto-catalytique continue due à une germination hétérogène et une croissance en grains est observée dans l'alliage Al-8% mass. Mg, où habituellement seulement une précipitation continue peut se produire [8]. Il a été démontré qu'avant la déformation plastique (à froid) et la déformation dynamique, à l'aide de vibrations ultrasonores, aucune influence sur cette précipitation hétérogène. Cette réaction auto-catalytique continue est un phénomène réversible parce que la dissolution des particules précipitées est également une réaction hétérogène et l'origine du défaut appelé «rosettes», qui conduisent à cette précipitation hétérogène et à la dissolution dans les alliages Al-8% mass. Mg, n'a pas été confirmé avec précision [19]. Pour la première fois, l'étude des alliages Al-8% mass. Mg et Cu-15% mass. In montre une similitude entre les précipitations continues et discontinues: une variation intéressante du paramètre de réseau a été trouvée : elle contient des caractéristiques des deux précipitations: la variation continue et l'existence simultanée de deux paramètres de réseau pendant un certain temps de vieillissement dans le même alliage [83]. La séquence de précipitations et les changements dans les mesures de micro-dureté des alliages Al-8% mass. Mg et Al-12%

mass. Mg ont été étudiés par calorimétrie à balayage différentielle (DSC) [23]. Le microscope électronique à balayage a montré que le durcissement est causé par la formation des particules intermédiaires ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) qui précipitent à des températures supérieures à la température de réversion des zones GP. La germination des particules  $\beta'$  se produit sur des défauts de structure introduits par trempe (dislocations formées par la courbure et le cisaillement des lacunes). Lorsque la quantité d'hétérogénéités facilitant la germination de  $\beta'$  (la phase intermédiaire) diminue, une formation directe de  $\beta$  (la phase d'équilibre) est observée. La décomposition de la solution solide sursaturée Al-Mg est un processus à quatre étapes. Les examens à l'aide de la microscopie électronique à transmission (MET) montrent la présence de zones GP, les particules  $\beta'$  et  $\beta$  de différentes morphologies et confirment les études par DSC sur l'alliage Al-8% mass. Mg [84]. L'étude de l'effet de l'écroutissage sur la précipitation, les réactions de recristallisation et la transformation de phase d'un alliage Al-12% en poids de Mg a montré la difficulté de suivre l'interaction entre les réactions de précipitation et de recristallisation et leurs effets réciproques dans une telle solution solide sursaturée, lorsque les deux réactions dépendent des défauts de la structure et des températures de recuit [4]. Cependant, l'utilisation de techniques expérimentales différentes et complémentaires nous a donné une idée de ce problème d'interaction. Cependant, l'utilisation des techniques expérimentales différentes et complémentaires nous a donné une idée de ce problème d'interaction. En outre, l'effet de la déformation sur les courbes dilatométriques est intéressant et devrait être détaillé.

Les résultats expérimentaux intéressants obtenus par des méthodes complémentaires, diverses et rigoureuses ont permis d'expliquer l'expansion des courbes dilatométriques observées pendant la précipitation par l'apparition des phases  $\beta'$  et/ ou  $\beta$  [5]. La contribution de ce dernier à l'expansion de la matrice est plus importante que la contraction due à la diminution du paramètre de réseau. L'analyse des courbes dilatométriques et calorimétriques accompagnée d'observations de microscopie optique, permet de suivre la cinétique et les changements de morphologie des particules de la phase  $\beta$  lors du vieillissement de l'alliage Al-12% mass. Mg [6]. Il est maintenant bien établi que les particules de la phase  $\beta'$ , qui sont semi-cohérentes et métastables, apparaissent initialement sous une forme globulaire, se transforment en aiguilles minces, puis en particules de la phase d'équilibre après un long temps de vieillissement, comme prévu par le diagramme de phase. La phase  $\beta$  est directement formée à une température plus élevée (à partir de 250 °C). La formation des zones GP, à basses températures, dans l'alliage Al-12% mass. Mg peut apparemment se produire sans aucune présence de lacunes comme il est généralement

établi. En effet, après une précipitation partielle de la phase d'équilibre  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) et une disparition complète des lacunes, des zones GP peuvent se former. La formation des zones GP est prouvée par la dilatométrie ainsi que par la DSC, une méthode largement utilisée pour détecter les zones GP [85]. L'observation par microscopie électronique à transmission (MET) confirme la présence de zones GP en étroite association avec des particules de la phase  $\beta$  après vieillissement naturel à température ambiante de l'alliage Al-12% mass. Mg qui a été homogénéisé, trempé et vieilli à 250 °C [47].

Chaque fois, l'échantillon est suffisamment mûri à température ambiante, après pré-précipitation (formation des zones GP), ou précipitation (formation des phases  $\beta'$  ou  $\beta$ ), de nouvelles zones se forment sans aucune présence de lacunes désactivées. Étant donné que les lacunes désactivées obtenues après une trempe rapide dans l'eau augmentent considérablement le taux de formation des phases  $\beta$  et  $\beta'$  et atteignent leur concentration d'équilibre, la formation des zones GP se produit sans leur présence. Ces résultats, qui ont été obtenus par des analyses dilatométriques et calorimétriques, confirment leur importance et leur complémentaire dans l'étude des processus de vieillissement dans différents alliages en raison de leur sensibilité aux différents stades de précipitation. L'effet de la déformation à froid sur l'interaction entre les réactions de précipitation, de restauration et de recristallisation dans un alliage Al-12% mass. Mg a été étudié par dilatométrie et diffraction des rayons X à haute température [86]. Pendant le chauffage continu des échantillons écrouis, les courbes dilatométriques présentent d'autres anomalies qui changent en augmentant le degré de déformation. Ces nouvelles anomalies dilatométriques ont été identifiées en utilisant la diffraction des rayons X in situ à haute température et ont été attribuées aux interactions précipitation / restauration ou dissolution / recristallisation. Il a été établi qu'après de petites déformations, la restauration survient avant et pendant la précipitation. Cependant, lors d'une forte déformation préalable, la précipitation devient plus rapide et le processus est en concurrence avec la restauration des alliages en raison de la forte densité de dislocations à l'état écroui. Dans les deux cas, l'effet de la restauration n'est pas important au début du processus de décomposition en raison de l'interaction entre les dislocations et les atomes de Mg. Cet effet devient plus important après la réduction de la teneur en Mg dans l'alliage avec 12% de Mg et lorsque les précipités sont grossiers et leur espacement inter-particules augmente. La formation d'une nouvelle texture pendant le processus de recristallisation peut générer une augmentation du coefficient de dilatation thermique.

Il est bien connu que le FI peut être très sensible aux certaines transitions structurales [87]. Dans le cas des alliages durcissants, trois sources de frottement intérieur sont prises en compte: le mouvement des dislocations et leurs interactions possibles avec d'autres défauts, le mouvement ou la réorganisation des défauts ponctuels dans la solution solide, et les effets anélastiques dus à la précipitation [73]. Quelques études ont été réalisées par Nilson [88] sur les alliages Al-Mg (à basse fréquence  $\sim 1$  Hz); il a observé un premier pic stable à environ 150 °C et un second instable à une température plus basse. Belson et al. [89] ont montré que ce pic n'est pas dû à la précipitation de la phase  $\beta$ . Hamana et al. [59] ont montré l'existence d'un pic dû aux précipités de la phase semi-cohérente  $\beta'$  et la hauteur de ce pic dépendent principalement de la quantité de cette phase précipitée. Dey et Quader [90] ont publié les résultats d'une étude similaire sur l'alliage Al-7.5% mass. Mg; Le pic du frottement intérieur observé après le recuit ne semble pas clair. D'autre part, après trempe il y a trois pics vers 40, 80 et 120 °C après vieillissement à 150 °C. Un pic de Zener ( $H = 1,09$  eV et  $\tau_0 \approx 10^{-14}$  s) a été détecté en mesurant les dépendances en fréquence du FI dans l'alliage Al-12% mass. Mg après trempe [91]. Selon ces auteurs, le premier pic correspond à un phénomène de relaxation impliquant des groupements d'atomes en solution et le troisième serait une relaxation de type Zener (c'est-à-dire une réorientation sous contrainte d'atomes en solution).

Selon la théorie de Shoenck [92], les précipités cohérents ne peuvent pas être à l'origine d'un pic de frottement intérieur (ils ne contribuent qu'à l'amortissement du fond, ce qui augmente de façon monotone avec la température); seules les relaxations dans les interfaces peuvent provoquer un pic du FI. Il est démontré que les pics du FI des joints de grains (JG) ne peuvent pas être mesurés dans des alliages à deux phases lors du chauffage en raison de la présence de la phase  $\beta$ ; c'est-à-dire que la précipitation de la phase  $\beta$  dans la structure supprime le mécanisme de la relaxation des joints de grains; par conséquent, le mécanisme le plus probable de l'influence de la précipitation de la phase  $\beta$  sur la résistance à la relaxation est une diminution de la mobilité des joints des grains à une température inférieure à celle de l'équilibre [93-94]. Les contraintes dans un matériau abaissent la barrière énergétique pour le mouvement de dislocation et créent également de nouvelles dislocations [95]. Le grossissement des particules  $\beta'$  conduit à une perte totale de la cohérence en introduisant des dislocations d'accommodation dans l'interface matrice-précipité et ensuite à la formation de la phase stable  $\beta$  [45]. Les interfaces semi-cohérentes peuvent également être à l'origine d'un pic de frottement intérieur. Belson et al. [89] ont montré que ce pic de relaxation n'est pas dû à la précipitation de la phase  $\beta$ . On peut

observer successivement trois étapes: une augmentation du FI (à partir de  $\sim 190$  °C), sa diminution à  $\sim 387$  °C et sa nouvelle augmentation à  $\sim 400$  °C. La dissolution de la phase  $\beta$ , l'enrichissement de la solution solide par les atomes de magnésium et la précipitation subséquente des phases  $\beta'$  et  $\beta$  pendant le chauffage augmentent l'amplitude critique des déformations et diminuent la mobilité des dislocations [96]. De plus, la forme du pic et, par conséquent, sa hauteur dépendent de la fréquence des vibrations forcées, c'est-à-dire de la température du pic, car dans un état biphasé, la précipitation de la phase  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) supprime l'apparence du pic du FI [93]. Ainsi, ces phénomènes sont probablement dus à la formation, à la coalescence et à la dissolution de la phase  $\beta'$  métastable respectivement. Hamana et al. [5, 6] ont confirmé par DSC et par dilatométrie que l'augmentation de ce FI est certainement due à la formation de la phase  $\beta'$ , sa diminution (quand une grande quantité de la phase  $\beta$  est déjà précipitée) est due uniquement à la présence des particules de la phase  $\beta$ , et sa nouvelle augmentation est due au début de la dissolution de ces particules. Il est clairement observé qu'il change brutalement en franchissant la température d'équilibre ( $375$  °C pour Al-12% Mg) et au-dessus de cette ligne d'équilibre, le pic est de forme de Debye [93]. L'augmentation abrupte du frottement intérieur est expliquée par la dissolution des obstacles (précipités de la phase  $\beta$ ) pendant le glissement des grains. La précipitation conduit à une augmentation du FI par libération des dislocations (pic de relaxation), c'est-à-dire que l'augmentation antérieure du fond peut s'expliquer par le fait que les dislocations peuvent facilement osciller lorsqu'une partie importante des phases précipitées est formée. Pour cet état trempé, nous notons une évolution considérable à basse température, car le frottement intérieur n'est pas très sensible à la formation ou à la dissolution des zones GP [5].

Cependant, un petit pic est observé dans la partie à basse température du spectre de la dépendance à la température du frottement intérieur (DTFI) à  $100$ - $150$  °C ; il est plus élevé à l'état trempé et diminue jusqu'à ce qu'il disparaisse avec le temps de vieillissement. Golovin et al. [93] ont conclu qu'un processus thermiquement activé stimule ce pic et sa température dépend de la fréquence selon l'équation de Debye. Un pic supplémentaire (pseudo-pic) est formé sur le côté à haute température du pic principal; cet effet est probablement dû à la recristallisation des échantillons.

---

*Chapitre*

**III**

**Méthodes expérimentales  
et matériaux étudiés**

Ce chapitre est composé de deux parties: la première partie est consacrée aux matériaux utilisés dans l'ensemble du travail réalisé dans le cadre de cette thèse, et la deuxième partie est une présentation descriptive des dispositifs expérimentaux utilisés.

### III-1. Matériaux étudiés :

#### III-1.1. Choix des alliages :

Les alliages Al-Mg à 8 et 12% mass. Mg ont été élaborés à l'institut d'aéronautique de Moscou, et celui à 10% mass. Mg a été élaboré dans notre laboratoire à partir des éléments très purs (99,999%). Ils ont été choisis pour leur teneur en magnésium supérieur à 5%, concentration au-dessous de laquelle la solution solide devient très instable et présente alors une précipitation inter-granulaire sélective par revenu, dont les conséquences sur les propriétés mécaniques ont été jugées indésirables [97]. Par conséquent, notre choix s'est porté sur les alliages Al-Mg dans lesquels la précipitation s'effectue par le mécanisme continu. La composition initiale en éléments d'addition des alliages bruts d'élaboration est donnée dans le tableau 1 :

**Tableau III.1** Concentration en impuretés des alliages Al-Mg utilisés

Echantillon		Titre massique %					
		Al	Mg	Cu	Si	Fe	Mn
1	Al-12% mass. Mg	87.90	11.95	0.03	0.07	0.04	0.01
2	Al-10% mass. Mg	89.90	9.95	0.02	0.06	0.03	0.04
3	Al-8% mass. Mg	91.93	7.90	0.03	0.07	0.02	0.01

#### III-1.2. Traitements thermiques et thermomécaniques appliqués :

Dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée, les alliages ont été portés à 430 °C pendant 17 h (dans le domaine monophasé de la phase  $\alpha$  indiqué par le diagramme d'équilibre (fig. I.1)), afin de dissoudre tout le magnésium dans la solution solide, puis trempés dans l'eau froide.

Des vieillissements isothermes (aux températures de revenu comprises entre 150 et 450 °C) et anisothermes (vitesse de chauffage 10 °C/min) des solutions solides ainsi sursaturées ont

été ensuite effectués pour différentes durées de maintien, afin de suivre les mécanismes de décomposition de la phase  $\alpha$  et son évolution à différents domaines de température.

**Tableau III.2.** Traitements thermiques appliqués

Type de traitement	Température	Temps (durée)
Vieillessement artificiel	150 et 250 °C	21, 24, 25, 48, et 168 h
Vieillessement naturel	Température ambiante	15 ans

### III-2. Préparation des échantillons:

La préparation des échantillons est l'étape la plus importante pour acquérir plus tard les résultats précis de la recherche.

#### III-2.1. Echantillons pour microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB, EBSD) :

La qualité des images obtenues dépend de la qualité et la préparation des échantillons. Il faut que ceux-ci soient propres, plats et bien polis et attaqués.

Ces conditions ont conduit à un travail préalable des échantillons: polissage et attaque.

##### III-2.1.1. Tronçonnage et polissage :

Des échantillons d'environ 150 mm<sup>2</sup> de surface et de 2 mm d'épaisseur sont coupés et traités différemment. Ils sont tout d'abord fixés sur un support utilisant la colle Super Glue-3 et polis au papier abrasif (#800, #1000, #1200 et #4000 (taille de grain 2,5  $\mu\text{m}$ )). Ils sont ensuite polis avec un feutre imprégné d'une suspension du lubrifiant et de la pâte diamantée 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  et 1/4  $\mu\text{m}$  successivement. Ils sont enfin polis avec un feutre imprégné d'une suspension de la silice colloïdale (taille de grain 0,05  $\mu\text{m}$ ). Après polissage la surface des échantillons est observée avec un microscope optique Olympus IX70. La surface est lisse comme un miroir, sans rayures visibles au grandissement 50. Cet état de polissage est appelé "poli miroir". Les échantillons sont nettoyés après avec de l'acétone puis avec de l'éthanol et enfin avec de l'eau distillée.

### III-2.1.2. Attaque chimique :

L'attaque peut être électrochimique (principe de la dissolution anodique) ou chimique qui peut attaquer de différentes façons les différentes phases et les joints de grains. Ainsi les échantillons présentent un relief quelque peu modifié. On a préparé le réactif de "Keller" qui contient: 5ml de l'acide fluorhydrique (HF: 48%), 9 ml de l'acide chlorhydrique (HCl: 37%), 23 ml de l'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>m: 65%) et 87 ml de l'eau distillée. On a utilisé une nouvelle solution [102] pour observations MEB qui contient: 10 g de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> dans 100 ml de l'eau bi-distillée.

### III-2.2. Echantillons pour la microscopie électronique à transmission (MET):

Pour l'analyse au MET, les échantillons ont été préparés en haute précision Ultramicrotome (Leica EM UC7); c'est la seule technique qui permet l'obtention d'une lame mince d'épaisseur constante (de 30 à 150 nm), appelée aussi coupe ultrafine. Elle est basée sur la découpe d'un échantillon par le tranchant d'un couteau de diamant. L'amorce de la fracture provoquée par le couteau se propage parallèlement à la surface découpée sans rupture de la lame ainsi obtenue. Elle est généralement réalisée sur une petite surface inférieure à 1 mm<sup>2</sup>. L'échantillon, par un stylo diamanté, est récupéré sur une grille en cuivre de diamètre environ 3 mm.

Avant de passer à cette étape de l'ultramicrotomie, il est nécessaire de disposer d'échantillons de faible épaisseur. On est donc amené à amincir considérablement les échantillons : nous avons découpé des tranches d'environ 1 mm d'épaisseur à la tronçonneuse, puis nous les avons embouties pour réaliser des disques de 3 mm de diamètre et de quelques centaines de microns d'épaisseur. Ces lames sont ensuite polies mécaniquement en suivant le protocole de polissage décrit dans le paragraphe §. III.2.1.1.

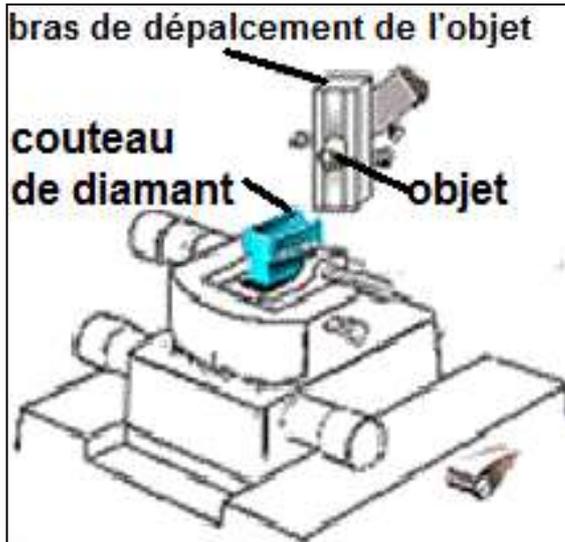


Figure III.1. Schéma d'un ultramicrotome

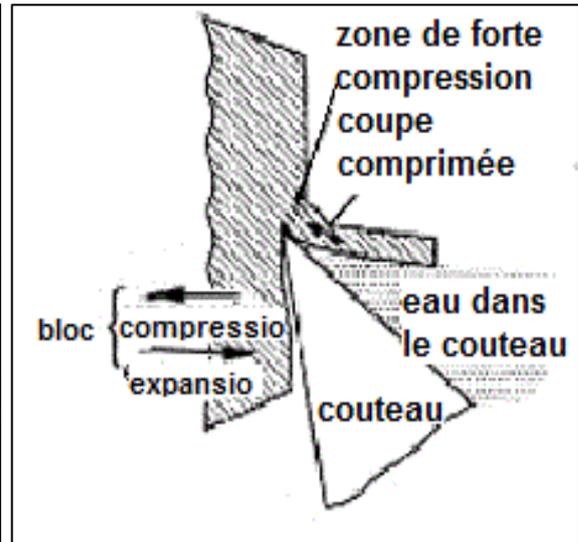


Figure III.2. Schéma de la coupe

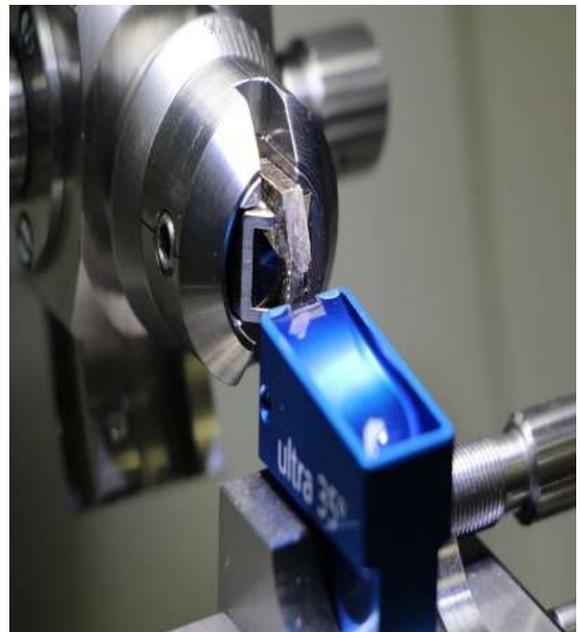


Figure III.3. L'ultramicrotome Leica EM UC7 (ICS-CNRS de Strasbourg)

### **III-2.3. Echantillons pour caractérisation mécanique (frottement intérieur, microdureté, traction):**

Pour la microdureté, les mêmes échantillons utilisés pour la microscopie optique sont utilisés pour mesurer la dureté.

Des éprouvettes plates de 65 mm de long et de  $5 \times 4 \text{ mm}^2$  de section sont préparées pour l'étude de l'effet des contraintes de traction sur les processus de précipitation et pour les mesures de frottement intérieur.

### **III-2.4. Echantillons pour DSC et dilatométrie:**

Des échantillons sous forme parallélépipède  $25 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$  ont été utilisés pour la dilatation thermique. Pour l'analyse calorimétrique différentielle, les échantillons étaient sous forme d'un disque avec 3 mm de diamètre et 1.5 mm d'épaisseur.

### **III-3. L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC):**

Pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'on les chauffe ou on les refroidit, on a utilisé l'analyse calorimétrique différentielle qui permet de suivre les évolutions des matériaux dans le temps dans des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée.

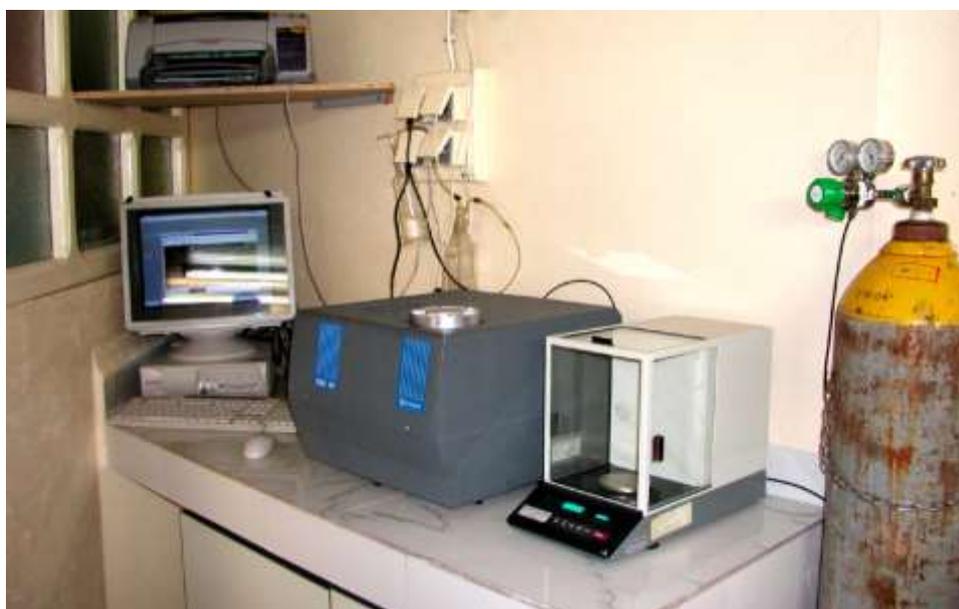
La DSC est utilisée pour une analyse rapide et quantitative d'une évolution microstructurale et peut déterminer les stades de précipitation et/ ou recristallisation développée pour différents alliages. Les fractions volumiques de phases sont proportionnelles au changement d'enthalpie ; ces dernières sont données par les mesures des aires de chaque pic.

Cette technique représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités dans les alliages et peut faciliter la compréhension de la thermodynamique et la cinétique de processus de précipitation. Elle permet de mesurer la différence de flux thermique (déséquilibre thermique instantané) entre l'échantillon et la référence en fonction de la température ou du temps au cours d'un cycle thermique programmé. Une différence de température est mesurée entre l'échantillon et la référence à l'aide de thermocouples. Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase) qui dégage de la chaleur, la courbe DSC enregistre un pic situé au-dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase) qui absorbe de la chaleur, elle enregistre

un pic au-dessous de la ligne de base. Le logiciel associé à l'appareillage peut nous fournir la température de chaque pic et le résultat de calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme, qui correspond en principe à la quantité de phase précipitée ou dissoute.

Les appareils de ce type (DSC) permettent la détection de très faibles chaleurs de réaction et présentent aussi une sensibilité plus forte que celle caractérisant les appareils de type ATD, ce qui a motivé notre choix pour la DSC. Grâce à cette grande sensibilité, cet appareillage nous a rendu compte de la formation des zones de Guiner-Preston et des phases  $\beta'$  et  $\beta$ .

Les mesures de DSC ont été effectuées sur un appareil de type Setaram DSC 131. Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de l'ambiante à 430 °C avec une vitesse de chauffage 10 °C /min.



**Figure III.4.** L'analyseur de type Setaram DSC 131 connecté à un ordinateur

#### **III-4. L'analyse dilatométrique différentielle:**

La dilatométrie a été toujours utilisée pour déterminer les points de transformations des aciers essentiellement, mais depuis plusieurs années par Hamana [4-6, 47, 52, 79-86] pour l'étude des transformations de phases qui engendrent des variations des paramètres cristallins ou de structure. Elle permet de suivre les évolutions structurales à partir la mesure, en fonction de la température (T), des variations dimensionnelles ( $\Delta l$ ) d'échantillons susceptibles d'être le siège de transformations de phases. La dilatométrie

est une méthode physique largement utilisée pour caractériser le comportement thermique des matériaux, non seulement sur le plan de leur dilatabilité mais aussi en ce qui concerne les diverses évolutions structurales dont ils peuvent être le siège.

Les mesures dilatométriques ont été effectuées et contrôlées par ordinateur avec un dilatomètre différentiel NETZSCH DIL 402 C sous une atmosphère protectrice d'argon pur. Le cycle thermique appliqué consistait en un chauffage de la température ambiante à 430 °C avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min.



Figure III.5. Dilatomètre différentiel NETZSCH DIL 402

### III-5. Caractérisation mécanique :

#### III-5.1. La microdureté Vickers (HV):

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.

L'essai de microdureté consiste à imprimer dans l'échantillon une tête en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet de 136°, sous une charge P pendant un temps donné. On mesure ensuite la diagonale de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge.

La dureté Vickers est définie par le rapport :

$$H_v = P/S \quad (13)$$

Nous avons utilisé un microduromètre Vickers de type HVS -1000 Z (Digital Micro Vickers Hardness Tester SPRT). C'est un microduromètre semi-automatique à pénétration Vickers (Fig. 2.7.) lié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique de microdureté grâce à un logiciel approprié. Il est équipé d'un oculaire pour permettre de positionner l'empreinte, nécessaire pour déterminer  $H_V$  à partir d'un double clic sur le bouton  $H_V$  de l'appareil, où bien à l'aide de la formule suivante :

$$H_V = 1854.4 P/d^2 \quad (14)$$

Où :

P : charge appliquée.

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte ( $\mu\text{m}$ ).

Les essais que nous avons réalisés avec une charge très faible ( $m=0,3 \text{ Kg}$ ,  $P= 2.94 \text{ N}$ ), avec un temps de maintien de 15 secondes, sont appelés essais de microdureté. L'empreinte de quelques dizaines de micromètres obtenue est mesurée à l'aide d'un microscope dont est équipé le microduromètre ; cet appareil permet éventuellement une étude très localisée de la surface. Chaque mesure correspond à une moyenne de 6 points et ceci d'après la norme française AFNOR, l'incertitude est de l'ordre de 5%. Afin d'éviter de relever des valeurs provenant d'hétérogénéités (fissures, joints de grain...), les échantillons préalablement polis mécaniquement jusqu'à avoir une surface miroir (pâte diamantée  $1\mu\text{m}$ ) sont attaqués légèrement au Keller, ce qui permet de révéler les joints de grains.



**Figure III.6.** Le microduromètre utilisé de type HVS-1000 Z

### III-5.2. La traction:

#### ➤ Objectif de l'essai :

L'essai de traction est le moyen le plus couramment employé pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau sous une sollicitation progressive à vitesse de chargement faible ou modérée. L'essai permet, en outre, l'étude et l'identification des mécanismes physiques de déformation plastique. Cette dernière gouverne le processus majeur de mise en forme, par ou sans enlèvement de matière, des matériaux dans la plus part des procédés de fabrication utilisés dans l'industrie mécanique.

#### ➤ Principe de l'essai :

Des éprouvettes du matériau concerné, en forme de barreau cylindrique ou prismatique comportant une partie centrale calibrée à section constante  $S_0$  et longueur  $L_0$  raccordée à chaque extrémité à deux têtes de section plus importante, sont fixées dans

une machine de traction. Sauf indications contraires, l'essai est effectué à la température ambiante dans les limites comprises entre 10 et 35 °C. Des essais de traction peuvent être effectués à différentes températures allant de la température cryogénique à celle des hautes températures inférieures à la moitié de la température de fusion pour modéliser le comportement du matériau en fonction de la température.

➤ **Eprouvettes :**

La forme et les dimensions des éprouvettes dépendent de la forme et des dimensions des produits métalliques dont on veut déterminer les caractéristiques mécaniques. L'éprouvette est généralement obtenue par usinage d'un prélèvement d'un produit ou d'une ébauche moulée. Cependant, les produits de la section constante (profilés, barres, files, etc.), ainsi que les éprouvettes brutes de fonderie (par exemples: fontes, alliages non ferreux) peuvent être soumises à l'essai sans être usinées.

➤ **Exécution de l'essai :**

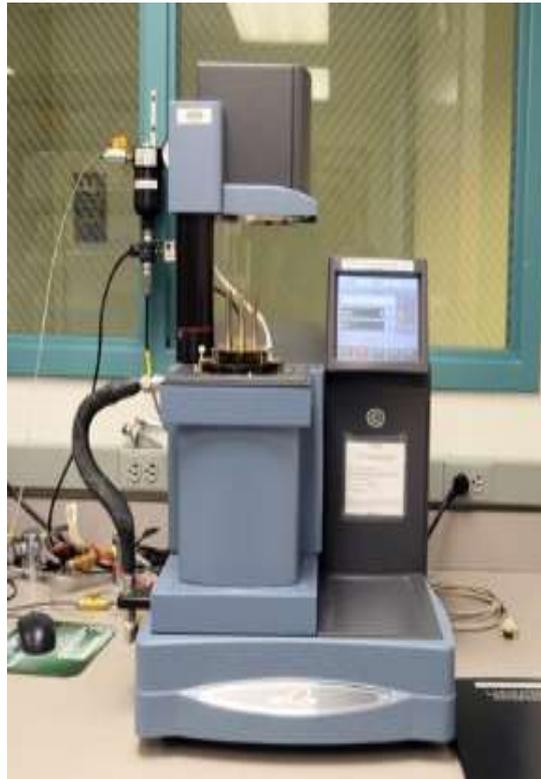
Une machine de traction est constituée d'un bâti rigide équipé d'un travers fixe à laquelle est fixée l'une des têtes de l'éprouvette; l'autre extrémité de l'éprouvette est fixée à une traverse mobile. Le mouvement de la traverse mobile est assuré soit par une commande hydraulique, soit des vis sans fin. La charge imposée à l'éprouvette est mesurée par un dynamomètre et l'allongement par un extensomètre. Cela, permet l'enregistrement de la courbe brut de traction,  $F=F(\Delta l)$ , caractéristique de l'échantillon et de sa géométrie. Les essais de traction ont été effectués sur une machine montée au sein de l'équipe Physique-Mécanique et Tribologie des Polymère (PMTP) à l'ICS- CNRS de Strasbourg (France). Elle peut atteindre au maximum une charge de 10 KN. Afin d'avoir une meilleure prise dans les mors, des petits carrés métalliques sont collés de chaque côté des têtes de l'éprouvette. Les mesures en déformation se font à l'aide de jauges : sur chaque face de l'éprouvette sont collées une jauge longitudinale et une jauge transversale.



Figure 2.7. Machine de traction (10 KN) instrumentée à l'ICS-CNRS de Strasbourg.

### III-5.3. L'analyseur mécanique dynamique (spectroscopie mécanique):

La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) a été mesurée par deux analyseurs mécaniques dynamiques DMA1000 Metravib et DMA Q800 TA Instrument, tous deux en mode de vibrations forcées, sur des échantillons de  $65 \times 5 \times 4 \text{ mm}^3$  avec une vitesse de chauffage de  $10 \text{ °C/min}$  (Metravib) et  $2 \text{ °C/min}$  (TA instrument) et des amplitudes de déformation maximales  $\varepsilon_0 = 1 \times 10^{-4}$  ( $\varepsilon = \varepsilon_0 \cos(\omega t + \varphi)$ ), où  $\omega = 2\pi f$  est la fréquence circulaire des vibrations;  $\varphi$  est l'angle de perte entre la contrainte cyclique appliquée et la déformation résultante; et  $\tan\varphi \cong Q^{-1}$  où  $Q^{-1}$  est le facteur de qualité inverse ou le frottement intérieur (FI), c'est-à-dire l'amortissement. Tous les échantillons étudiés ont été testés avec des fréquences de vibrations forcées de 1 et 10 Hz (Metravib) et 0,3, 1, 3, 10 et 30 Hz (instrument TA).

