

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI - CONSTANTINE-
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :

Série :

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

THEME

**Formation des zones de Guinier-Preston
dans les alliages mûris après vieillissement préalable**

Par :

Khadraoui lamia

Soutenu le : / /2005

Devant le jury :

Président :	D. KHIREDINE	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Rapporteur :	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Examineurs :	K. LATROUS	M. C.	Université Mentouri - Constantine
	M. BOUCHEAR	M. C.	Université Mentouri - Constantine
	L. HADJADJ	M. C.	Université Mentouri - Constantine

Remerciements

Tout d'abord je remercie Dieu tout puissant qui m'a éclairé le bon chemin.

Mes remerciements très particulières s'adressent à mon directeur de thèse monsieur D. HAMANA, Professeur à l'Université Mentouri, Doyen de la Faculté des Sciences et Directeur du Laboratoire de Transformations de Phases, pour avoir accepté, malgré ses charges pédagogiques et administratives, de me proposer ce sujet et m'orienter pour réaliser cet modeste travail.

Je remercie particulièrement madame D. KHIREDINE Professeur à l'Université Mentouri de Constantine, pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant la présidence de ce jury.

Je tiens à remercier monsieur K. LATROUS Maître de Conférences à l'Université Mentouri de Constantine et monsieur M. BOUCHEAR Maître de Conférence à l'Université Mentouri de Constantine, ainsi que monsieur L. HADJADJ, Maître de Conférence à l'Université Mentouri de Constantine pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je prie messieurs M. BOUCHEAR et L. HADJADJ d'accepter l'expression de mes sincères remerciements pour les remarques qu'ils ont bien voulues me faire au moment de la rédaction de ce mémoire.

Je n'oublie pas de remercier monsieur A. Saouchi pour son aide concernant les problèmes informatiques.

Je remercie sincèrement tous mes collègues du Laboratoire de Transformations de Phases L. Boumaza, A. Azizi, L. Amiour, R. Amira, A. Hayoune, H. Bensouyad, A. Ayadi, M. Boufengou , qui ont créé autour de moi une ambiance familiale.

Je remercie évidemment toutes mes amies qui m'ont encouragées à poursuivre mes études.

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

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------	---

Chapitre I : Phénomène de pré précipitation

1- Introduction	4
2- Définition des zones GP.....	4
3- La germination et la croissance des zones GP.....	8
3.1- Décomposition spinodale.....	11
3.2- La germination des précipités cohérents à l'extérieur de la spinodale	13
4- Cinétique de formation des zones GP.....	15
5- Influence des paramètres de trempe sur la cinétique de formation des zones GP	16
6- Comportement des lacunes hors d'équilibre et leur influence sur la formation des zones GP	16
7- Comportement des lacunes après trempe.....	18
8- Influence de la formation des zones GP sur les propriétés physiques.....	19

Chapitre II : Le phénomène de précipitation et de pré précipitation dans les alliages du système Al Mg

1- Introduction	23
2- Diagramme d'équilibre du système Al-Mg	23
3- Propriétés générales de l'Aluminium et du Magnésium.....	24
3.1- L'aluminium	24
3.2-le Magnésium.....	24
4- Précipitation dans les alliages du système Al-Mg	25
5- Séquence de précipitation.....	25
5.1- Zones de Guinier et Preston (GP) et β''	27
5.2- Précipitation de la phase intermédiaire β'	28
5.3- Précipitation de la phase d'équilibre β	28

6- Durcissement structural.....	29
---------------------------------	----

***Chapitre III : Matériaux étudiés et méthodes expérimentales
utilisées***

1-L'alliage utilisé	33
2- Traitements thermiques	33
3-Analyse calorimétrique différentielle	33
4- Dilatométrie.....	35
5- Microscopie optique.....	36
6- Mesures de Microdureté.....	38

Chapitre IV : Résultats expérimentaux et interprétation

1- Résultats de l'analyse dilatométrique	39
1.a- Cas de l'échantillons trempé.....	39
1.b- Cas des échantillons congelés.....	39
1.c- Cas des échantillons maintenus à 25 °C.....	52
2-Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle.....	64
2.a- Cas de l'échantillon trempé.....	64
2.b- Cas des échantillons congelés.....	64
2.c- Cas des échantillons maintenus à 25 °C	74
3- Résultats des mesures de microdureté.....	86
3.a- Cas des échantillons congelés.....	86
3.b- Cas des échantillons maintenus à 25 °C	86
4-Etude microstructurale	89
5- Discussions et interprétation des résultats.....	92
5.a- Discussion des résultats dilatométriques	92
5.b- Discussion des résultats de l'analyse calorimétrique différentielle.....	93
5.c- Discussion des résultats de la microdureté.....	94
5.d- Evolution microstructurale après les essais dilatométriques.....	95

<i>Conclusion générale</i>	96
<i>Références bibliographiques</i>	98

Introduction Générale

La métallurgie représente l'art d'extraire les métaux de leurs minerais, de fabriquer des alliages, de les transformer en produits semis finis et de les mettre en forme pour leurs utilisations pratiques (produits finis).

Elle couvre ainsi trois grands domaines d'activités où les connaissances technologiques et scientifiques interviennent à des degrés divers, à savoir la métallurgie extractive, la métallurgie d'élaboration et la métallurgie de transformation de phase et mise en forme.

La métallurgie se propose d'établir des relations quantitatives entre les propriétés macroscopiques des métaux et leur structure à différentes échelles accessibles par diverses méthodes expérimentales telles que la microscopie optique, la diffraction des rayons X etc...

Le diagramme d'équilibre est la base de toute étude adéquate des transformations de phases dans les alliages. Il permet de suivre l'évolution de tout système de composition donnée en fonction de la température, par sa représentation commode. Les diagrammes de phase indiquent, pour une température et une composition globale données, quelles phases, avec quelle quantité et quelle composition, sont en équilibre thermodynamique ; par contre ils ne donnent aucune information ni sur leur forme ni sur leur arrangement, ni sur leur microstructure. Or, il s'avère que la microstructure est de grande importance pour les propriétés mécaniques des matériaux. Cette microstructure est en large mesure, créée lors de transformations de phases engendrées par des changements de température.

L'aluminium et ses alliages jouent un rôle très important dans l'industrie, ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Cette importance est due à leur faible densité et température de fusion, ce qui facilite l'obtention de différents complexes. Grâce à leur bonne conductivité électrique (4^{ème} rang après l'argent, le cuivre et l'or), l'aluminium et ses alliages sont largement utilisés dans la fabrication des conducteurs massifs du courant électrique (lignes d'alimentation et câbles de haute tension).

Le durcissement de l'aluminium est obtenu par l'ajout d'éléments qui modifient plus ou moins sa microstructure soit en entrant en solution solide de substitution (cas du magnésium), soit en formant des précipités hors solutions solides (cas du manganèse), soit en permettant le durcissement structural. Ce dernier phénomène extrêmement important, est le processus par excellence qui permet d'obtenir une résistance mécanique élevée. Ce durcissement structural s'explique par la décomposition en plusieurs étapes de la solution solide sursaturée ; les atomes d'élément d'addition forment de très fins précipités, plus ou moins cohérents avec la matrice d'aluminium. Un important durcissement est observé par exemple dans les alliages du système Al-Mg mûris à l'ambiante à cause de la formation des zones de Guinier–Peston [1, 2] ; apparemment ce durcissement se produit même à plus basse température, car ces zones peuvent se former au cours de la trempe [3].

Parmi les questions qui restent toujours posées sur la précipitation dans les alliages du système Al-Mg est celle relative à la formation des zones GP et l'influence des lacunes hors d'équilibre sur leur formation.

La pré précipitation dans les alliages Al-Mg a fait l'objet de plusieurs travaux dans le laboratoire de transformation de phase. Betrouche [3] a observé dans le premier stade de vieillissement (à basse température) une expansion sur certaines courbes dilatométriques dans l'alliage Al-12 % mass. Mg trempé et mûri à l'ambiante qu'elle a liée à la dissolution des zones GP et Tellouche [4] a montré que le maintien à basse température augmente la stabilité des zones GP et n'a aucune influence sur la cinétique de précipitation, en utilisant deux importantes méthodes expérimentales assez sensibles à ce genre de transformations de phases : la dilatométrie et l'analyse calorimétrique différentielle. Elles ont expliqué la formation des zones GP par la présence des lacunes hors d'équilibre.

L'objectif de ce mémoire est de vérifier si les zones GP peuvent se former sans la présence des lacunes hors d'équilibre.

En plus d'une introduction, le mémoire comporte quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à une étude sur la pré précipitation où l'on donne une définition des zones GP et leur influence sur les propriétés mécaniques ainsi que les différents travaux déjà réalisés dans ce domaine. Dans le deuxième chapitre on présente les différentes étapes de précipitation dans les alliages Al-Mg et une définition du phénomène de durcissement par précipitation. Le troisième chapitre est une présentation de l'alliage étudié et des différentes méthodes expérimentales utilisées.

Les résultats expérimentaux discutés et interprétés font l'objet du quatrième chapitre et on terminera ce mémoire par une conclusion générale et une liste des références bibliographiques utilisées.

Chapitre I : Phénomène de pré précipitation

1- Introduction

Les changements les plus importants des propriétés mécaniques lors de la précipitation des alliages à durcissement structural, se produisent sans que des effets microstructuraux puissent être observés par le microscope optique ; ces changements de propriétés résultent de l'apparition de domaines riches en atomes de soluté appelés zones de Guinier-Preston (GP) [1, 2]. Ces zones qui se forment dans les alliages binaires à base d'aluminium sont maintenant bien connues, tant du point de vue thermodynamique que cristallographique grâce aux très nombreux travaux qui leur ont été consacré ; ce sont de petits domaines cohérents dont la concentration bien définie en atomes de soluté, est plus grande que celle de la matrice et qui provoquent des distorsions plus au moins importantes du réseau cristallin [5]. La concentration dans les zones GP est définie par une lacune de miscibilité métastable. L'existence d'une telle lacune fut mise en évidence pour la première fois par Gérold [6] dans le système Al-Zn par mesure de diffusion centrale des rayons X.

Les difficultés rencontrées dans l'étude de ces zones dans les alliages du système Al-Mg proviennent essentiellement des deux raisons suivantes :

- la proximité des numéros atomiques de l'aluminium et du magnésium qui entraîne une très faible différence de densité électronique entre zone et matrice,
- la limite supérieure de leur domaine d'existence pour les concentrations de l'ordre de 10% Mg, est voisine de la température ambiante [7].

2- Définition des zones GP

Considérons les alliages binaires à base d'aluminium avec des concentrations bien définies en élément d'aditions ; ces alliages sont vieillis à des températures dans le domaine monophasé (α) pendant un temps suffisant pour permettre la dissolution des précipités. Si l'alliage est refroidi lentement ou bien s'il subit une transformation isotherme, on obtient une courbe de type TTT pour la germination et la croissance de la phase indiquée par le diagramme d'équilibre ; cependant si la solution est refroidie rapidement par trempe dans l'eau, le nez de la courbe TTT n'est

pas déterminé. Dans ce cas l'observation de la microstructure par microscopie optique montre un état bien homogène. Cependant l'étude de la résistance, du paramètre de réseau et de la résistivité électrique de l'état trempé montre une variation de ces paramètres avec le temps, ce qui indique l'existence de précipités qui provoquent l'augmentation de la résistance.