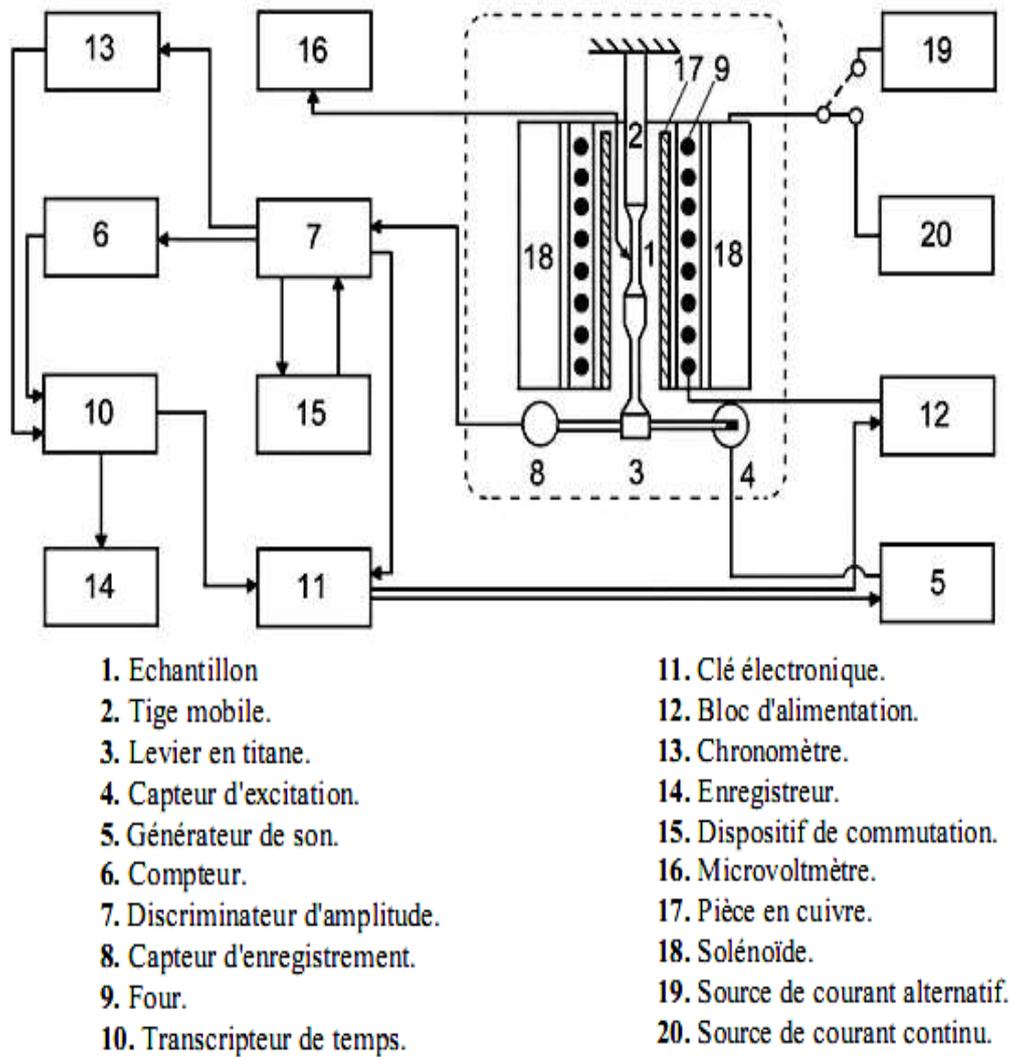


(a)



(b)

**Figure III.8.** Analyseurs mécaniques dynamiques : (a) DMA Q800 Instrument TA  
et (b) DMA1000 Metravib



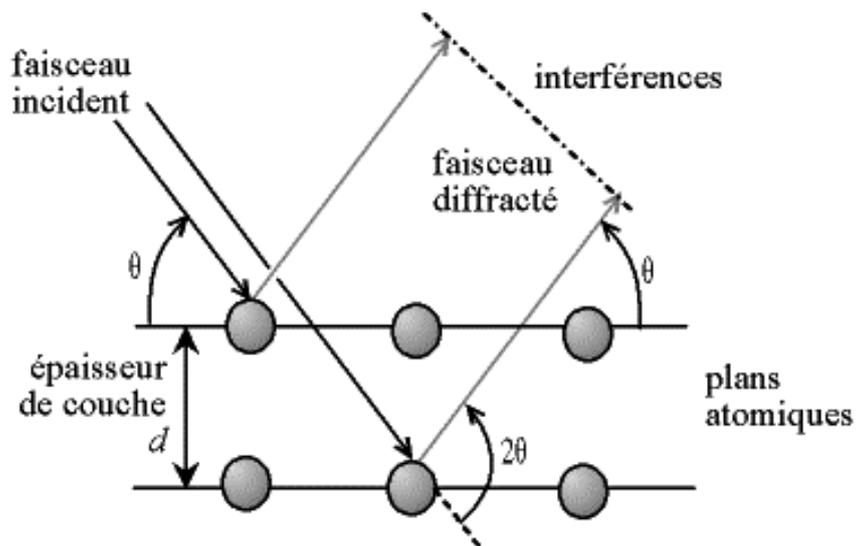
**Figure III.9.** Schéma du montage réalisé pour la mesure du frottement intérieur (F.I.).

### III-6. Caractérisation structurale:

#### III-6.1. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X a été utilisée afin de révéler certaines phases présentes dans nos échantillons. Le principe de la diffraction des rayons X est basé sur la réflexion d'un faisceau monochromatique de rayons X par le réseau cristallin d'un échantillon. La diffraction des rayons X par un matériau cristallisé suit la loi de Bragg (Fig. III. 10) :

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta \quad (15)$$



**Figure III.10.** Réflexion d'un faisceau monochromatique de rayons X par le réseau cristallin.

Avec :

- d, la distance inter-réticulaire du cristal ;
- $\theta$ , l'angle entre le faisceau et les plans cristallins ;
- n, l'ordre d'interférence ;
- $\lambda$ , la longueur d'onde du rayonnement incident.

Dans le cas des matériaux cristallisés, cette méthode permet de déterminer les distances entre les plans réticulaires du cristal par la mesure des positions des pics de diffraction sur le diagramme.

La structure des matériaux est évaluée par la technique des rayons X à l'aide des trois appareils D5000 SIEMENS Brücker, D8 Advance et PANalytical Empyrean (radiation Cu  $K_{\alpha}$ ,  $\lambda = 0,15406$  nm).

Les diffractogrammes sont enregistrés pour les échantillons avec un diffractomètre dans la plage angulaire en  $2\theta$  de 15 à 120° par pas de 0,03° et avec un temps de comptage de 12 s.



**Figure III.11.** Diffractomètre à rayons X PANalytical Empyrean (LTPH)

### III-6.2. La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD):

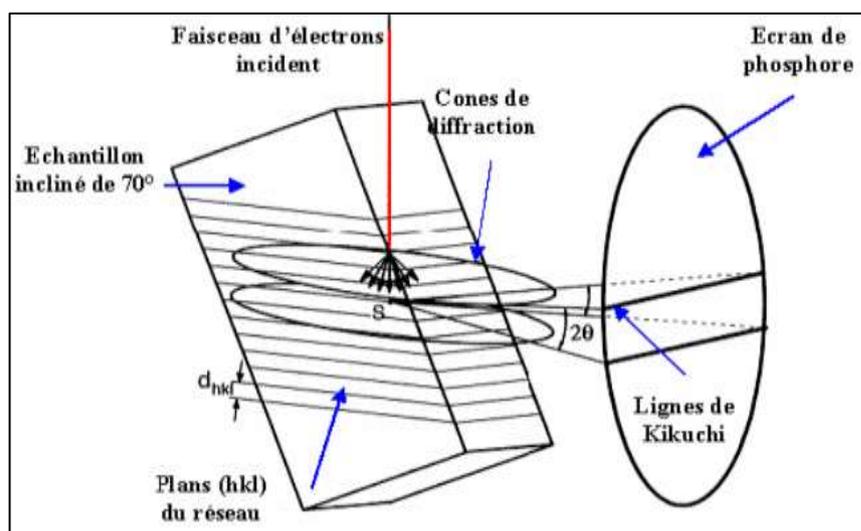
Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour mesurer des orientations locales au sein d'une microstructure. Cependant, l'une d'entre elles est devenue un outil très répandu dans les laboratoires universitaires et industriels, la diffraction des électrons rétrodiffusés (*Electron Back-scattered diffraction, EBSD*). Depuis les années 1990, avec une version entièrement informatisée, on peut maintenant mesurer des cartographies d'orientations (reconstruction de la microstructure à partir de la mesure des orientations cristallographiques) et des phases. Cette technique convient exceptionnellement à la caractérisation des propriétés cristallographiques des échantillons. Les propriétés comme la taille du grain, l'orientation des grains, leur mauvaise orientation, leur déformation, leur texture et le ratio d'aspect des grains peuvent toutes être caractérisées par cette technique. Son principe repose sur la diffraction des électrons rétrodiffusés par les familles de plans cristallographiques régulièrement espacés dans chaque cristal ou grain. La diffraction électronique fournit un 'diagramme de diffraction' qui peut être vu comme une carte des relations angulaires entre les plans réticulaires dans le cristal.

L'échantillon est orienté vers le capteur (écran phosphorescent) et incliné de  $70^\circ$  par rapport au faisceau d'électrons. Les électrons pénètrent une certaine profondeur de l'échantillon et sont diffractés par les plans cristallographiques selon un angle  $\theta$  donné par la loi (empirique) de Bragg.

La diffraction est faite sur  $360^\circ$  et chaque plan diffractant crée un cône de diffraction dont le sommet n'est autre que le point d'impact du faisceau d'électrons. L'espacement entre les différents cônes est relié à la distance des plans cristallins via la loi de Bragg.

Sur l'écran apparaissent des portions des différents cônes tronqués. Il s'agit d'une superposition de bandes avec des bandes plus sombre : les lignes de KiKuchi (Fig. III.12). Leur nombre, disposition, intensité et largeur sont des caractéristiques du réseau cristallographique.

L'EBSD, permet d'obtenir les figures de pôle qui caractérisent la texture cristallographique, c'est-à-dire l'orientation préférentielle des cristallites d'un matériau polycristallin. Pour un matériau polycristallin isotrope, pas d'orientation privilégiée, les grains sont orientés aléatoirement (représentation uniforme) tandis qu'un matériau polycristallin anisotrope (texturé) présentera des orientations préférentielles.



**Figure III.12.** Principe de la formation des diagrammes de Kikuchi [98]

Pour cette analyse, on a utilisé un microscope TESCAN modèle VEGA II équipé d'un canon thermoélectronique à filament de tungstène, muni d'une caméra EBSD EDAX-TSL Digiview III reliée au logiciel d'acquisition et de traitement EDAX-TSL Orientation Imagerie Microscopie, version 5.31.

**Conditions instrumentales :**

- ✓ Tension d'accélération des électrons : 30 kV
- ✓ Courant d'émission : 85  $\mu$ A
- ✓ Courant absorbé par l'échantillon : 200 pA
- ✓ Diamètre du faisceau : 150 nm
- ✓ Distance de travail : 23 mm
- ✓ Echantillon incliné à 70° pour l'analyse EBSD
- ✓ Caméra en mode binning 4×4, indexation 20 clichés/seconde.

**Fiches ICDD employées :**

- ✓ Aluminium n°04-012-7848
- ✓  $Al_3Mg_2$  cubique faces centrées n°00-029-0048
- ✓  $Al_3Mg_2$  hexagonal n°00-040-0903

### III-7. Caractérisation microstructurale:

#### III-7.1. La Microscopie optique :

Dans un premier temps, nous observons les échantillons avec le microscope optique numérique. On peut ainsi observer plus ou moins bien la microstructure des échantillons.

La microscopie classique utilise la "transmission", c'est-à-dire que la lumière traverse l'échantillon observé. Mais, il est également possible de travailler en réflexion. Dans ce cas, l'échantillon est illuminé du même côté que l'observateur soit par le dessus pour un microscope droit ou par le dessous pour les microscopes inversés utilisés en métallographie. La microscopie par réflexion permet d'observer des objets opaques ou trop épais pour la transmission (cas de nos échantillons).

Pour certains objectifs, nous avons des filtres polarisés. Ceux-ci permettent de ne faire "vibrer" la lumière que dans une seule direction et ainsi mettre en évidence les variations d'orientation cristalline entre grains.

Les observations microstructurales ont été faites à l'aide de d'un microscope métallographique à grand champ OLYMPUS de type BX 51 relié à un microordinateur (Fig. III.13) muni de lentilles qui permettent le grossissement de l'image et donc voir de petits détails ; cet appareil permet d'utiliser des grossissements pouvant aller jusqu'à 1000 fois.

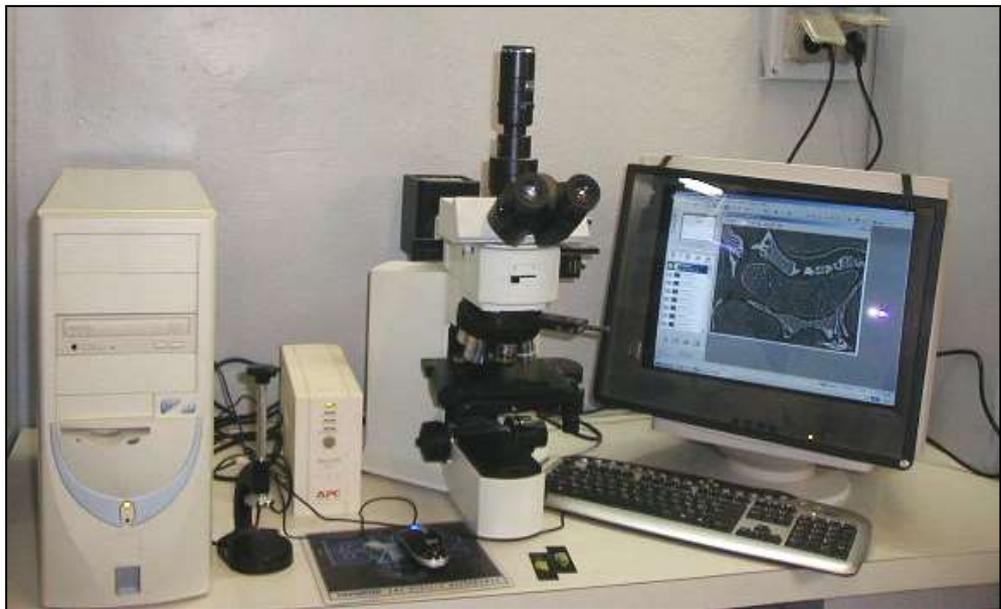


Figure III.13. Le microscope optique de type OLYMPUS BX51M relié à un microordinateur

### III-7.2. La Microscopie électronique à balayage (MEB) :

Pour avoir un peu plus de certitudes, nous avons utilisé un MEB (Microscope Electronique à Balayage) équipé d'une sonde EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) afin de réaliser également une analyse chimique.

Théoriquement, quand un faisceau de sonde électronique balaie la surface de l'échantillon, divers phénomènes ont lieu comme : la diffusion et la diffraction d'électrons, l'émission d'électrons secondaire et d'électrons Auger, l'émissions de photons X, et de photons lumineux, l'absorption d'électrons, la création de défauts et de phonons, la formation de champs électrique ou de champs magnétique, etc. Chacun de ses effets peut former « une image ». On a besoin de disposer d'un détecteur correspondant pour transformer l'effet « objet » en un signal électrique.

Dans le microscope électronique à balayage (MEB), un détecteur à scintillation est utilisé pour transformer l'effet de l'émission d'électron secondaire en signal électrique. Ce signal est ensuite utilisé pour former l'image MEB.

Deux types de microscopes électroniques à balayage environnemental JEOL JSM-6700F et JEOL JED-2300 équipés d'un spectromètre d'analyse dispersive en énergie (EDS-X) ont été employés pour l'acquisition des images de morphologie de surface des échantillons traités différemment. Ces images de grandissement variant de X350 à X2500 sont obtenues avec les électrons secondaires à 3 kV et les spectres EDS-X sont réalisés à 10 kV. Il est important de préciser qu'avec cet appareil, nous travaillons sous vide afin d'éviter les interférences et ainsi de limiter le bruit. Pour obtenir une image plus nette, on peut jouer sur la quantité d'électrons, plus ils seront importants et plus l'image sera nette. On peut également s'intéresser à la vitesse de balayage. Plus on balaie longtemps et plus l'image sera nette.

La quantité d'électrons secondaires produite ne dépend pas de la nature chimique de notre alliage, mais, plutôt de l'angle d'incidence du faisceau primaire avec la surface... l'imagerie avec électrons secondaires fonctionne par contraste topographique. Ainsi, les zones les plus claires sont les zones constituées de 'pics' (renvoie plus d'électrons) et les zones foncées sont des 'creux'... il est difficile de tirer des conclusions avec ce type d'imagerie, car, comme nous l'avons vu précédemment (§.III.2), la préparation des échantillons a certainement modifié le relief des échantillons. L'imagerie avec électrons rétrodiffusés fonctionne en contraste de phases. Les éléments dont le numéro atomique Z est le plus élevé apparaîtront plus clairement. On sait que l'aluminium (Al) est  $\alpha$ -gène

avec  $Z=13$ ; ainsi sur les images, l'aluminium (zones  $\alpha$ -gènes) apparaît moins clair en raison du numéro atomique  $Z$  plus faible de ce dernier élément.

On constate aussi que les deux "cartographiques" électrons rétrodiffusés et secondaires concordent ; en effet, les zones de pic semblent être  $\beta$ -gène tandis que les creux seraient plutôt  $\alpha$ -gène.

Pour confirmer cette proposition, nous allons finalement utiliser un détecteur EDS.

### **III-7.2. La Microscopie électronique à transmission (MET) et diffraction d'aire sélectionnée des électrons (SAED):**

La microscopie électronique à transmission permet à la fois d'observer à une échelle nanométrique les échantillons et d'obtenir des informations cristallographiques. C'est également la seule technique classique permettant d'observer les dislocations.

L'observation des revêtements et la détermination qualitative de leur composition chimique sont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à transmission JEOL 2100 LaB6 opérant à 200kV, équipé d'une caméra CCD et d'un spectromètre EDS-X (résolution de 0.2 nm).

---

*Chapitre*

**IV**

**Résultats et discussion**

## IV-1. Cas de l'alliage Al-12 % Mg :

### IV-1.1. L'analyse par spectroscopie mécanique (DTFI) :

Le frottement intérieur est une des meilleures méthodes expérimentales extrêmement sensible au changement de la microstructure; elle est basée sur le fait que des oscillations produites artificiellement dans le corps solide sont amorties avec le temps; l'énergie élastique des oscillations est dissipée en se transformant en énergie thermique.

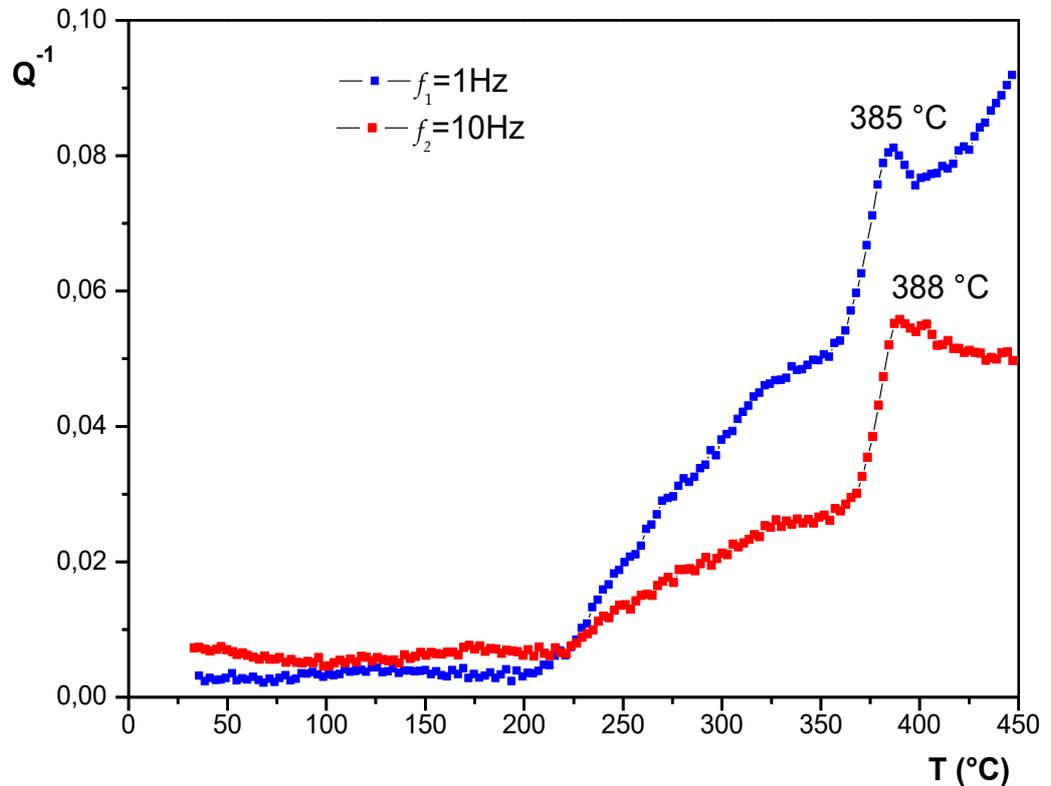
L'influence de la précipitation sur l'évolution du frottement intérieur est ainsi très intéressante, car ce dernier est particulièrement sensible à l'évolution de la microstructure des matériaux.

Le comportement du frottement intérieur de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C et trempé est présenté sur la figure IV.1 qui montre des courbes similaires pour deux fréquences (1 et 10 Hz) des vibrations de flexion forcées: la présence d'un amortissement de fond et l'effet d'un pic à environ 385 °C.

Pour la fréquence de 10 Hz, le fond d'amortissement est plus faible car il est activé thermiquement et donc déplacé à une température plus élevée. L'effet du pic à environ 385 °C est le résultat de la dissolution des particules précipitées, ce qui conduit à un glissement plus facile des joints de grains (JG) et devient possible seulement quand un processus de dissolution est terminé. La forme du pic, et par conséquent, sa hauteur observé précédemment dans les alliages Al-Mg avec différents teneurs en Mg [5, 59, 90, 94], dépend de la fréquence. Belson et al. [89] ont attribué le pic du FI ( $H = 1,4$  eV et  $\tau_0 = 10^{-17}$  s) aux alliages avec des teneurs en Mg jusqu'à 12% à la réorientation des paires d'atomes de substitution en solution solide, c'est-à-dire au mécanisme de relaxation de Zener. Jusqu'à 200 °C, le spectre du FI ne révèle rien de particulier tandis qu'entre 200 et 400 °C, lorsque la plupart des effets de transition ont lieu, notamment la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , certains effets apparaissent. A environ 200 °C, on peut observer une augmentation significative de la mobilité de dislocations accompagnée d'un maximum à environ 385 °C.

La position de la température du pic du FI à 385 °C ne dépend pratiquement pas de la fréquence de mesure sous-jacent, cet effet étant plutôt dû à une certaine transition structurale. Comme discuté ci-dessus, cette transition structurale est la dissolution de la phase  $\beta$ . À son tour, il conduit à débloquer le glissement du joint de grains qui est l'effet d'une relaxation activée thermiquement. Par conséquent, au-dessus de 385 °C, on peut

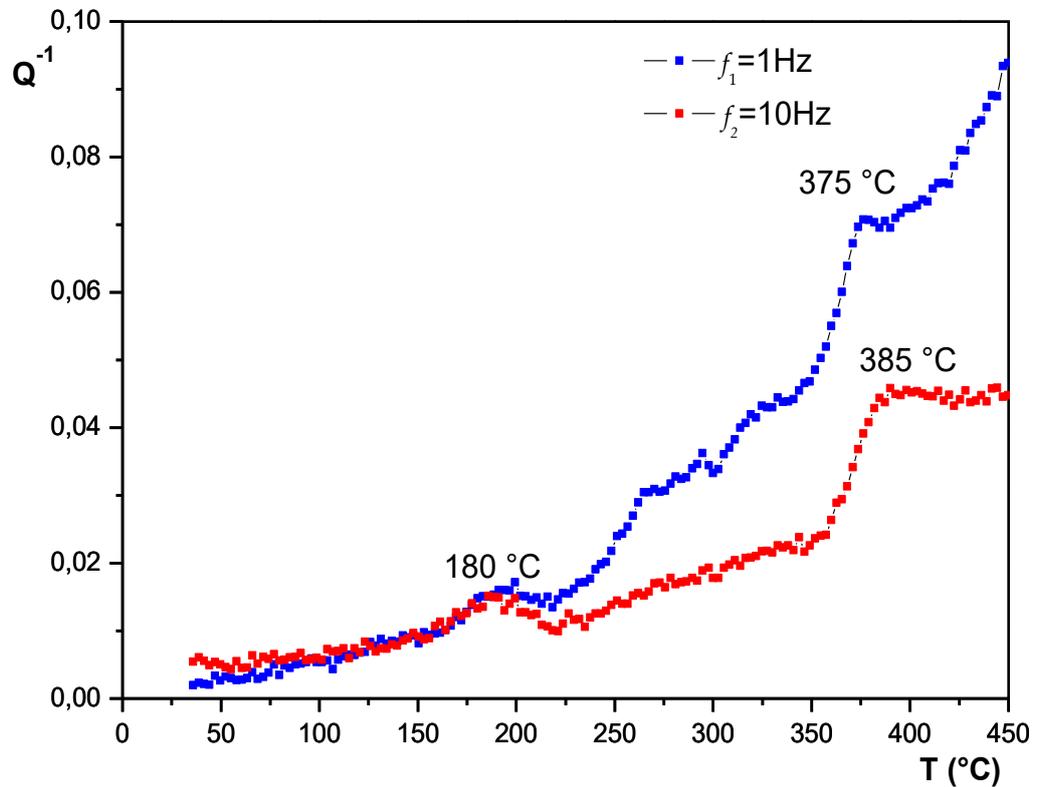
observer, dans les courbes expérimentales, la partie restante de la relaxation des joints de grains (à température élevée) alors que sa partie à basse température en dessous de 385 °C est "arrêtée" par la présence de la phase  $\beta$  dans les joints de grains.



**Figure IV.1.** La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'échantillon Al-12% Mg trempé à l'eau de 430 °C pour les fréquences 1 et 10 Hz, vitesse de chauffage 10 °C/ min et amplitude maximale de déformation de  $1 \times 10^{-4}$ .

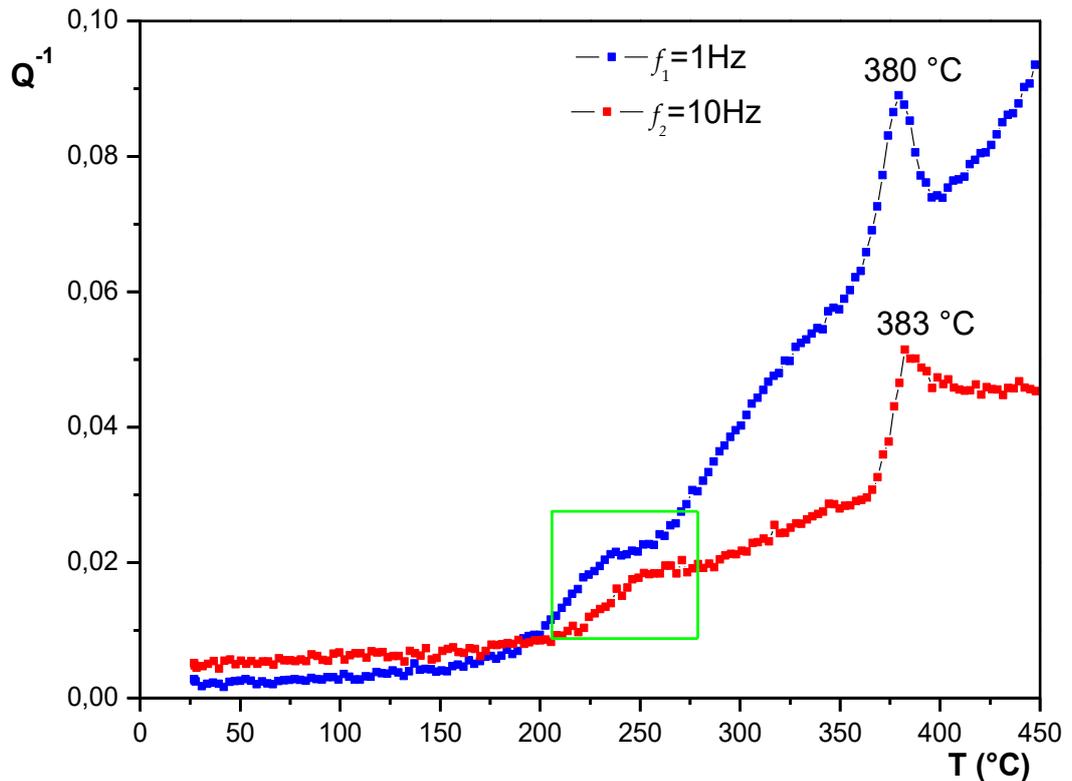
Dans l'échantillon trempé à l'eau, et vieilli pendant 25 heures à 150 °C, une légère différence est observée sur les courbes DTFI (figure IV.2) dans le domaine de température [175-230 °C] par rapport à l'état précédent (trempé). Un petit pic apparaît approximativement à 180 °C pour les deux fréquences. De manière similaire à celui observé à environ 385 °C, cet effet à 180 °C ne peut pas être une relaxation activée thermiquement car sa température n'augmente pas avec l'augmentation de la fréquence de mesure. Cette température de vieillissement (150 °C) se caractérise par la formation de la phase  $\beta'$  et par sa transformation préalable en particules de la phase  $\beta$ . Ces derniers croient d'une façon hétérogène dans l'intervalle [150-175 °C] sur les joints de grains et les

précipités intermétalliques [95]. Ce processus conduit automatiquement à la suppression de la relaxation des joints de grains. Ainsi, ce petit pic résulte des changements de mobilité des joints de grains et éventuellement des dislocations.



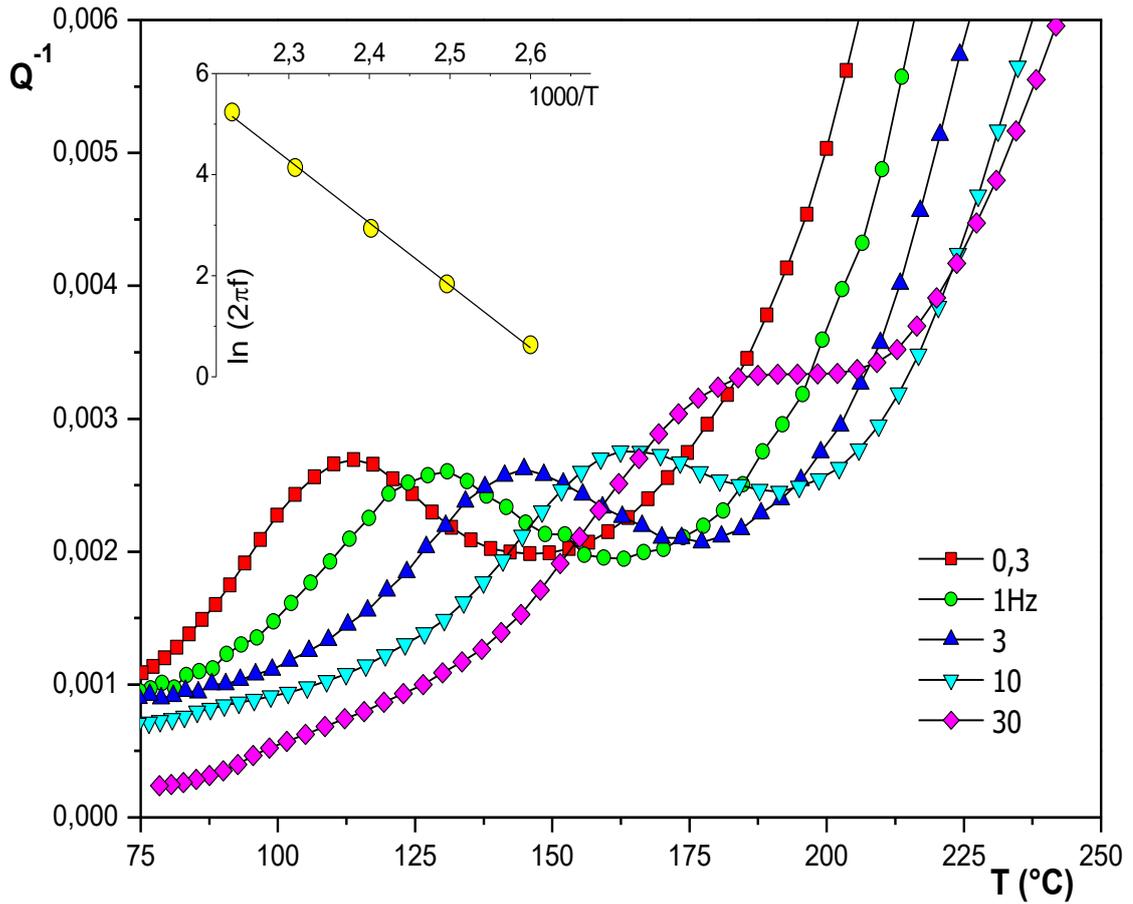
**Figure IV.2.** La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'échantillon Al-12% Mg trempé à l'eau de 430 °C et vieilli 25 h à 150 °C pour les fréquences 1 et 10 Hz, vitesse de chauffage 10 °C/min et amplitude maximale de déformation de  $1 \times 10^{-4}$ .

Le même phénomène est observé pour l'échantillon trempé à l'eau et vieilli à 250 °C pendant 21 heures (figure IV.3). Par rapport aux deux états précédents, on note que la hauteur du second pic du FI à environ 385 °C est plus élevée à cause de la dissolution d'une grande quantité de la phase  $\beta$  formée pendant le vieillissement.



**Figure IV.3.** La dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) de l'échantillon Al-12% Mg trempé à l'eau de 430 °C et vieilli 21 h à 250 °C pour les fréquences 1 et 10 Hz, vitesse de chauffage 10 °C/min et amplitude maximale de déformation de  $1 \times 10^{-4}$ .

Afin d'étudier l'effet présenté sur la figure 4, nous avons utilisé plus de fréquences et une vitesse de chauffage plus basse sur le DMA Q 800. L'analyse de la partie basse de température des spectres DTFI (Fig. IV.4) conduit à la conclusion de l'existence d'un pic relativement petit, activé thermiquement à 100-200 °C. C'est le pic activé thermiquement, qui est enregistré dans des états trempés, déformés à froid et recuits. Ses paramètres d'activation sont rassemblés dans le tableau IV.1. A l'état trempé, la hauteur du pic est la plus élevée en raison d'une concentration plus élevée d'atomes de Mg dans la solution solide. Selon les paramètres d'activation, cet effet est contrôlé par le mécanisme de relaxation de Zener - réorientation des paires d'atomes de Mg-Mg dans une solution solide d'Al sous la contrainte appliquée par des vibrations forcées. Cette conclusion concernant le mécanisme du pic est similaire à celle de Belson et al. [89].



**Figure IV.4.** Courbes de la DTFI du pic à basse température dans des échantillons recuits de l'alliage Al-12% en poids de Mg lors du refroidissement à partir de 400 °C. La vitesse de refroidissement est de 2 °C/min, et l'amplitude maximale de déformation de  $5 \times 10^{-4}$ . Encart: Dépendance d'Arrhenius de la température du maximum sur la fréquence.

**Table IV.1.** Paramètres du pic FI à 100-200 °C dans l'alliage Al-12 wt.% Mg après différents traitements thermiques.

Etat de l'échantillon	Paramètres du pic à basse température (100-200 °C)						
	$H$ , eV	$\tau_0$ , s	$\beta_\tau$ (1 Hz)	$\beta_{\tau_0}$	$\beta_{\tau_H}$	$Q_m^{-1}$ (1 Hz)	$\Delta$
Chauffage:							
Trempe dans l'eau de 435 °C	$0.95^{\pm 0.1}$	$6 \times 10^{-13}$	2.6	-7.70	0.37	0.0045	0.017
refroidissement:							
Déformation à froid + recuit à 400 °C pendant 10 min	$1.07^{\pm 0.02}$	$6 \times 10^{-15}$	1.4	-5.99	0.26	0.0017	0.005
Recuit à 400 °C	$1.05^{\pm 0.05}$	$2 \times 10^{-14}$	2.6	-7.88	0.36	0.0022	0.008

Où :  $H$  est l'énergie d'activation (valeur moyenne),  $\tau_0$  est le temps de relaxation caractéristique (terme pré-exponentiel dans l'équation d'Arrhenius),  $\beta_\tau$  (1 Hz) est un paramètre caractérisant la largeur de la distribution du temps de relaxation pour un test à 1 Hz,  $\beta_{\tau_0}$  et  $\beta_{\tau_H}$  sont les paramètres de la distribution du temps de relaxation en fréquence et en énergie d'activation.