L'étude par diffraction des rayons X et par microscopie électronique montre que la cause de ce durcissement est la formation d'un grand nombre de petits « clusters » (rassemblement d'atomes) ; ces « clusters » sont complètement cohérents et formés sur la structure CFC de la matrice. Ces clusters sont appelés zones de Guinier [1] et preston [2] (zones GP). Les zones GP se forment donc rapidement et même durant la trempe dans certains alliages, ensuite elles vont croître et coalescer avec le temps au dessus de la température ambiante. Ces clusters ont 1 nm de diamètre et une distance de 2 nm , ce qui donne 10^{11} particules/cm³ ou bien 10^7 particules/cm², c'est à peu près la densité des dislocations correspondant à un simple vieillissement. Avec l'augmentation du temps de vieillissement, les petits clusters se dissolvent et les atomes de soluté participent à la formation de grands clusters, ce qui diminue le nombre total des zones et augmente leur diamètre moyen; leur composition moyenne et leur volume total restent constants et la composition en atomes de soluté est indépendante de la composition de l'alliage, ce qui indique qu'elles sont moins stables que les phases indiquées par le diagramme d'équilibre [8].

Les zones GP ont été découvertes pour la première fois en 1938 dans les alliages Al-Cu [9] ; elles sont de petits rassemblements d'atomes minoritaires qui se forment durant les premières étapes de durcissement de certains alliages. Elles sont en forme de disque d'épaisseur monoatomique dans les alliages Al-Cu. Mérica en 1932 [10] a remarqué qu'il y'a changement appréciable de la dureté de certains alliages lors d'une trempe suivie d'un vieillissement, alors que les précipités ne sont pas encore visibles. Il a expliqué ce phénomène en supposant que quelques atomes identiques se rassemblent dans la solution solide mais il a remarqué cependant que la diffusion nécessaire à leurs formations était opposée aux gradients de concentration, ce qui, à l'époque, était surprenant. Cette idée a été confirmée par Guinier [1] et Preston [2] en 1938 ; ils ont étudié la diffraction des rayons X au voisinage des taches de bragg et ils ont remarqué une asymétrie dans la diffusion générale qui vient de l'interférence entre la diffusion due aux défauts de structure et

celle due à une distorsion du réseau associé à ces défauts. Darken [11], Becker [12] et Dehlinger [13] justifiaient cette diffusion « ascendante » et montrèrent que le coefficient de diffusion peut être négatif dans certaines régions des diagrammes de phase ; les frontières de telles régions peuvent être déduites à partir du concept de stabilité de Gibbs [14] qui définit la limite de la région instable par le lieu des points tels que $\left(\frac{\partial^2 F}{\partial C^2}\right)_{T,P} = 0$, F représentant l'énergie libre molaire de la solution solide de composition C ; cette limite est appelé la courbe spinodale. En 1971 à l'aide de la diffusion des rayons X aux grands angles, Dauger [15] a étudié la répartition de l'intensité des rayons X aux grands angles de part et d'autres de la tache de Bragg pour un alliages Al-12 % mass. Mg homogénéisé une heure à 450 °C, trempé dans l'eau glacée puis vieilli deux mois à la température ambiante. Cette étude a permis à la même équipe de chercheurs de proposer un modèle de zones GP de forme isotrope ayant une structure interne ordonnée et une concentration voisine de 25 % en atomes de magnésium, dans une matrice appauvrie contenant au plus de 8 % en atomes de magnésium [16] (Fig. 1) ; ce modèle à été confirmé tout de suite après par des mesures de diffusion centrale de neutrons [17].

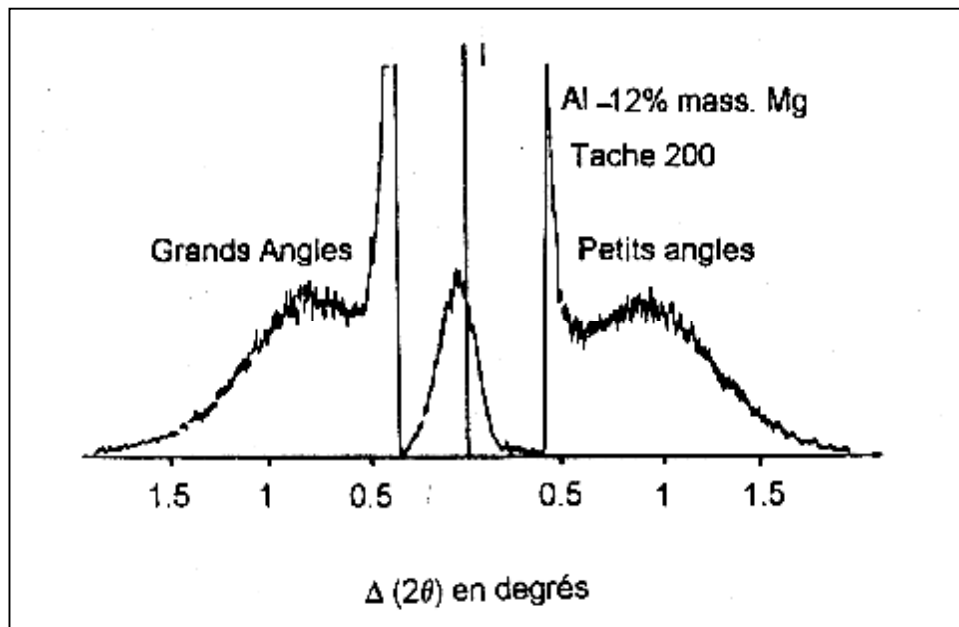


Fig. 1 : Répartition de l'intensité diffusée au voisinage du nœud (200) par un alliage Al-12% Mg vieilli à 20°C [16]

Sous certaines conditions favorables, les zones GP peuvent être observées par microscopie électronique à transmission [18]. Boucheur [19] a montré que la faible diffraction des zones GP dans les alliages Al-8 % mass. Mg ne permet pas d'obtenir une diffraction électronique de ces zones mais l'observation du contraste est probablement due à la contrainte de cohérence. La diffraction électronique de l'axe de zones a $[112]_{Al}$ qui correspond à la figure 2a est donnée dans la figure 2c et le réseau de diffraction montre des taches dues seulement à la matrice d'aluminium, ce qui confirme que les zones GP ont la même structure que la matrice d'aluminium.

La taille exacte et la forme des zones GP dépendent de l'alliage dans lequel elles se forment et de l'histoire thermique et mécanique de l'échantillon ; leur forme peut parfois être déduite par des études détaillées [20, 21]. Les zones GP sphériques, se forment souvent quand les tailles des atomes du solvant et du soluté sont presque égales (cas des systèmes Al-Ag, Al-Zn). S'il y'a une grande différence entre les tailles des atomes comme dans le système Al-Cu, les zones GP apparaissent généralement sous forme de disques dont les plans sont parallèles à un certain plan du réseau et forment donc de petites régions dans l'ordre du réseau.

Ce sont essentiellement des régions distordues du réseau de la matrice et non des particules discrètes d'une nouvelle phase ayant un réseau différent. C'est pour cela qu'elles sont complètement cohérentes avec la matrice.

Suite à leur mise en évidence, les zones GP dans les alliages Al-Mg ont été étudiées par différentes techniques. Des mesures de résistivité effectuées sur des alliages Al-10 % mass. Mg homogénéisés et trempés dans l'eau glacée puis vieillies aux températures de vieillissement allant de 0 à 100 °C, ont montré une augmentation de la résistivité pour les température de vieillissement allant de 0 à 20 °C [22, 23]. Des zones GP, sphériques de 80 à 100 Å de diamètre ont été observées par microscopie électronique dans les échantillons vieillies à ces mêmes températures [24]. Des résultats obtenus par diffraction des neutrons aux petits angles dans les alliages Al-11.5 % mass. Mg montrent que la distance moyenne entre les zones diminue avec l'augmentation du temps de vieillissement ; elle est égale à 56, 130 et 200 Å pour les températures de vieillissement égales à 0, 25 et 40 °C respectivement [25]. Une analyse quantitative des échanges de chaleur mis en jeu lors de la dissolution des zones GP dans les alliages Al-Mg vieillies à l'ambiante pour différentes durées a pu être réalisée par DSC par Van Rooyen et al. [26].

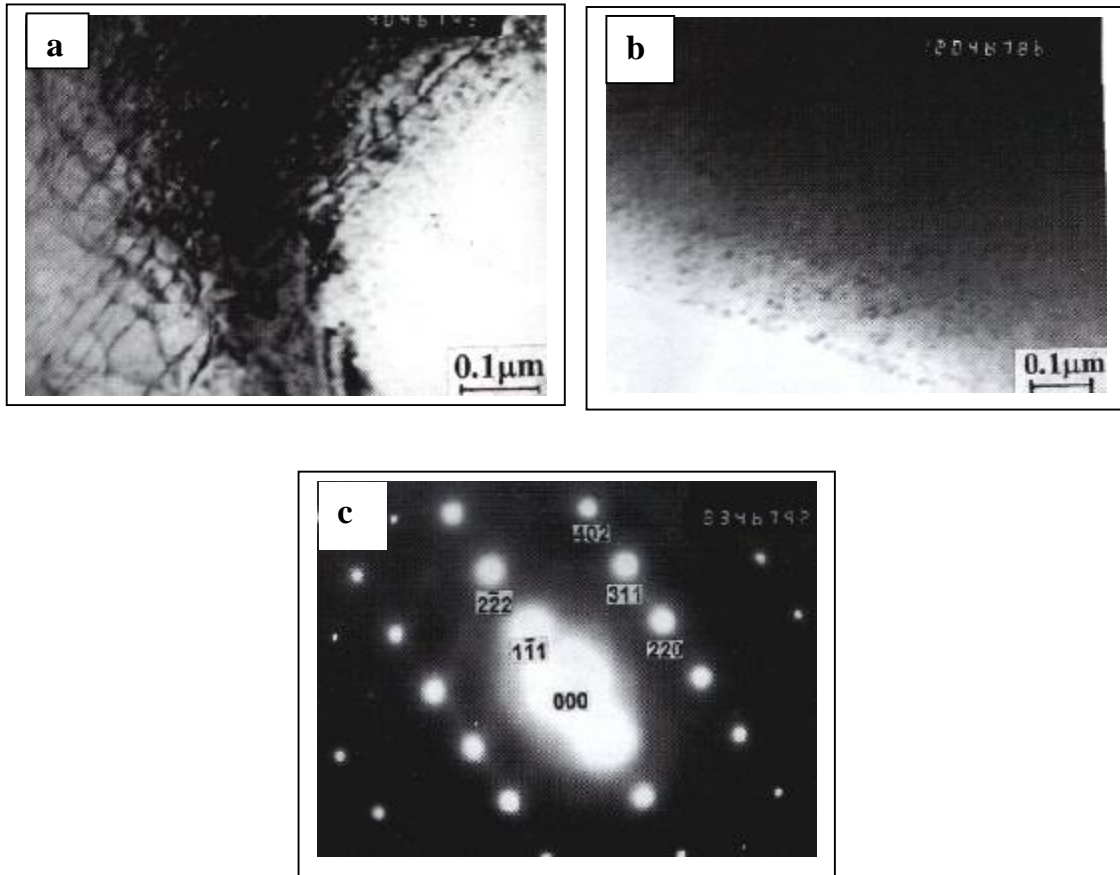


Fig. 2 : La micrographie d'un échantillon Al-8% Mg vieillis 12 ans à la température ambiante :

- (a) Réseau de dislocation et zones GP.
- (b) Le contraste de contrainte de la cohérence.
- (c) Le réseau de diffraction électronique

3- La germination et la croissance des zones GP

La résistance d'un alliage à durcissement structural est inversement proportionnelle à la distance entre les précipités ; ainsi la formation d'un précipité très fin conduit à un alliage de haute résistance.