#### IV-1.2. L'analyse dilatométrique différentielle :

Le fait de chauffer un matériau accroît son énergie interne; en particulier les amplitudes d'oscillations des atomes augmentent et de ce fait leur inter-distance moyenne devient plus notable.

Cet accroissement de leur écartement moyen est relié classiquement à la température par un facteur de proportionnalité qui est le coefficient de dilatation :  $\Delta l = \alpha T$ .

Toute courbe dilatométrique traduit, par principe, les variations dimensionnelles se produisant, soit en condition isotherme, soit en condition anisotherme, soit les deux en même temps, c'est-à-dire, qui ont lieu successivement lors du même cycle thermique.

Pour pouvoir comparer l'évolution structurale au cours des essais dilatométriques et DSC, la même vitesse de chauffage, comme dans les tests du F.I., est utilisée (10 °C/ min).

Le cycle thermique consiste à chauffer jusqu'à 430 °C, maintenir 5 min à cette température et refroidit jusqu'à la température ambiante.

Les courbes dilatométriques du chauffage et sa courbe dérivée sont présentées sur la figure IV.5. (a - c). Pendant le maintien isotherme à 430 °C et le refroidissement de 430 °C jusqu'à 20 °C, aucun effet dilatométrique significatif n'a été observé. Par conséquent, l'étude ne concernera que le processus du chauffage pour le comparer avec les différentes courbes du frottement intérieur.

La courbe dilatométrique de l'échantillon homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C et trempé (Fig. IV.5.a) présente un effet important lors du chauffage. Un examen plus détaillé de la courbe dérivée révèle qu'une anomalie importante apparaît entre 265 et 420 °C. Elle est composée d'une expansion dans l'intervalle [265-356 °C] avec un pic dérivé situé à 314 °C et d'une contraction entre 356 et 420 °C avec un minimum de la courbe dérivée située à 386 °C. Un effet complémentaire (expansion) se produit dans l'intervalle 50-80 °C avec un maximum situé à 59 °C. Cette petite anomalie est généralement attribuée à la dissolution des zones GP [45]. Ces anomalies sont importantes en raison de la forte concentration d'atomes de soluté et, par conséquent, de la sursaturation élevée, qui a un effet important sur le coefficient de dilatation.

Cette anomalie importante est due à la précipitation de deux phases  $\beta'$  et  $\beta$  (donnant une expansion) suivies de leur dissolution (donnant une contraction). Une remarque importante sur cette expansion de précédents travaux [4-5, 23, 45, 73, 83, 87-88]. La précipitation de la phase d'équilibre  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) s'accompagne d'une diminution du paramètre de la maille. Celle-ci résulte de la différence des rayons atomiques de l'aluminium ( $r_{\text{Al}} = 0,143 \text{ nm}$ ) et du magnésium ( $r_{\text{Mg}} = 0,160 \text{ nm}$ ):  $r_{\text{Mg}}$  est supérieur à  $r_{\text{Al}}$ , en substitution en solution solide (homogénéisation ou dissolution) les atomes de magnésium augmentent la distance interatomique (c'est-à-dire le paramètre du réseau). En quittant la solution solide (pendant le vieillissement ou la précipitation), ils diminuent la distance interatomique. Ainsi, nous devons nous attendre à une contraction, pas à une expansion. La formation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  a cependant un autre effet: leur volume spécifique ( $V_{\beta'} = 282,51 \text{ \AA}^3$  et  $V_{\beta} = 19,28 \text{ \AA}^3$ ) est supérieur à celui de la matrice ( $V_m = 17,39 \text{ \AA}^3$ ) [99] qui conduit à une expansion. De plus, cette expansion est plus dominante que l'effet de contraction dû à la diminution du paramètre de maille de la matrice. Ce résultat confirme que le pic FI observé vers 380 °C est dû à la dissolution de la phase  $\beta$  et que le frottement intérieur n'est pas assez sensible à la dissolution des zones GP.

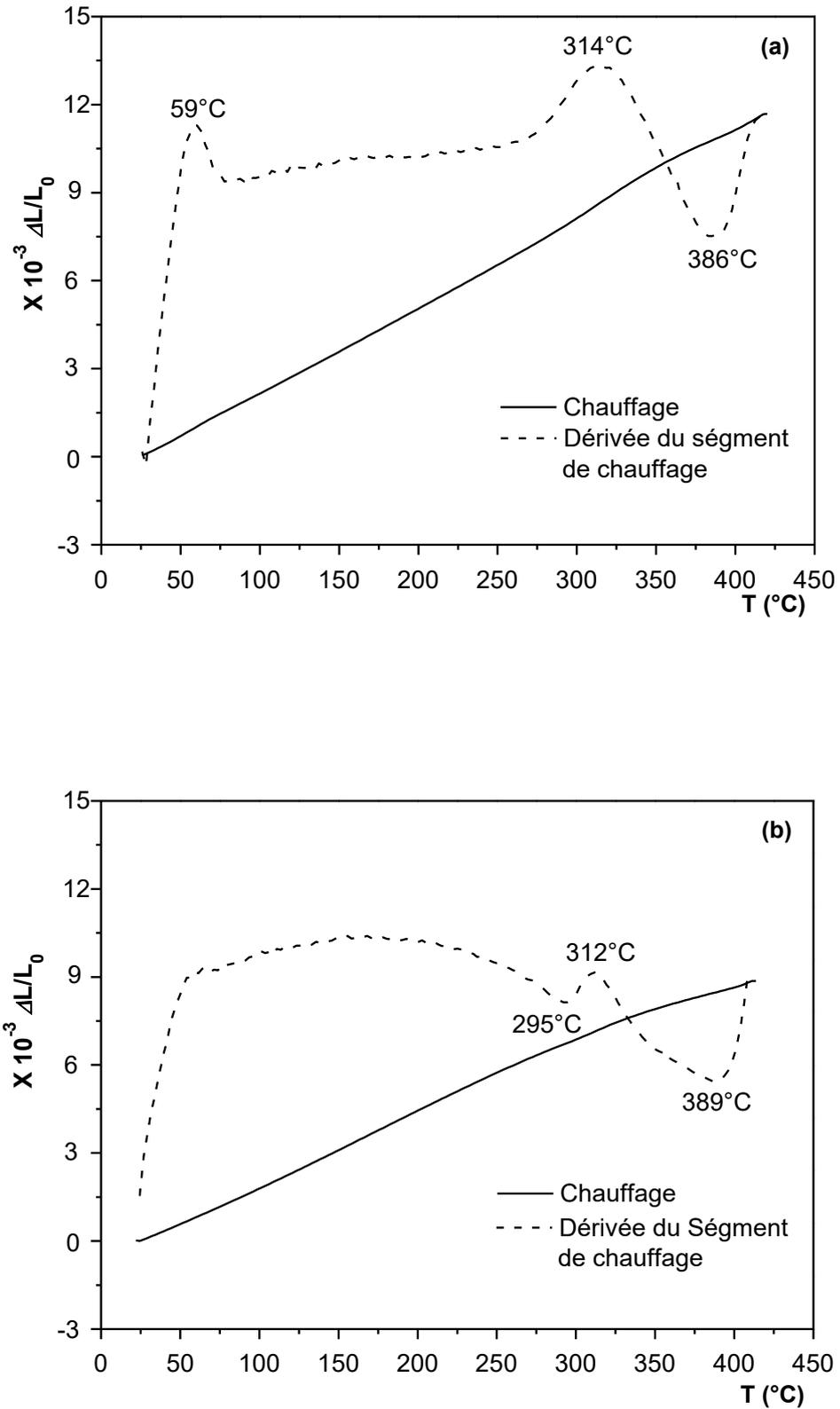
La courbe dilatométrique de l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli à 150 °C pendant 25 h présente des effets différents de ceux de l'échantillon trempé. En effet, lors d'un chauffage de 20 à 430 °C avec une vitesse de 10 °C/ min (Fig. IV.5.b), on constate que l'expansion disparaît et que seule une anomalie significative se produit entre 280 et 430 °C. Cette anomalie est composée d'une petite expansion et d'une large contraction situées entre 295 et 370 °C et entre 370 et 425 °C en raison de la précipitation et de la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$  respectivement. L'amplitude du second pic est plus importante que celle du premier, ce qui est normal car de nombreuses phases se sont formées au cours du vieillissement à 150 °C, avant l'essai dilatométrique, de sorte que leur dissolution est plus importante. Il faut noter, contrairement à l'échantillon trempé, qu'il n'y a pas d'expansion à cause de la dissolution des zones GP au cours du vieillissement précédent.

De plus, les courbes dilatométriques de l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli pendant 21 h à 250 °C (Fig. IV.5.c) ne montrent qu'une forte contraction entre 257 et 414 °C. Cela est certainement dû à la dissolution d'une grande quantité de la phase  $\beta$  d'équilibre formée principalement au cours du vieillissement, avant l'essai dilatométrique.

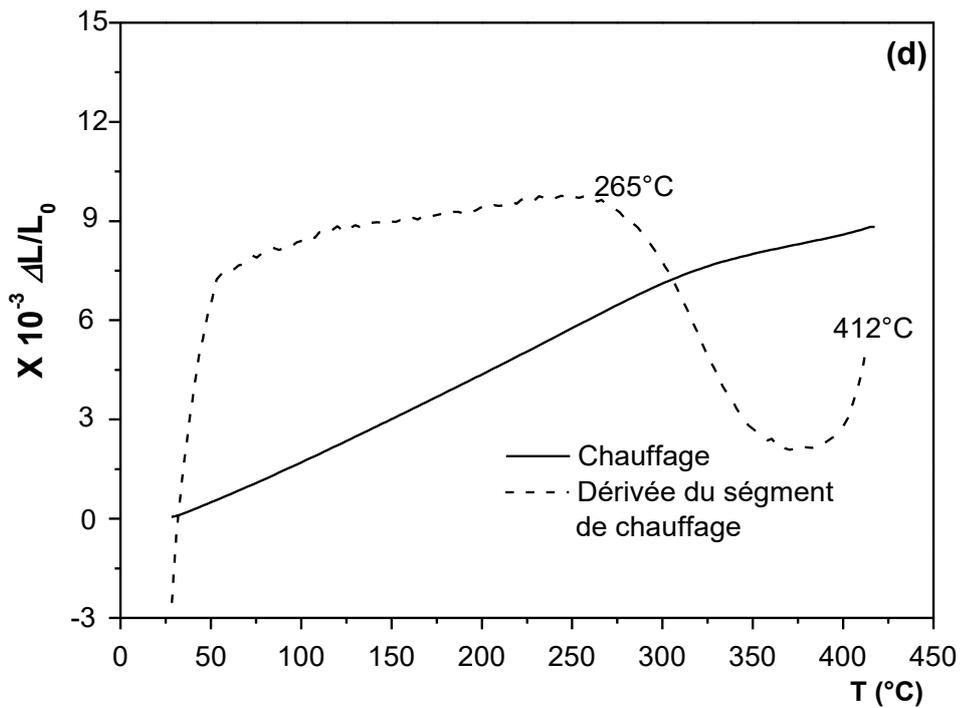
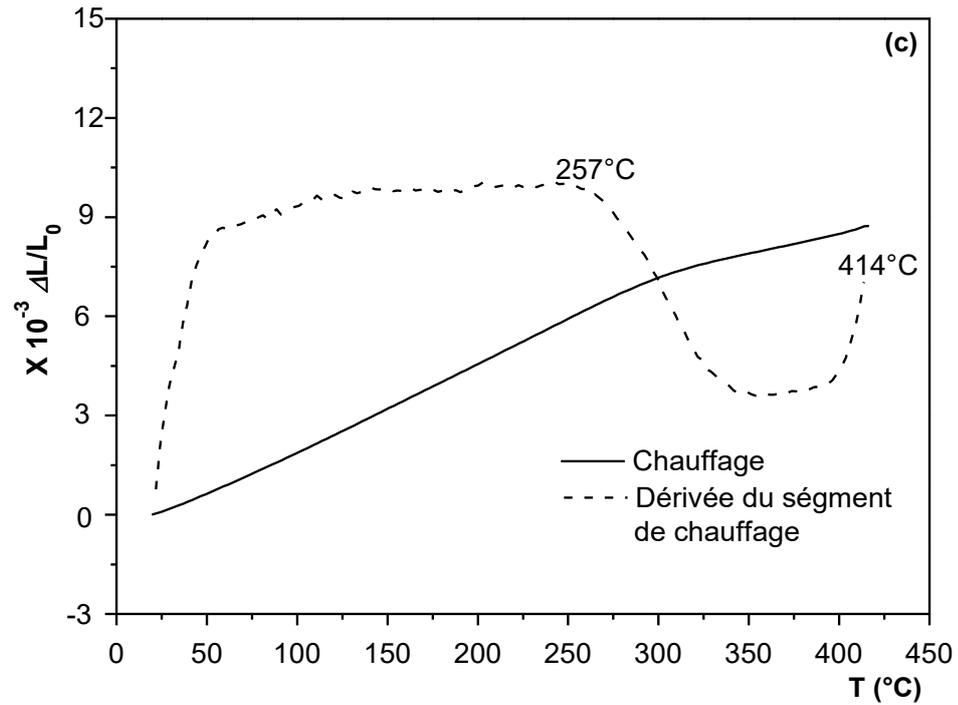
Cependant, le prolongement du vieillissement jusqu'à 48 h et 168 h à 250 °C mène apparemment à une seule contraction entre 265 et 413 °C (pour 48 h) et entre 268 et 410 °C (pour 168 h) associée à la dissolution de la phase d'équilibre  $\beta$  (Fig. IV.5. (d) et (e)).

\*\*\* On remarque bien que la quantité de la phase  $\beta$  dissoute augmente avec le temps du vieillissement, ceci est évident dans l'intensité du pic de la contraction.

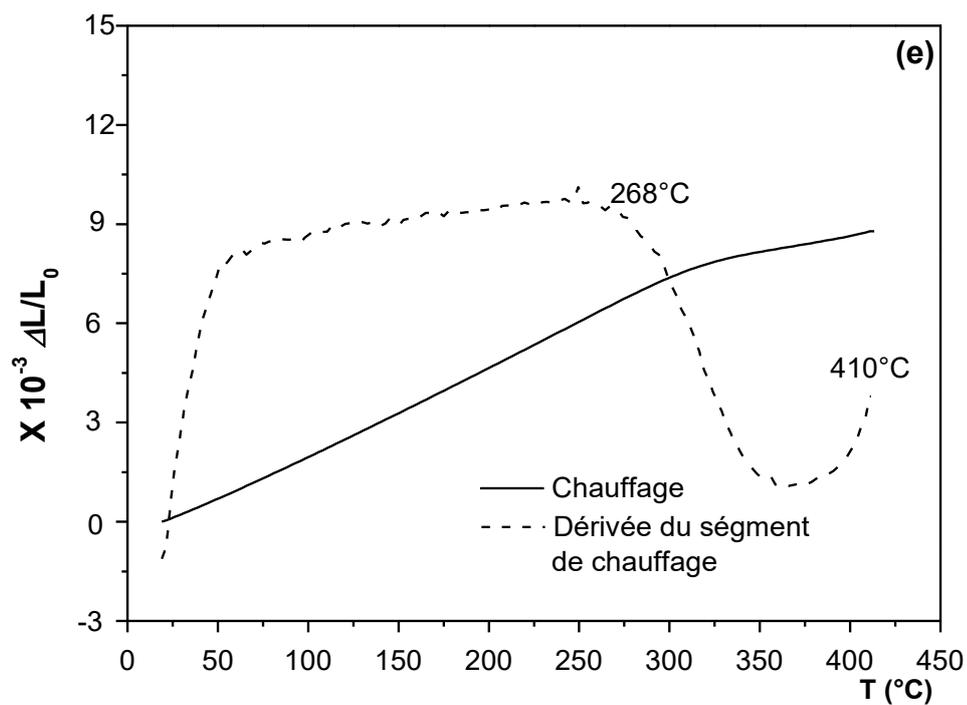
\*\*\* Ces trois dernières courbes montrent que la contraction, certainement, due à la dissolution de toute la phase  $\beta$ , entièrement, formée durant le vieillissement à 250 °C.



**Figure IV. 5 (a, b).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/ min de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C puis: (a) trempé et (b) vieilli pendant 25 h à 150 °C.



**Figure IV. 5 (c, d).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de  $10^{\circ}C/min$  de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à  $430^{\circ}C$  puis trempé et vieilli pendant (c) 21 h et (d) 48 h à  $250^{\circ}C$ .



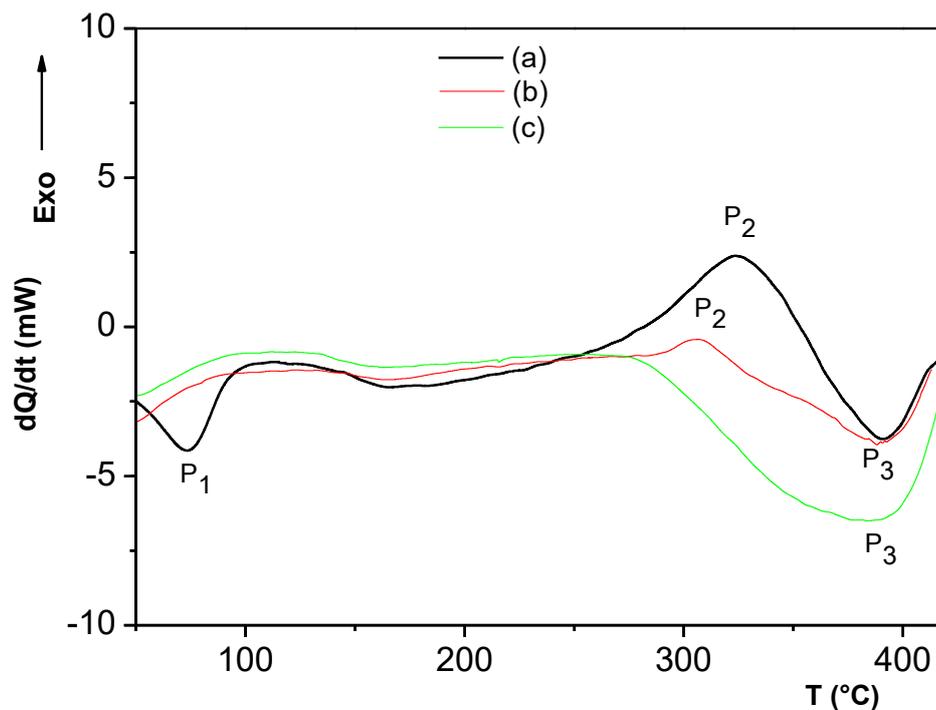
**Figure IV. 5 (e).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/ min de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C puis trempé et vieilli pendant 168 h à 250 °C.

### IV-1.3. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

La courbe DSC obtenue pendant le chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% Mg, préalablement homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C et trempé, de 25 à 430 °C avec une vitesse de 10 °C/ min (Fig. IV.6.a) présente deux pics endothermiques dans les intervalles de température [50-100 °C] et [350-420 °C], nommés respectivement P<sub>1</sub> et P<sub>3</sub>, et un troisième pic exothermique P<sub>2</sub> compris entre 250 et 350 °C.

Le premier pic endothermique P<sub>1</sub> est dû à la dissolution des zones GP formées juste après la trempe [5, 45]. Ce pic n'est suivi d'aucun effet thermique (il s'arrête à 100 °C et le pic suivant commence à 250 °C), ce qui signifie que les zones GP se dissolvent bien avant l'apparition des autres phases et ne contribuent pas directement à leur formation [36].

Le pic exothermique P<sub>2</sub> a un épaulement dû à la précipitation de deux phases (en principe β' et β). Enfin, le second pic endothermique P<sub>3</sub> qui suit immédiatement le pic exothermique représente la dissolution des phases β' et β [5, 45] et confirme la nature du pic FI observé vers 380 °C.



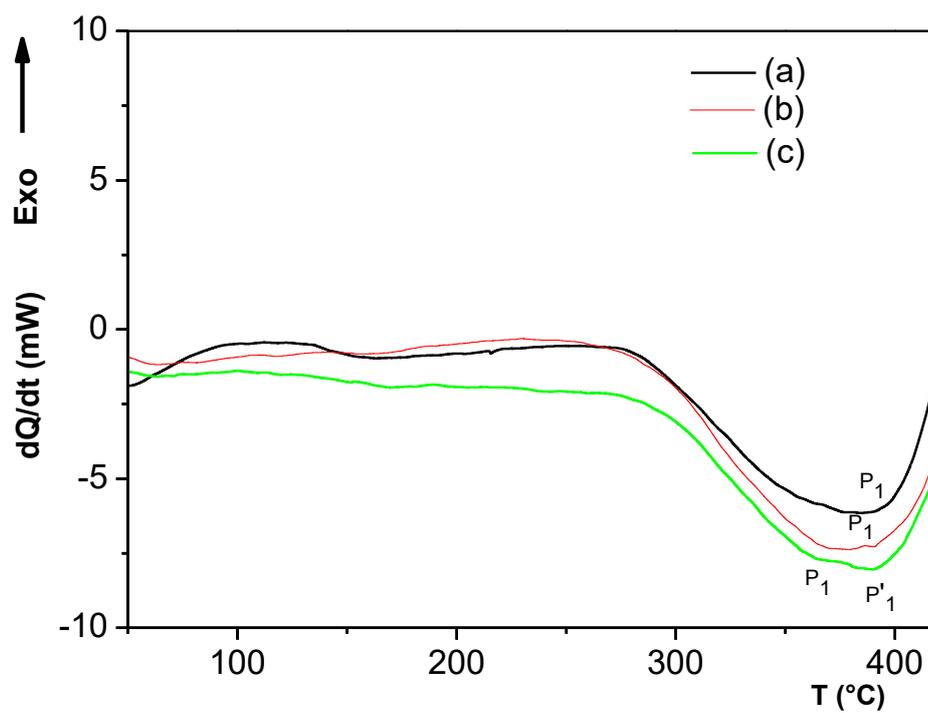
**Figure IV.6.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage avec 10 °C/ min de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C (a) trempé, et vieilli pendant (b) 25 h à 150 °C et (c) 21 h à 250 °C.

Le thermogramme enregistré pendant le chauffage à une vitesse de 10 °C/ min pour un échantillon de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli pendant 25 heures à 150 °C, présente une forme différente (Fig. IV.6.b).

On note l'absence du pic  $P_1$  (les zones GP ayant été dissoutes durant le maintien de 25 h à 150 °C), la présence d'un pic  $P_2$  plus petit (toujours dû à la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ ) et d'un pic  $P_3$  plus étalé (dû à leur dissolution).

Le pic exothermique disparaît complètement (Fig.IV.6.c) pendant le chauffage avec la même vitesse de 10 °C/ min d'un échantillon de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C, trempé et vieilli pendant 21 h à 250 °C. Cela suggère que la germination et la croissance des particules  $\beta$  sont achevées pendant ce vieillissement à 250 °C. Ainsi, la seule anomalie apparaissant dans l'intervalle [275-420 °C] est un pic endothermique très important dû à la dissolution des particules de la phase  $\beta$ , correspondant au pic du FI vers 380 °C.

Le prolongement du temps de vieillissement à 250 °C mène à la même allure de la courbe en notant un léger décalage des pics endothermiques vers les basses températures et leur dédoublement (Figure IV.7). Le travail de Nebti et al [23] montre que cela peut être dû au fait que les particules  $\beta'$  ne se sont pas complètement transformées en phase  $\beta$  à l'équilibre pendant le vieillissement ; par conséquent, ce pic dédoublé endothermique est probablement dû à la dissolution des particules des phases  $\beta'$  et  $\beta$ .



**Figure IV.7.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage avec 10 °C/ min de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C, trempé et vieilli à 250 °C pendant (a) 21h (b) 48 h et (c) 168 h.

#### IV-1.4. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté :

Le tableau IV.2 donne une idée sur la variation de la microdureté pour des températures différentes.

**Tableau IV.2.** Variation de la microdureté de l'alliage Al-12% Mg traité différemment.

Etat de l'échantillon	Microdureté Hv= (Kg/mm <sup>2</sup> )
Trempé	106.00
Trempé et vieilli 25 h à 150 °C	152.62
Trempé et vieilli 21 h à 250 °C	109.70
Trempé et vieilli 48 h à 250 °C	113.32
Trempé et vieilli 168 h à 250 °C	117.35
Trempé et vieilli 25 h à 150 °C + chauffage continu jusqu'à 180 °C avec une vitesse 10 °C/min (pic FI)	104.80
Trempé et vieilli 25 h à 150 °C + chauffage continu jusqu'à 380 °C avec une vitesse 10 °C/min (pic FI)	134.00
Trempé et vieilli 21 h à 250 °C + chauffage continu jusqu'à 250 °C avec une vitesse 10 °C/min (pic FI)	92.83
Trempé et vieilli 21 h à 250 °C + chauffage continu jusqu'à 380 °C avec une vitesse 10 °C/min (pic FI)	108.66

La microdureté Vickers de l'alliage Al-12% Mg a été mesurée après trempe et vieillissement à 150 et 250 °C pendant 25 et 21 heures respectivement. La dureté initiale est d'environ 106 Hv à l'état trempé. Après 25 h de vieillissement à 150 °C, elle atteint un maximum de 152 Hv puis diminue à environ 109 Hv après 21 h de vieillissement à 250 °C. La valeur maximale de la microdureté pour l'alliage Al-12% Mg est donc obtenue pendant la précipitation des particules de la phase métastable  $\beta'$ , après un vieillissement de 25 h à 150 °C, qui contribuent le plus au durcissement des alliages Al-Mg [100].

Après formation des précipités de la phase  $\beta$ , l'espace entre précipités devient très important ce qui permet aux dislocations de se déplacer plus facilement et la microdureté commence à diminuer.

Le grossissement de ces particules est confirmé par la diminution de la microdureté Hv de 152.62 après 25 h à 150 °C jusqu'à 109.00 après 21 h à 250 °C, et si on augmente la durée

de vieillissement à cette température (2 jours et 7 jours), la valeur continue à diminuer (Tableau IV.2.)

D'autre part, des mesures de la microdureté ont été effectuées sur des échantillons traité selon les pics du frottement intérieur obtenus par spectroscopie mécanique §. IV-1.1 (i.e. chauffage continu jusqu'aux températures des pics). Ces résultats confirment bien ceux obtenus par FI, l'augmentation des valeurs de la microdureté observé (pour les deuxièmes pics) est certainement due à l'augmentation de la densité des précipités et la diminution de leurs taille et la distance inter-précipité ; la diminution est attribuée à la diminution de la densité des précipités, en particulier celle de la phase  $\beta'$ , qui induit une augmentation de la distance inter-précipité.

#### IV.1.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X est le moyen le plus puissant pour suivre les transformations de phases, en particulier la précipitation et la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , se produisant durant les traitements anisothermes, dans divers alliages à base d'aluminium.

A cause de leur classement très proche dans le tableau périodique des éléments, les atomes d'aluminium et de magnésium possèdent des structures électroniques presque identiques et par conséquent, leurs facteurs de diffusion électronique l'est aussi; la diffraction des rayons X (DRX) ne peut donc révéler que de très faibles pics de diffraction des phases composées de ces deux éléments.

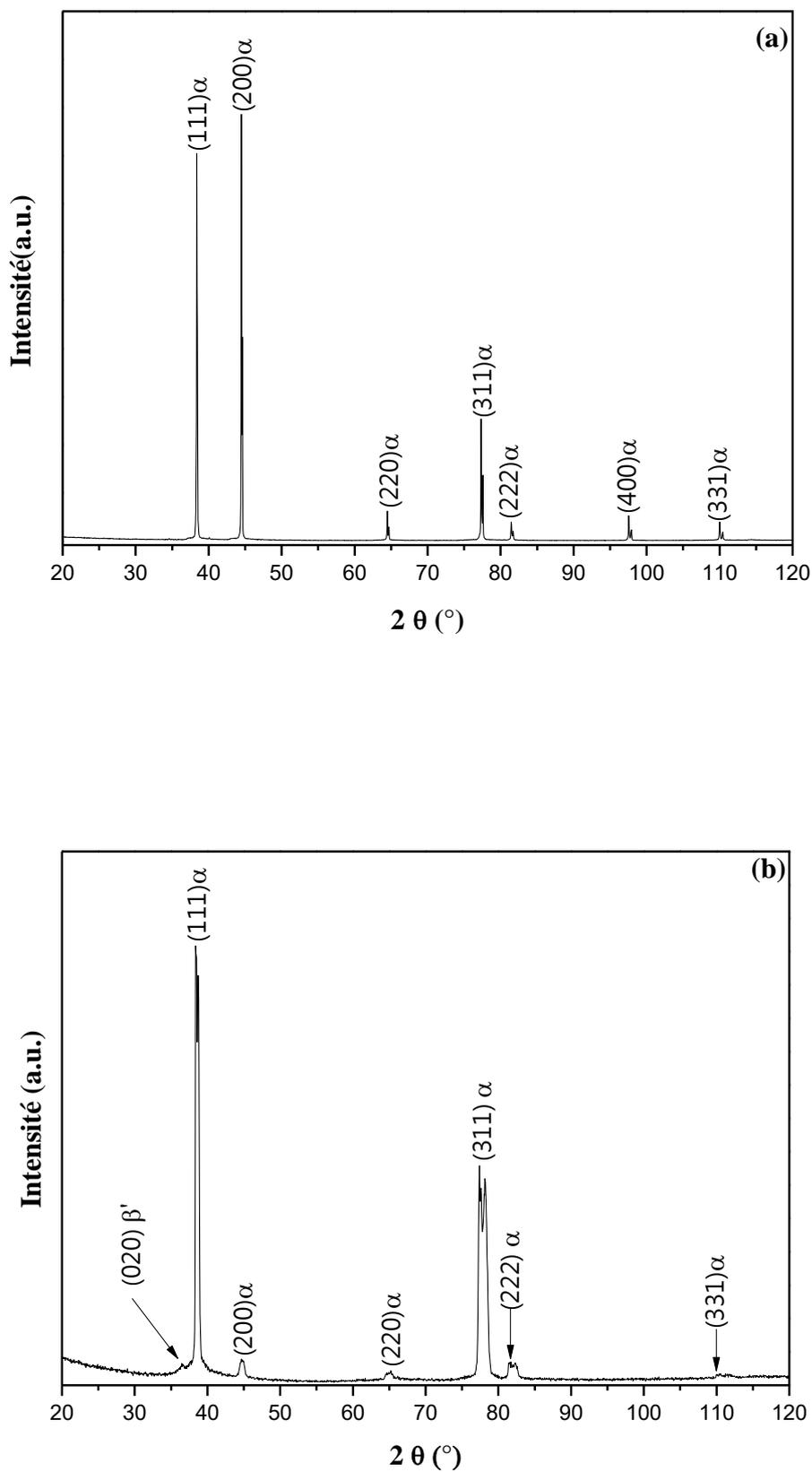
Le spectre de diffraction X enregistré pour l'échantillon Al-12% mass. Mg, homogénéisé et trempé à l'eau froide, est montré dans la figure IV.8. (a). Les pics de diffraction de la solution solide sursaturée, nous ont permis de calculer le paramètre du réseau de la solution solide sursaturée correspondant à la mise en solution de 12% mass. Mg, en utilisant la relation de Bragg:  $2 d \sin\theta = n \lambda$  et le plus intense pic correspondant à l'angle de diffraction  $2\theta = 44,50^\circ$  pour la raie (2 0 0)  $\alpha$  :  $a = 4.097 \text{ \AA}$  (Fiche ICDD 04-012-7847).

Des particules de la phase  $\beta'$  se forment après 25 heures de vieillissement à 150 °C; ce qui est présenté sur la figure IV.8. (b) dont on voit bien le pic (0 2 0) qui convient à la phase  $\beta'$  selon la fiche ICDD (00-029-0048). Sur la figure IV.8. (c) on voit plusieurs pics caractérisant la phase  $\beta$  qui se forme directement après un vieillissement à 250 °C. Les pics de la phase  $\alpha$  se déplacent vers des angles plus faibles, ce qui indique que le paramètre

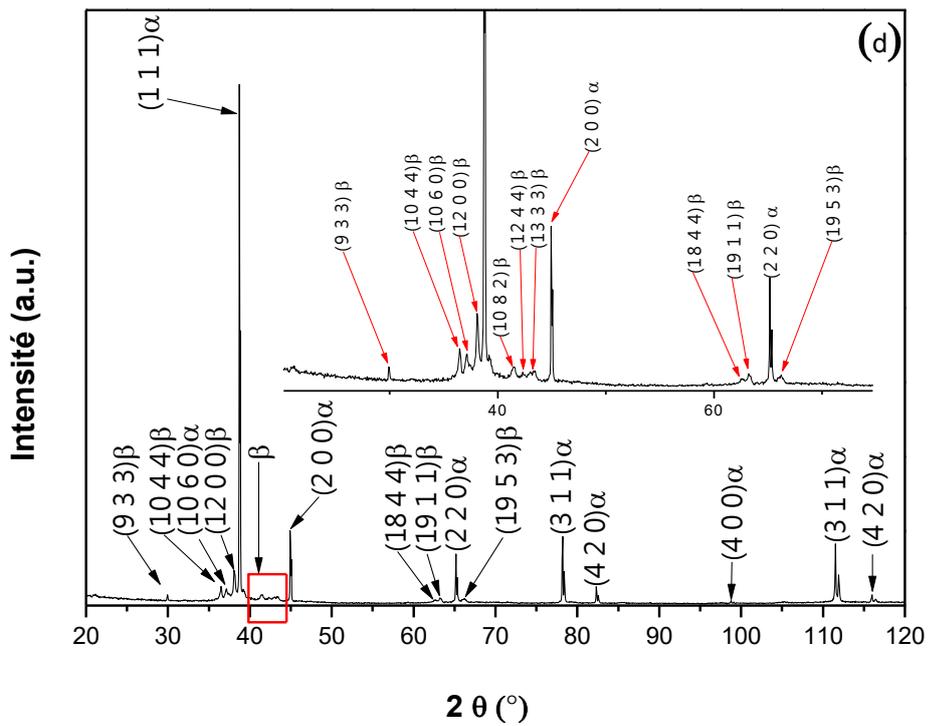
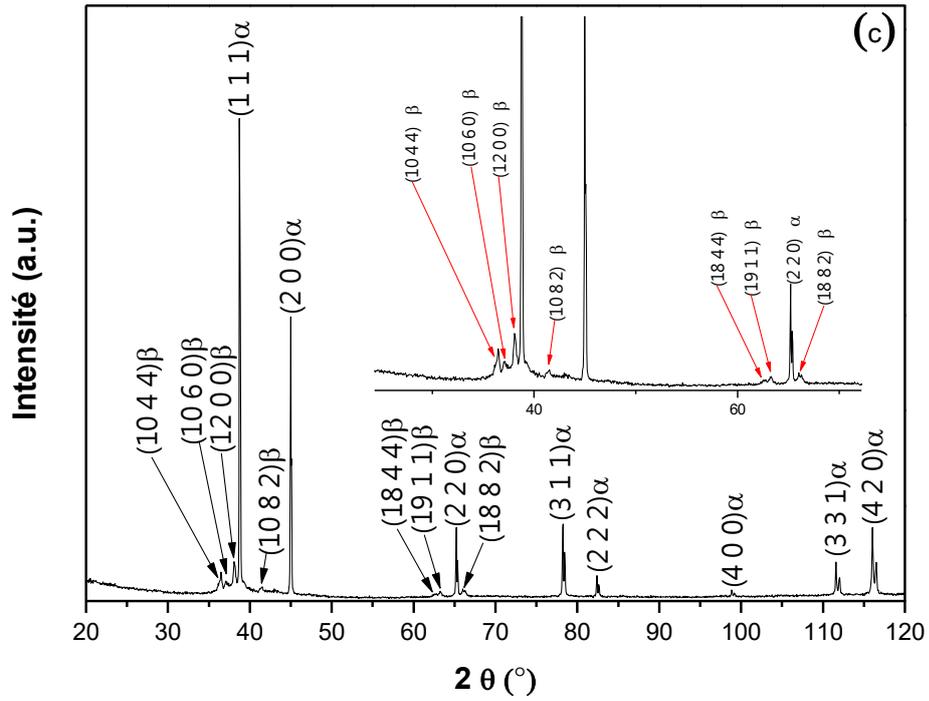
de la maille diminue avec le vieillissement provoqué par une diminution de la solubilité de Mg dans la matrice Al.