Les zones GP sont les particules les plus fines des précipités ; si elles doivent être expliquées par la théorie de la germination et la croissance, elles doivent donc résulter d'une vitesse très élevée de germination homogène, ce qui est qualitativement confirmé au fait qu'elles sont complètement cohérentes avec la matrice. L'énergie de l'interface entre la zone et la matrice est ainsi tout à fait basse.

A une grande sursaturation la somme ($\Delta G_V + \Delta G_E$) a une importante valeur négative et la taille critique de ces clusters r^* peut se rapprocher des proportions atomiques, (ΔG_V étant la variation d'enthalpie libre volumique et ΔG_E la variation d'enthalpie libre de déformation).

Pour approcher la germination dans ces alliages où elle implique seulement un changement de composition, considérons l'énergie libre d'un système monophasé qui sera séparé en deux phases l'une riche en atomes A et l'autre en atomes B lors de refroidissement (Fig. 3). Une petite fluctuation de concentration au voisinage de la composition initiale homogène C_0 conduit respectivement à des compositions $C_0 + \Delta C$ et $C_0 - \Delta C$; pour obtenir une équation de changement d'énergie libre par unité de volume de ces deux régions pendant ce processus, le premier développement de $G(C)$ au voisinage de la concentration $c = c_0$ donne :

$$G(C_0 + \Delta C) = G(C_0) + G'(C_0)\Delta C + G''(C_0)\frac{(\Delta C)^2}{2} \dots\dots(1)$$

pour $C = C_0$ $G''(C_0) = \frac{\partial^2 G}{\partial C^2} \dots\dots(2)$

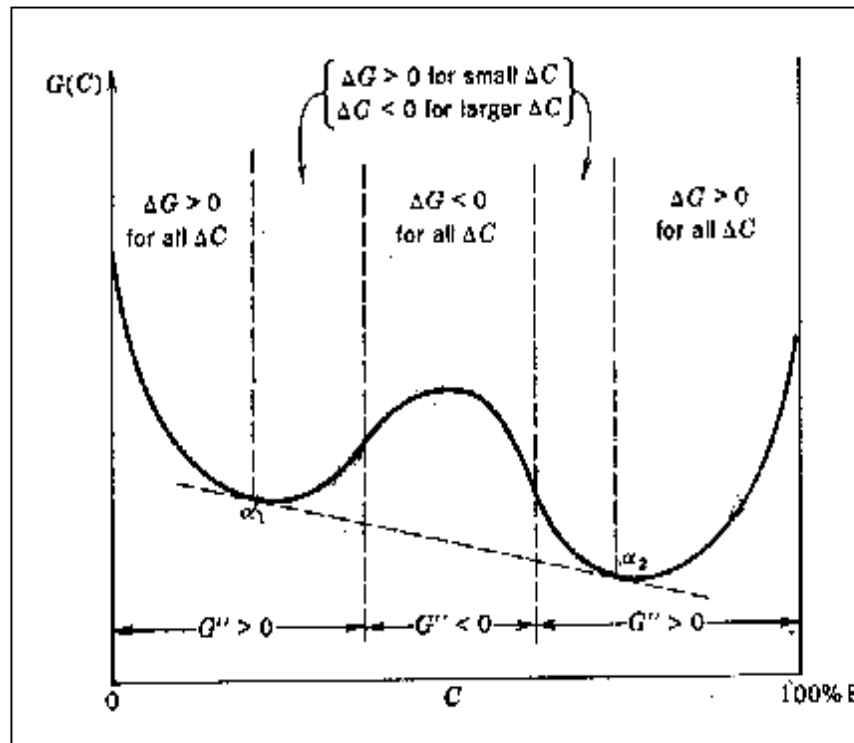


Fig. 3 : la courbe $G(C)$ Dans les systèmes avec une lacune de miscibilité qui montre les différents types de fluctuations qui diminuent l'énergie libre du système dans les différentes régions

Le changement d'énergie libre pour n'importe quelle réaction est l'énergie libre de l'état final moins l'énergie libre de l'état initiale :

$$\Delta G = G(C_0 + \Delta C) + G(C_0 - \Delta C) - 2G(C_0) \dots\dots(3)$$

$$\Delta G = G''(C_0)(\Delta C)^2 \dots\dots\dots(4)$$

La stabilité de divers alliages homogènes dans le système montré dans la figure 3 présente différentes catégories pour des compositions proches de A pur et de B pur où $G'' > 0$ l'énergie libre du système est augmentée par n'importe quelle fluctuation de composition C et nous savons également que l'énergie libre augmente avec les grandes fluctuations de compositions.

Entre les compositions a_1 et a_2 l'énergie libre de n'importe quel alliage homogène diminue jusqu'à une valeur minimale par une grande fluctuation qui divise l'alliage en deux régions de compositions a_1 et a_2 , cependant dans ce domaine il reste deux types de comportement, dans la région externe G'' est positive et n'importe quelle petite fluctuation augmentera l'énergie libre du système. Quoiqu'une plus grande fluctuation donne ΔG négative, dans ces régions il existe une barrière de germination parce que les fluctuations de composition deviennent plus importantes avant de diminuer l'énergie libre.

Le comportement est différent pour des compositions où $G'' < 0$, et la composition pour laquelle $G'' = 0$ est appelée la composition spinodale. La figure 4 montre le diagramme d'équilibre associé à la figure 3 dans laquelle la spinodale est tracée en fonction de la température. Considérons un alliage homogène et trempé à une température T_1 , la discussion ci-dessus indique qu'une fluctuation appréciable de composition est nécessaire pour former un germe supercritique pour les alliages dont la composition se trouve dans le domaine biphasé mais en dehors de la spinodale ; cependant à l'intérieur de la spinodale n'importe quelle fluctuation de composition est suffisante pour former un germe critique.

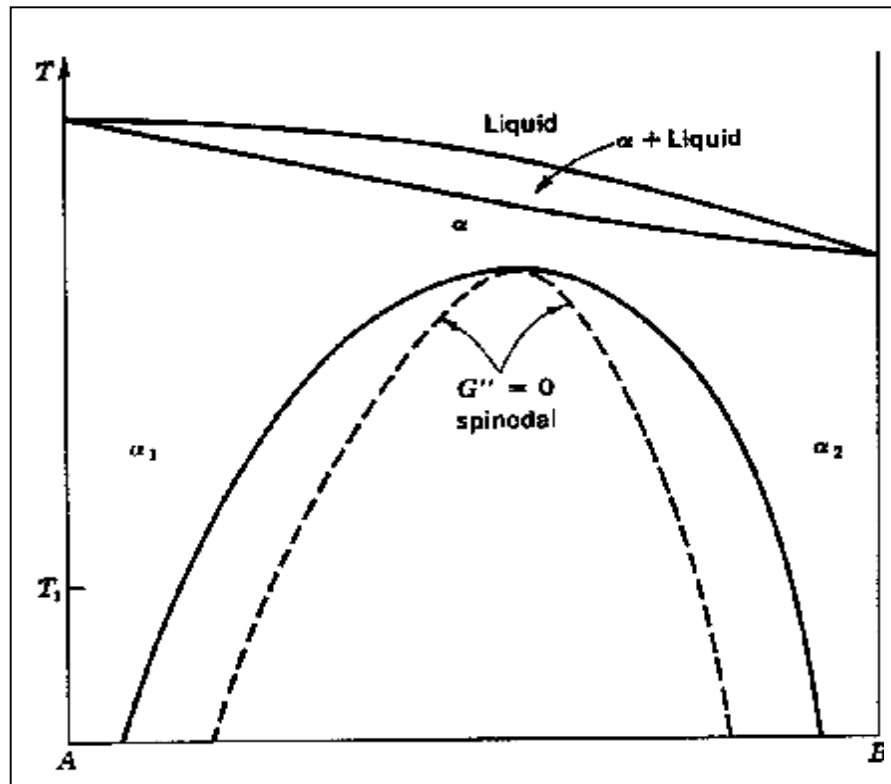


Fig. 4 : diagramme de phase cohérent et spinodale [8]

3.1- Décomposition spinodale

A l'intérieur de la spinodale non seulement ΔG est négative pour n'importe quelle petite fluctuation mais on remarque aussi l'augmentation de la magnitude de ΔG avec l'augmentation de ΔC , l'augmentation de ΔC étant due à la diffusion des atomes de soluté à partir des régions de faible concentration vers les régions de forte concentration.

La figure 5 montre l'augmentation de l'amplitude de la fluctuation sinusoidale de la composition qui résulte de la diffusion dans le sens contraire du gradient de concentration ; ceci est admissible dans les solutions où $G'' < 0$. Dans une solution stable G'' est toujours positive et le flux de diffusion se produit dans le sens du gradient de concentration puisque celui ci diminue l'énergie libre du système. L'amplitude de fluctuation de composition augmente avec le temps et après un certain temps la matrice sera divisée en deux régions avec des compositions

d'équilibre indiquées par le diagramme d'équilibre; cette distribution est indiquée par la courbe t_3 .

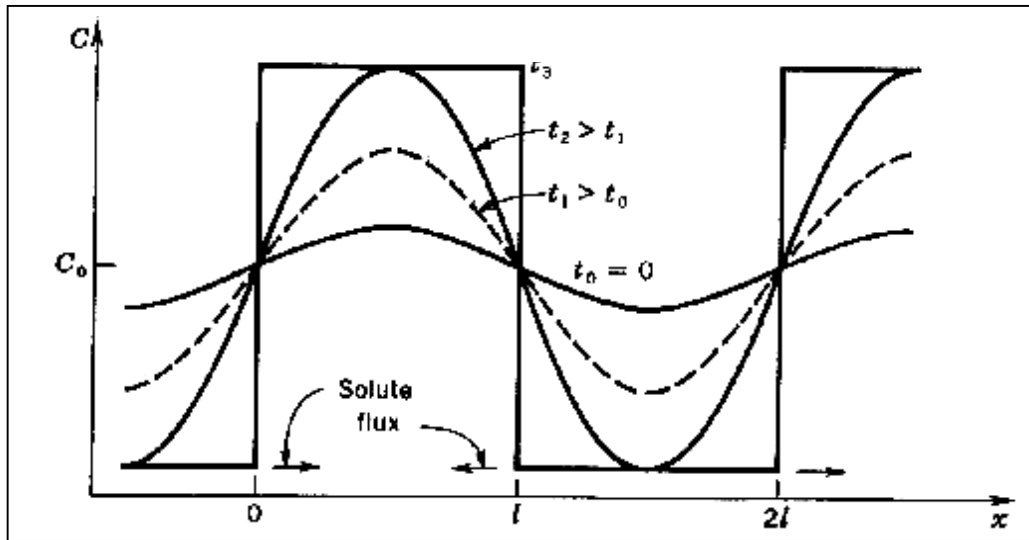


Fig. 5: l'augmentation de l'amplitude de fluctuation avec le temps dans le cas où $G'' < 0$

On parle souvent de coefficient de diffusion négatif dans le cas de $G'' < 0$, ce qui est tout à fait conforme à l'équation :

$$J = -D \frac{dC}{dx} = -MC \frac{dm}{dx} \dots\dots(5) \text{ Où } M \text{ est la mobilité et } m \text{ est le potentiel chimique du}$$

composant indiqué :

$$D = MC \frac{dm}{dC} = MC(1 - C)G'' \dots\dots(6)$$

où la relation thermodynamique $\frac{dm}{dC} = (1 - C)G'' \dots\dots(7)$ à été employée.

La vitesse du développement de ces fluctuations est déterminée par la vitesse de diffusion des atomes de soluté, ce qui nous donne :

$$C(x, t) = C(x, 0) \exp \frac{-pDt}{l^2} \dots\dots(8)$$

Mais maintenant $D < 0$, $G'' < 0$, l'équation indique le temps t qui varie comme l^{-2} de sorte que les fluctuations de longueur d'onde plus faibles se développent beaucoup plus rapidement que les fluctuations de longueur d'onde plus grande.

Dans un cristal réel, il faut étudier la croissance des clusters dans les trois dimensions, mais il est plus simple de traiter seulement une seule dimension et les résultats qualitatifs seront identiques. Ce modèle de décomposition spinodale expliquerait la formation rapide des petits clusters cohérents, cependant il omet deux facteurs importants qui affectent les limites de compositions et de température à partir desquelles la solution homogène est stable. Dans la solution solide sursaturée, l'énergie des paires de même espèce est inférieure à celle des paires différentes ; ainsi les régions contenant un gradient de concentration ont une énergie plus élevée que les régions homogènes puisque le nombre des voisins d'espèces différentes augmente avec le gradient de concentration. Cette énergie correspond à l'énergie de surface entre les clusters et la matrice environnante. La concentration de ces interfaces par unité de volume est proportionnelle à I^{-1} et le gradient est proportionnel à $\frac{\Delta C}{I}$, cependant ΔC peut être positive ou négative alors que l'énergie des proches voisins différents est toujours positive et l'énergie interfacielle est égale $a\left(\frac{\Delta C}{I}\right)^2$, où a est une constante positive proportionnelle à la différence entre l'énergie des paires les plus proches voisins de même espèce et celle des différentes espèces ; la variation d'énergie libre pour la formation des petites fluctuations devient :

$$\Delta G = (\Delta C)^2 \left(G'' + \frac{a}{I^2}\right) \dots\dots\dots(9) \text{ ce qui indique que même si } G'' < 0 \text{ à une température donnée, les fluctuations peuvent diminuer l'énergie libre du système sauf si } I^2 > \frac{-G''}{a} [8].$$

L'approche de la spinodale développée par Hillert [27] montre que cette longueur critique tend vers l'infini et les tensions superficielle empêchent que la décomposition ne s'effectue à une très petite échelle ; les fluctuations vont donc croître suivant une longueur d'onde privilégiée.

3.2- La germination des précipités cohérents à l'extérieur de la spinodale

La nouveauté de la décomposition spinodale est que l'énergie diminue par n'importe quelle fluctuation. Considérons maintenant la précipitation dans les

compositions en dehors de la spinodale puisque ΔG dans ce domaine est positive pour n'importe quel type de fluctuation. Une barrière d'énergie finie existe et la plupart des petites fluctuations s'amortissent avec le temps ; néanmoins, la germination peut se produire avec une vitesse finie. La figure 6 indique la barrière d'énergie qui doit être surmontée pour la formation d'une fluctuation super critique de composition dans un alliage initialement homogène de composition C_1 .

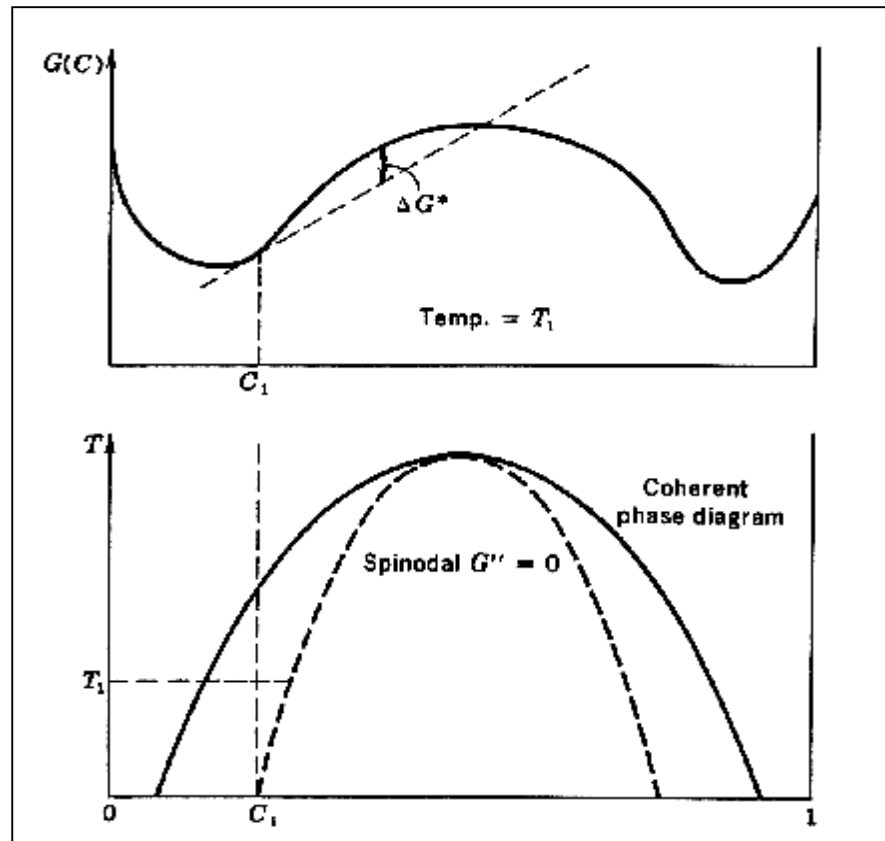


Fig. 6 : La barrière d'énergie qui doit être surmontée pour former un germe supercritique dans un alliage de composition C_1 .

La barrière d'énergie qui doit être surmontée lors de la formation des zones GP dans un alliage Al-Zn doit être très petite parce que les zones GP se forment avec un temps d'incubation négligeable. Dans les alliages Al-Cu un temps d'incubation fini est observé spécialement après réversion et refroidissement jusqu'à la température ambiante. Ceci indique une barrière de germination comme celle qui peut être attendue, puisque la concentration maximum en cuivre qui peut être dissoute dans a conduit toujours à des solutions qui sont proches de la limite du domaine de

miscibilité zones GP-matrice. Il faut noter que la discussion de la germination et de la décomposition spinodale donnée s'applique seulement à ces systèmes dans lesquelles la précipitation est totalement cohérente, ceci n'est pas toujours le cas. Des précipités aux différentes structures cristallines et/ou une appréciable différente densité de la matrice peuvent probablement germer sur les hétérogénéités tels que les joints de grains ou les dislocations [8].

4- Cinétique de formation des zones GP

Les très nombreuses lacunes créées lors d'une trempe à haute température, et qui sont en excès par rapport à la valeur d'équilibre, sont considérées comme étant responsables des grandes vitesses de formation des zones GP.

Un modèle pour le mécanisme de formation et de croissance des zones GP sphériques basé sur la diffusion du complexe soluté – lacune vers les zones a été proposé [28]. Sous certaines conditions physiques favorables, quand le complexe atteint l'interface zones–matrice, la lacune libère le soluté et se dirige vers la matrice pour y heurter d'autres atomes de soluté et donner naissance à de nouveaux complexes. La cinétique de formation de ces zones est déduite à partir de la variation de la résistivité électrique en fonction du temps de maintien ; trois stades apparaissent sur la courbe :

- 1- une période d'incubation qui correspond à la réaction durant laquelle apparemment rien ne se passe,
- 2- une augmentation rapide de ρ qui a été expliquée comme étant la formation des clusters de soluté juste après trempe par la décomposition spinodale [29] et qui est stimulée par la grande concentration des lacunes figées après trempe ; cette partie de la réaction qui correspond à la formation des « clusters » étant appelée réaction rapide,
- 3- avec le prolongement du temps de maintien, la sursaturation en atomes de soluté et en lacunes diminue et la résistivité continue son augmentation lentement , cette étape correspond au grossissement des zones assuré par la diffusion des atomes de soluté et la coalescence des clusters qui sont thermodynamiquement plus stables. Ce dernier stade de transformation est appelé la réaction lente qui est assurée par des lacunes fournies par l'un ou l'autre des deux mécanismes ou les

deux en même temps : soit elles sont piégées par les zones GP ensuite libérées lentement, soit une certaine concentration de ces lacunes persiste en équilibre avec les boucles de dislocation ou autres configurations possibles de condensation des lacunes [30].

5- Influence des paramètres de trempe sur la cinétique de formation des zones G.P.

Le but de la trempe, lors d'un traitement avant le vieillissement de l'alliage, est de maintenir l'état monophasé et provoquer un état sursaturé en élément(s) d'addition(s) ; cependant, parallèlement à cette sursaturation en soluté(s), on provoque par la trempe une autre sursaturation, celle en lacunes ; cette sursaturation dépend fortement des paramètres de la trempe dont les plus importants sont T_h (la température à laquelle sont produites les lacunes, c'est à dire la température d'homogénéisation), T_f (la température finale de la trempe, c'est à dire la température du milieu trempant), et la vitesse de la trempe (qui dépend aussi du milieu de trempe). Ainsi, plus T_h est élevée plus importante sera la proportion des lacunes produites et plus grande sera la sursaturation après trempe ; de même plus basse est T_f , plus faible sera la mobilité des lacunes à la fin de la trempe et moindre sera leur élimination dans différents puits ; enfin, plus élevée est la vitesse de trempe plus grande sera la concentration des lacunes retenues, car en refroidissant le matériau la concentration d'équilibre diminue et les lacunes en surplus tentent de disparaître. Pour freiner ce retour à l'équilibre il faut réduire la mobilité de ces lacunes le plus rapidement possible en descendant en température le plus vite possible ; ce qui est confirmé par Boudierba [31] qui utilisa la dilatométrie pour étudier l'effet des différentes vitesses de trempe sur la précipitation de l'alliage Al-12 % mass. Mg. Il remarqua qu'après trempe dans l'azote liquide, une importante expansion apparaît sur la courbe dilatométrique, ce qui témoigne de la formation (au cours de la trempe) et de la dissolution (au cours de l'essai dilatométrique) d'une grande quantité de zones GP.