Ces résultats confirment aussi que l'intensité des réflexions de la phase  $\beta$  n'augmente pas avec le temps de vieillissement, à cause du processus de coalescence. La formation de la phase  $\beta$  s'arrête après un long temps de vieillissement. (Fig. IV.8. (d) et (e)), seul le processus de coalescence se produit.

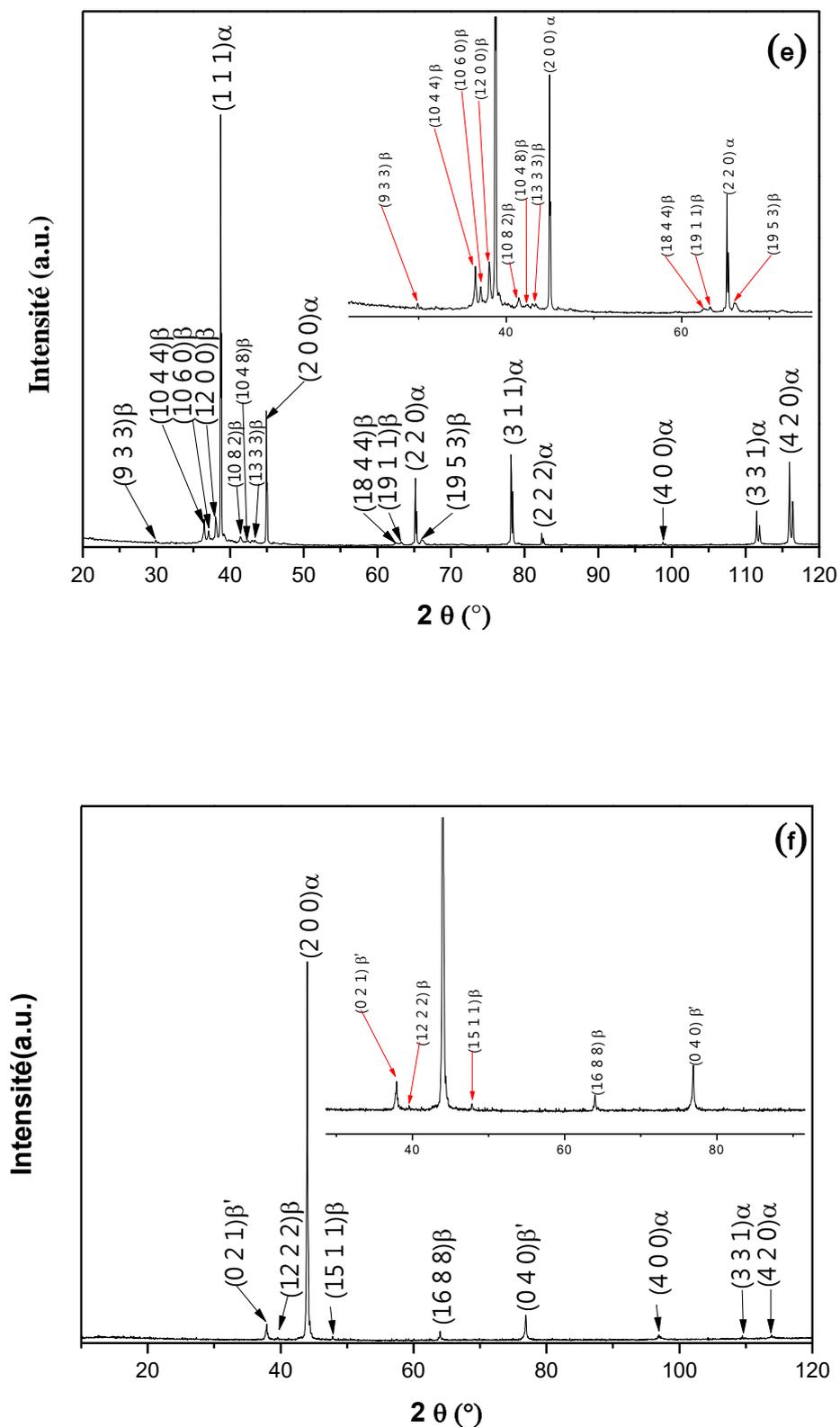
Les spectres de diffraction X enregistrés correspondant aux différents effets présentés sur les courbes DTFI (§. IV.1.1) pendant le chauffage continu des échantillons de l'ambiantes jusqu'aux températures des pics avec une vitesse de 10 °C/ min sont montrés dans les figures IV.8 (f-i). Nous constatons clairement que ces effets sont dus aux réactions de formation et de dissolution des phases  $\beta$  et  $\beta'$ . Si on change un des paramètres (ici la température), on remarque que l'intensité de certains pics augmente et celle d'autres pics diminue. Comme on n'a pas ajouté de matière, donc on a transitions de phases. Un petit décalage des pics est remarqué que ce soit vers la gauche (dilatation) causé par la dissolution des précipités ou vers la droite (compression) causé par l'apparition des précipités ou leurs rassemblement. Une telle constatation confirme bien les explications des résultats précédents.



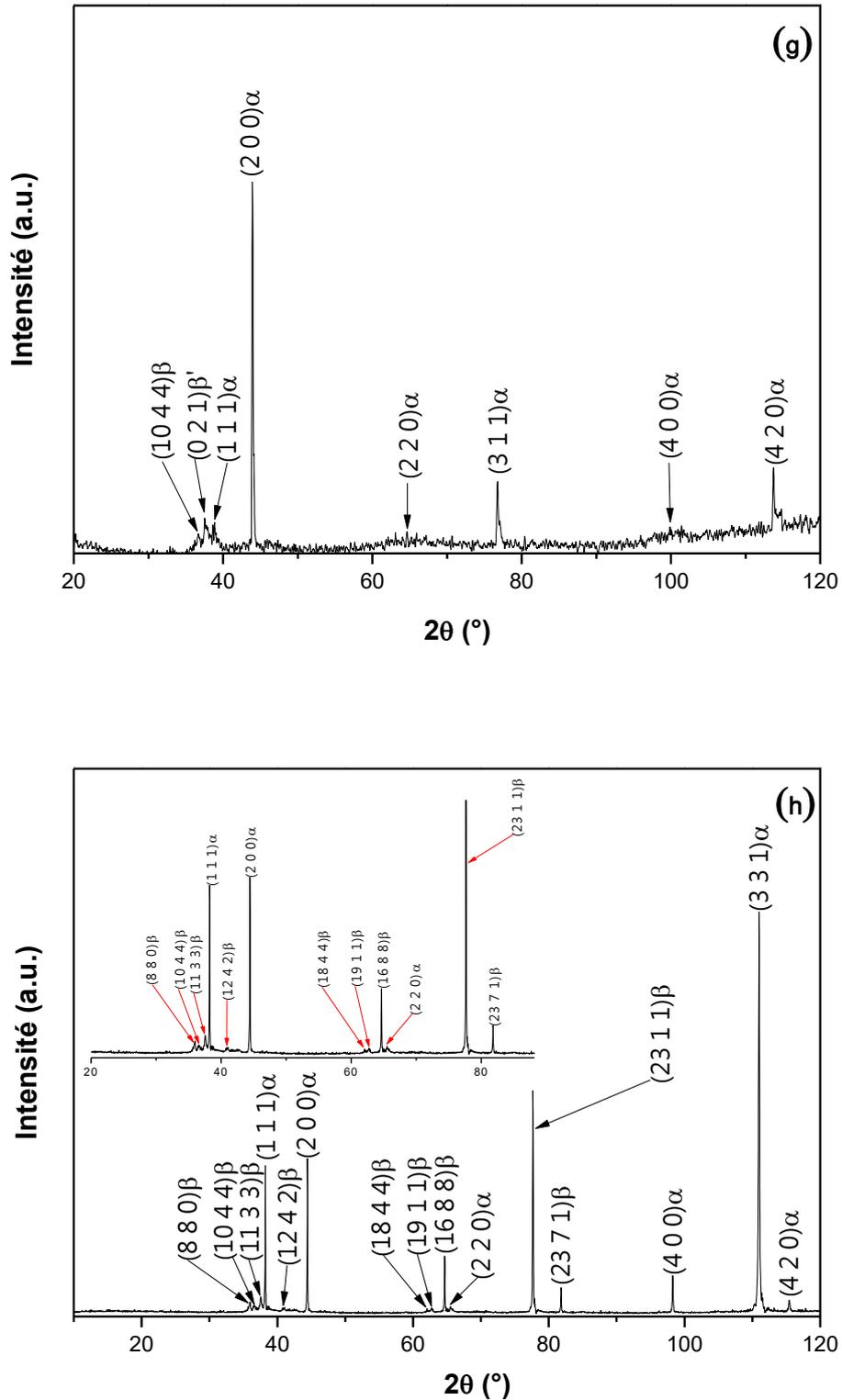
**Figure IV.8 (a, b).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis: (a) trempé et (b) vieilli pendant 25 h à 150 °C.



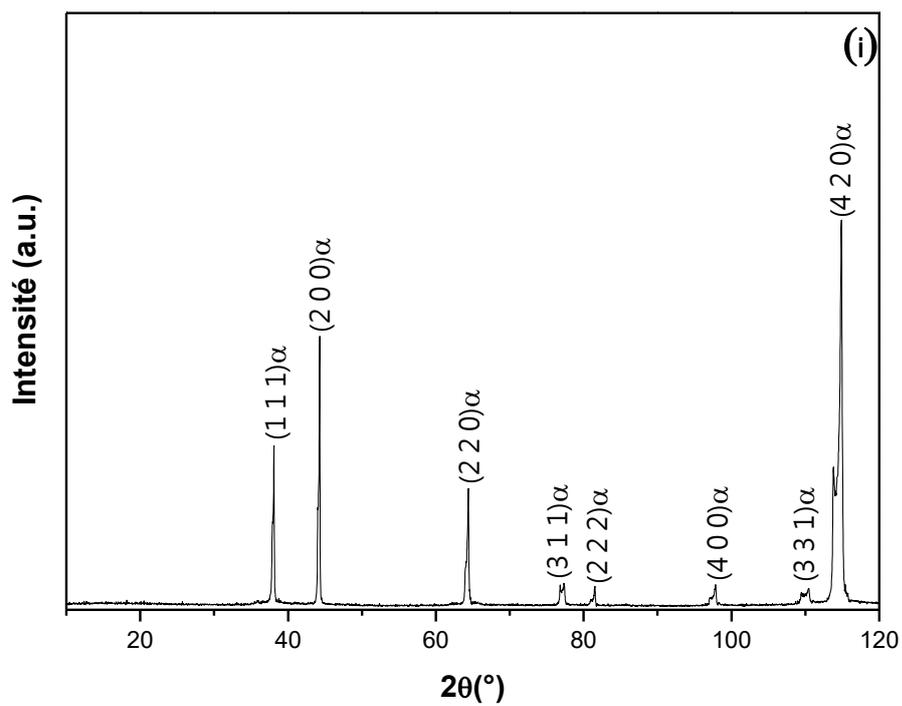
**Figure IV.8 (c, d).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis trempé, vieilli pendant (c) 21 h et (d) 48 h à 250 °C.



**Figure IV.8 (e, f).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé puis : (e) vieilli pendant 168 h à 250 °C , (f) vieilli pendant 25 h à 150 °C + chauffage continu de l'ambiante jusqu'à 180 °C (pic FI) avec une vitesse de 10 °C/ min.



**Figure IV.8 (g, h).** Spectres de diffraction (DRX) de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé puis : (g) 25 h à 150 °C + chauffage continu de l'ambiante jusqu'à 380 °C (pic FI) avec une vitesse de 10 °C/ min, (h) 21 h à 250 °C + chauffage continu de l'ambiante jusqu'à 250 °C (pic FI) avec une vitesse de 10 °C/ min.



**Figure IV.8 (i).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis trempé, vieilli pendant 21 h à 250 °C + chauffage continu de l'ambiante jusqu'à 380 °C (pic FI) avec une vitesse de 10 °C/ min.

#### IV.1.6. Analyse micrographique par microscopie optique (MO) :

Des expériences de chauffage in-situ [101] ont montré que la localisation préexistante de la phase  $\beta'$  ne donnait pas nécessairement la phase  $\beta$ . Cependant, l'emplacement de la germination  $\beta$  n'a pas été observée comme étant lié à l'emplacement précédent de  $\beta'$ , c'est-à-dire que la phase  $\beta'$  ne se transforme pas en phase  $\beta$  et elles ne partagent pas un site commun de germination, ce qui est en accord avec ce qui a été suggéré précédemment [6]. Les échantillons sont soumis au vieillissement à une température donnée pour révéler une phase bien déterminée ( $\beta'$  à 150 °C et  $\beta$  à 250 °C) et suivre son évolution (coalescence, dissolution ou transformation) pendant le chauffage continu.

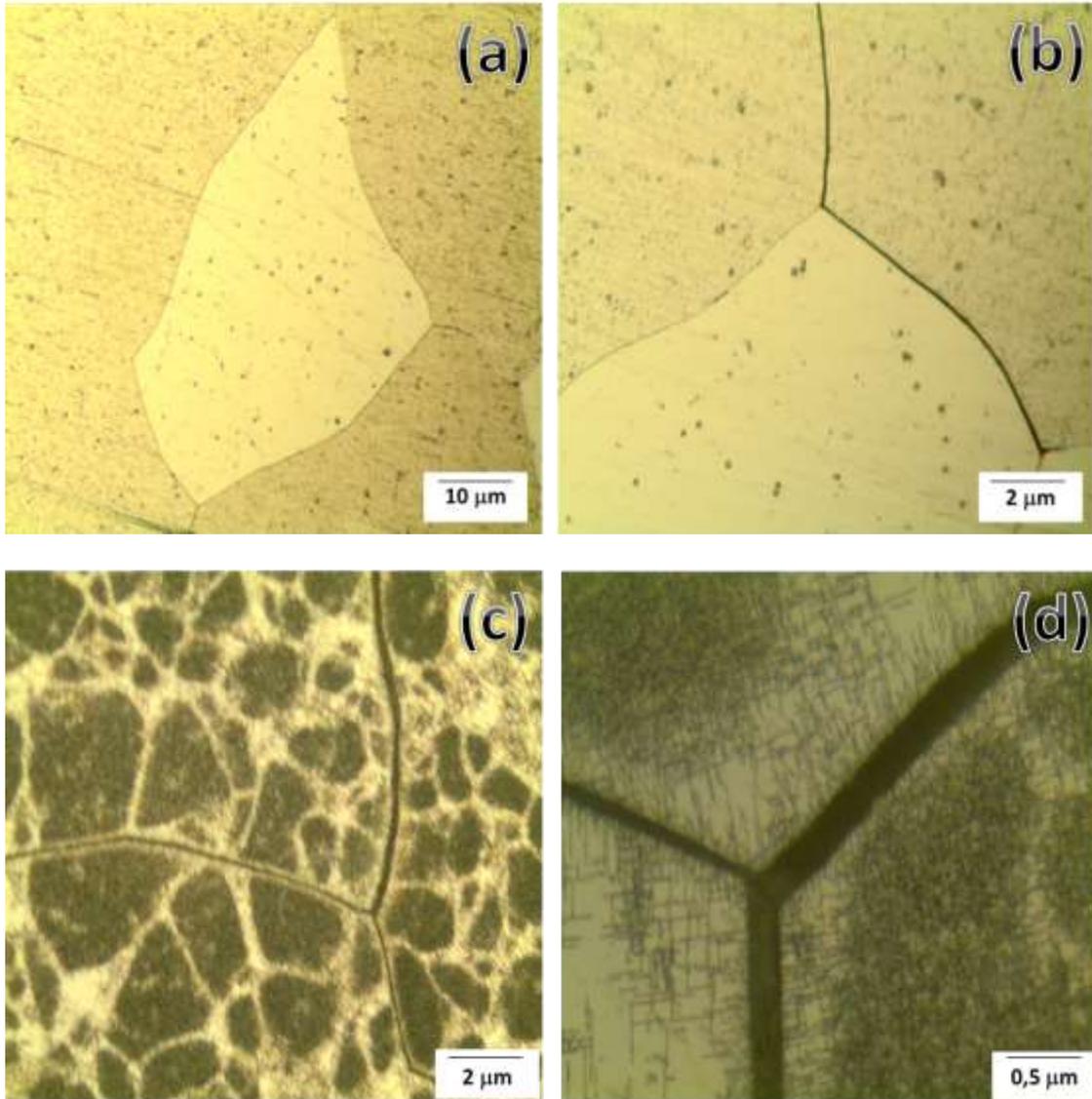
L'observation au microscope optique pour un échantillon de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C et trempé (Fig. IV.9. a et b) montre que la microstructure n'a pas changé. La figure IV.9. (c), où l'on note une différence significative, montre les micrographies optiques près d'une jonction triple de grains pour un échantillon de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C, puis trempé ensuite vieilli 25 heures à 150 °C .

Deux zones peuvent être observées: sombre (où la précipitation est accélérée: croissance et coalescence) due à une précipitation hétérogène et claire (où la précipitation est retardée). La figure IV.9. (d) est une image à grossissement plus élevé de la zone délimitée sur la figure IV. (c). Elle montre une germination homogène de la phase  $\beta'$  dans la matrice d'aluminium et une germination hétérogène de la même phase le long des joints de grains comme indiqué par les étiquettes et les flèches.

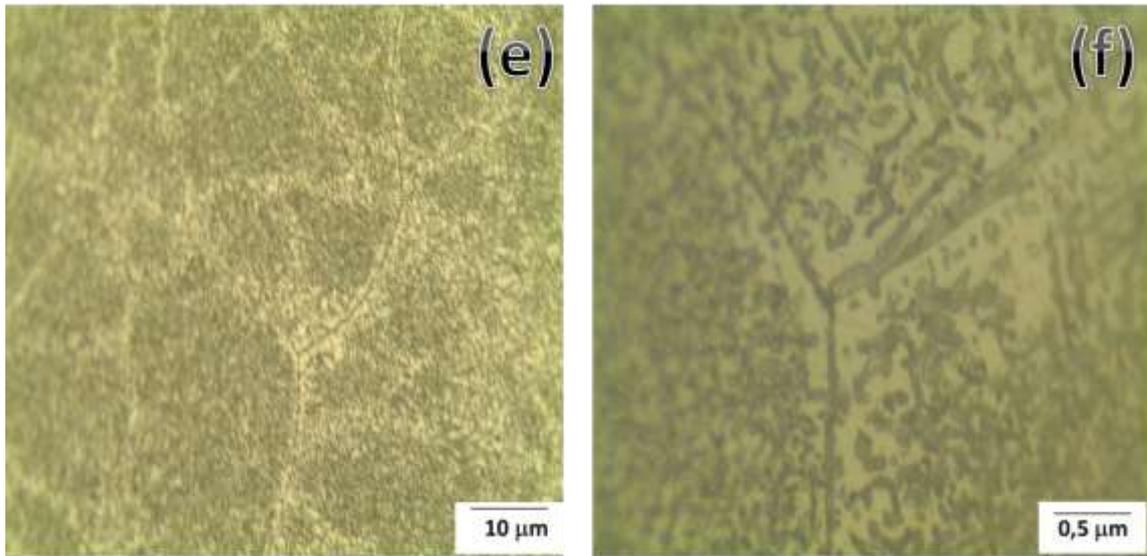
Une structure similaire à celle de Widmannstätten (aiguilles disposées dans deux directions) est indiquée dans les zones pauvres. Hamana et al. [6] ont montré que ces aiguilles (qui sont plus profondes, plus longues et plus denses : «multiplications et coalescences») sont le résultat du traitement des globules fins formés au début du vieillissement (après 4 heures).

La microstructure d'un échantillon vieilli 21 h à 250 °C (Fig. IV.9. e et f) montre la formation des particules de la phase d'équilibre  $\beta$  sous forme globulaire. Cette précipitation est hétérogène: les zones blanches (presque inexistantes), où la précipitation est retardée et les zones noires (dominantes) où elle est accélérée. Cette observation confirme la formation de phases précipitées et par conséquent, la disparition d'excès de lacunes [85].

Il faut également souligner que la phase  $\beta$  dans les alliages Al-Mg a été largement considérée comme invisible sous microscope optique en raison de sa petite taille et de son faible contraste [102]. C'est-à-dire, dans le cas du vieillissement 25 h à 150 °C, il peut y avoir des particules  $\beta$  non détectées par MO.



**Figure IV.9 (a-d).** Les micrographies optiques de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis: (a, b) trempé et vieilli pendant (c, d) 25 h à 150 °C.



**Figure IV.9 (e, f).** Les micrographies optiques de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis trempé et vieilli pendant 21 h à 250 °C.

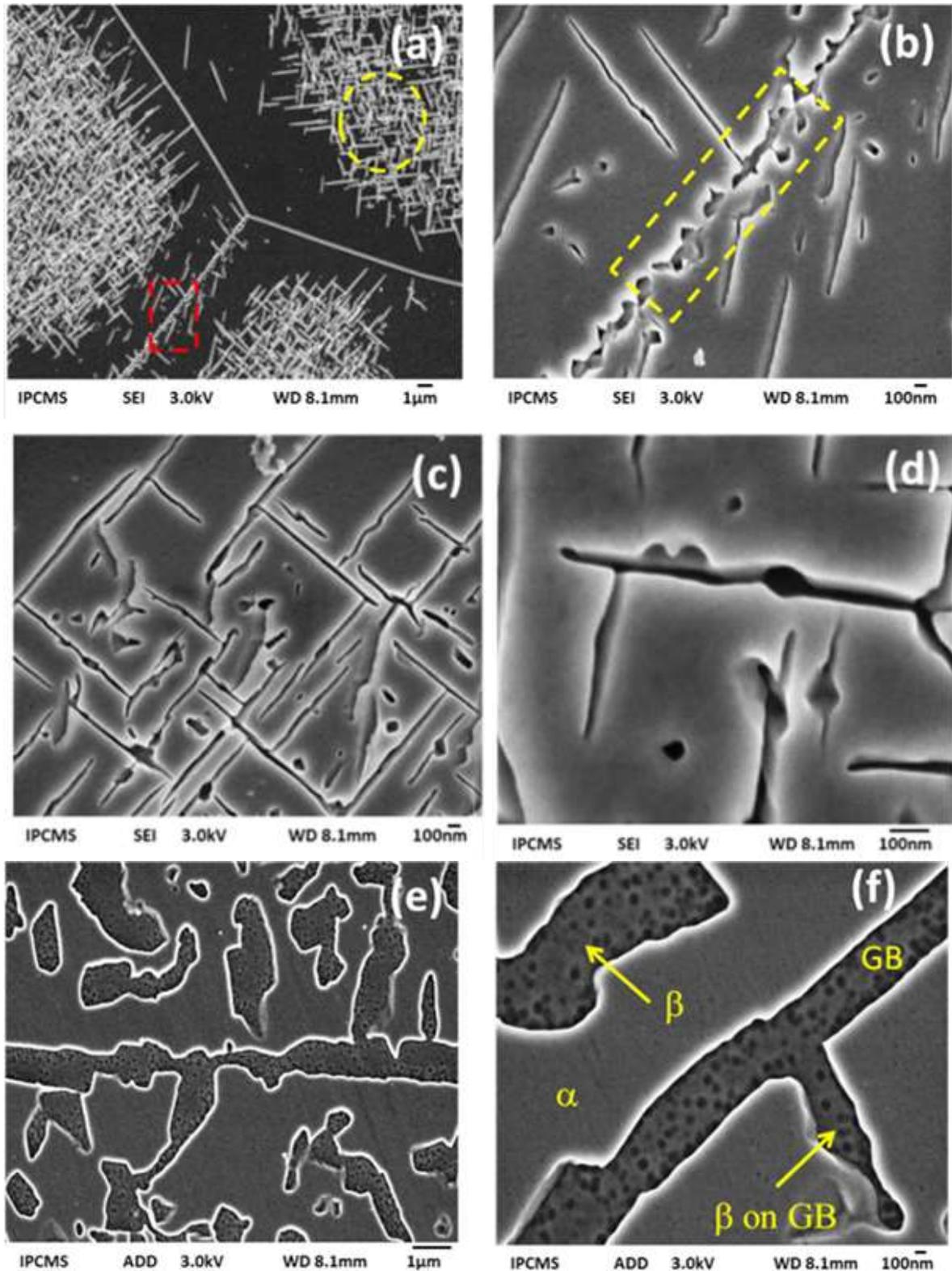
#### **IV.1.7. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) :**

La microscopie électronique à balayage (MEB) qui montre que les traits sombres (Fig. IV.9. c et d) sont des particules de la phase  $\beta'$  et les petits (Fig. IV.9. e et f) sont des particules de la phase  $\beta$ , est probablement un moyen efficace d'observer la microstructure et d'identifier les phases, en particulier dans des matériaux bien connus car elle fournit une résolution beaucoup plus élevée par rapport à la microscopie optique [101].

La figure IV.10 (a-d) montre les images MEB de l'échantillon vieilli pendant 25 heures à 150 °C. Des particules homogènes et hétérogènes de la phase  $\beta'$  apparaissent à nouveau et la précipitation de la phase  $\beta'$  le long des joints de grains (JG) a une épaisseur presque uniforme. Dans ce cas, les nouvelles particules observées par MEB sont de petits précipités globulaires près et sur les joints de grains et représentent la précipitation de phase  $\beta$  (figures IV.10. b et d). Il est bien connu que la phase de décoration des joints de grains est habituellement la phase  $\beta$  dans les alliages sensibilisés 5XXX et ce type de la phase  $\beta$  a été observé indirectement, en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB) ou la microscopie optique (MO) à l'aide d'une solution diluée de  $H_3PO_4$  ou directement en utilisant la microscopie électronique à transmission MET [84].

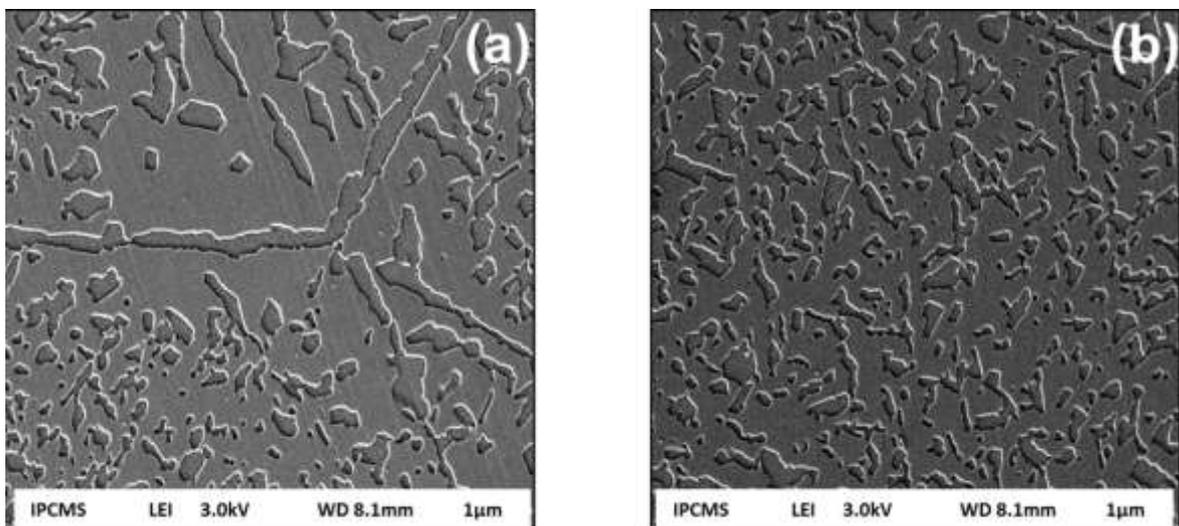
La figure IV.10. (e et f) montre une image MEB provenant d'un échantillon qui a été homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli à 250 °C pendant 21 heures.

Par rapport à l'échantillon précédent, seules les particules de la phase  $\beta$  hétérogènes qui apparaissent continues et irrégulières, sont précipitées préférentiellement le long des joints de grains [84].



**Figure IV.10.** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli : (a-d) 25 h à 150 °C et (e-f) 21 h à 250 °C.

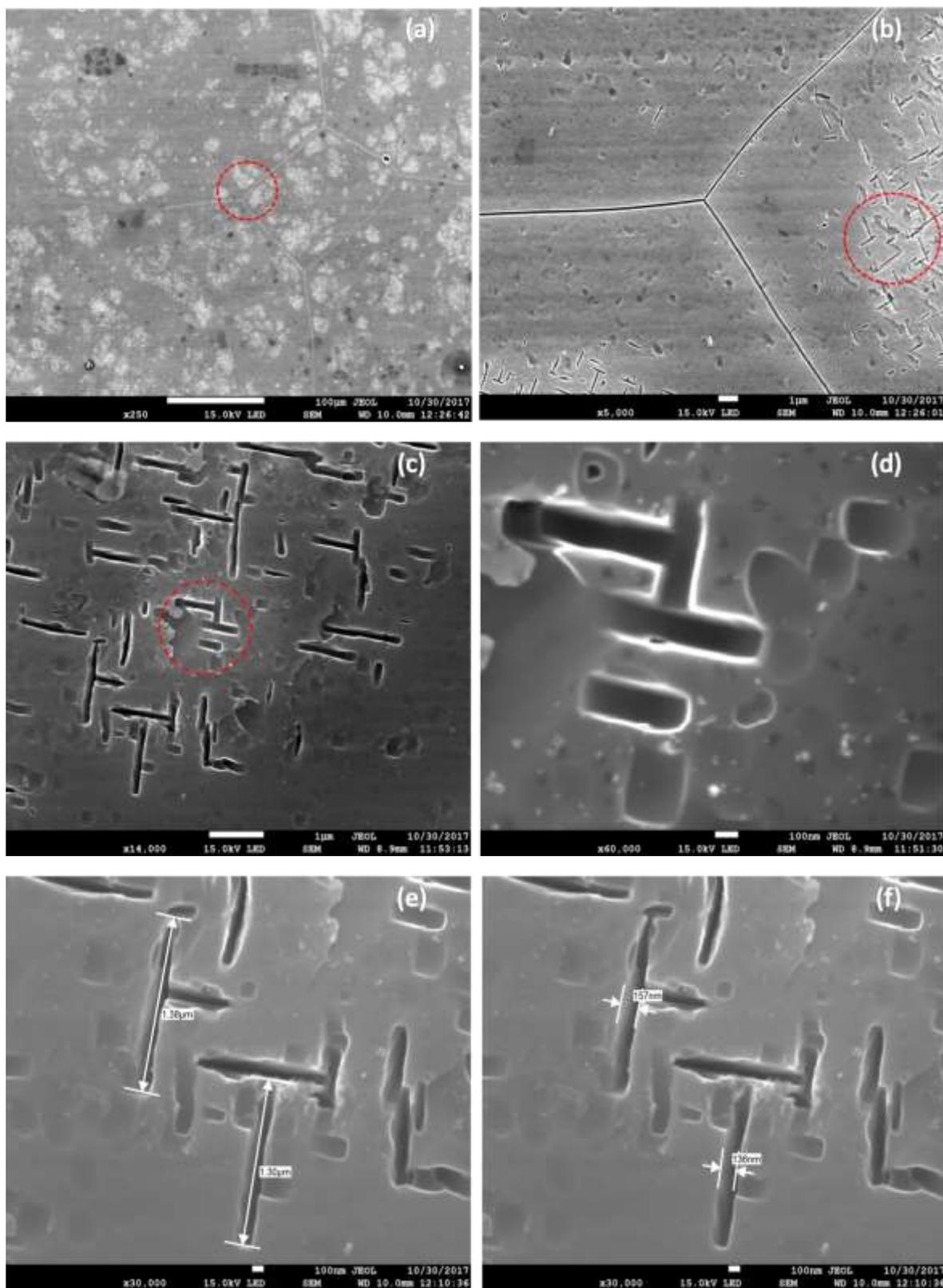
La Figure IV.11. (a et b) montre la visualisation directe de la phase  $\beta$  dans la matrice et sur les joints de grains (Fig. IV.11. a), dont la quantité croît avec le temps de vieillissement jusqu'à ce qu'elle couvre toute la matrice. Il a été suggéré que la phase  $\beta$  croît préférentiellement dans la matrice suivant  $\{111\}$  avec  $\{112\}$  comme plan secondaire qui a un impact sur la continuité du précipité le long des joints de grains [102]. Un autre facteur qui conduit à une formation plus rapide de la phase  $\beta$  est le niveau plus élevé de Mg; ce qui peut expliquer le manque de croissance près des joints de grains aux stades précoces de précipitation et après un temps de vieillissement suffisant; il apparaît une précipitation  $\beta$  homogène par processus de coalescence.