6- Comportement des lacunes hors d'équilibre et leur influence sur la formation des zones GP

Lorsque on fait subi une trempe à un métal qui était porté à une température élevée, on arrive à garder pratiquement la concentration en lacunes que celle d'avant la trempe. Bien évidemment, cette concentration est loin de celle correspondant à l'équilibre, ce qui nous amène à dire qu'on a une sursaturation en lacunes. Par la suite, cette sursaturation va influencer la cinétique de décomposition des alliages sursaturés.

Le rôle de la sursaturation en lacunes, lors du vieillissement ultérieur de l'alliage, peut être subdivisé en deux groupes :

- ✓ elle accélère le phénomène de diffusion des atomes de soluté lors de la précipitation,
- ✓ elle stimule la germination hétérogène des précipités.

Le 1^{ère} facteur ne joue pas un grand rôle lors de la croissance des précipités, parce que cette croissance a lieu à des températures assez élevées où la durée de vie des lacunes en sursaturation est trop courte par rapport à la durée que prend la croissance. Le 2^{ème} facteur n'entre pas en jeu dans la formation des zones GP qui semblent ne pas nécessiter des défauts de structure pour voir le jour.

L'excès de lacunes, sans égard à leurs modes de création, stimule la migration des atomes de solutés en substitution.

Les zones GP apparaissent en général à des températures inférieures à $T_{M/2}$, T_M étant la température du solidus de l'alliage.

La diffusion des atomes de soluté due aux lacunes de l'équilibre thermique à ces températures est très lente ; d'un autre coté la formation des zones GP nécessite une grande vitesse de diffusion des atomes de soluté au vu des grandes vitesses avec lesquelles elles apparaissent. En réalité, le seul moyen pour permettre aux atomes de soluté de diffuser avec une vitesse aussi élevée à des température aussi basses, serait de les mettre en présence d'une grande concentration de lacunes ; une condition qui sera, en fait, assurée par les lacunes en sursaturation qui ont été figées lors de la trempe. En effet, le coefficient de diffusion d'un atome de soluté peut s'écrire en première approximation de la façon suivante :

$$D_i = A \exp\left(\frac{-E_F}{KT}\right) \cdot B_i \exp\left(\frac{-E_B}{KT}\right) \cdot C_i \exp\left(\frac{E_{M_i}}{KT}\right) \dots \dots \dots (10)$$

Le 1^{er} facteur représente la concentration des lacunes sans considérer l'effet des atomes de soluté, Le 2^{ème} terme représente le rapport entre la concentration des lacunes autour d'un atome de soluté et la concentration des lacunes dans la matrice. E_B étant l'énergie de liaison entre un atome de soluté et une lacune.

Le produit des deux premiers termes représente en réalité la concentration moyenne de lacunes autour d'un atome de soluté. Le 3^{ème} terme représente la mobilité apparente de la paire (atome de soluté-lacune). Quand on est en présence d'un excès de lacunes, le 1^{er} terme est remplacé par la concentration de ces lacunes C_V qui est indépendante de la diffusion ou de la température de vieillissement, c'est à dire :

$$D_i = C_V B_i C_i \exp\left(\frac{-E_B + E_{M_i}}{KT}\right) \dots \dots \dots (11)$$

Cette partie de la transformation qui prend plus de temps est appelée réaction lente « slow réaction ».

Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la durée de vie des lacunes nécessaires pour assurer cette réaction ; les deux plus probables sont :

- ✓ une concentration en excès des lacunes persiste en équilibre avec les boucles de dislocation ou avec les autres formes de regroupement de lacunes,
- ✓ les lacunes sont piégées par les zones GP, ensuite elles sont libérées lentement.

7-Comportement des lacunes après trempe

Suite à une trempe, les lacunes en sursaturation qui représentent un surplus d'énergie, rendent le cristal instable du point de vue thermodynamique, ce qui implique qu'elles doivent être annihilées.

Il existe deux moyens pour éliminer les lacunes :

- ✓ la recombinaison,
- ✓ la disparition dans les différents puits.

Les lacunes peuvent disparaître par recombinaison dans le cas de l'existence d'auto interstitiels, ce qui ne peut être le cas lorsqu'il s'agit de lacunes produites par trempe, puisque à la température d'homogénéisation la proportion des auto interstitiels est parfaitement négligeable devant celle des lacunes, et cela est dû à la grande énergie d'activation nécessaire pour former un auto interstitiel par rapport à celle qu'il faut pour former une lacune. Il ne reste donc plus que le deuxième mécanisme qui est

celui de la disparition dans les différents puits. Les puits de lacunes peuvent être divisés en deux classes :

- ✓ puits permanents,
- ✓ puits temporaires.

Un Puits permanent est un Puits qui, en absorbant une lacune, n'augmente pas son énergie ; les surfaces libres, les joints de grains peuvent être considérés comme étant des puits permanents.

Un puits temporaire est un puits qui, en absorbant une lacune, augmente son énergie. Les rassemblements de lacunes à l'intérieur de la matrice sont des puits temporaire tels que les boucles de dislocations qui restent les puits temporaires typiques qu'on observe dans l'aluminium et ses alliages.

L'apparition des rassemblements de lacunes dans un alliage trempé se fait très rapidement, ce qui représente le premier stade avant d'atteindre l'équilibre entre lacunes et boucles de dislocations ; par exemple, dans l'aluminium pur trempé Kiritani [32] a démontré que les boucles de dislocations apparaissent au bout de quelques secondes seulement. En fait, la vitesse avec laquelle apparaissent ces rassemblements et leur nombre est d'autant plus élevée que la sursaturation en lacunes est élevée à la fin de la trempe et que la température de la trempe est basse. En effet, plus on descend en température et plus la mobilité de lacunes est réduite, ce qui fait qu'elles n'ont pas le temps de migrer très loin et elle doivent se rassembler au bout de quelques sauts seulement ; ce qui nous donne une grande densité de rassemblements de lacunes dans un espace très réduit et cela très vite après la trempe.

Par la suite, le vieillissement ultérieur à des températures plus élevées, ne va pas diminuer le nombre de ces puits d'une façon significative mais il aura une influence sur la taille de ces boucles [33]. C'est là le deuxième stade après l'établissement de l'équilibre entre les lacunes et les puits temporaires, qui est beaucoup plus lent que le premier. Ce dernier point revêt une grande importance lorsqu'on évoquera la germination hétérogène des précipités.

8- Influence de formation des zones GP sur les propriétés physiques

L'effet de maintien à la température ambiante sur les propriétés physiques des alliages à durcissement structural a été largement étudié. Il cause une augmentation de la résistivité électrique et de la dureté ; cette dernière est due à l'existence d'obstacles au mouvement des dislocations. Les obstacles ordinaires sont les « clusters » ou les précipités fins formés dans le matériau par trempe puis vieillissement.

A cause de leurs cohérence avec la matrice et de leurs constantes élastiques qui sont différentes de celles de la matrice, les zones GP créent un champ de contraintes élastique qui peut soit attirer les dislocations soit les repousser ; dans les deux cas ceci aura pour effet une force d'obstacles pour que la dislocation arrive soit à franchir la répulsion soit à se libérer de l'attraction.

Guyler et Parkhouse [34] ont mis en évidence une augmentation de la dureté des alliages Al-Cu en deux paliers suivie d'une diminution au cours de vieillissement effectué à des températures inférieures à 100 °C. Silcock et al [35] ont attribué le premier palier en dessous de 100 °C à la présence des zones de Guinier- Preston. Le deuxième palier est dû à l'apparition des zones dites GP₂ et la chute de la dureté est due à la croissance de la phase d'équilibre.

Hardy et Heal [36] ont étudié la variation de la dureté en fonction du temps, de plusieurs alliages Al-Cu après trempe et revenu à 130 °C ; ils ont remarqué une augmentation de la dureté en deux étapes jusqu'à un maximum suivie d'une diminution. La dureté maximum est atteinte lorsque la quantité des zones GP₂ est maximum (Fig. 7). La diminution de la dureté est due à la formation de la phase intermédiaire θ' .

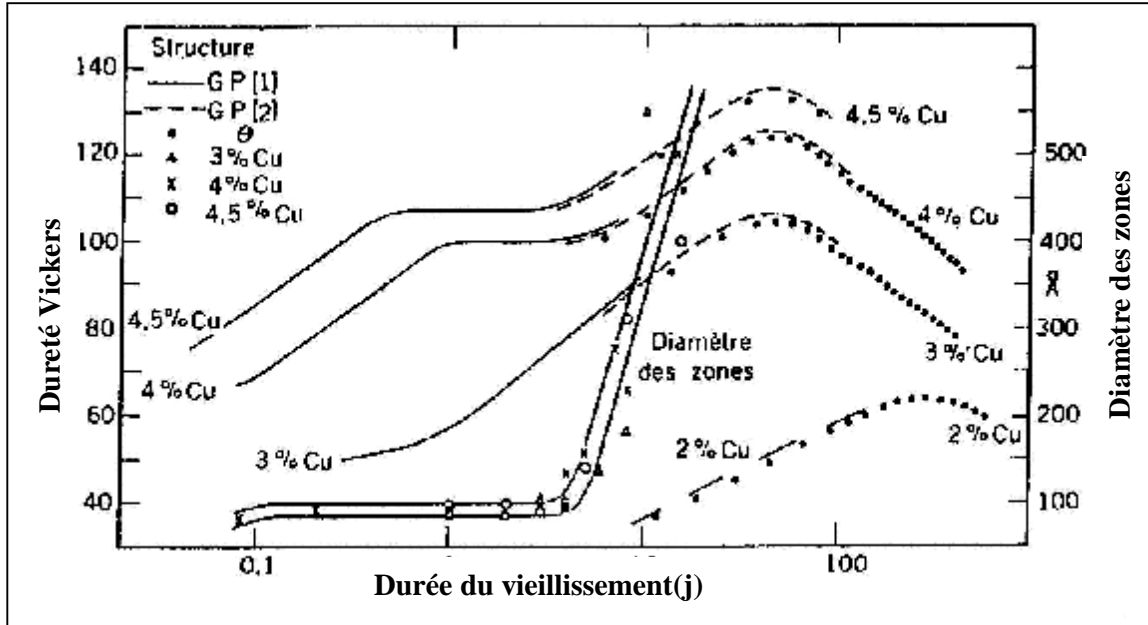


Fig. 7 : variation de dureté en fonction du temps dans plusieurs alliages aluminium- cuivre vieillis à 130 °C [36].

Toutefois, lorsque les zones GP₂ ne se forment pas (forte teneur en cuivre associée à une température de revenu élevée), le maximum est atteint lorsque la quantité θ' est maximum ; la formation de la phase θ diminue la dureté.

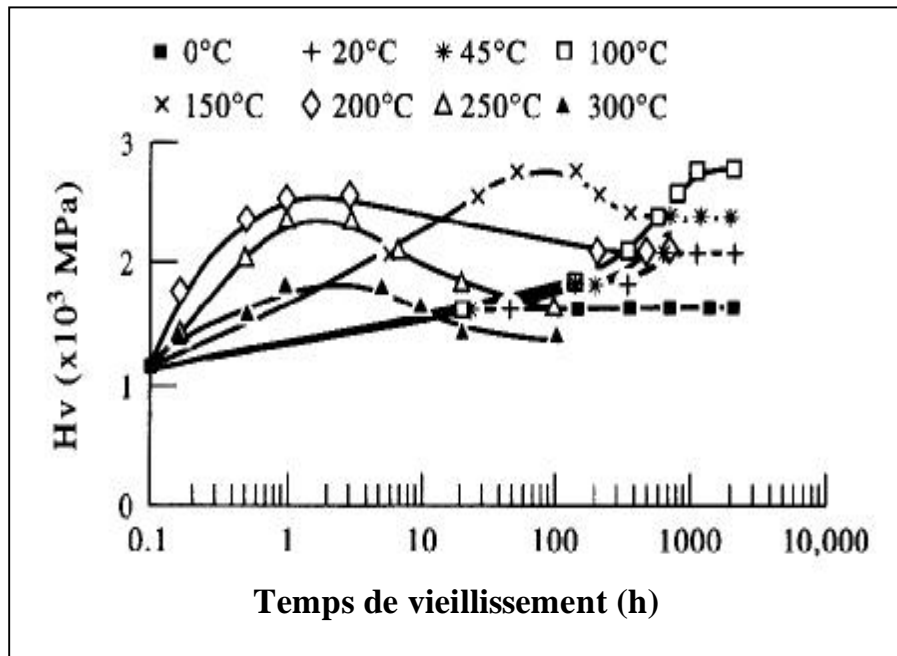


Fig. 8 : La variation de la microdureté (p=25 g) pour un alliage Al-12% mass. Mg vieilli à des différentes températures [37].

Des mesures de microdureté effectuées pour des alliages Al-12% Mg homogénéisés, trempés puis vieillis à différentes températures [37] montrent que la microdureté dépend de la température de vieillissement (Fig. 8).

Nebti et al ont remarqué qu'à l'exception des températures inférieures ou égales à 100 °C, la dureté augmente initialement à partir d'une valeur d'équilibre (1160 MPa) jusqu'à un maximum puis diminue. Ils ont ensuite observé que la dureté qui résulte de la formation des zones GP est relativement faible en comparaison avec celle qui résulte de la formation de β' qui précipite juste après la température de dissolution des zones GP.

Sorbo [38] et Turnbull [39] ont montré que la variation rapide de la résistivité après trempe est due à l'intervention de la sursaturation en lacunes dans le processus de ségrégation dont la vitesse se trouve ainsi considérablement augmentée. Enfin, le stade d'évolution lente qui suit la variation rapide du début de vieillissement, indique selon Turnbull et Corma [40], que la sursaturation en lacunes a diminué, mais n'a pas disparu complètement car le coefficient de diffusion mesurable au cours de ce stade reste encore très supérieur au coefficient théorique calculé par une concentration en lacunes à l'équilibre ; le maximum de la résistivité est attribué à une taille critique des zones GP.

*Chapitre II : le phénomène de précipitation et de
pré précipitation dans les alliages du système Al Mg*

1- Introduction

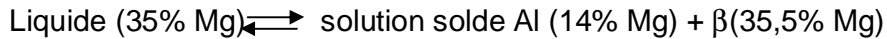
La nécessité de réduire au minimum l'énergie d'activation de germination, lorsque la précipitation s'opère aux basses températures, conduit dans certains systèmes à un processus de précipitation en plusieurs stades qui peuvent se succéder parfois dans le temps, mais plus souvent dans l'échelle des températures ; chacun de ces stades peut correspondre à la formation d'une phase précipitée d'un type particulier, caractérisée par une structure cristallographique et par un mode d'épitaxie spécifiques.

Le système Al-Mg que nous venons de citer, illustre bien la diversité des mécanismes de précipitation conduisant à des étapes différentes suivant la température ou la durée du revenu. On remarquera que la tendance à assurer l'évolution du système vers un état plus stable sans toutefois mettre en jeu une énergie interfaciale élevée entre le précipité et la matrice, conduit à l'apparition des phases métastables dont les structures différentes de celle du constituant normal de précipitation, se prêtent vraisemblablement mieux à l'établissement d'interfaces cristallographiques cohérentes.

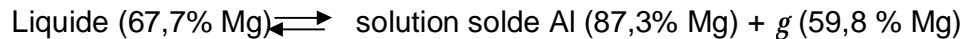
2- Diagramme d'équilibre Al-Mg

Quel que soit le type d'alliage, la solubilité de l'élément B dans le métal A va dépendre de la température ; les diagramme d'équilibre ont pour l'objet de définir, en fonction de cette dernière, l'état physique liquide, solide ou solide + liquide de l'alliage dans des conditions où la cinétique de transformation est suffisamment lente pour qu'à chaque instant soit réalisé l'équilibre thermodynamique. Ces diagrammes ne donnent donc pas d'informations directes sur les transformations de phase susceptibles d'intervenir lors d'une variation rapide de la température ; c'est le cas de trempe des alliages du système Al-Mg qui donne naissance à des solutions solides de substitutions métastables sursaturées en atomes de soluté qui évoluent par formation d'amas riches en magnésium, c'est à dire les zones de Guinier et Preston.

Le diagramme d'équilibre du système Al-Mg (Fig. 9) présente pour le coté riche en atomes d'aluminium, un domaine de solubilité limitée à 17 % mass. en Mg à 450 °C [41]. Aux extrémités de ce diagramme existent deux domaines monophasés l'une de magnésium dans l'aluminium ayant la structure d'aluminium et l'autre d'aluminium dans le magnésium ayant la structure de magnésium. Pour les températures 451 °C et 437°C respectivement, il existe deux paliers eutectiques correspondant à l'équilibre :



et



3- Propriétés générales de l'Aluminium et du Magnésium

3.1- L'aluminium

L'aluminium est un métal blanc, ductile et malléable. Il est assez résistant, bon conducteur de la chaleur et de l'électricité. Sa résistivité est seulement deux fois plus grande que celle du cuivre. L'utilisation de l'aluminium pur est toute fois extrêmement restreinte par ses médiocres propriétés mécaniques et surtout par sa très faible limite d'élasticité. L'aluminium résiste très bien à la corrosion atmosphérique, car il se recouvre d'une couche épaisse et adhérente d'alumine. Cette résistance à la corrosion est diminuée par tous les éléments d'alliages. Il est un élément du 3^{ème} groupe de classification de Mendélièev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique 26,98 et la température de fusion 660 °C. L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance $a=4,0412 \text{ \AA}$, sa caractéristique la plus importante est la faible densité ($2,7 \text{ g/cm}^3$) avec une conductibilité électrique élevée ($2,6548 \text{ ohm.mm}^2/\text{m}$) [43].

3.2- Le Magnésium

Le magnésium est un métal alcalo-terreux du 2^{ème} groupe de classification de Mendélièev ; son numéro atomique est 12, sa masse atomique 24,312 et son intérêt particulier est sa faible densité ($1,74 \text{ g/cm}^3$). Il fond à 650 °C et son réseau cristallin est hexagonal ($a=3,203 \text{ \AA}$, $c=5,2002 \text{ \AA}$, $c/a=1,62354$). La conductibilité thermique du magnésium est sensiblement plus faible que celle de l'aluminium ($0,3 \text{ cal/cm.s } ^\circ\text{C}$) ; il comporte comme inclusions : Fe, Si, Ni, Na, Al, Mn, Cu. Dans les conditions atmosphériques, la tenue à la corrosion est assez bonne [43].

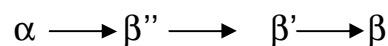
4- Précipitation dans les alliages Al-Mg

Le comportement au vieillissement des alliages binaires Al-Mg a été étudié par plusieurs chercheurs (Krey 1971, Nozato et Isihara 1980, Kaigorodova 1985, Buynov et Kamarova 1982, Hamana et al. etc....) à travers plusieurs techniques expérimentale (la diffraction des rayons X, analyse calorimétrique différentielle, la dilatation thermique, microscope électronique etc.....).

Dans le domaine à deux phases pour le coté riche en atomes d'aluminium la solution solide est en équilibre avec le précipité β (Al_3Mg_2). Quand la solution de concentration en aluminium inférieure à 17% poids en Mg est maintenue dans le domaine monophasé α puis trempé, la solution solide devient sursaturée et se décompose ; pour des températures voisines de 150 °C on assiste à l'apparition du précipité intermédiaire β' semi cohérent suivi du précipité d'équilibre β incohérent [44]. Pour les températures plus élevées β apparaît directement avec β' et les propriétés mécaniques et physiques évoluent notablement. Par contre pour les températures de vieillissement voisines de l'ambiante, l'évolution des alliages Al-Mg a longtemps passé pour inexistante. Comme la « proximité » des numéros atomiques des deux éléments fait que l'étude de ces alliages par les techniques classiques de rayons X n'est pas possible [45], il y a eu très peu de travaux sur la pré précipitation. La présence des zones GP suggérée par les mesures de résistivité ne fut mise en évidence qu'en 1971 par Dauger [16] à l'aide de la diffusion des rayons X aux grands angles ; ces résultats ont été confirmés par diffusion centrale des neutrons et par microscopie électronique du fait que les zones GP soient ordonnées.

5- Séquence de précipitation

La séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg est la suivante [46, 47]



α : la solution solide sursaturée.

β'' et β' : sont des phases de transition métastable

β : est la phase d'équilibre.