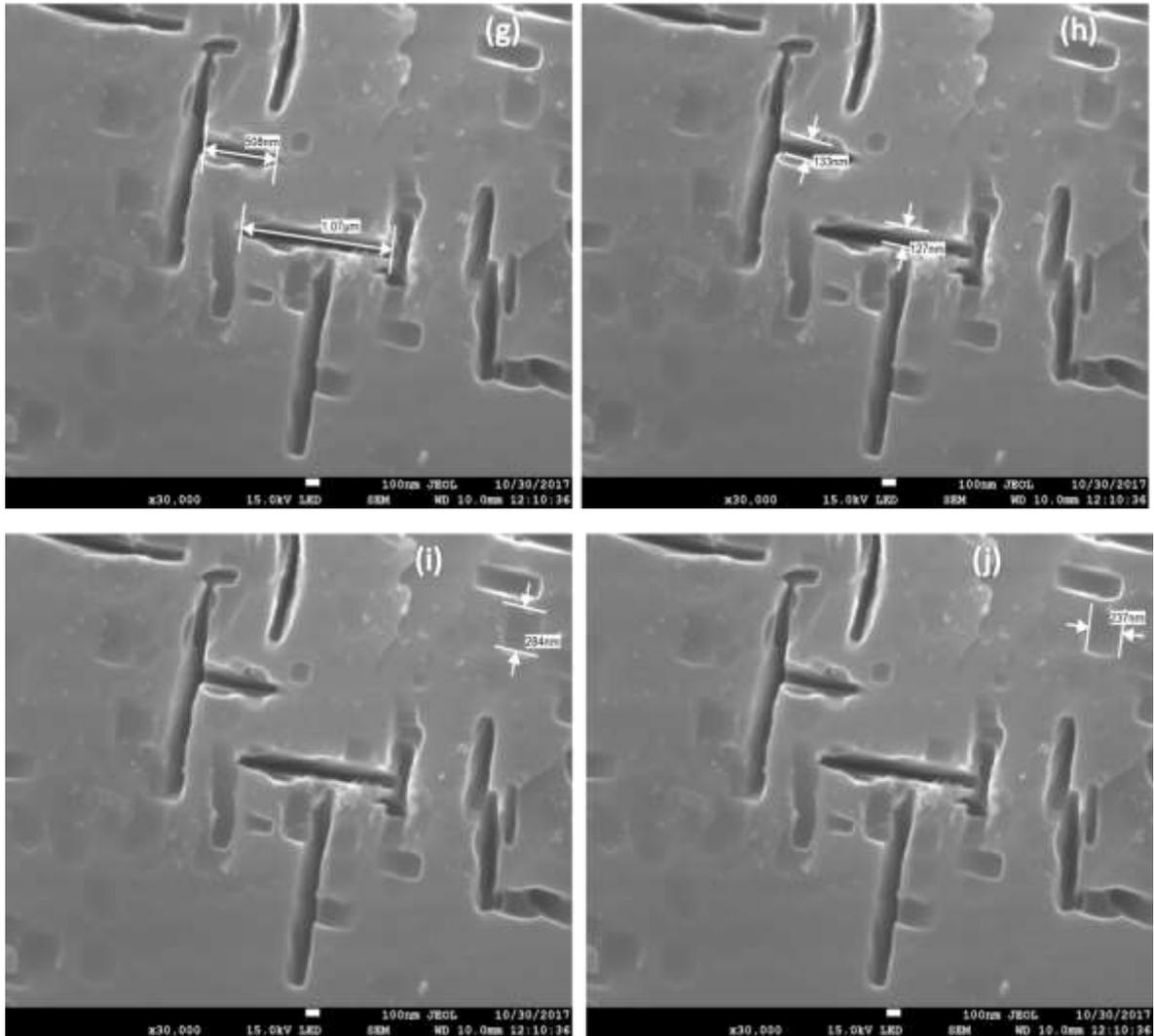
**Figure IV.11.** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli à 250 °C (a) 48 h et (b) 168 h.

Afin de confirmer les états microstructuraux correspondants aux différents pics du frottement intérieur, le même processus thermique (chauffage continu avec une vitesse 10 °C/min de l'ambiante jusqu'aux températures des pics) a été appliqué aux échantillons homogénéisés, trempés et vieillis (25 h à 150 °C et 21 h à 250 °C) et qui sont rapidement refroidis dans l'eau, dès qu'ils atteindront les températures correspondant aux températures des pics.

La figure IV.12 confirme que le premier pic FI observé pour l'échantillon vieilli 25 h à 150 °C est dû à la formation bien définie de la phase  $\beta'$  sous forme identique à la structure de Widmannstätten (aiguilles disposées dans deux directions) ainsi que la coalescence de ces particules s'est produite. D'autre part, à 180 °C de petites particules globulaires apparaissent (figures IV.12 (c)) ; ceux sont les particules de la phase stable  $\beta$  qui commence toujours par la formation de ces particules globulaire. Donc ce pic est dû à la coalescence des particules de la phase  $\beta'$  et le début de la destruction de la structure de Widmannstätten. Il semble donc que l'élévation de la température (au-dessus de 150 °C) accélère la cinétique de transformation de la phase  $\beta'$  métastable en phase  $\beta$  stable qui est, il ne faut pas oublier, toujours contrôlée par la diffusion.

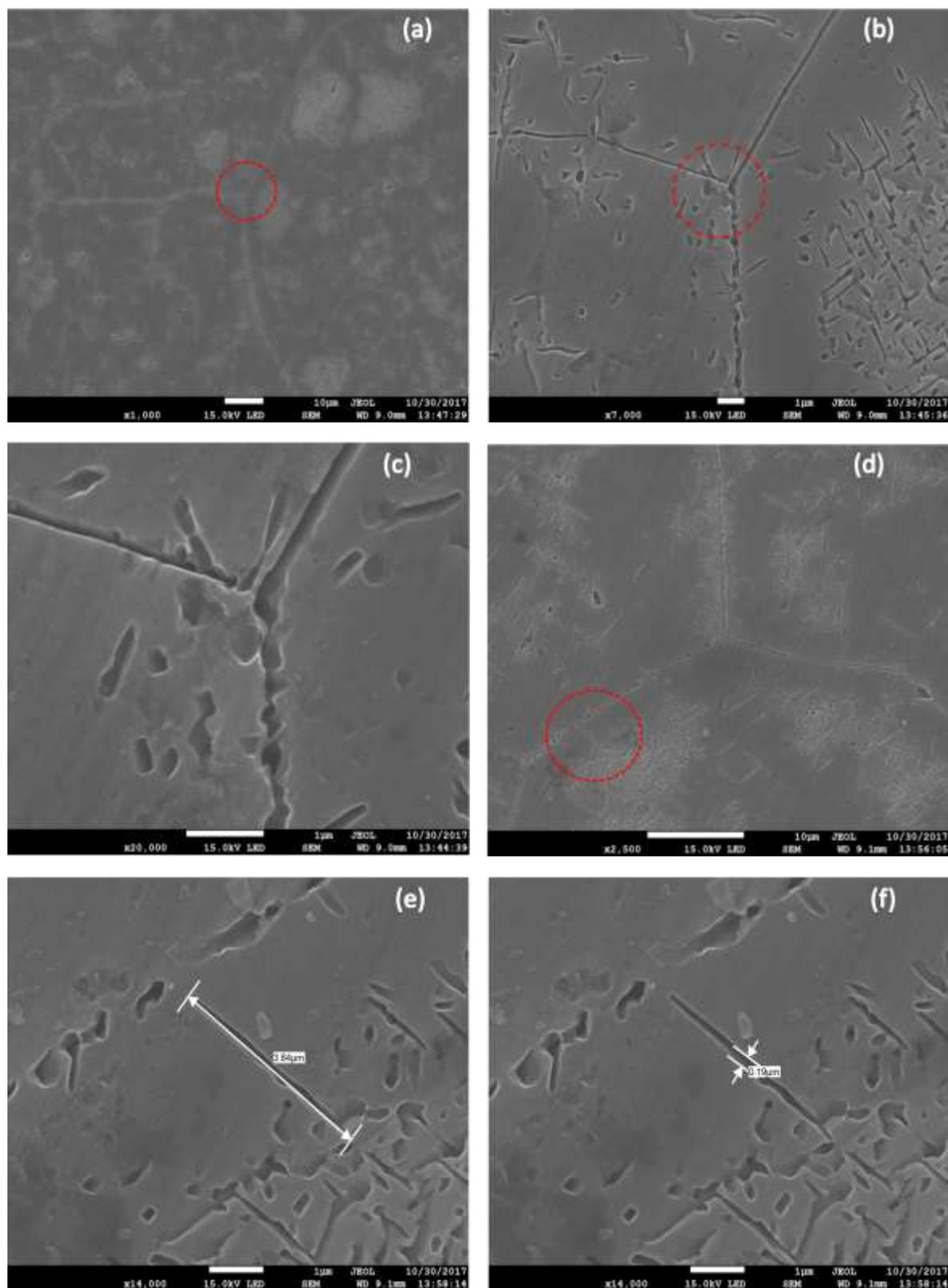


**Figure IV.12 (a-f).** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 25 h à 150 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 180 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).

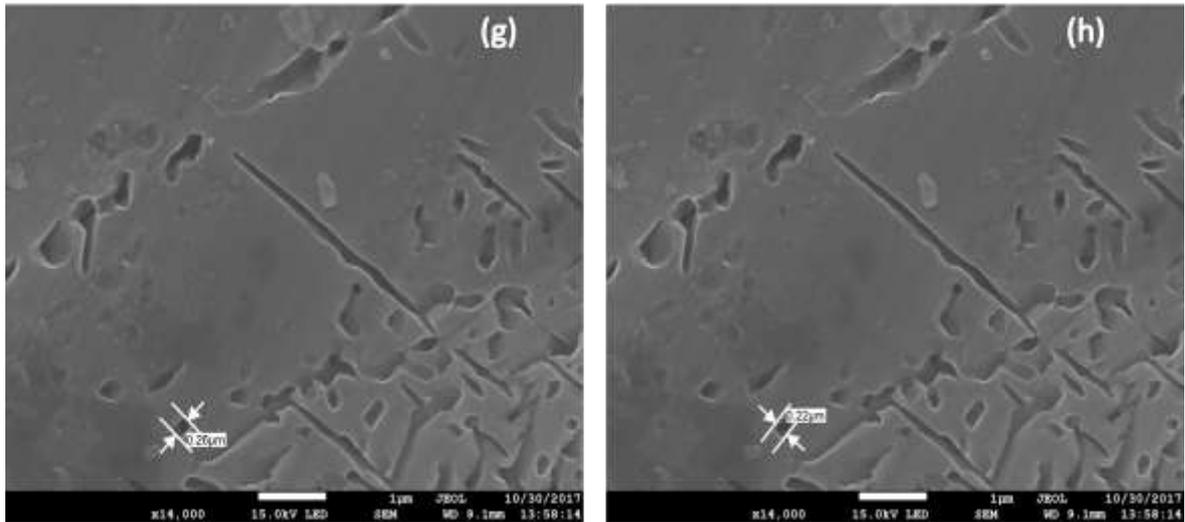


**Figure IV.12 (g-j).** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 25 h à 150 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 180 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).

Le chauffage continu jusqu'à 380 °C (le deuxième pic) mène à la transformation des particules de la phase  $\beta'$  en phase  $\beta$  d'équilibre près et sur les joints de grains sous forme bâtonnets et globulaires (figure IV.13). Cette phase d'équilibre est précipitée d'une façon hétérogène et sa structure allongée est assez gros par rapport à ceux de la phase  $\beta'$  répartis n'importe comment dans la matrice.

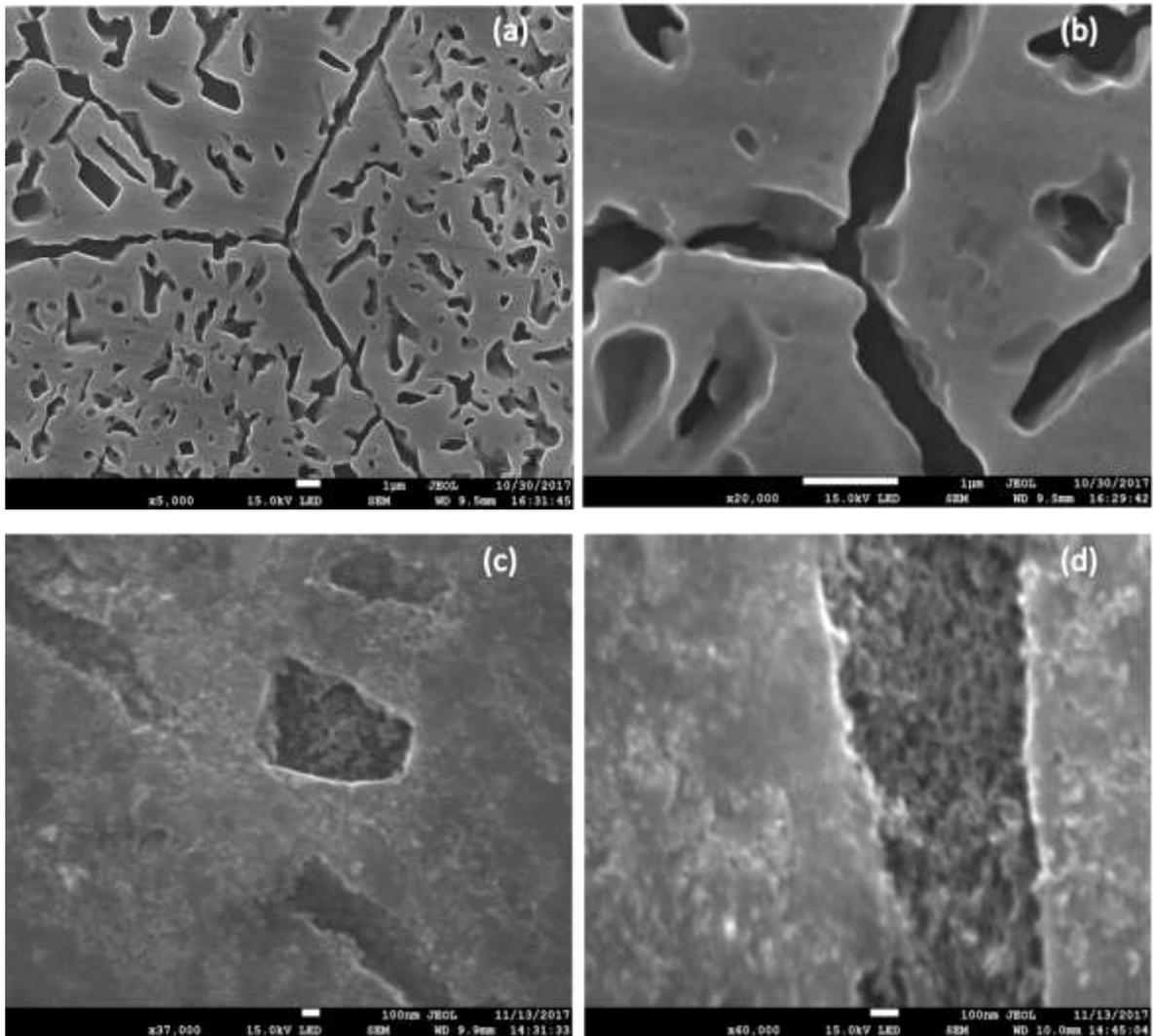


**Figure IV.13 (a-f).** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 25 h à 150 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 380 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).

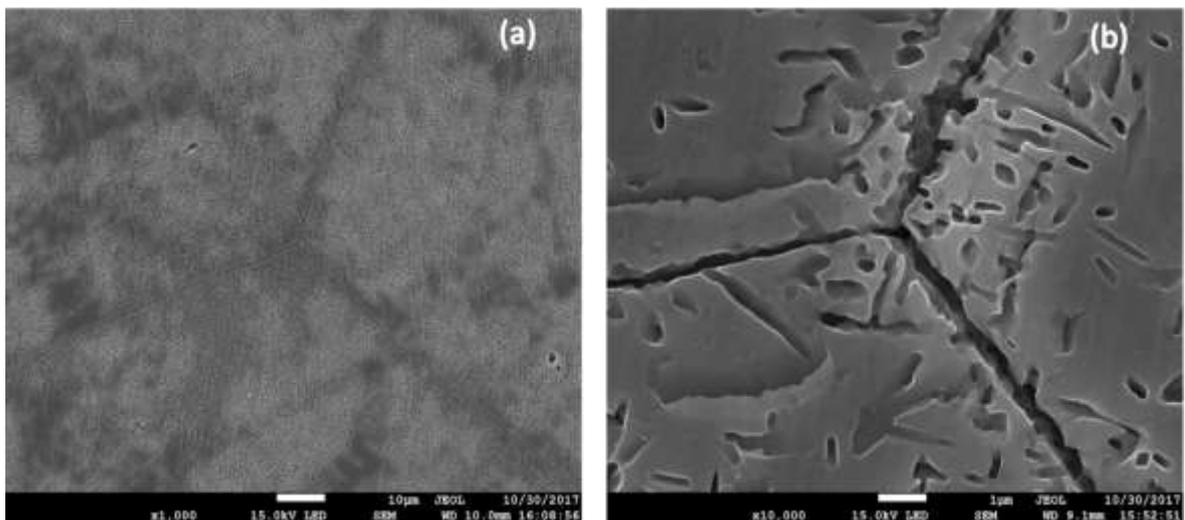


**Figure IV.13 (g-h).** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 25 h à 150 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 380 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).

Le chauffage continu jusqu'à 250 °C et 380 °C ne montre que la phase d'équilibre  $\beta$  (Figure IV.14 et 15) dont les particules sont plus gros est réparties aléatoirement dans la matrice.



**Figure IV.14.** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 21 h à 250 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 250 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).



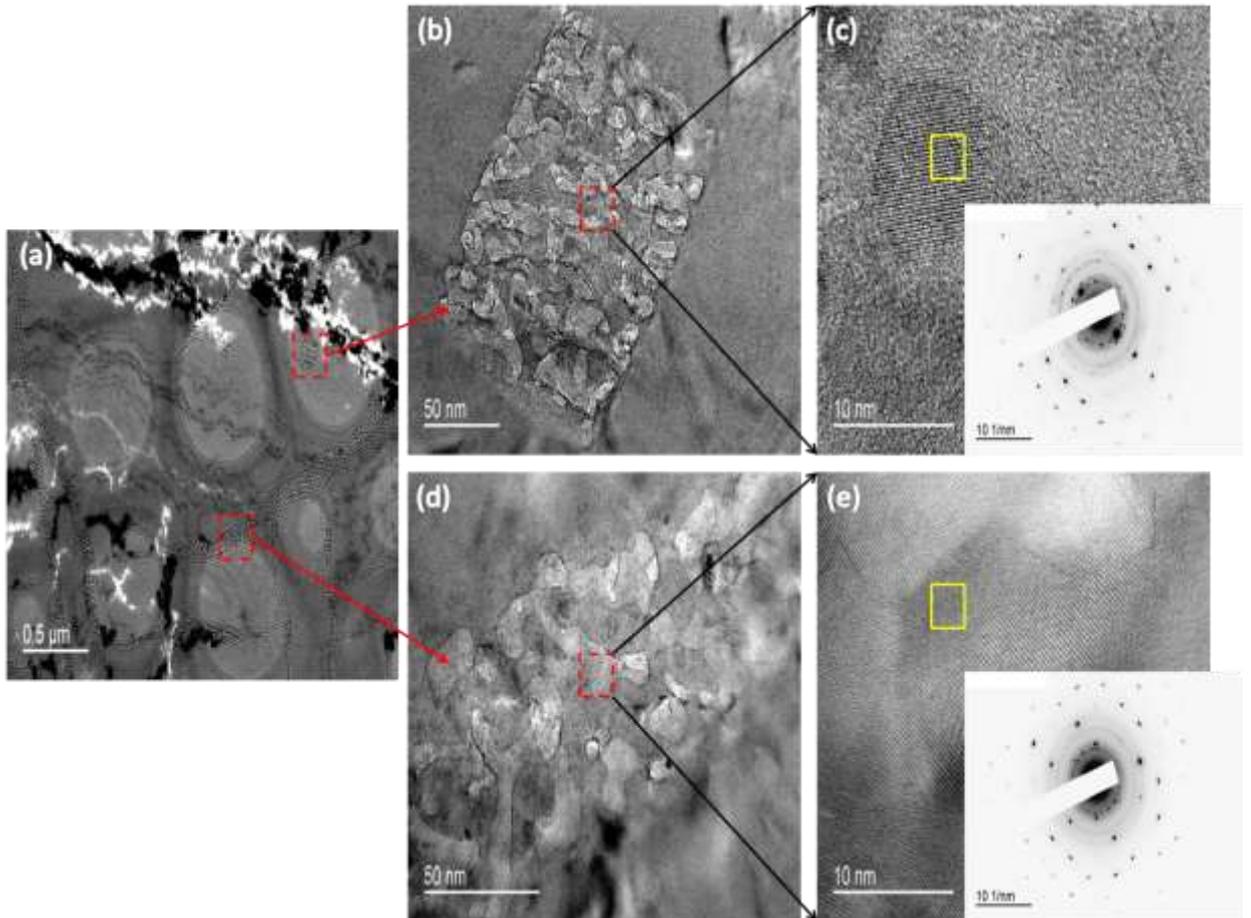
**Figure IV.15.** Images MEB pour l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 21 h à 250 °C puis chauffé de l'ambiante jusqu'à 380 °C avec une vitesse de 10 °C/min (température du pic FI).

#### **IV.1.8. Morphologie des précipités basée sur la microscopie électronique à transmission (MET) :**

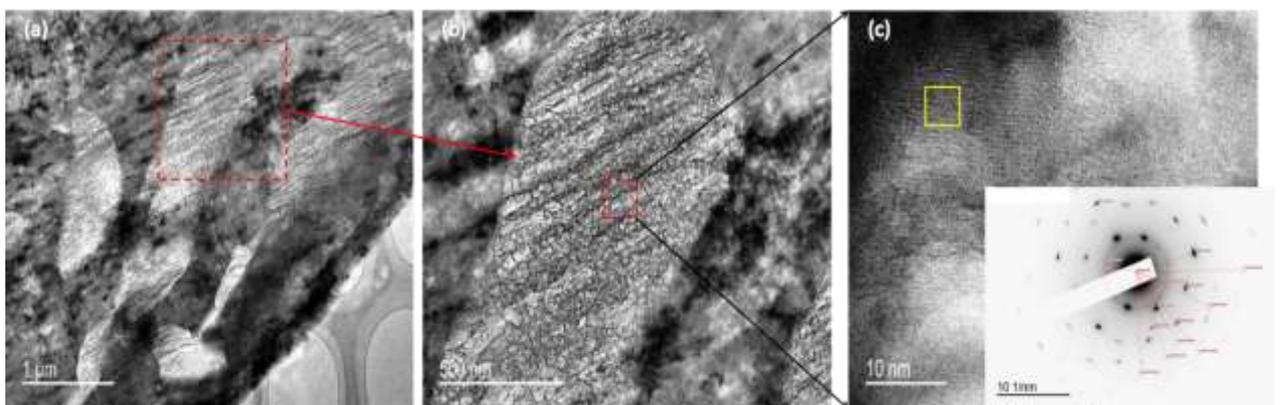
La figure IV.16 (a-e) montre les images MET et HRMET d'une région sélectionnée d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 25 h à 150 °C. L'observation la plus importante est la visualisation claire et directe des deux particules:  $\beta$  en forme carrée et  $\beta'$  en forme de bâton. Cette forme réelle (morphologie) est observée grâce à la nouvelle méthode de préparation utilisée pour obtenir des coupes transversales. On peut bien observer comment sont formées ces particules; la même particule ( $\beta$  ou  $\beta'$ ) n'est pas homogène, c'est-à-dire, certaines zones sont claires (en blanc) d'autres sont moins claires (presque grises). Cela est probablement dû à la structure  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  qui est atteinte dans certaines zones (les plus claires supposées riches en Al) et pas encore dans d'autres (les moins claires).

Les diagrammes de diffraction (diagrammes typiques EDAS) (Fig. IV1.16. c et e), qui montrent les anneaux constitués de tâches discrètes, confirment que ces deux précipités ont des structures polycristallines.

L'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 21 h à 250 °C est identique au précédent (Fig. IV.17 a, b et c). La seule différence qui peut être observée est la façon dont les particules de phase  $\beta$  (qui existe seule) sont dispersées dans la matrice de manière non-uniforme.



**Figure IV.16.** Microstructure MET de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli pendant 25 h à 150 °C : (a, b et d) images MET BF présentant la morphologie des précipités, (c, e) diagrammes typiques EDAS.



**Figure IV.17.** Microstructure MET de l'alliage Al-12% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli pendant 21 h à 250 °C : (a, b) images MET BF présentant la morphologie des précipités (c) diagramme typique EDAS.

#### IV.1.9. Synthèse et discussion :

Différentes analyses ont été effectuées pour vérifier les données obtenues précédemment dans l'alliage Al-12% Mg [59, 91, 94-95]. Les résultats confirment l'explication des effets de frottement intérieur. Ainsi, comme nous l'avons conclu plus haut [94], cette étude de la DTFI montre que la dissolution de la phase  $\beta$  et le transfert des atomes de Mg à la solution solide, ainsi que la formation de la phase métastable  $\beta'$ , épinglent les dislocations et empêchent leur mouvement. Par conséquent, la précipitation ou la dissolution de la phase  $\beta$  joue un rôle clé dans la formation de plusieurs effets non élastiques. La phase  $\beta$  supprime le glissement des joints de grains mais n'empêche pas efficacement le mouvement des dislocations à l'intérieur des grains. La dissolution de la phase  $\beta$  et l'enrichissement correspondant de la solution solide par des atomes de Mg conduisent à la formation du pic de Zener et à l'épinglage de la dislocation.

Les effets du frottement intérieur dans les matériaux étant dus à des phénomènes microscopiques très différents, la connaissance de ces mécanismes est une condition essentielle pour analyser les spectres DTFI. Pour les alliages à durcissement structural, il faut tenir compte de trois sources principales du frottement interne: le mouvement des dislocations et leur interaction possible avec d'autres défauts structuraux, le mouvement ou la réorganisation des défauts ponctuels en solution solide et les effets non élastiques dus aux précipités.

Ce travail confirme la sensibilité du frottement interne à la formation des phases semi-cohérentes et non-cohérentes ( $\beta'$  et  $\beta$ ), mais pas celle des phases cohérentes (zones GP). Ces derniers qui sont cohérentes, instables et de taille nanométrique, sont responsables de l'augmentation de la résistance observée au cours des premiers stades du vieillissement. Ils sont généralement formés par un échange entre les atomes et les lacunes de trempe; lors de leur dissolution, ils sont détectés par dilatométrie et DSC mais pas par le frottement intérieur. Normalement le frottement intérieur doit être sensible à leur dissolution car ils sont le résultat du mouvement ou de la réorganisation des défauts ponctuels en solution solide. S'ils ne sont pas détectés, cela signifie que la technique de FI utilisée dans nos tests n'est pas assez sensible à leur dissolution.

D'autre part, l'augmentation du temps de vieillissement à 250 °C (2 et 7 jours) mène au phénomène de coalescence des précipités (observé par MEB), ce qui cause un adoucissement de l'alliage (confirmé par mesure de la microdureté).

## IV.2. Cas de l'alliage Al-10% Mg :

### IV.2.1. analyse dilatométrique différentielle :

Le changement de microstructure qui pourrait avoir lieu lors des traitements thermiques, modifierait les dimensions de l'échantillon et donc le coefficient de dilatation. Les courbes de chauffage prévoient trois effets intéressants provenant de la dissolution des zones GP et de la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$  [5].

Les courbes dérivées enregistrées lors du chauffage des échantillons sont présentées sur la figure IV.18. La comparaison de ces différentes courbes de chauffage et de leurs dérivées permettent de remarquer que:

- ✓ la courbe dilatométrique de l'échantillon homogénéisé et trempé (fig.IV.18.a) est presque identique à celle de l'échantillon trempé et mûri 15 ans (fig.IV.18.b),
- ✓ l'aspect général des courbes dilatométriques des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis à 150 et 250 °C (fig.IV.18.c et d) est différent de celui de l'état trempé et mûri,
- ✓ Pour l'échantillon trempé, mûri et déformé, la courbe est complètement différente (fig.IV.18.e),
- ✓ Les courbes de refroidissement ne montrent pas d'anomalies particulières mais les courbes de chauffage sont assez intéressantes. En effet, un examen plus détaillé (en utilisant les courbes dérivées) permet d'observer:

#### a)- Pour l'échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C et trempé (fig.IV.18.a) :

Une anomalie apparaît dans l'intervalle de température [50-105 °C]. Sur la courbe dérivée on voit qu'il existe un dédoublement, c'est-à-dire qu'il y a eu une première expansion suivie d'une seconde : cela signifie qu'il y a eu deux dissolutions successives des zones GP1 et GP2 ; c'est les seules qui peuvent se former à basse température au cas de la trempe, même si la formation des zones GP2 est un peu inattendue.

#### b)- Pour les échantillons homogénéisés, trempé et mûri pendant 15 ans à l'ambiante (fig.IV.18.b):

Une anomalie apparaît dans l'intervalle [70-135 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé à environ 100 °C. Ce pic est plus important que celui de l'état de trempe. Par ailleurs il est

décalé vers les hautes températures [70-135 °C], au lieu, de [50-105 °C] dans le cas de l'échantillon homogénéisé et trempé. La comparaison de ces derniers résultats avec ceux du DCS [23] permet de conclure que cette anomalie dans cet intervalle est due à la dissolution des zones G.P formées lors de la trempe ou juste avant le test.

**c)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 h à 150 °C (fig.IV.18.c):**

Aucun effet dilatométrique significatif n'est observé lors du chauffage de cet échantillon.

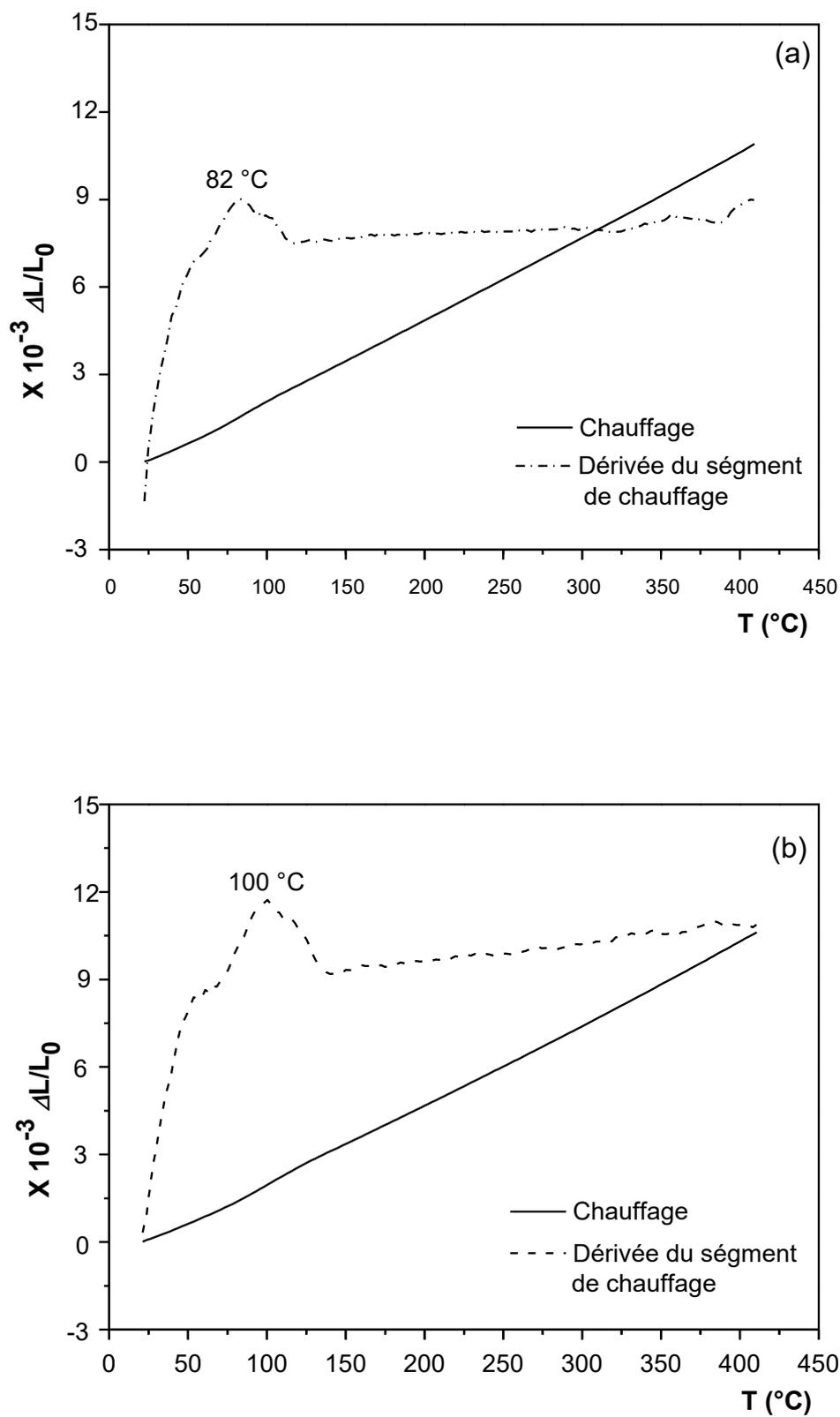
**d)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 h à 250 °C (fig.IV.18.d):**

L'élévation de la température de vieillissement à 250 °C modifie l'allure générale de la courbe de dilatation (fig.IV.18.d) par rapport au cas précédent (fig.IV.18.c). En effet elle présente une contraction importante avec un pic de la courbe dérivée à 388 °C dû à la dissolution des particules de la phase  $\beta$ .