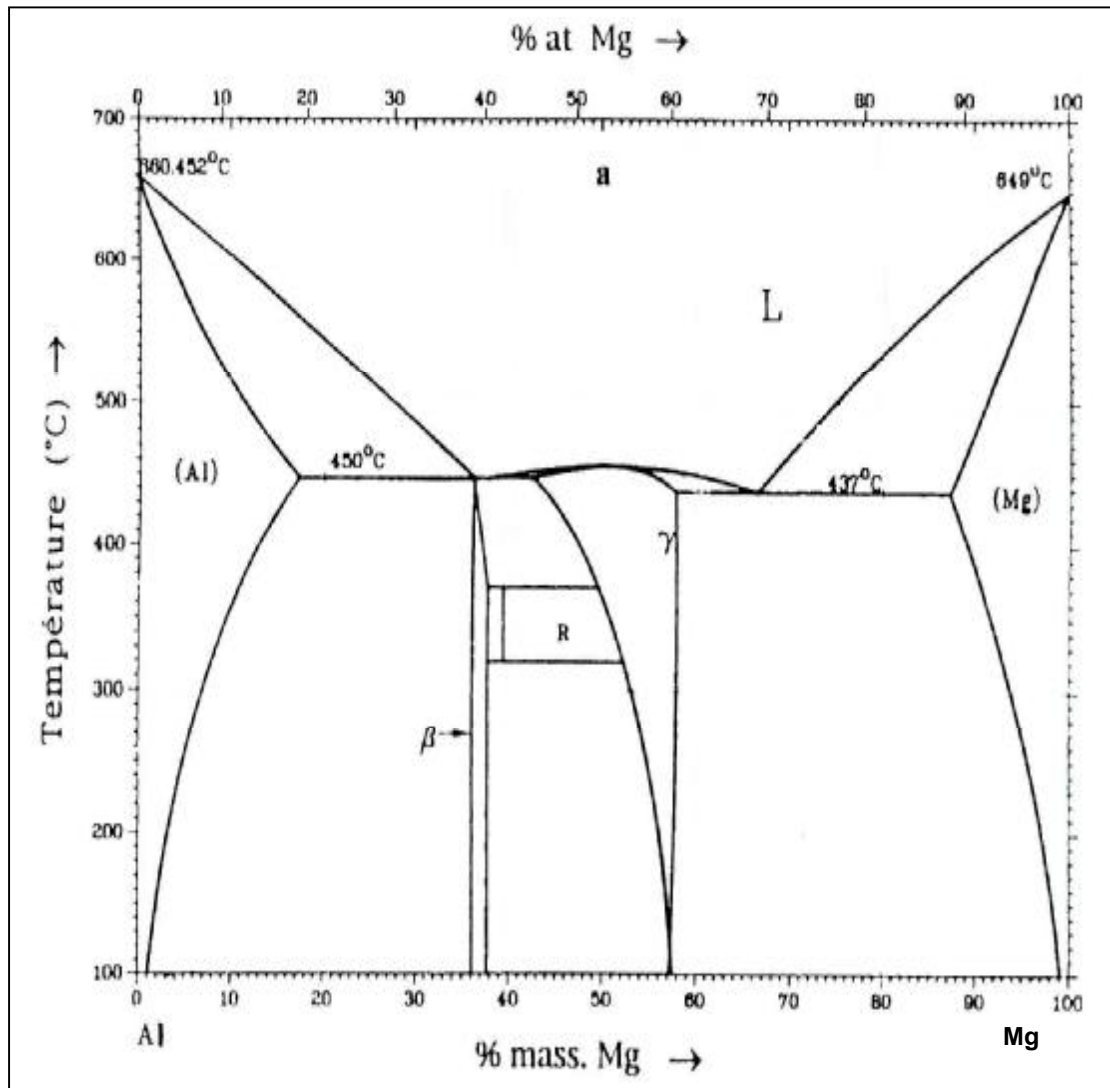


Fig. 9: Diagramme d'équilibre Al-Mg [42].

5.1- Zones de Guinier et Preston (GP) et β''

Le premier stade de la précipitation dans les alliages Al-Mg correspond à la formation des zones GP, appelé aussi stade de pré-précipitation. Les zones GP 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.

On qualifie la formation des zones GP de pré précipitation au lieu de précipitation à cause du fait que les rassemblements d'atomes que représente les zones GP, n'ont pas une structure cristalline avec une périodicité à trois dimensions bien définie, ce qui n'est pas le cas de la phase β'' qui en est une bien déterminée. Elles sont cohérentes avec la matrice ce qui les favorisent 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 GP ; 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 GP, 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). Elles ont une forme de plaquettes fines allongées suivant les directions $\langle 100 \rangle$ et ayant une épaisseur de un ou deux plans atomiques [27].

La croissance ultérieure par le vieillissement prolongé, transforme les zones GP en particules sphérique β'' cohérentes de composition Al_3Mg avec un diamètre de 8 à 10 nm ayant une structure ordonnée du type L_{12} dans laquelle les atomes d'aluminium et de magnésium sont alternativement alignés dans une périodicité tridimensionnelle le long des directions $\langle 100 \rangle$ [48, 49].

Certains auteurs pensent même que les zones GP peuvent se former au cours de la trempe [22] ce qui contredit d'autres [38-50] qui affirment qu'elles ne peuvent se former que lors du vieillissement ultérieur.

5.2- Précipitation de la phase intermédiaire β'

Une élévation de la température du recuit aux environs de 100 °C [44] conduit à la dissolution des zones GP et des particules β'' permettant ainsi la formation de la phase intermédiaire également métastable β' qui se forme par germination et croissance sur les hétérogénéités structurales surtout sur celles qui résultent de la condensation de lacunes figées après trempe.

Elle apparaît au microscope optique sous forme de lamelles perpendiculaires suivant deux orientations bien définies parallèles aux rangées $\langle 110 \rangle$ ou $\langle 120 \rangle$ avec des plans d'accrolement $\{100\}$ de la matrice [51], comparable à la structure de Widmanstätten. Elle possède une structure hexagonale de paramètre $a=1.002$ nm et $c=1.636$ nm et une composition Al_3Mg_2 proche de celle de l'équilibre [27]. La stabilité de la phase β' reste mal déterminée ; certains auteurs la situent entre 100 et 200 °C [47], alors que d'autres [52] ont mentionné son existence entre 250 et 300 °C et l'ont décrite comme étant de haute stabilité thermique.

5.3- Précipitation de la phase d'équilibre β

Selon le diagramme d'équilibre, le refroidissement suffisamment lent des alliages du système AlMg permet d'obtenir la phase d'équilibre dite β [53]. Cependant, elle peut aussi apparaître directement lors de vieillissements après trempe pour des températures supérieures à 250 °C, sans passer par les autres phases intermédiaires. En effet la germination de la phase β 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 β cristallise suivant une structure CFC complexe avec un paramètre du réseau $a=2,824$ nm et avec des relations d'orientation établies par Bernole [54] $(001)_{\text{Al}} // (001)_{\beta}$ et $\langle 100 \rangle_{\beta} // \langle 100 \rangle_{\text{Al}}$.

6- Durcissement structural

Le retour à l'état d'équilibre normal des solutions solides sursaturées, se fait par précipitation fine des constituants sursaturés, ce qui augmente leur résistance à la déformation.

La vitesse de précipitation est naturellement très faible, mais elle augmente avec la température et comme elle varie selon la composition chimique, on distingue les alliages qui durcissent à froid, c'est à dire à la température ambiante pendant plusieurs jours et ceux qui durcissent à chaud, c'est à dire à des température de 120 °C. Le durcissement structural par revenu est défini comme étant l'augmentation de la dureté après trempe avec le prolongement du temps de vieillissement, ce phénomène ne peut être observé que si la solubilité des atomes de soluté dans le solvant augmente avec la température ; ce caractère est attaché surtout aux alliages d'aluminium où l'intérêt pratique réside dans le fait d'avoir un matériau léger et doté de hautes propriétés mécaniques surtout la dureté.

L'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium est pratiquement toujours conditionnée par les mêmes étapes dans le durcissement de la structure. Ces trois états successifs sont l'état sous-vieilli, bien vieilli et sur-vieilli. Cette séquence provoque une augmentation puis une diminution des caractéristiques de résistance Les propriétés de ductilité varient en sens inverse.

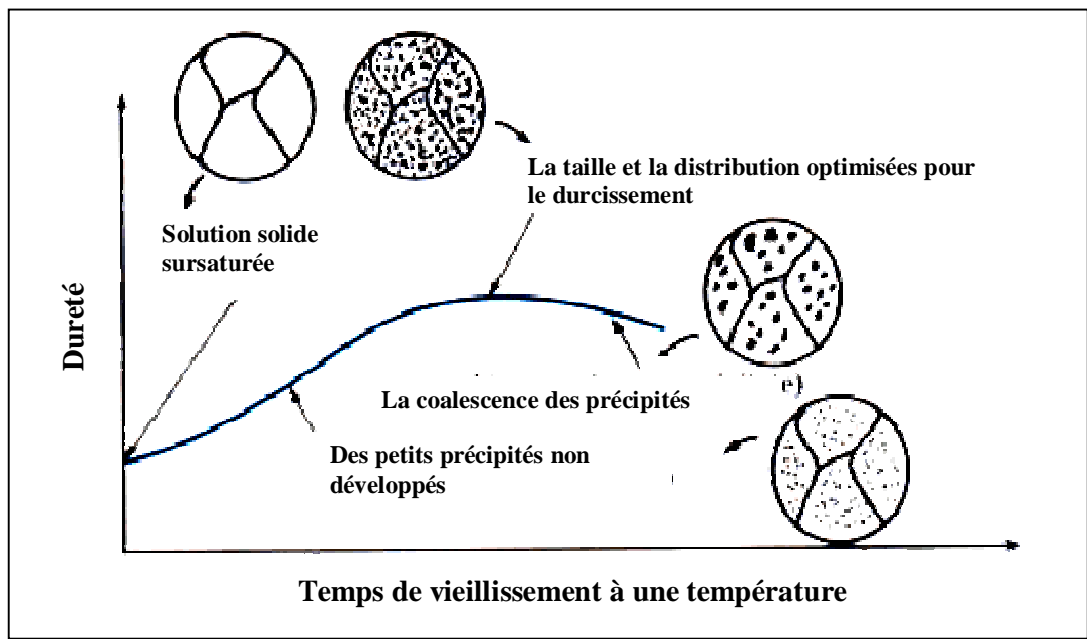


Fig. 10: Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage à durcissement structural pendant le vieillissement [55].

Il peut être réalisé par un traitement thermique effectué en trois étapes (Fig. 10):

- ∅ chauffage à une température suffisamment élevée T_1 comprise entre 450 et 550 °C suivant les alliages pour mettre les éléments d'adition en solution solide.
- ∅ refroidissement rapide ou trempe pour maintenir la solution solide sursaturée à la température ambiante,
- ∅ le durcissement de l'alliage peut être obtenu par simple maturation à la température ambiante ou par revenu c'est à dire chauffage à une température T_2 comprise entre 100 et 250 °C selon les alliages.