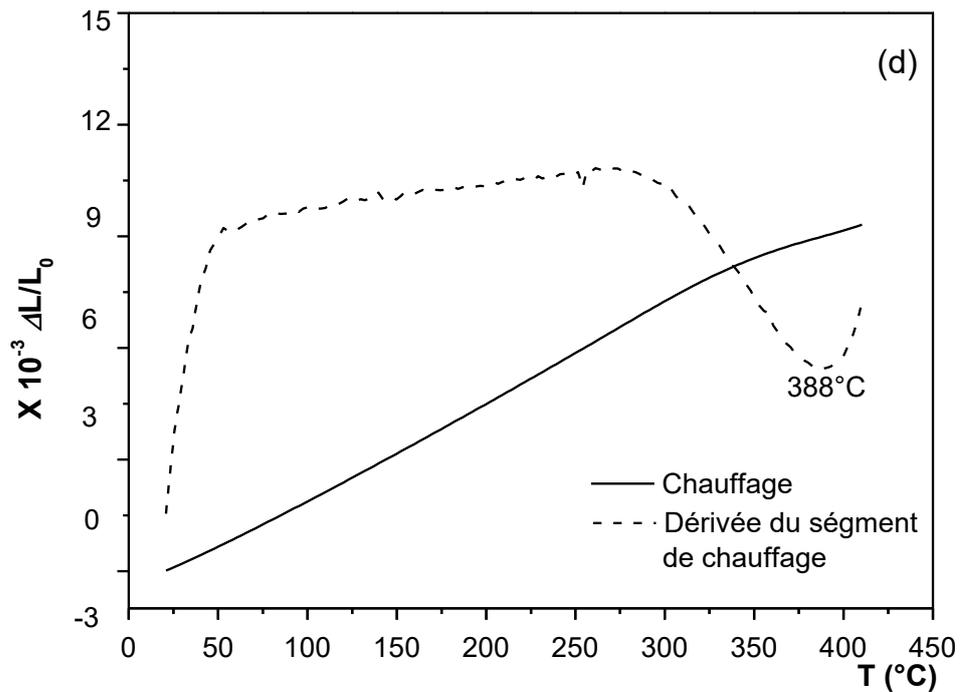
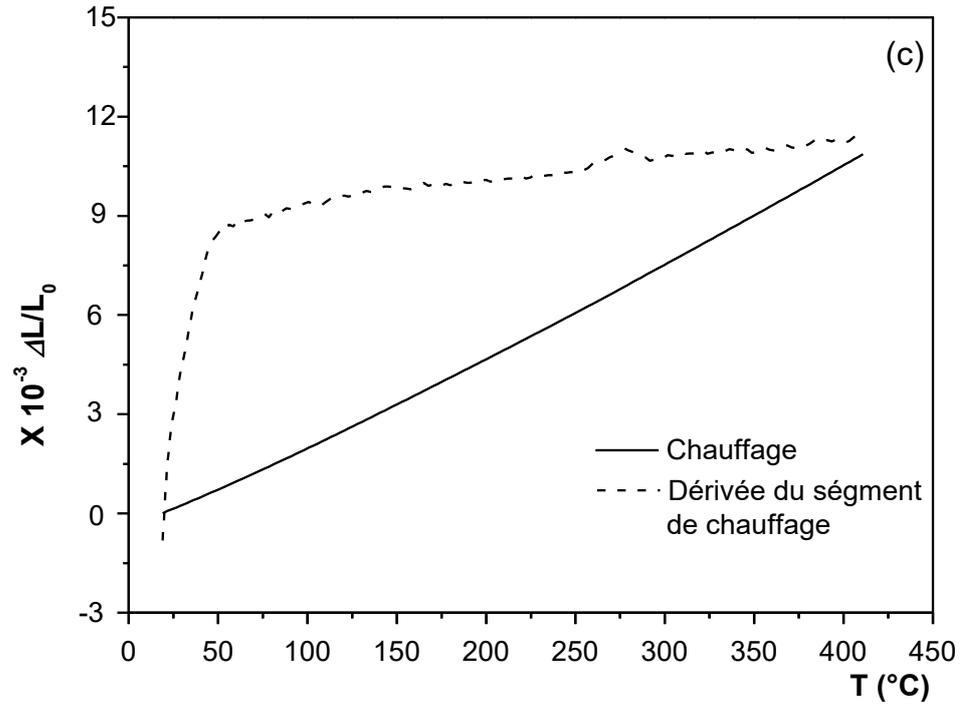
**e)- Pour l'échantillon mûri pendant 15 ans à l'ambiante et déformé à 43% (fig.IV.18.e):**

Un changement de forme de la courbe dilatométrique se produit après une déformation de 43%: la courbe dérivée du segment de chauffage (Fig.IV.18.e) présente une expansion et une contraction:

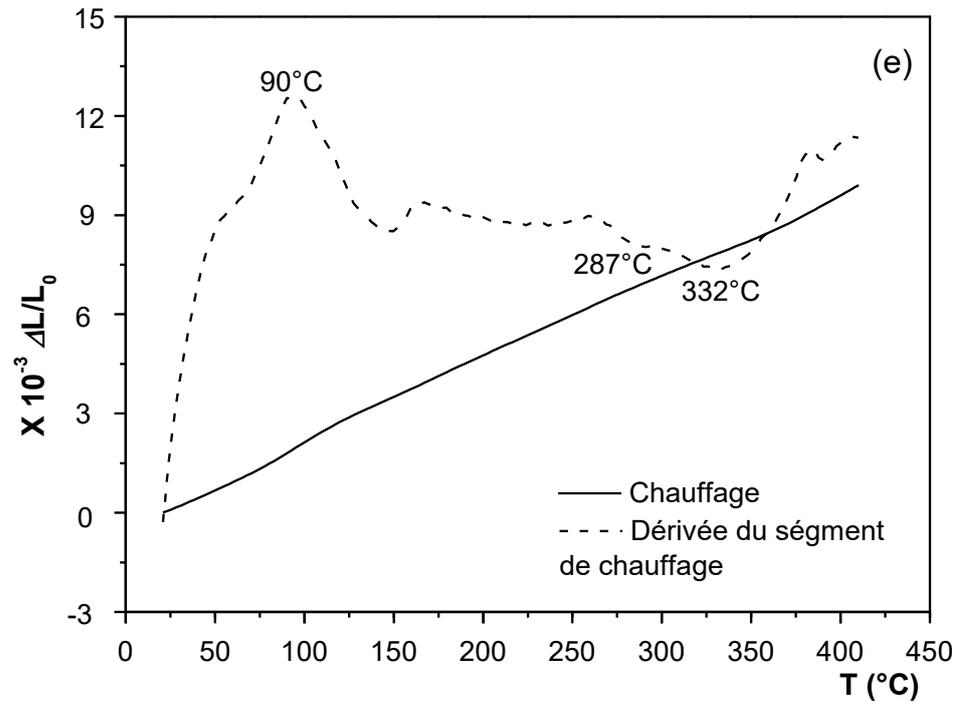
- une expansion importante avec un pic situé à environ 90 °C dû à la dissolution des zones GP,
- une contraction dédoublée dans l'intervalle de température [150, 400 °C] avec un pic de la courbe dérivée à 287 °C et un second à 332 °C. Ces deux contractions sont certainement dues à la dissolution des phases métastables ( $\beta'$ ) et d'équilibre ( $\beta$ ).



**Figure IV. 18 (a, b).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé pendant 17 h à  $430^\circ\text{C}$  puis: (a) trempé, (b) mûri à l'ambiante pendant 15 ans.



**Figure IV. 18 (c, d).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/ min de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C puis: (c) trempé et vieilli 24 h à 150 °C, (d) trempé et vieilli 24 h à 250 °C.



**Figure IV. 18 (e).** Courbes dilatométriques du chauffage et leurs courbes dérivées à une vitesse de chauffage et de refroidissement de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé pendant 17 h à  $430^{\circ}\text{C}$  puis trempé, mûri à l'ambiante pendant 15 ans et déformé à 43%.

### IV-2.2. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté :

D'après les résultats obtenus (tableau IV.3), cet alliage ne donne pas de durcissement structural appréciable. L'effet de la température de mise en solution n'a été que pour le but à homogénéiser la composition chimique de l'alliage et de saturer totalement la solution solide. Le temps de maintien de mise en solution influe légèrement sur les caractéristiques mécaniques, la plus faible valeur est enregistrée pour l'état de trempe (~ 78 Hv). En déclenchant le processus de précipitation (vieillissement à 150 et à 250 °C), on note une augmentation de la dureté (~ 100 Hv à 150 °C). Sachant qu'un recuit à l'intérieur du diagramme TTT entraîne la germination de précipités de différentes nouvelles phases plus ou moins stables. Les précipités, qu'ils sont semi-cohérentes ( $\beta'$ ) ou incohérentes ( $\beta$ ), constituent des obstacles sur le chemin des dislocations ce qui augmente la dureté ainsi que les propriétés en traction de l'alliage. La mobilité des dislocations étant perturbée, la contrainte d'écoulement s'en trouve augmentée.

La valeur la plus importante est observée pour l'échantillon déformé en raison du nombre élevé des lacunes retenues par la trempe qui favorise la migration des atomes de magnésium vers les zones GP. Pendant la déformation; les dislocations cisailent ces zones cohérentes avec la matrice, et une augmentation de la contrainte est nécessaire, d'où une augmentation de la dureté.

**Tableau IV.3.** Variation de la microdureté de l'alliage Al-10% Mg traité différemment.

Etat de l'échantillon	Microdureté $H_v = (\text{Kg}/\text{mm}^2)$
Trempe	78,43
Trempé et vieilli 24h à 150°C	100,12
Trempé et vieilli 24h à 250°C	92,21
Mûri 15 ans	82,22
Mûri 15 ans+ déf 43%	141,07

### IV-2.3. Comportement mécanique basé sur l'essai de traction :

#### ➤ Courbe conventionnelle de traction :

Afin de pouvoir utiliser les courbes brutes de traction, on doit les modifier pour que les résultats obtenus soient fonction du matériau étudié et non de la géométrie de l'éprouvette (c'est-à-dire : on obtient une courbe intrinsèque du matériau, indépendante des dimensions de l'éprouvette utilisée) (Figure IV.19). Pour cela, on rapporte la charge  $F(N)$  à la section initiale  $S_0 (mm^2)$  de l'éprouvette en vue d'obtenir la contrainte conventionnelle  $\sigma_C (MPa)$ ; et on rapporte ensuite l'allongement  $\Delta L (mm)$  à la longueur initiale  $L_0$ , pour obtenir la déformation conventionnelle ( $\varepsilon_C$ ), soient :

$$\sigma_C = F / S_0 \text{ [MPa]}$$

$$\varepsilon_C = \Delta L / L_0 \text{ [%]}$$

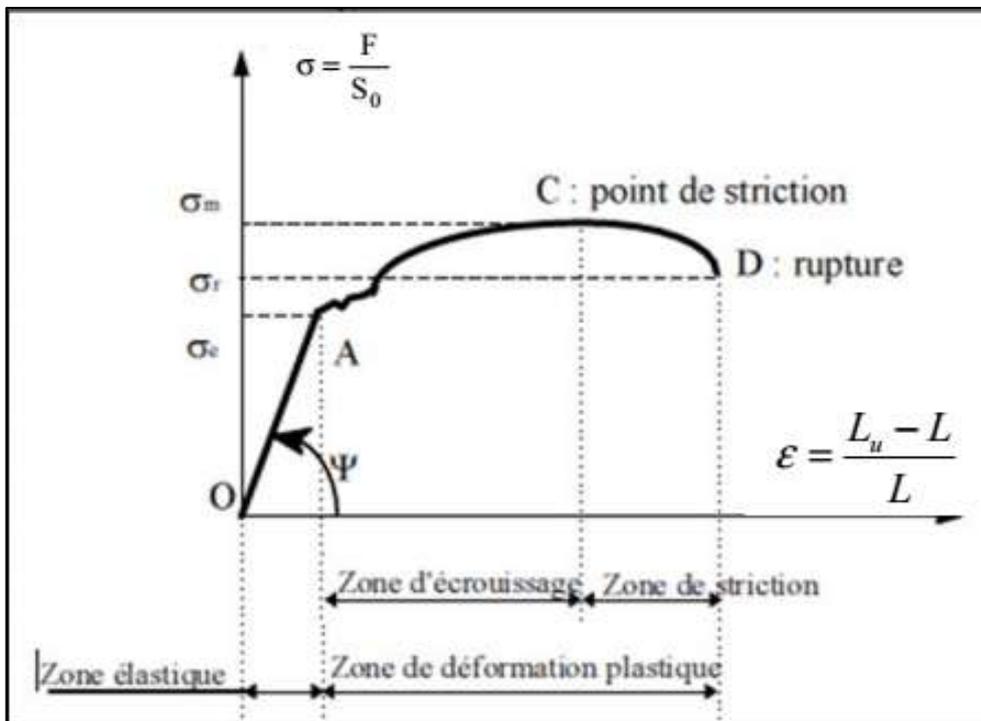


Figure IV.19. Schéma d'une courbe conventionnelle de traction

La partie (OA) est la partie élastique : si la limite élastique n'est pas atteinte; la barre reprend sa forme initiale si l'expérience est interrompue dans cette zone. La pente  $E$  de la droite (OA) est appelée module d'élasticité linéaire ou module de Young. La relation entre la contrainte et la déformation dans la zone élastique est donnée par la loi de Hooke:  $\sigma = E\varepsilon$ .

La partie (AD) est la partie plastique. Quand la limite élastique est dépassée, si l'expérience est interrompue (point C par exemple), la barre ne reprend pas sa forme initiale.

Les courbes conventionnelles de traction des échantillons de l'alliage Al-10% Mg traités différemment sont présentées sur la figure IV.20. La comparaison de ces différentes courbes montre que:

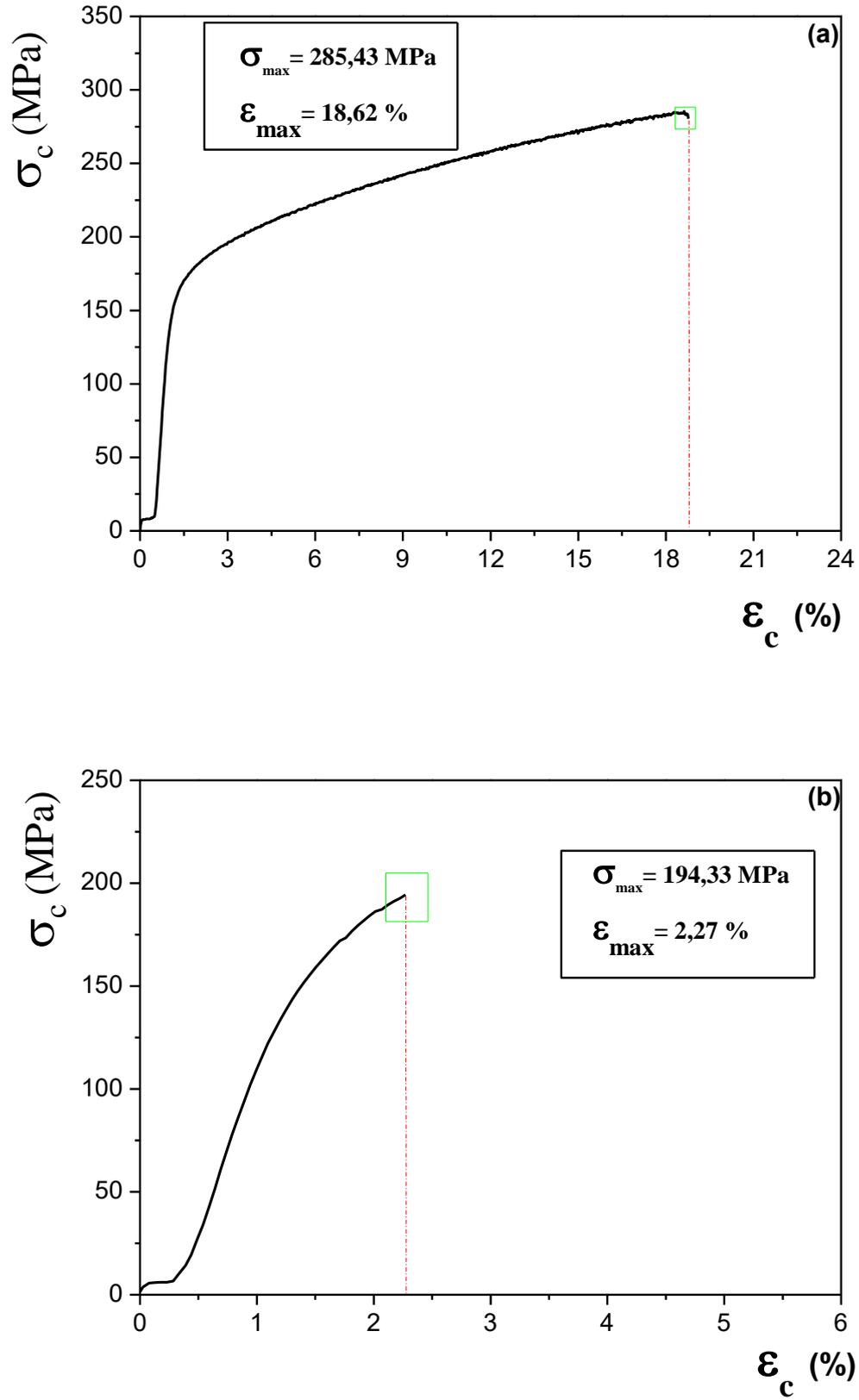
- ✓ les courbes ont presque le même aspect et comprennent un domaine linéaire où la déformation est élastique, un domaine plastique d'allure parabolique, suivi éventuellement d'une décroissance de la charge (striction) ; elles se terminent au point correspondant à la rupture de l'éprouvette,
- ✓ Pour les faibles forces (faibles efforts exercés), l'allongement est proportionnel à l'effort (loi de Hook),
- ✓ La zone de déformation plastique (écrouissage + striction) est plus importante pour l'état trempé (Fig. IV.20.a) que pour les autres états; la plus petite est observée pour l'état vieilli à 150 °C (Fig. IV.20.b).

Pour ce type de courbe, on peut faire les remarques suivantes :

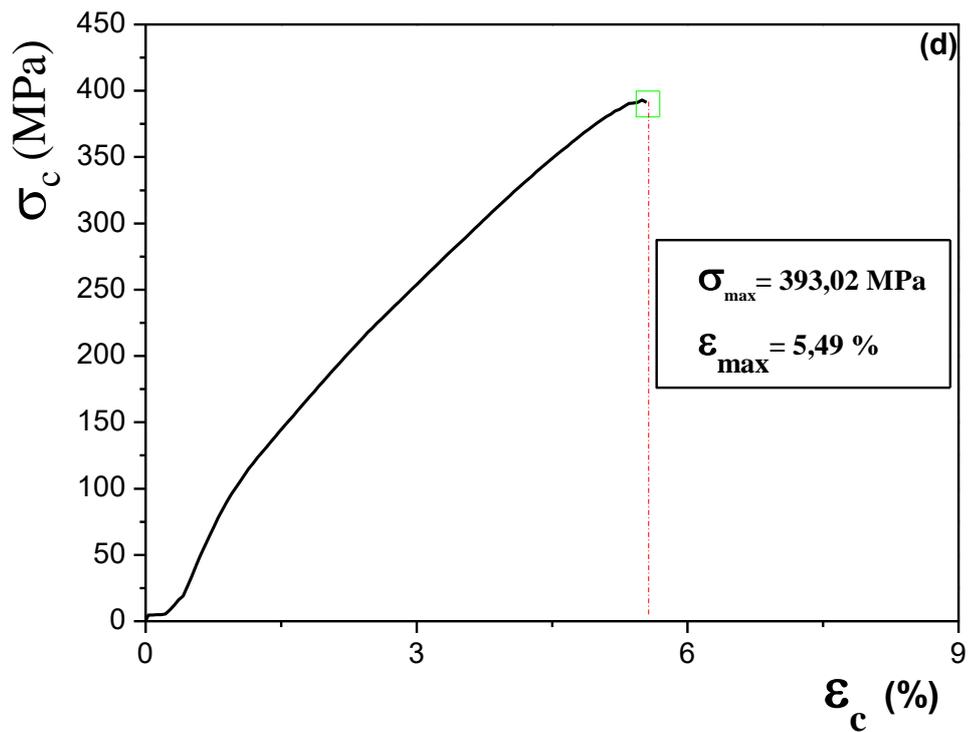
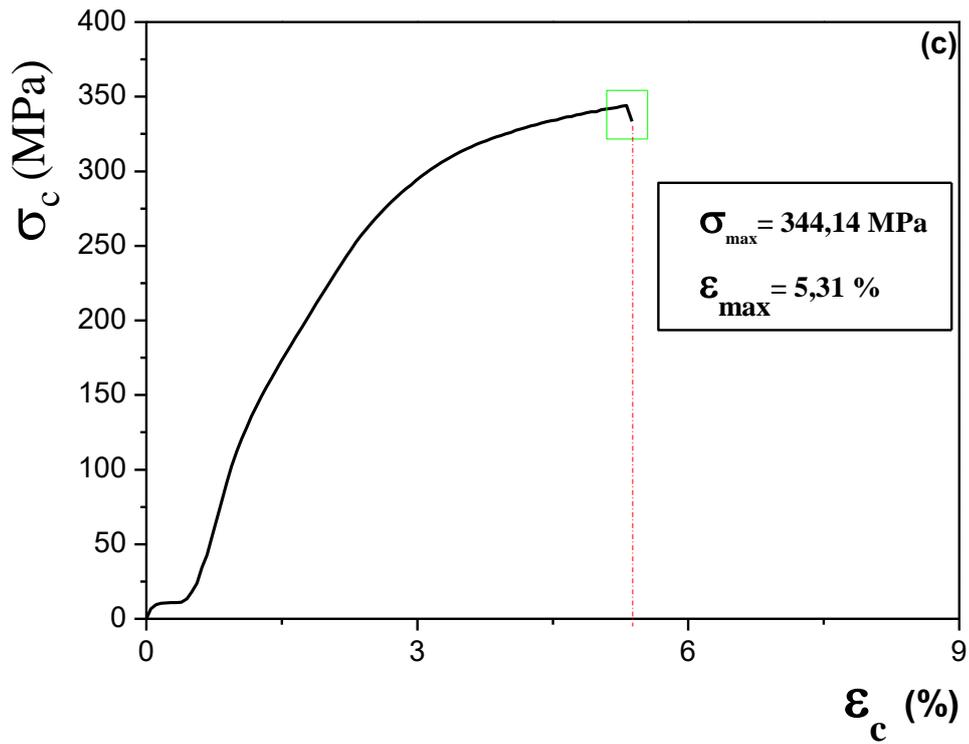
- Une grande période élastique correspond à un matériau résistant à la déformation (donc dur) (période d'utilisation des pièces),
- un grand intervalle plastique correspond à un matériau tenace (Fig. IV.20.a).

Ces résultats coïncident bien avec ceux de la microdureté (les précipités forment un obstacle à la déformation plastique). En résistance des matériaux, la **ductilité** désigne la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement sans se rompre. La rupture se fait lorsqu'un défaut (fissure ou cavité), induit par la déformation plastique, devient critique et se propage. La ductilité est donc l'aptitude d'un matériau à résister à cette propagation. S'il y résiste bien, il est dit ductile, sinon il est dit fragile.

L'origine de la ductilité d'un matériau est la mise en mouvement des dislocations dont il est le siège. Cependant, cette mise en mouvement génère d'autres dislocations, ce qui durcit le matériau mais néanmoins le rend plus fragile : c'est le phénomène d'écrouissage. C'est-à-dire : plus la traction est forte, plus les dislocations vont s'y déplacer ou s'y multiplier.



**Figure IV. 20 (a, b).** Courbes conventionnelles de traction de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C, trempé (a) puis (b) vieilli 24 h à 150 °C.



**Figure IV.20 (c, d).** Courbes conventionnelles de traction de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé pendant 17 h à 430 °C puis: (c) mûri à l'ambiante pendant 15 ans, puis (d) déformé à 43%.

➤ **Caractéristiques mécaniques conventionnelles :**

Les courbes de traction conventionnelles (Fig. IV.20) permettent de tirer un certain nombre de caractéristiques mécaniques de l'alliage étudié selon le tableau suivant:

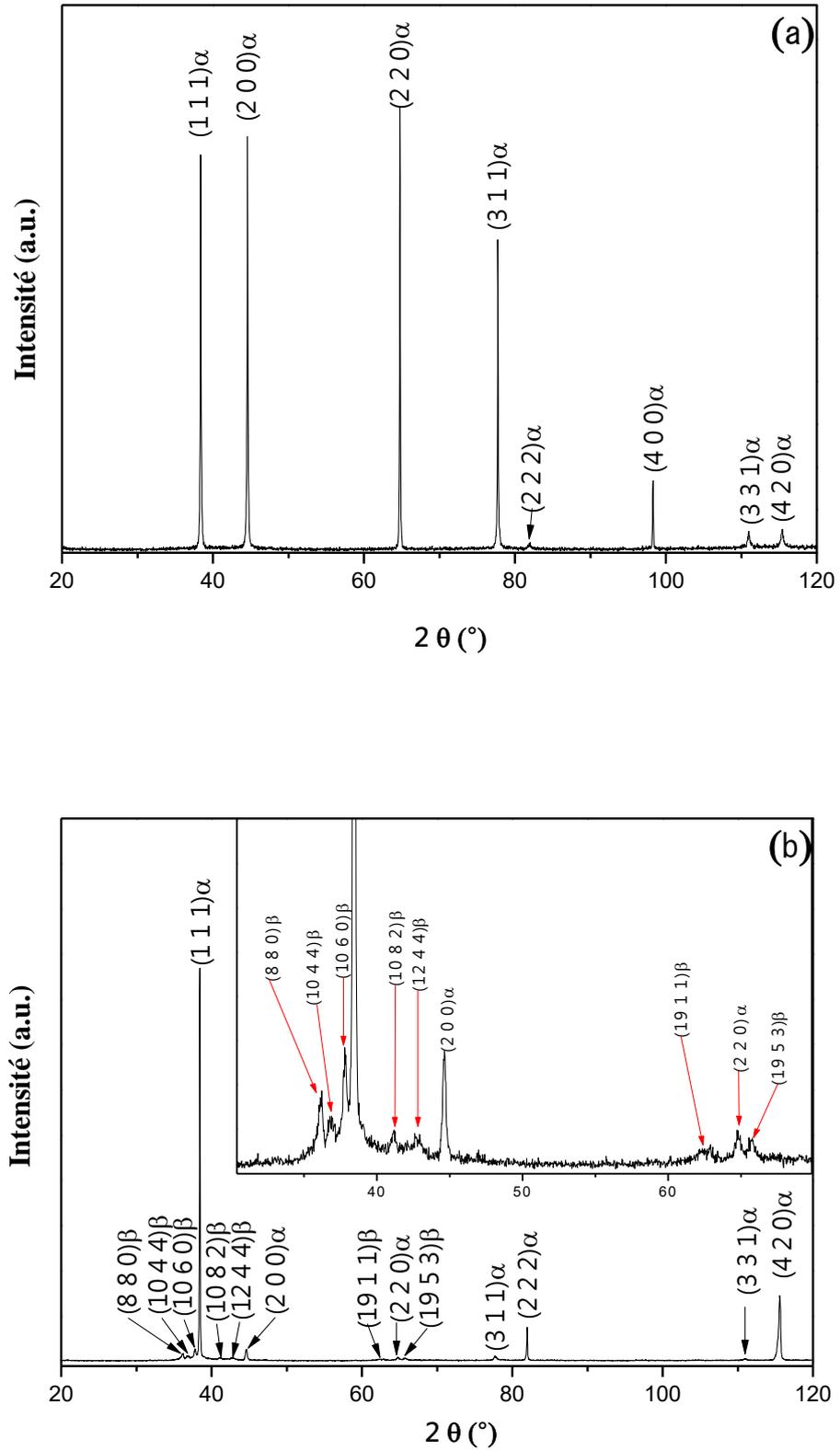
**Tableau IV.4.** Caractéristique mécaniques conventionnelles de l'alliage Al-10% Mg

Etat de l'échantillon	Caractéristiques Mécaniques				
	Limite élastique $\sigma_c$	Module d'élasticité E	Résistance à la rupture $\sigma_r$	Contrainte maximale $\sigma_m$	Allongement $((L_u-L_0)/L_0)*100$
Trempé	130.82 MPa	135.74 MPa	280,31 MPa	285,43 MPa	18.8 %
Trempé + 24 h à 150 °C	97.30 MPa	106.92 MPa	194,33 MPa	194,33 MPa	2.3 %
Trempé et mûri 15 ans	109.63 MPa	111.86 MPa	333,51 MPa	344,14 MPa	5.4 %
Mûri 15 ans + déf 43%	94.29 MPa	100.30 MPa	391,18 MPa	393,02 MPa	5.5 %

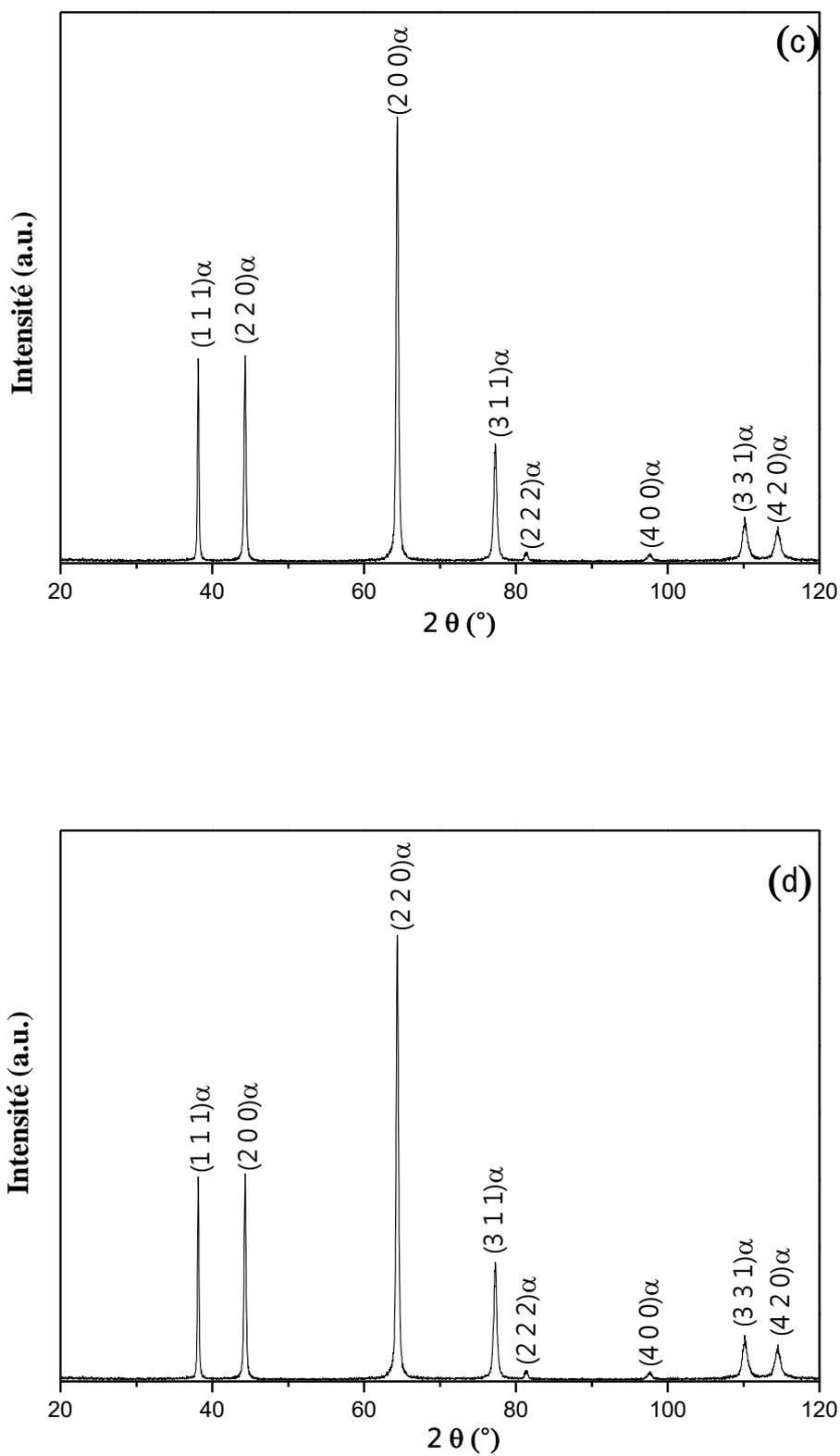
**IV.2.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :**

Les spectres de diffraction X enregistrés pour des échantillons de l'alliage Al-10% mass. Mg, homogénéisés et trempés à l'eau froide puis vieillis 24 heures à 150 et 250 °C respectivement, sont montrés dans la figure IV.21 (a, b). Les pics de phase  $\alpha$  se déplacent vers des angles plus faibles, ce qui indique que le paramètre de la maille diminue avec le temps de vieillissement provoqué par une diminution de la solubilité de Mg dans la matrice de l'aluminium Al.

Dans le cas des échantillons mûri et mûri déformé (Fig. IV.21 (c, d)), seuls les pics de la phase  $\alpha$  qui apparaissent puisqu'il n'y a pas de vieillissement artificiel (pas de précipitation).



**Figure IV.21 (a, b).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C puis: (a) trempé et vieilli pendant 24 h à 150 °C (b) 24 h à 250 °C.



**Figure IV.21 (c, d).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C puis trempé: (c) et mûri 15 ans à l'ambiante (d) mûri 15 ans à l'ambiante + déf 43 %.

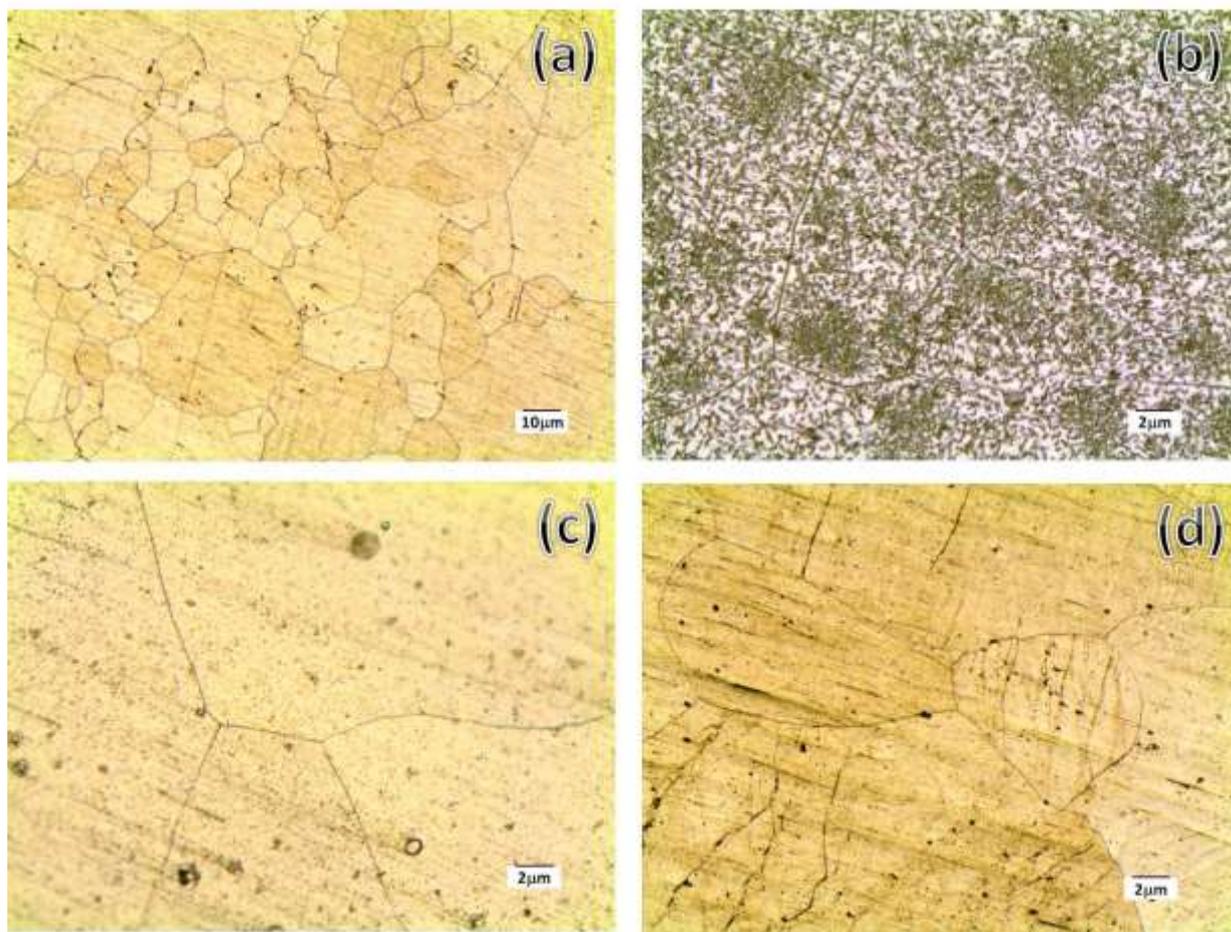
#### **IV.2.5. Analyse micrographique par microscopie optique (MO) :**

Les images ci-dessous (Fig. IV.22) ont été obtenues à l'aide d'un microscope optique numérique. Dans un premier temps, on peut distinguer les différents grains constituant notre alliage dans les différents états de traitement thermique.

La microscopie optique permet ainsi d'identifier sommairement la structure de notre matériau, mais, ce n'est pas suffisant. En effet, le grossissement est limité, il est de l'ordre de « x100 ». De plus, il y a quelques contraintes comme une profondeur de champ qui est faible et il faut que la surface de l'échantillon soit perpendiculaire à l'axe optique. Par exemple dans le cas de l'échantillon soumis au vieillissement de 24 h à 150 °C (qui est la température pour révéler une phase bien déterminée  $\beta'$ ) on ne peut rien distinguer à part les grains et les joints de grains (Figure IV.22 (a)).

Par contre, pour l'échantillon vieilli 24 h à 250 °C (Fig. IV.22 (b)) La microstructure montre la formation des particules de la phase d'équilibre  $\beta$  sous forme globulaire. Cette précipitation est hétérogène: les zones blanches (presque inexistantes), où la précipitation est retardée et les zones noires (dominantes) où elle est accélérée. Cette observation confirme la formation de phases précipitées et par conséquent, la disparition d'excès de lacunes [85].

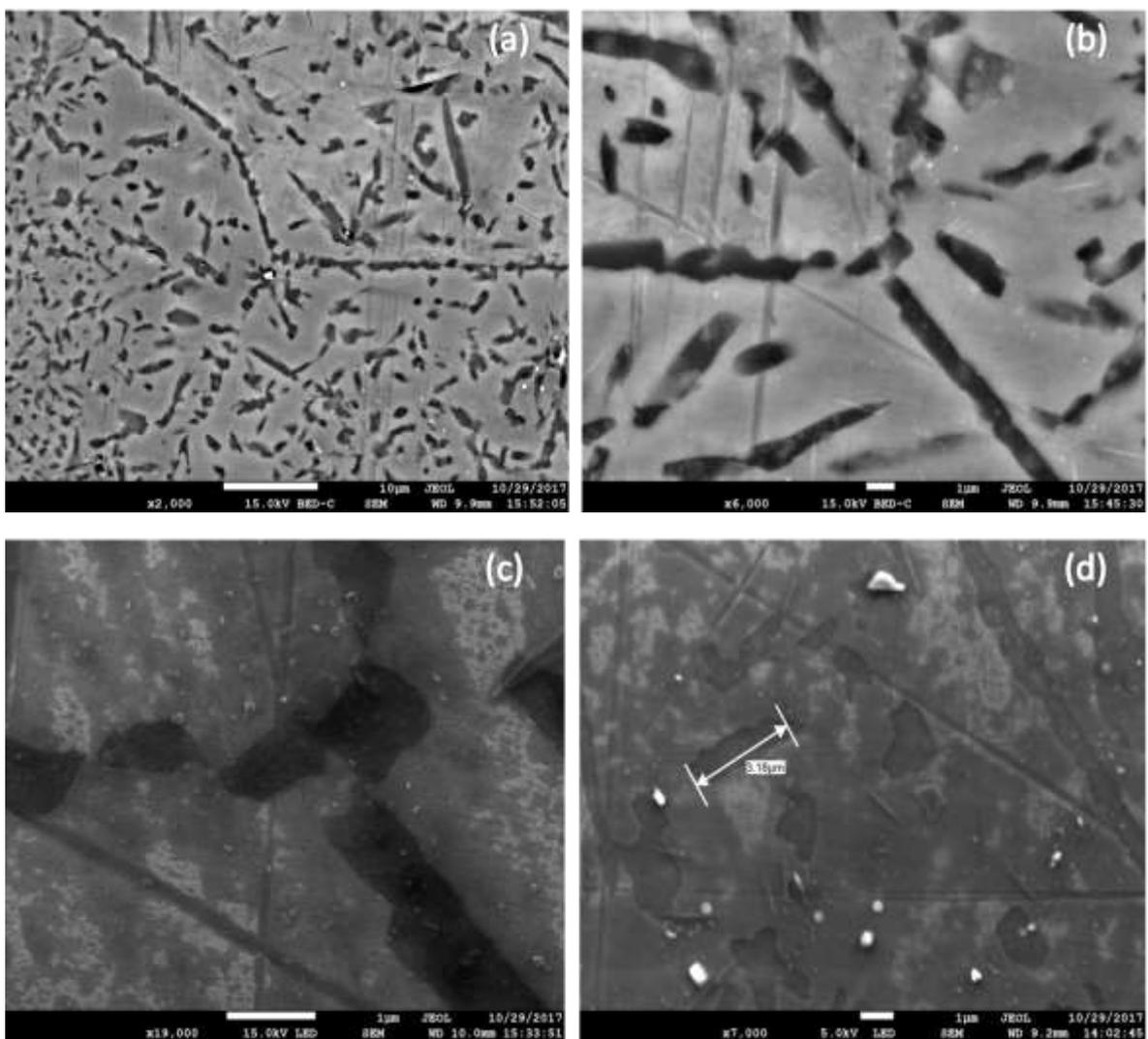
Pour les deux autres cas (figures IV.22 (c, d)), la structure n'est pas changée comme la précipitation n'est pas déclenchée (pas de vieillissement artificiel).



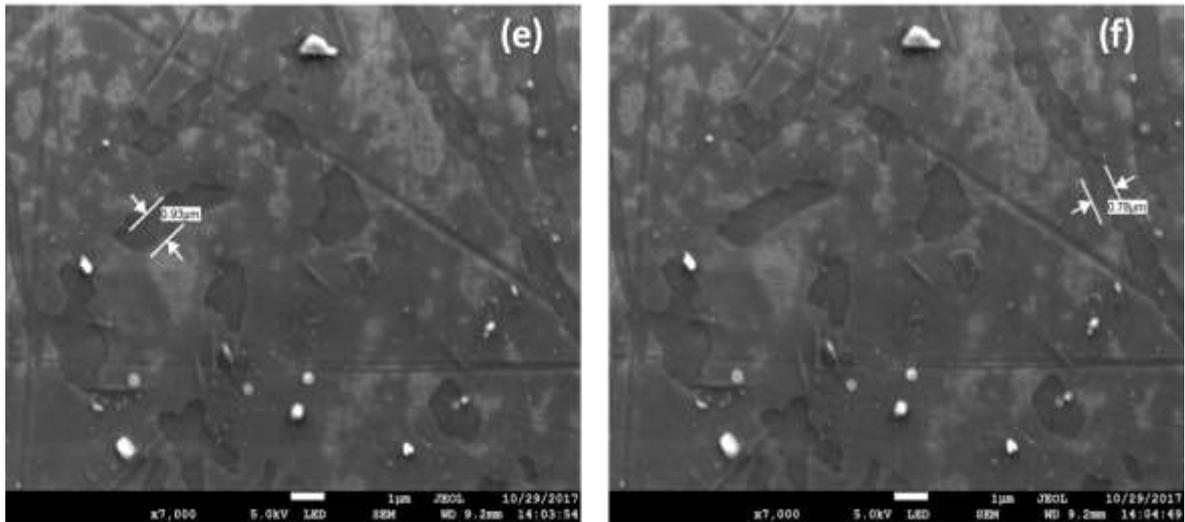
**Figure IV.22.** Les micrographies optiques de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C puis trempé et: (a) vieilli pendant 24 h à 150 °C, (b) vieilli pendant 24 h à 250 °C, (c) mûri 15 ans à l'ambiante et (d) mûri 15 ans à l'ambiante + déf 43 %.

#### IV.2.6. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) :

La figure IV.23 montre une image MEB provenant d'un échantillon qui a été homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli à 250 °C pendant 24 heures. Seuls les précipités de la phase stable  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) se forment presque aléatoirement (bâtonnets et globulaires) dans le volume du grain (Fig. IV.23 (a)) et près des joints de grains. Dans ce cas, les joints de grains sont bien décorés par les précipités de cette phase stable  $\beta$  (Fig. IV.23 (c)).



**Figure IV.23 (a-d).** Images MEB pour l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 24 h à 250 °C.



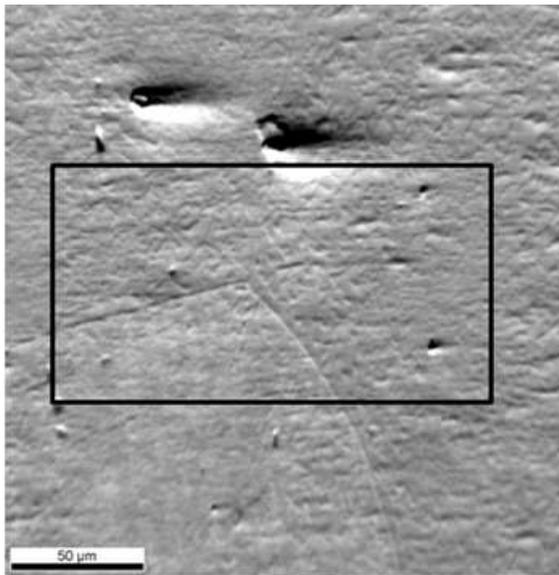
**Figure IV.23 (e-f).** Images MEB pour l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 24 h à 250 °C.

#### IV.2.7. Mesure des orientations locales basée sur l'EBSD:

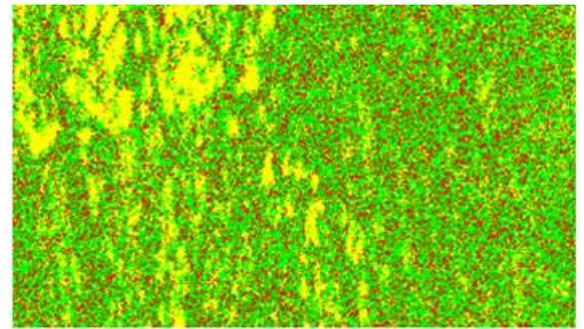
Cette partie d'étude est limitée à la caractérisation par EBSD de l'alliage Al-10 % Mg vieilli 24 h à 150 °C ainsi que celui mûri et déformé 43%. C'est une tentative de caractérisation des orientations préférentielles des grains et leurs distributions ainsi que les désorientations des joints de grains et leur distribution.

##### a)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 h à 150 °C (fig. IV.24):

La figure IV.24 (a) montre une cartographie par imagerie d'orientation (OIM) de l'alliage vieilli, où les couleurs utilisées permettent de distinguer les familles de différentes orientations existantes. On remarque bien la présence de fantômes de joints de grains visibles sur l'image FSD (Fig. IV.24 (a)). La cartographie a été réalisée à la jonction d'un point triple. Les trois grains d'aluminium initiaux se morcellent en petits domaines accompagné d'une transformation en phase CFC et hexagonales se produit, mais l'orientation initiale des domaines Al est conservée (Fig. IV.24 (c)). Les phases  $Al_3Mg_2$  (CFC et hexagonales) ne présentent pas d'orientation préférentielles. La phase la plus dominante est bien celle de la structure hexagonale qui couvre plus de 50 % de la surface, c'est la phase intermédiaire  $\beta'$  qui n'est pas pu être détectée par les techniques précédentes, ce qui explique le durcissement enregistré après vieillissement à cette température. L'EBSD est donc une technique efficace pour la caractérisation des différentes phases.

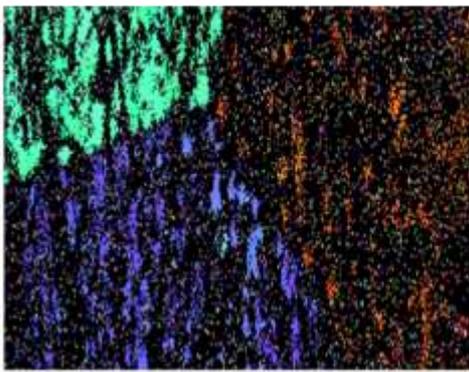


(a) Image en électrons diffusés vers l'avant (FDS) et zone de scan

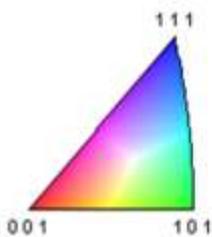


Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Beta-AlMg 029-0048	0.220	0.220
Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> hexagonal 040-0903	0.539	0.539
Aluminium	0.241	0.241

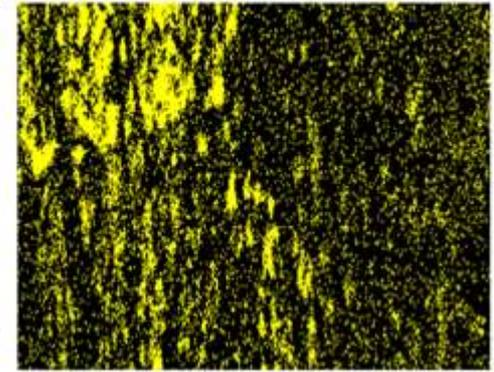
(b) Cartographie des phases et pourcentage de surface



Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]  
Aluminium

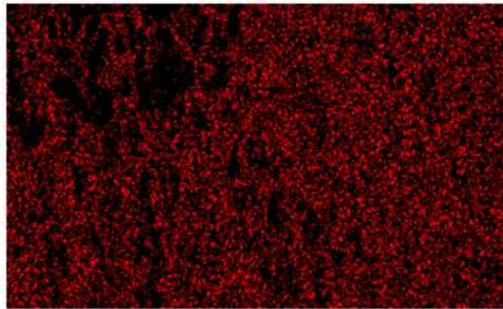
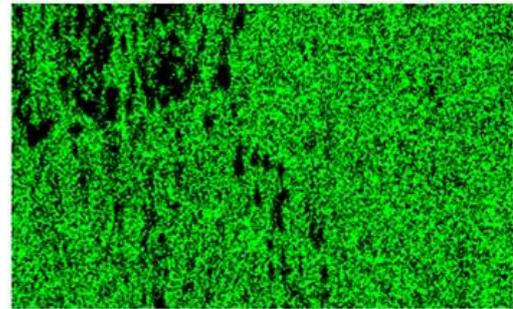


(c) Phase d'aluminium: orientation (figure de pôle inverse) et code couleur associé



(d) Phase d'aluminium

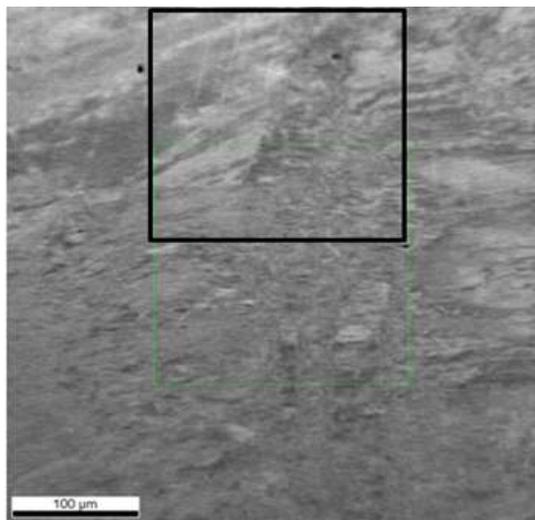
**Figure IV.24 (a-d).** Microstructure caractérisée par EBSD de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli 24 h à 150 °C.

(e) Phase  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  CFC(f) Phase  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  Hexagonale

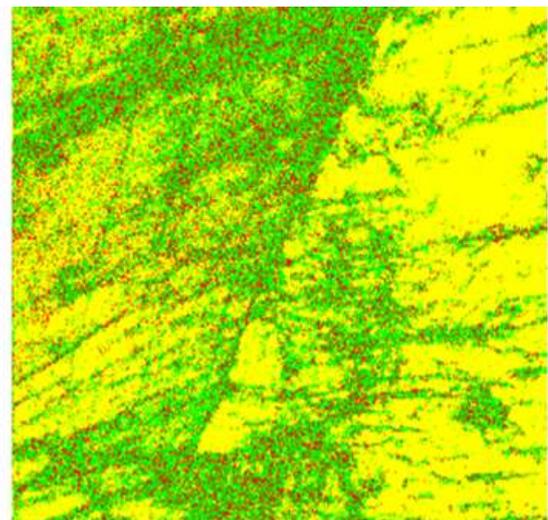
**Figure IV.24 (e-f).** Microstructure caractérisée par EBSD de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli 24 h à 150 °C.

**b)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé, mûri 15 ans à l'ambiante et déformé 43% (fig.IV.25):**

Pour cet état, on voit bien l'apparition de désorientation intra-granulaire au sein de la phase d'aluminium (Fig. IV.25 (c)). Les phases ayant la structure  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  (CFC et hexagonales) ne présentent pas d'orientation préférentielle.



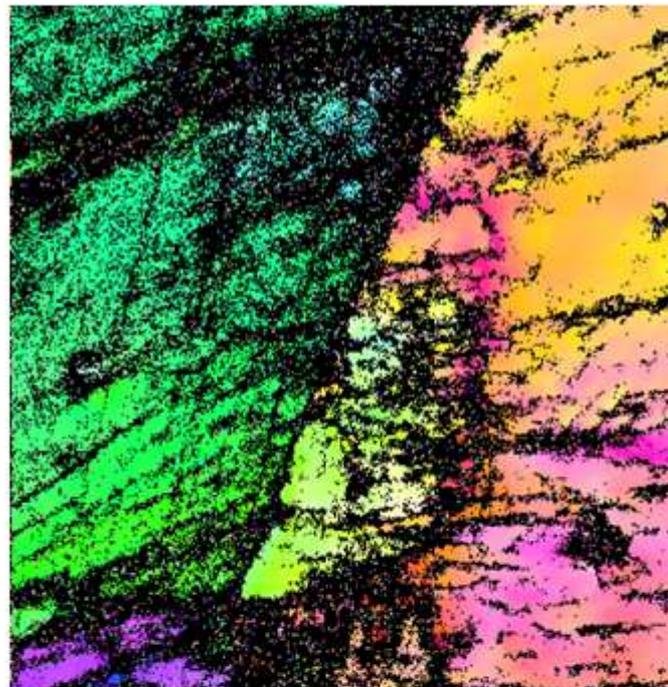
(a) Image en électrons diffusés vers l'avant (FDS) et zone de scan



Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Beta-AlMg 029-0048	0.135	0.135
$\text{Al}_3\text{Mg}_2$ hexagonal 040-0903	0.333	0.333
Aluminum	0.532	0.532

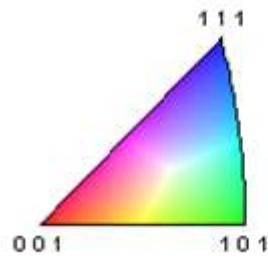
(b) Cartographie des phases et pourcentage de surface

**Figure IV.25 (a, b).** Microstructure caractérisée par EBSD de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé, mûri 15 ans à l'ambiante puis déformé avec 43%.



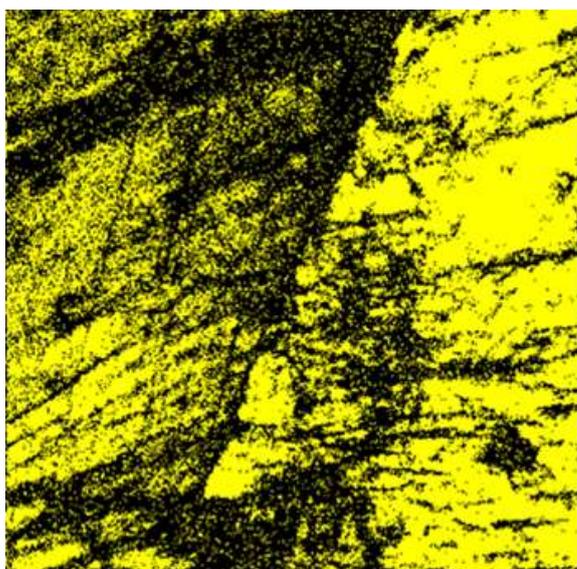
Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Aluminum

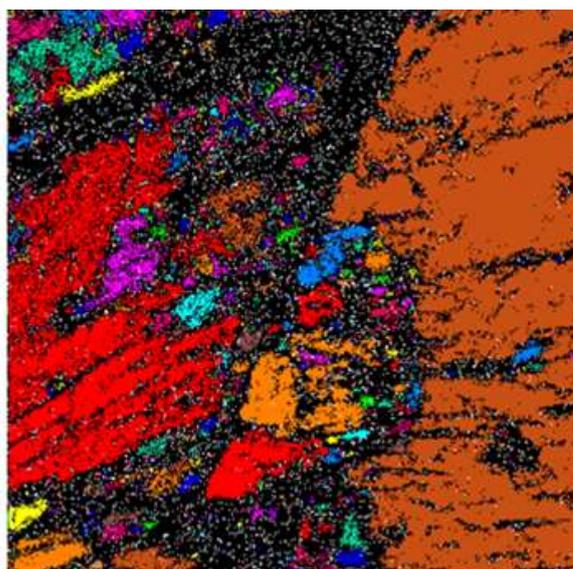
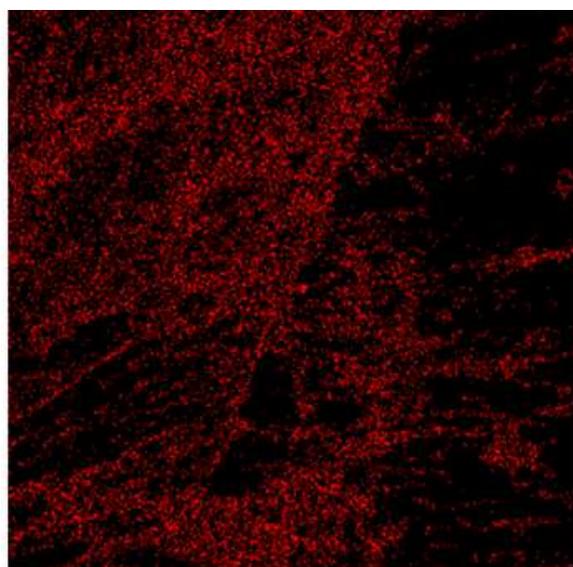
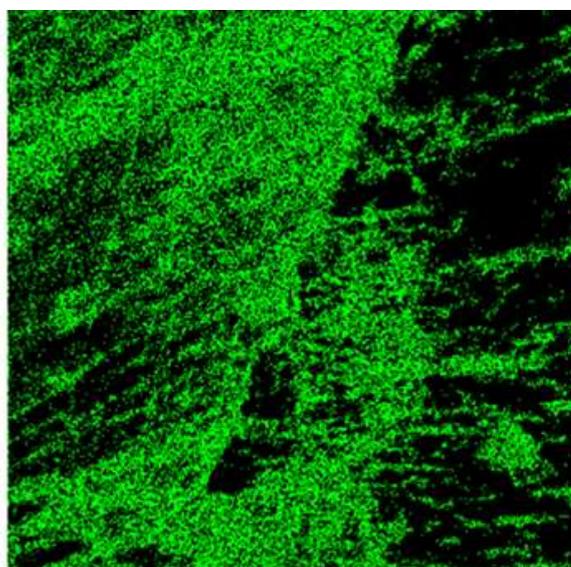


(c) Phase d'aluminium:  
orientation  
(figure de pôle inverse)  
et code couleur associé

**Figure IV.25 (c).** Microstructure caractérisée par EBSD de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé, mûri 15 ans à l'ambiante puis déformé avec 43%.



(d) Phase d'aluminium

(e) Phase d'aluminium  
Grains individuels(f) Phase Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> CFC(g) Phase Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> hexagonale

**Figure IV.25 (e-f).** Microstructure caractérisée par EBSD de l'alliage Al-10% Mg homogénéisé 17 heures à 430 °C, trempé, mûri 15 ans à l'ambiante puis déformé avec 43%.

#### IV.2.8. Synthèse et discussion :

Les résultats obtenus dans cette section ont permis d'identifier le mode optimal de durcissement d'un alliage à haute teneur en magnésium qui conserve le rapport optimal entre la résistance et la ductilité.

Les propriétés mécaniques de cet alliage sont affectées par la formation de précipités, l'orientation du matériau et les traitements thermiques

Le module d'élasticité atteint la valeur maximale pour notre alliage à l'état trempé (Tableau IV.2), grâce à l'existence des zones GP qui sont cohérentes avec la matrice. C'est pourquoi ce type d'alliage est utilisé après le traitement de mise en solution (homogénéisation) pour que les particules de la phase  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) formées durant la solidification de l'alliage, se dissolvent dans la matrice (pour avoir une bonne ductilité).

D'autre part, la déformation augmente la dureté de l'alliage, ce qui donne une bonne ductilité aux alliages du système Al-Mg et plus particulièrement Al-10% Mg. Sachant que cette propriété (ductilité) dépend de la direction dont laquelle est effectuée la contrainte. Magee et al. [103] ont montré que si l'échantillon est dans la direction longitudinale, il est plus fort est plus ductile que celui dans la direction transversale (les dislocations ne favorisant que les glissements des tranches parallèles des cristaux).

### IV.3. Cas de l'alliage Al-8% Mg :

#### IV.3.1. Effet de la température et du temps de vieillissement sur la microdureté :

On note (tableau IV.5) qu'un durcissement important est obtenu lorsque des particules  $\beta'$  sont formées et la microdureté atteint sa valeur maximale (86 Hv). Ce durcissement est dû au blocage des dislocations, attribué à la présence de fines particules précipitées et dispersées dans la matrice (correspondent à la phase semi-cohérente  $\beta'$ ).

Une telle explication concorde bien avec les résultats de mesure de la dépendance en température du frottement intérieur (DTFI) et de l'intensité des rayons X diffractée en fonction du temps de revenu [104].

L'accumulation des précipités cohérents, finement dispersés aux premiers stades de vieillissement provoque l'augmentation de la dureté du matériau. Au fur et à mesure de l'évolution de la réaction de précipitation, il se produit au début une perte de cohérence partielle, ensuite totale par formation de dislocations d'accommodation à l'interface.

On a alors une nouvelle répartition des contraintes internes, sans que leur niveau moyen puisse changer. Donc, on ne devrait pas s'attendre à une diminution importante de la dureté (c'est notre cas : de 86 Hv à 78 Hv).

En réalité, l'adoucissement du matériau, observé après un temps suffisant pour la formation de la phase  $\beta$  (tableau IV.5), est dû d'une part à un appauvrissement de la matrice en atomes de magnésium (qui durcit l'alliage) et d'autre part à la croissance des précipités. En fin de croissance, lorsque les phases formées dans un alliage polyphasé tendent vers les rapports d'équilibre, on observe simultanément que les gros précipités continuent de croître au détriment des plus petits qui finissent par disparaître (phénomène de coalescence).

D'un point de vue métallurgique, ce phénomène présente une importance pratique considérable, car il modifie au cours d'usage la répartition des phases au sein des matériaux polyphasés, et détruit ainsi les structures qui confèrent à ces matériaux leurs caractéristiques mécaniques les plus hautes : la seconde phase qui était finement dispersée coalesce. Avec  $\beta'$  ou  $\beta$ , les propriétés mécaniques et physiques de l'alliage évoluent notablement.

**Tableau IV.5.** Variation de la microdureté de l'alliage Al-8% Mg traité différemment.

Etat de l'échantillon	Microdureté $H_v = (\text{Kg/mm}^2)$
Trempe	79,93
Trempé et vieilli 24h à 150°C	86,00
Trempé et vieilli 24h à 250°C	78,76

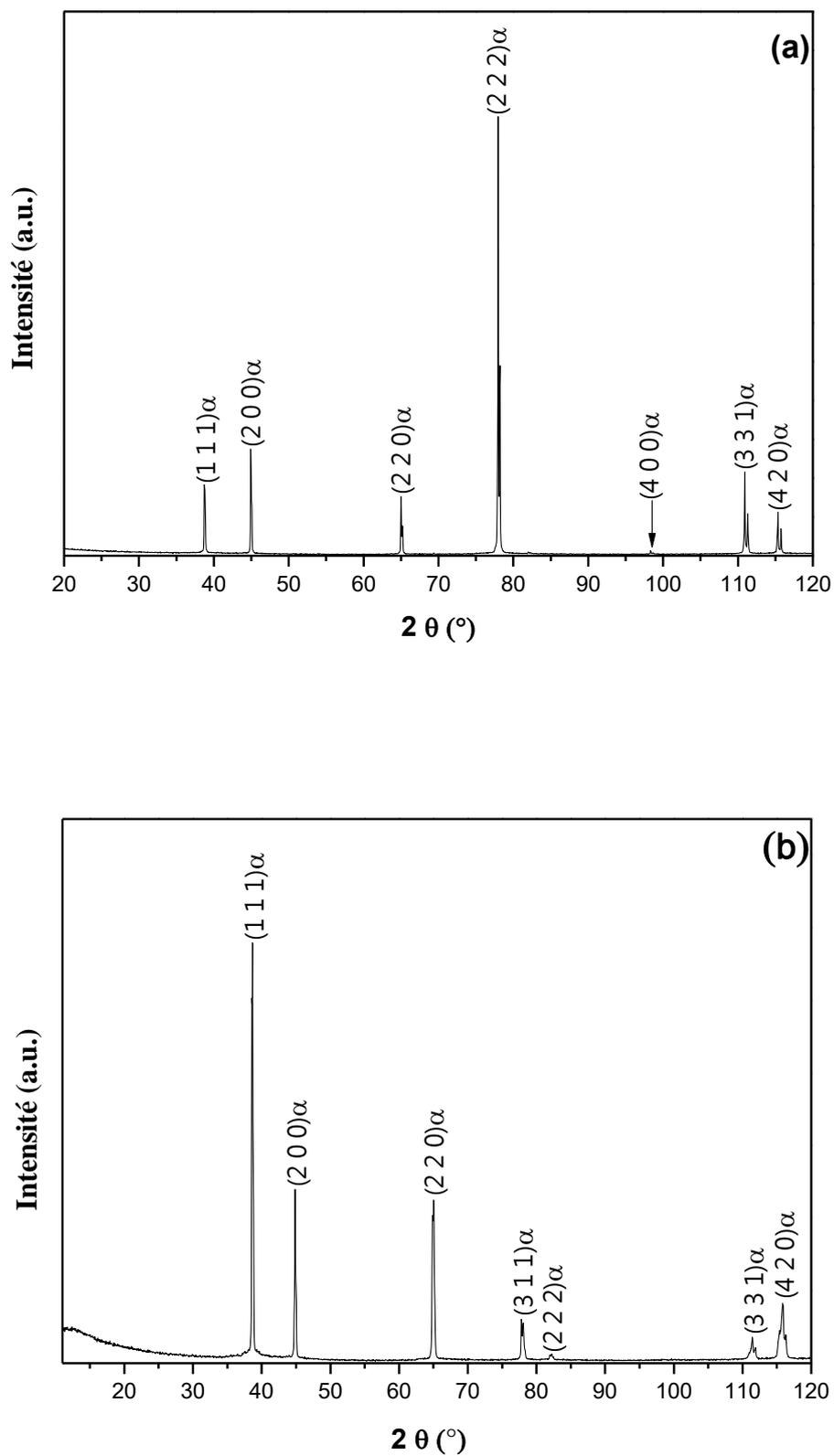
### IV.3.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La figure IV .26 illustre les spectres de diffraction des rayons X des échantillons étudiés à l'état trempé (a) et à l'état vieilli (b et c). Selon les fiches ICDD de l'aluminium (00-029-0048), les pics enregistrés et les plus apparents correspondent à la structure de la matrice  $\alpha$ -aluminium (C.F.C.). Le pic le plus intense correspond aux plans (2 2 2).

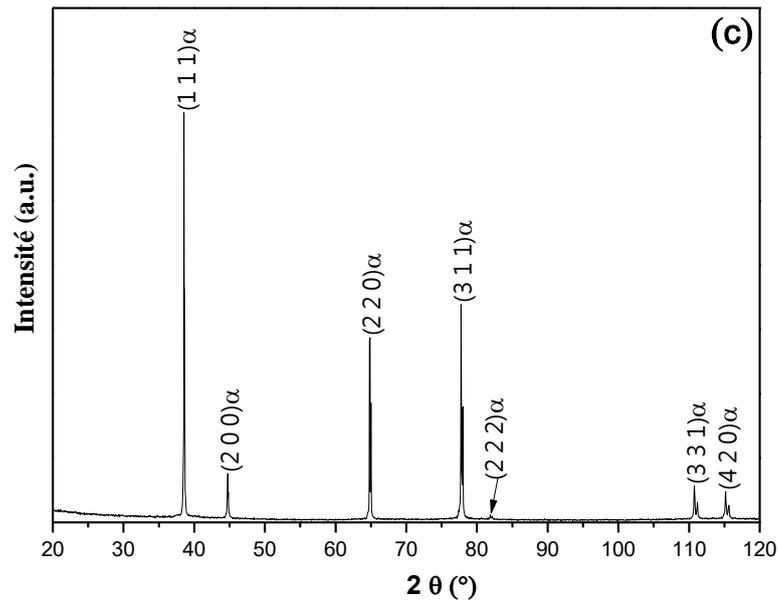
Ces spectres apparaissent presque identiques à ceux obtenus dans le cas de l'échantillon à l'état brut sauf que les intensités des pics changent par rapport à l'état trempé, ce qui montre qu'il y avait une nouvelle texture.

Les intensités des pics de diffraction changent avec le vieillissement (changement de la température (Fig. IV.26. (b) et (c))). Les pics de la phase  $\alpha$  se déplacent vers des angles plus bas, ce qui indique que le paramètre de la maille diminue avec le temps de vieillissement, provoqué par une diminution de la solubilité de Mg dans la matrice Al.

On ne peut pas voir les diffractions correspondantes aux précipités car les atomes d'aluminium et de magnésium possèdent des structures électroniques presque identiques (à cause de leur classement très proche dans le tableau périodique des éléments) et par conséquent, leurs facteurs de diffusion électronique l'est aussi; la diffraction des rayons X (DRX) ne peut donc révéler que de très faibles pics de diffraction des phases composées de ces deux éléments. De plus la teneur en magnésium pour cet alliage est plus faible (8%) que dans les états précédents (10 et 12 %).



**Figure IV.26 (a, b).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-8% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C (a) trempé, puis (b) vieilli pendant 24 h à 150 °C.



**Figure IV.26 (c).** Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage Al-8% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C puis trempé et vieilli pendant 24 h à 250 °C.

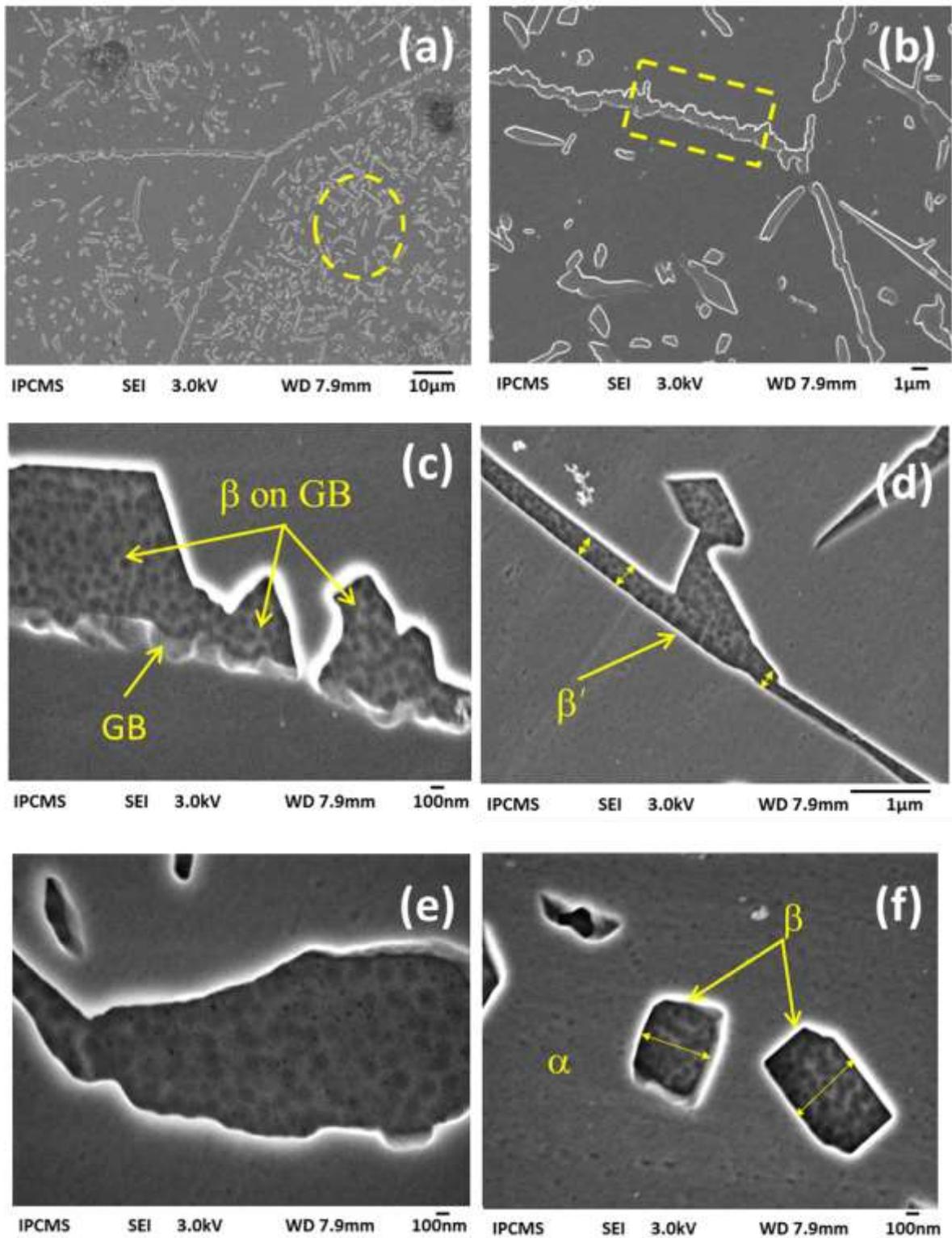
### IV.3.3. Microstructure des grains basée sur la microscopie électronique à balayage (MEB) :

#### a)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 h à 150 °C :

Après trempe, la solution solide se décompose, et pour des températures voisines de 150 °C on assiste à l'apparition du précipité intermédiaire  $\beta'$  semi-cohérente, suivi du précipité d'équilibre  $\beta$  incohérent avec la matrice (Fig. IV. 27).

La microscopie électronique à balayage (MEB) qui montre que les aiguilles (Fig. IV.27. d) sont des particules de la phase  $\beta'$  et les globules de différentes tailles (Fig. IV.27. e et f) sont des particules de la phase  $\beta$ , est certainement un moyen efficace d'observation de la microstructure et d'identifier les phases, en particulier dans des matériaux bien connus car elle fournit une résolution beaucoup plus élevée par rapport à la microscopie optique [101]. Ce sont les images MEB de l'échantillon vieilli pendant 24 heures à 150 °C. Les particules de la phase  $\beta$  apparaissent aussi sur les joints de grains (elles les décorent bien) (figures IV.27. b). Il est bien connu que la phase de décoration des joints de grains est habituellement la phase  $\beta$  dans les alliages sensibilisés 5XXX et ce type de phase  $\beta$  a été observé en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie optique

(MO) à l'aide d'une solution diluée de  $H_3PO_4$  et en utilisant la microscopie électronique à transmission MET [84].

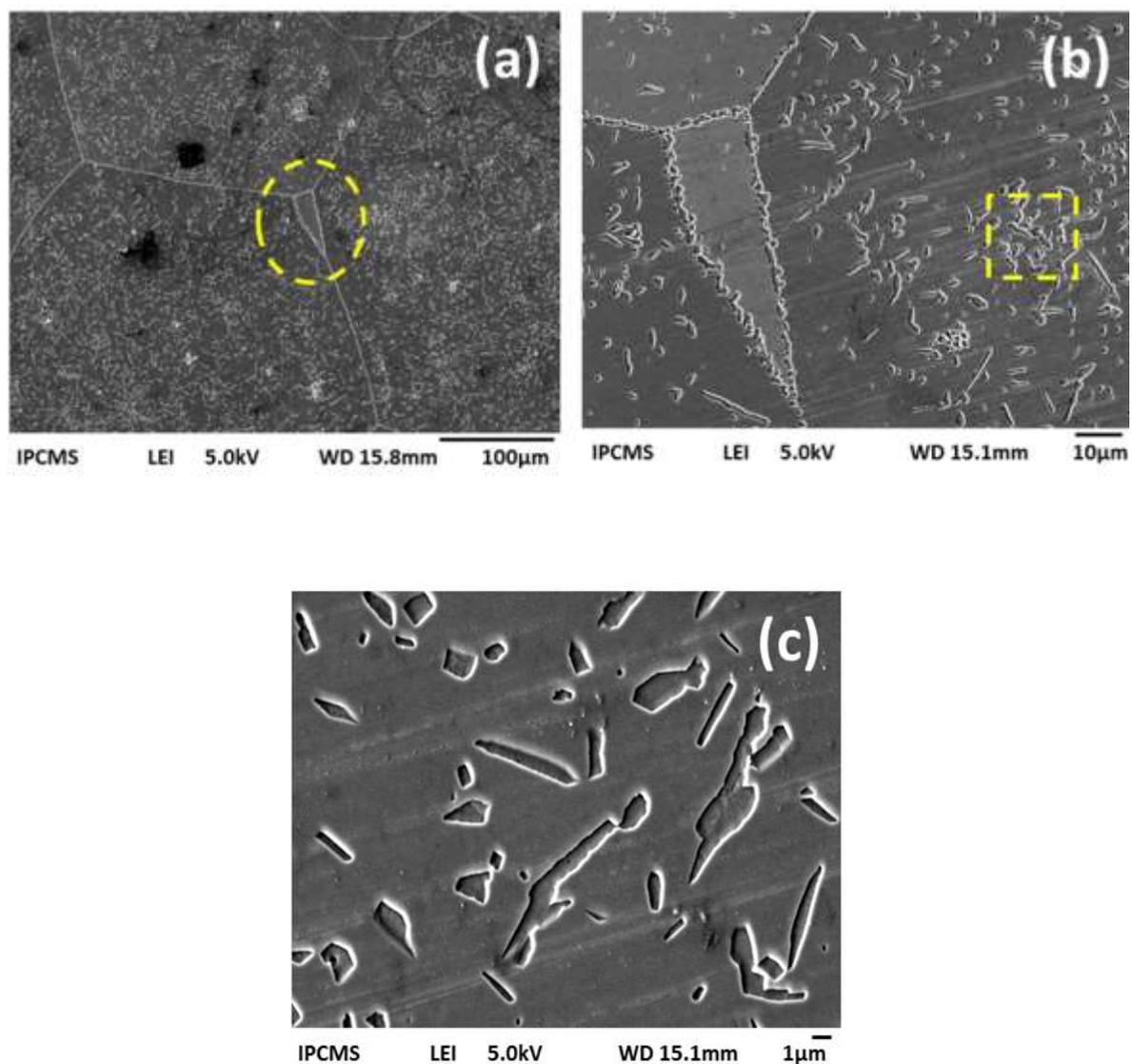


**Figure IV.27.** Images MEB pour l'alliage Al-8% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli : 24 h à 150 °C.

**b)- Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 h à 250 °C :**

La figure IV.28 montre une image MEB provenant d'un échantillon qui a été homogénéisé pendant 17 heures à 430 °C, trempé et vieilli à 250 °C pendant 24 heures. Par rapport à l'échantillon précédent, seuls les précipités de la phase stable  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) se forment presque régulièrement dans le volume du grain (Fig. IV.28 (a)). Dans ce cas, près des joints de grains, des zones appauvries en magnésium apparaissent; par contre, les joints de grains sont bien décorés par les précipités de cette phase stable  $\beta$  (Fig. IV.28 (b)). L'existence de cette bande dépourvue de précipités peut être expliquée par deux hypothèses :

- L'absence de précipités au voisinage du joint inter-cristallin résulterait du fait que la précipitation s'amorçant en premier lieu sur le joint, les zones proches de ce joint subiraient, dès les premiers instants du revenu, un appauvrissement en constituant d'addition, ce qui rendrait impossible dans ces régions la germination du précipité riche en ce constituant.
- L'absence de précipités au voisinage du joint résulterait du fait que ce joint constitue un piège pour les défauts cristallographiques (lacunes par exemple) et s'entoure par conséquent d'une zone privée de défauts, peu favorable à la germination de précipités.

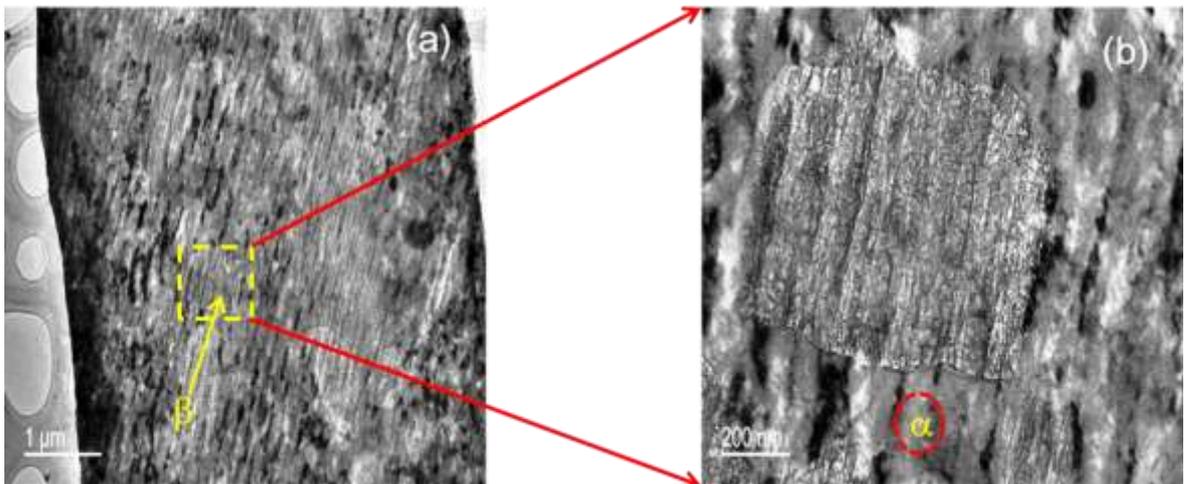


**Figure IV.28.** Images MEB pour l'alliage Al-8% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli : 24 h à 250 °C.

#### IV.3.4. Morphologie des précipités basée sur la microscopie électronique à transmission (MET) :

La figure IV.29 (a-b) montre les images MET d'une région sélectionnée d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 24 h à 250 °C. L'observation la plus importante (comme dans le cas de l'alliage Al-12% Mg) est la visualisation claire et directe des particules:  $\beta$  en forme presque carrée dans certaines zones (dans d'autres leur est de forme quelconque); elles sont dispersées dans la matrice de manière non-uniforme.

Cette morphologie réelle est observée grâce à la nouvelle méthode de préparation utilisée pour obtenir des coupes transversales. On peut voir comment sont formées ces particules; la même particule ( $\beta$ ) n'est pas homogène, c'est-à-dire, certaines zones sont claires (en blanc) d'autres sont moins claires (presque grises).



**Figure IV.29.** Images MET BF présentant la morphologie des précipités de l'alliage Al-8% Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli à 24 h à 250 °C .

#### IV.3.5. Synthèse et discussion :

La possibilité de modifier les propriétés mécaniques de l'alliage étudié « Al-8% Mg », en le soumettant après trempe à un revenu à une température judicieusement choisie, offre un grand intérêt technique. L'alliage trempé étant malléable, il peut être mis en forme sans difficulté par laminage, emboutissage, etc... Il suffit ensuite de le à un traitement thermique de revenu à une température appropriée, et généralement peu élevée, pour lui conférer une résistance mécanique satisfaisante. La formation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , les propriétés mécaniques et physiques de l'alliage évoluent notablement.

Par contre, pour des températures de vieillissement voisines de l'ambiante, l'évolution de ce type d'alliage est longtemps passé par inexistence. Comme en plus, la proximité des numéros atomiques des deux éléments (Al et Mg) fait que l'étude de ces alliages par technique classique de diffraction des rayons X soit délicate, l'évolution microstructurale reste difficile à suivre.

L'alliage Al-8% mass. Mg se comporte structurellement de la même manière que l'alliage à 12% mass. Mg, mais il subit des réactions de précipitation moins rapides.

# **Conclusion générale**

**Conclusion générale :**

Comme on l'a déjà mentionné dans l'introduction, le système Al-Mg a été bien étudié et de nombreux et intéressants résultats ont été obtenus. Le choix de ce type d'alliage bien connu n'est pas fortuit, car les résultats obtenus dans le cadre de ce travail de thèse ont confirmé notre conviction que beaucoup de choses restent encore à faire et que les perspectives d'étude de ce système existent toujours.

Notre modeste contribution dans ce domaine a permis, à l'aide de méthodes expérimentales aussi variées que complémentaires telles que la dilatométrie, la DSC, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage et à transmission et la spectroscopie mécanique (DTFI), de montrer que :

- la dissolution de la phase  $\beta$  et le transfert des atomes de Mg à la solution solide, ainsi que la formation de la phase métastable  $\beta'$ , épinglent les dislocations et empêchent leur mouvement,
- la précipitation ou la dissolution de la phase  $\beta$  joue un rôle clé dans la formation de plusieurs effets non élastiques,
- La phase  $\beta$  supprime le glissement des joints de grains mais n'empêche pas efficacement le mouvement des dislocations à l'intérieur des grains; la dissolution de la phase  $\beta$  et l'enrichissement correspondant de la solution solide par des atomes de Mg conduisent à la formation du pic de Zener et à l'épinglage des dislocations.
- le frottement intérieur est sensible à la formation des phases semi-cohérentes et incohérentes ( $\beta'$  et  $\beta$ ), mais pas à celle des phases cohérentes (zones GP).
- l'augmentation du temps de vieillissement à 250 °C (2 et 7 jours) mène au phénomène de coalescence des précipités (observé par MEB), ce qui cause un adoucissement de l'alliage (confirmé par mesure de la microdureté).
- L'alliage Al-8% mass. Mg se comporte structurellement de la même manière que l'alliage à 12% mass. Mg, mais ce dernier subit des réactions de précipitation plus rapides, à cause de la forte sursaturation qu'il donne.

Il est évident que le choix des matériaux dans les applications industrielles dépend tout d'abord de leurs propriétés relatives à l'utilisation envisagée : la résistance mécanique s'il y a à supporter des charges importantes, la conductivité thermique si l'on doit rencontrer de hautes températures et la perméabilité magnétique si des champs magnétiques interviennent. L'utilisation de pièces trempées, surtout à haute température, s'accompagne du phénomène de précipitation. Au cours de cette dernière on a d'abord un stade de durcissement structural (pour certains matériaux) qui augmente la résistance mécanique; à la fin de la réaction de précipitation, commence le stade de coalescence des précipités qui mène à un adoucissement des matériaux et réduit par conséquent, légèrement la résistance mécanique. La durée de vie et de bon rendement de la pièce est alors écourtée. Mais une durée plus longue du stade de durcissement prolongera son exploitation bénéfique.

En effet, il ne faut pas oublier qu'à l'heure actuelle ce sont les progrès dans l'étude des matériaux métalliques qui conditionnent et limitent ceux des diverses branches de l'industrie : mécanique, constructions métalliques, ... et les phénomènes de précipitation revêtiront toujours dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés dans un sens parfois favorable.

Par conséquent, son étude restera toujours un sujet d'actualité.

# **Références bibliographiques**

## Références

- [1] I. Polmear, *Light Alloys Metallurgy of the Light Metals*, Wiley, New-Jersey, (1995) 188.
- [2] C. Kammer, *Aluminum Handbook1*, Düsseldorf, Berlin, (1999) 213.
- [3] G. Vander Voort, *ASM Handbook, Metallography and Microstructure, Hardcover*, New York, (2004) 817.
- [4] D. Hamana, M. Boucheur, A. Derafa, *Materials Chemistry and Physics*, 57 (1998) 99-110.
- [5] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa and N. Rokhmanov, *Journal of Alloys and Compounds*, 320 (2001) 93-102.
- [6] D. Hamana, L. Baziz, M. Boucheur, *Materials Chemistry and Physics*, 84 (2004) 112-119.
- [7] H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 96 (2005) 45-53.
- [8] A. Derafa, *Thèse de Magister, Université de Constantine, Algérie*, (1996) 64
- [9] W.A. Pollard, *Journal of the Institute of Metals*, 93 (1965) 339-346.
- [10] J. L. Murray, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 3 (1982) 60-74.
- [11] S. Bensaada, N. Bendrihem, O. Bensaadam, *Sciences des Matériaux, presse de l'université de Biskra*, 2 (2011) 28.
- [12] H. Baker, *ASM Handbook, Alloy Phase Transformation: ASM International, Hardcover*, New York, (1997) 414.
- [13] S. Celotto, *Acta Materialia (USA)*, 48 (2000) 1775-1787.
- [14] C. R. Brooks, *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*, ASM, Metals Park, New York, (1984) 345.
- [15] A. Kelly, R. Nicholson, G. Thomas, *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, John Wiley & Sons, Inc: New York, (1963) 947.
- [16] M. Komarova, N. Buynov. LI. Kaganovich, *Microstructure and Corrosion Properties of an Aluminum-Magnesium Alloy After Long Natural Ageing. Fiz. Metal. Metalloved*, 36 (1973) 258.

- [17] M. Komarova, N. Buynov, R. Lerinman, L. Osokina, *Fiz. Metal. Metalloved*, 24 (1967) 641.
- [18] K. Osamura, T. Ogura, *Metallurgical Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 15 A (1984) 835.
- [19] D. Hamana, S. Nebti, M. Boucheur, *Z. Metallkd*, 87 (1996) 135-139.
- [20] R. Nozato, S. Ishihara, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 21 (1980) 580-588.
- [21] L. Kaygorodova, N. Buynov, M. Komarova, *Fiz. Metal. Metalloved*, 54 (1982) 542-547.
- [22] D. Paine, G. Weatherly, K. Aust, *Journal of Materials Science*, 21 (1986) 4257-4261.
- [23] S. Nebti, D. Hamana, G. Cizeron, *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995) 3583-3588.
- [24] M. Van Rooyen, J. Maartensdijk, E. Mittemeijer, *A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 19 A (1988) 2433.
- [25] L. Kaygorodova, N. Buynov, M. Komarova, *Metal. Metalloved*, 50 (1980) 764.
- [26] A. Eikum, G. Thomas, *Acta Metallurgica*, 12 (1964) 537-545.
- [27] DA. Porter, EK. Easterling, *Phase Transformation in metals and alloys*, Chapman & Hall, Londres, (1996) 152-160.
- [28] H. Yukawa, Y. Murata, M. Morinaga, Y. Takahashi, H. Yoshida, *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995) 681-688.
- [29] L. Kaygorodova, N. Buynov, M. Komarova, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 57 (1984) 362.
- [30] A. Dobromyslov, L. Kaigorodova, M. Komarova, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 43 (1977) 1228.
- [31] A. Beck, P. Sperry, *Proc. Conf., Fundam. Aspects Stress Corros. Cracking*, (1969) 513.
- [32] A. Dager, M. Fumeron, J. Guillot and M. Roth, *Journal of Applied Crystallography*, 12 (1979) 429-431.
- [33] L. Kaygorodova, *Fiz. Metal. Metalloved*, 78 (1994) 29-39.
- [34] T. Sato, Y. Kojima, T. Takahashi, *A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 13 (1982) 1373-1378.

- [35] Y. Kojima, T. Takahashi, M. Kubo, T. Morinaga, *Metallurgical Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 12 (1981) 1113-1117.
- [36] M. Starink, A. Zahra, *Acta Materialia*, 46 (1998) 3381-3397.
- [37] C. Gault, A. Dauger, P. Boch, *Physica Status Solidi A: Applied Research*, 31 (1975) 179.
- [38] C. Gault, A. Dauger, P. Boch, *Acta Metallurgica*, 28 (1980) 51-60.
- [39] A. Gaber, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad, *High Temperatures - High Pressures*, 31 (1999) 613-625.
- [40] B. Hanene. Thèse de Magister, Université de Constantine, l'Algérie, (2006) 38-42.
- [41] M. Hillert, *Acta Metall*, 9 (1961) 525-535.
- [42] A. Dobromyslov, O. Shashkov and N. Buynov, *Fiz. Metal. Metalloved*, 24 (1967) 189.
- [43] J. Vetrano, R. Williford, S. Bruemmer and R. Jones, *Automotive Alloys*, [Symposium], held during the TMS Annual Meeting, Orlando, Florida, 77 (Feb.9-13, 1997) 253
- [44] M. Bournane, M. Nedjar, A. Sirenko, *Scripta Materialia*, 40 (1999) 375-382.
- [45] M. Boucheur, D. Hamana, T. Laoui, *Philosophical Magazine A*, 73 (6) (1996) 1733-1740.
- [46] S. Endou, H. Inagaki, *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 93 (2002,) 106-116.
- [47] D. Hamana, A. Azizi, G. Tellouche, M. Boucheur, *Philosophical Magazine Letters*, 84 (2004) 697-704.
- [48] A. Dauger, M. Femuan, J. Guillot, *J. Appl. Crystallogr*, 12 (1979) 429-431.
- [49] M. Roth, J. M. Rayral; *J. Appl. Cryst*, 7 (1974) 219-221.
- [50] T. Sorbo, Turnbull, *Acta Met.*, 6 (1958) 401.
- [51] S. Nebti, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie, (1995) 74.
- [52] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, *Journal of Alloys and Compounds*, 320 (2001) 93-102.
- [53] M. Komarova, R. Lerinman, N. Buynov, V. Fedorov, *Fiz. Metal. Metalloved*, 22 (1966) 772.
- [54] M. Komarova, R. Lerinman, N. Buynov, D. Bulychev, K. Rodionov, *Fiz. Metal. Metalloved*,

27 (1969) 293.

[55] E. Perryman, G. Brook J. Inst. Metals, 79 (1951) 19.

[56] J. Embury, R. Nicholson, Acta Metallurgica, 11 (1963) 347.

[57] M. Starink, A. Zahra, Journal of Materials Science, 34 (1999) 1117-1127.

[58] P. Van Mourik, N. Maswinkel, T. De Keijser, E. Mittemeijer, Journal of Materials Science, 24 (1989) 3779.

[59] D. Hamana, V. Avanesov, A. Sirenko, Scripta. Metall. Mater, 24 (1990) 2013.

[60] S. Samson, Acta Cryst., 19 (1965) 401.

[61] V. Riederer, Z. Metallkd, 28 (1936) 312-317.

[62] H. Perlitz, Nature, 154 (1944) 606.

[63] M. Feller-Kniepmeier, K. Detert, L. Thomas, Z. Metallkd, 55 (1960) 483.

[64] R. Reed-Hill, Physical Metallurgy Principles, PWS Publishing Company, Boston, (1994) 752.

[65] M. Guy, Aide-mémoire Métallurgie, Dunod, Paris, (2010) 214.

[66] G. Itoh, B. Cottreau, M. Kanno, Mater. Trans. JIM, 31 (1990) 1041-1049.

[67] S. Esmaili, X. Wang, D. Lloyd, W. J. Poole., Metall. Mater. Trans. A, 34 (2003) 751-763.

[68] R. Develay, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M440 (1992) 2-26.

[69] J. Zhang, Z. Fan, Y. Wang, B. Zhou, materials sciences and technology, 17 (2001) 494-497.

[70] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55.

[71] M. Dupeux, Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, Paris, (2004) 105-148.

[72] J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot. Métallurgie Générale, Masson et C<sup>ie</sup>, Paris, (1969) 576-577.

[73] R. Schaller, Thèse de Doctorat à l'université de Lausanne-Suisse, (1980) 4-9

[74] F. Oulevey. Frottement intérieur. EPFL, (1996) 5-8.

- [75] W. Benoit, G. Gremaud, R. Schaller, "Anelasticity and Dislocation Damping", in Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline materials, B. Escaiget Ch. G'sselléditeurs, Les éditions de physique, France, (1982) 121-130.
- [76] A. S. Nowick, B.S. Berry, "Anelastic Relaxation in Crystalline Solids", Academic Press, New York, (1972) 142-153.
- [77] R. Schaller, W. Benoit, "Effet du Frottement Intérieur sur le Facteur de Qualité des Résonateurs Mécaniques", Proceedings CIC, Genève, (1979) 118-123.
- [78] C. Zener, Phys.Rev, 71 (1947) 34.
- [79] D. Hamana, M. Benabdoun, Philosophical Magazine A, 52 (2) (1985) 25-28.
- [80] D. Hamana, S. Gernov, A. Sirenko, Mémoire Scientifiques de la Revue de Métallurgie, (1987) 397-400.
- [81] D. Hamana, S. Nebti, S. Hamamda, Scripta Metallurgica and Materialia, 24 (1990) 2059-2064.
- [82] D. Hamana, S. Nebti, A. Boutefnouchet, S. Chekroud, ZeitMetallkunde, 84 (1993) 33-39.
- [83] D. Hamana, S. Nebti, Z. Boumerzoug, A. Boutefnouchet, Philosophical Magazine, A, 67 (5) (1993) 1143-1151.
- [84] M. Boucheur, D. Hamana, T. Laoui, Philosophical Magazine A, 73 (6) (1996) 1733-1740.
- [85] D. Hamana, A. Azizi, Materials Science and Engineering A, 476 (2008) 357-365.
- [86] A. Hayoune, D. Hamana. Science and Engineering A, 527 (2010) 7261-7264.
- [87] M. Blanter, I. Golovin, H. Neuhausser, H. Sinning, Internal Friction in Metallic Materials, A Handbook. Springer Verlag, (2007) 540.
- [88] W. Nilson, Canadian Journal of physics, 36 (1961) 119.
- [89] J. Belson, D. Lemerrier, P. Moser, P. Vigier, Physica Status Solidi, 40 (2) (1970) 647-655.
- [90] B. Dey M. Quader, Canadian Journal of physics, 43 (1965) 1347-1357.
- [91] N. Benyahia, C. Belamri, A. Rivière, Journal of Solid State Phenomena, 184 (2012) 149-

154.

[92] G. Schoeck, *Physica Status Solidi*, 32 (2) (1969) 651-658.

[93] I. Golovin, A. Bychkov, S. Medvedeva, X. Hu, M. Zheng. *Journal of The Physics of Metals and Metallography*, 114 (2012) 327-338.

[94] I. Golovin, A. Mikhaylovskaya, *H. 577* (2013) 622-632.

[95] S. Wenner, *Transmission electron microscopy and Muon Spin relaxation studies in Al-Mg-Si alloys*, PhD Thesis at the University of Trondheim, (2014) 63-78.

[96] I. Golovin, A. Bychkov, S. Golovin. *Physics of Metals and Metallography*, 115 (2014) 77-84.

[97] J. Herenguel, *Métallurgie spéciale*, Presses universitaires de France, Tome 1, (1962) 56.

[98] H. Tezenas, L. Nazé, V. Maurel, N. Souai and R. Logé, J.Y. Guedou, 19<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Marseille, (2009).

[99] D. Hamana, A. Azizi, M. Boucheur, M. Boufenghour, Effet de la présence des phases sur les anomalies dilatométriques dans les alliages métalliques, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 31 (5) (2006) 501-511.

[100] B. Zou, Z. Q. Chen, C. H. Liu, J.H. Chen, *Appli. Surf. Sci.*, 298 (2014) 50-55.

[101] D. Scotto D'Antuono, J. Gaies, W. Gomumfskie, M.L. Taheri, *Scr. Mater.*, 76 (2014) 81-84.

[102] Young-Ki, Todd Allen. *Mater. Character.*, 80 (2013) 76-85.

[103] Andrew Magee, Leila Ladani, Troy D. Topping, Enrique J. Lavernia, *Acta Materialia*, 60 (2012) 5838–5849.

[104] D. Hamana, *Influence des contraintes statiques et dynamiques sur la cinétique de précipitation des solutions solides sursaturées*, Thèse de Doctorat à l'université d'Ukraine, (1983) 69

# دراسة تفاعلات الترسيب المستمر والخصائص الميكانيكية لسبائك الألومنيوم

## ملخص

تستخدم سبائك Al-Mg بشكل واسع في الصناعة خاصة بالنسبة إلى التطبيقات البحرية لأنها تمتلك خصائص جيدة مثل المقاومة العامة للتآكل، القوة، الوزن مقارنة مع سبائك الألومنيوم الأخرى وقابليتها للتشكيل. ترتبط هذه الخصائص بمحتوى المغنيسيوم والمعالجات الحرارية المطبقة. تخضع هذه السبائك للتحويلات الطورية عن طريق الترسيب مما يحسن خواصها الميكانيكية. ويمكن الحصول على هذه التحسينات عن طريق العلاج بالحرارة وعلاجات التعتيق المناسبة. على الرغم من أن هذه السبائك تم دراستها جيدا، تبقى الأسئلة المتعلقة باستقرار البنية المجهرية وتأثير العلاجات الحرارية المختلفة تطرح دائما. في هذا العمل، تقدم دراسة عن تطور ردود فعل الترسيب (المستمر) بعد التبريد، بالضبط تطور الترسيبات (تشكل، التحام، وانحلال)، للسبائك Mg وزنا % (8, 10, 12)-Al خلال فترات مختلفة من التعتيق في درجات حرارة 150 و 250 درجة مئوية. استخدام تقنيات تجريبية مختلفة كجهاز التمدد الحراري الطولي، التحليل الحراري التفاضلي، المجهر الإلكتروني الماسح، المجهر الإلكتروني النافذ، التحليل عن طريق الأشعة السينية، قياسات الصلادة الدقيقة والاحتكاك الداخلي أظهرت أهميتها وتكاملها في دراسة عملية التعتيق لهذه السبائك.

أوضحت النتائج التي تم الحصول عليها مختلف العوامل التي تتحكم في مرحلة ظهور الجزيئات  $\beta'$  و  $\beta$  والاستجابات الميكانيكية للمعالجات الحرارية المطبقة. وقد تم دراسة تأثير التعتيق على أطراف الاحتكاك الداخلي بدلالة درجة الحرارة. التحليل المفصل لهذه الأطياف (DTFI) كشف عن حساسية تقنية الاحتكاك الداخلي لتشكيل مراحل شبه متماسكة وغير متماسكة ( $\beta'$  و  $\beta$ ) في حين أنها ليست حساسة بما فيه الكفاية لتشكيل مراحل متماسكة (GP zones). كما نوقشت عدة ملاحظات حول طبيعة وشكل الرواسب.

## الكلمات المفتاحية:

سبائك Al-Mg، التعتيق، الترسيب، الاحتكاك الداخلي، البنية المجهرية، الخصائص الميكانيكية.

# **Study of continuous precipitation reactions and mechanical properties of aluminium-based alloys**

## **Abstract**

The Al-Mg alloys are widely used in industry especially for marine applications since they possess good properties such as general corrosion resistance, strength, weldability, weight compared to other Al alloys and formability. These properties are related to the magnesium content and to the applied heat treatments. These alloys undergo phase transitions by precipitation which improves their mechanical properties following solution heat treatments and suitable ageing ones. Although these alloys are already well studied, the questions concerning the stability of the microstructure and the effect of the various heat treatments are always asked. In this work, we present a study on the evolution of the precipitation (continuous one) reactions after quenching, more precisely the evolution of the precipitated phases (formation, coalescence, and dissolution), in Al-(12, 10 and 8)wt.% Mg alloys aged at 150 and 250 °C during different ageing times. The use of various experimental techniques as differential dilatometry, differential scanning calorimetry, scanning and transmission electron microscopy, X-ray diffraction, microhardness and internal friction measurements, shows their importance and their complementarity in the study of ageing process in these alloys. The obtained results clarified the parameters that govern the stage of  $\beta'$  and  $\beta$  particles appearance and the mechanical responses to the applied heat treatments. The ageing effect of a supersaturated solid solution on the Temperature Dependent Internal Friction (TDIF) spectra has been studied. A detailed TDIF analysis revealed the sensibility of the internal friction technique to the formation of semi-coherent and non-coherent phases ( $\beta'$  and  $\beta$ ) but not enough to the formation of coherent phases (GP zones). Several observations on the nature and the shape of the precipitates are also discussed.

## **Key words:**

Al-Mg alloys, ageing, precipitation, internal friction, microstructure, mechanical properties.

## Résumé

Les alliages Al-Mg sont largement utilisés dans l'industrie en particulier pour les applications marines car ils possèdent de bonnes propriétés telles que la résistance générale à la corrosion, la résistance, la soudabilité, le poids par rapport aux autres alliages Al et la formabilité. Ces propriétés sont liées à la teneur en magnésium et aux traitements thermiques appliqués. Ces alliages subissent des transitions de phases par précipitation qui améliorent leurs propriétés mécaniques suite à des traitements thermiques de mise en solution et de vieillissement appropriés. Bien que ces alliages soient déjà bien étudiés, les questions concernant leur stabilité, leur microstructure et l'effet des différents traitements thermiques sont toujours posées. Dans ce travail, nous présentons une étude sur l'évolution des réactions de précipitation (continue) après trempe, plus exactement l'évolution des phases précipitées (formation, coalescence et dissolution), des alliages Al-(12, 10 et 8)% mass. Mg à 150 et 250 °C pendant différents temps de vieillissement. L'utilisation de différentes techniques expérimentales telles que la dilatométrie différentielle, la calorimétrie différentielle, la microscopie électronique à balayage et à transmission, la diffraction des rayons X, la microdureté et le frottement intérieur montrent leur importance et leur complémentarité dans l'étude du processus de vieillissement de ces alliages. Les résultats obtenus ont clarifié les paramètres qui régissent l'étape d'apparition des particules  $\beta'$  et  $\beta$  et les réponses mécaniques aux traitements thermiques appliqués. L'effet du vieillissement d'une solution solide sursaturée sur les spectres de frottement intérieur (DTFI) a été aussi étudié. Une analyse détaillée a révélé la sensibilité de la technique du frottement intérieur à la formation des phases semi-cohérentes et non-cohérentes ( $\beta'$  et  $\beta$ ) mais pas à la formation des phases cohérentes (les zones GP). Plusieurs observations sur la nature et la forme des précipités sont également discutées.

## Mots-clés:

Al-Mg, vieillissement, précipitation, frottement intérieur, microstructure, propriétés mécaniques.