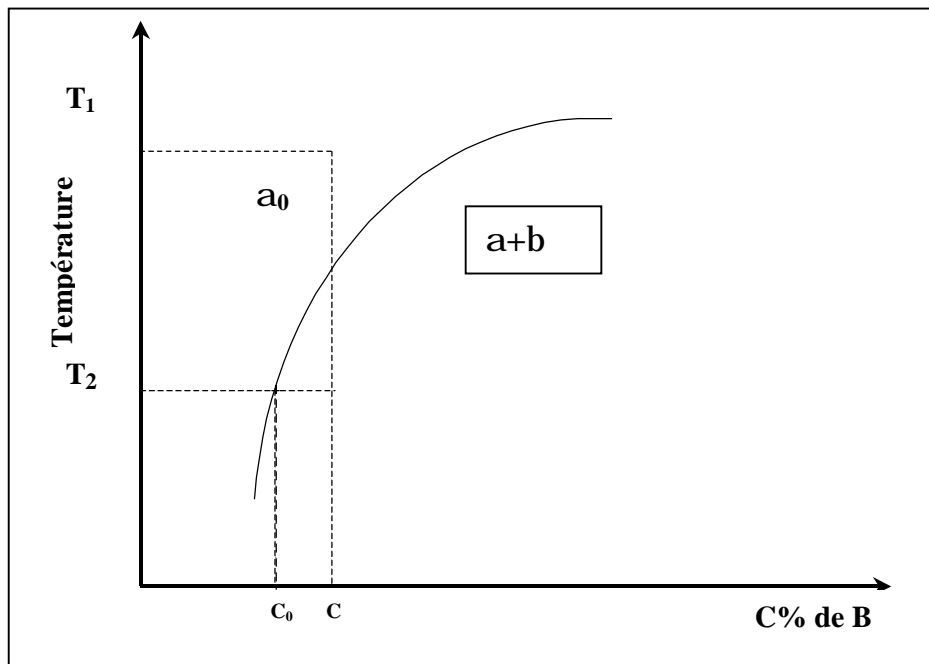


Fig. 11 : Courbe de solubilité d'un métal B dans un métal A.

Au début du vieillissement l'alliage est durci principalement par les atomes de soluté de la solution solide sursaturée. Quand les zones GP se forment les atomes de soluté commencent à disparaître de la solution solide et le durcissement de la solution solide disparaît aussi.

Les déformations autour des zones GP_1 et GP_2 qui assurent leur cohérence avec la matrice, génèrent des contraintes qui empêchent le mouvement de dislocation. La formation de ces zones ne correspond généralement pas au maximum de durcissement de l'alliage ; en effet, l'évolution des propriétés mécaniques avec la durée de revenu à

une température modérée est relativement complexe et dépend des phases métastables présentes dans l'alliage.

La phase d'équilibre offre généralement peu d'intérêt du point de vue des propriétés mécaniques (particules grossières très dispersées). Les précipités s'opposent directement au passage des dislocations mais leurs efficacités sont limitées; d'une part les dislocations peuvent les cisailer d'autre part, elles peuvent les contourner. La résistance au cisaillement dépend de plusieurs facteurs, parmi lesquels la résistance au cisaillement du précipité lui même. En fait la contrainte de cisaillement augmente avec la durée de vieillissement car la distance entre précipités diminue ; au contraire le contournement est plus facile quand les précipités sont distants les uns des autres. Pour franchir un réseau d'obstacles, une ligne de dislocation peut donc rester quasiment rectiligne (cas des obstacles faibles) en cisillant les précipités qu'elle rencontre (Fig. 12) ou se développer entre les précipités individuels (cas des obstacles durs).

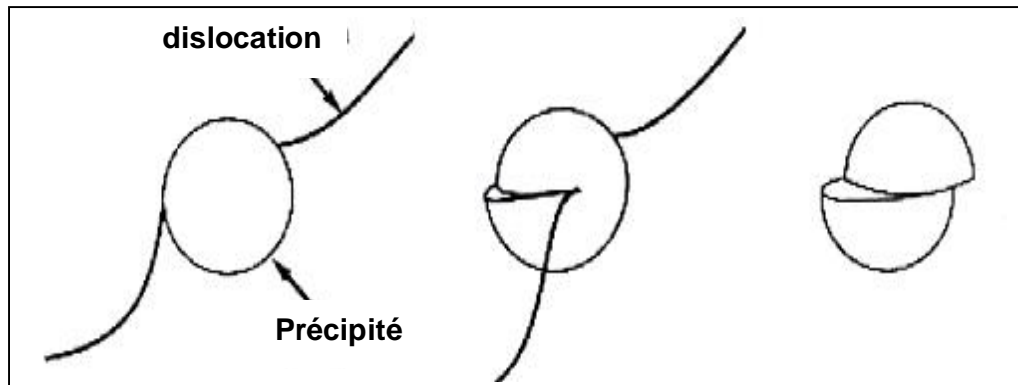


Fig. 12 : schéma représentant le cisaillement d'un précipité par une dislocation et la création de deux nouvelles interfaces.

Si la contrainte de dislocations n'est pas suffisante pour cisiller l'obstacle, la dislocation prend alors une configuration semi circulaire instable et progresse en se recombinant derrière l'obstacle et en laissant une boucle de dislocation autour de celui ci (Fig. 13) [56].

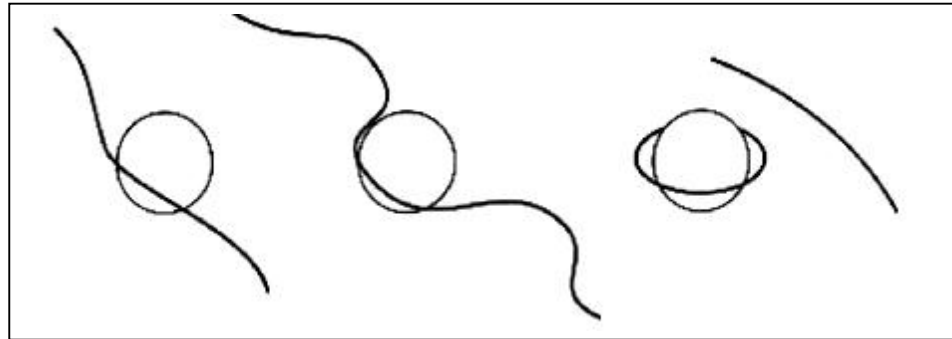


Fig. 13 : le mécanisme de contournement d'Orowan.

Le mécanisme mis en jeu (cisaillement ou contournement) dépendra de la cohérence des précipités (continuité du plan de glissement entre les précipités et la matrice), de leur taille et de leur fraction volumique (qui est liée à la distance entre les obstacles).

*Chapitre III : Matériaux étudiés et méthodes
expérimentales utilisées*

1 - L'alliage utilisé

Un seul type d'alliages à base d'aluminium a fait l'objet de notre étude, C'est l'alliage Al-12 % mass. Mg où la précipitation est toujours continue. L'alliage a été élaboré à l'institut d'aéronautique de Moscou, il a été préparé à partir des éléments très pur Al à 99,999 % et Mg à 99,98 %. Sa composition initiale en éléments d'addition de cet alliage est donnée dans le tableau suivant :

Eléments d'alliage	Al	Mg	Cu	Si	Fe	Mn
Concentrations en masse	87,90	11,95	0,03	0,07	0,04	0,01

2 - Traitements thermiques

Dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée, l'alliage a été porté à 430 °C pendant 17 heures (dans le domaine monophasé indiqué par le diagramme d'équilibre), ensuite trempé à l'eau.

Des vieillissements ont été alors effectués aux températures de revenu égales à -15 et 25 °C; pour différentes durées de maintien. Ils ont, subi après des traitements thermiques réalisés dans le dilatomètre et dans la DSC, avec une vitesse de refroidissement assez faible (1 °C/mn) dans le but d'éliminer au maximum les lacunes hors d'équilibre et sont ensuite maintenus à la température ambiante et au congélateur pendant différentes durées du maintien afin de suivre les transformations de phase qui en résultent éventuellement à basse température.

3- Analyse calorimétrique différentielle

Tout matériau solide ou liquide subit des transformations qui absorbent ou libèrent de l'énergie lorsqu'il est soumis à un cycle thermique.

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) permet de suivre les évolutions structurales de tels matériaux [57].

Initialement, seule une différence de température ΔT entre l'échantillon et la référence inerte est mesurée ; l'évolution technologique a permis actuellement que l'on transforme ce (ΔT) en une différence de flux thermique entre l'échantillon et la référence, l'analyse thermique différentielle (ATD) et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) permettent de suivre les évolutions des matériaux dans le temps, dans des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée. Les deux méthodes mesurent ou restituent des grandeurs différentes :

- Ø une différence de température (ATD) entre l'échantillon et une substance inerte (référence),
- Ø des flux thermique (DSC).

Dans le premier type d'appareil, on mesure un déséquilibre thermique instantané : différence de température entre l'échantillon et la référence, alors que le 2^{ème} cas, on mesure un déséquilibre électrique : différence de puissance électrique fournie pour maintenir la même température entre la référence et l'échantillon.

La DSC permet la détection de très faibles chaleurs de réaction et présente ainsi une sensibilité plus forte que celle caractérisant les appareils du type ATD.

Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase) la DSC enregistre un pic situé au dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase), elle enregistre un pic au dessous de la ligne de base. Le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme.

$$\Delta C_p = F(T) \dots\dots\dots(1)$$

Soit

$$\Delta H = \int C_p dT \dots\dots\dots (2)$$

Dans notre étude nous avons donc utilisé un analyseur SETARAM DSC 131 (Fig. 14) équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur.

Le traitement thermique réalisés dans la DSC consiste à un chauffage avec une vitesse égale à 5 °C/mn de la température ambiante jusqu'à 430 °C et un maintien à cette dernière température pendant 5 minute puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante avec une vitesse égale à 2 °C/mn dans le cas du premier cycle et 1 °C/mn dans le cas du deuxième cycle.



Fig. 14 : SETARAM DSC 131

4- Dilatométrie

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

Elle est très sensible au phénomène de précipitation et peut même donner des informations d'ordre macroscopique sur des processus qui se produisent à l'état microscopique. Elle permet de suivre les évolutions structurales à partir de la mesure, en fonction de la température, des variations dimensionnelles relatives ($\Delta L/L_0$) des échantillons susceptibles d'être le siège de transformations de phases qui peuvent induire des variations de volume spécifique de la matrice, donc des variations dimensionnelles. L'information qu'elle apporte est beaucoup plus complète puisqu'elle reflète l'apport et la contribution de tout le matériau, contrairement, par exemple, à la microscopie électronique à transmission ou à l'analyse par microsonde qui restent localisées à une région très réduite de l'échantillon. Il faut noter la sensibilité de la dilatométrie à des variations dimensionnelles très faibles dues, entre autre, aux changements de structures qui se produisent dans le matériau étudié.

Ainsi, les principaux types d'évolutions structurales susceptibles d'être rencontrés dans un diagramme d'équilibre peuvent être caractérisés tels que le franchissement d'une courbe limite séparant un domaine monophasé d'un domaine biphasé, la traversée

d'un palier correspondant à une transformation invariante, l'évolution du type ordre-désordre ou bien une précipitation à partir d'une solution solide sursaturée.

Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre différentiel ADAMEL LHOMARGY de type DI24 (Fig. 15).

Le traitement thermique effectué dans le dilatomètre consiste en un chauffage avec une vitesse égale à 2 °C/mn de la température ambiante jusqu'à 430°C, un maintien à cette dernière température pendant 5 minutes puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante avec une vitesse toujours égale à 2°C/mn dans le cas du premier cycle et 1°C/mn dans le cas du deuxième cycle.

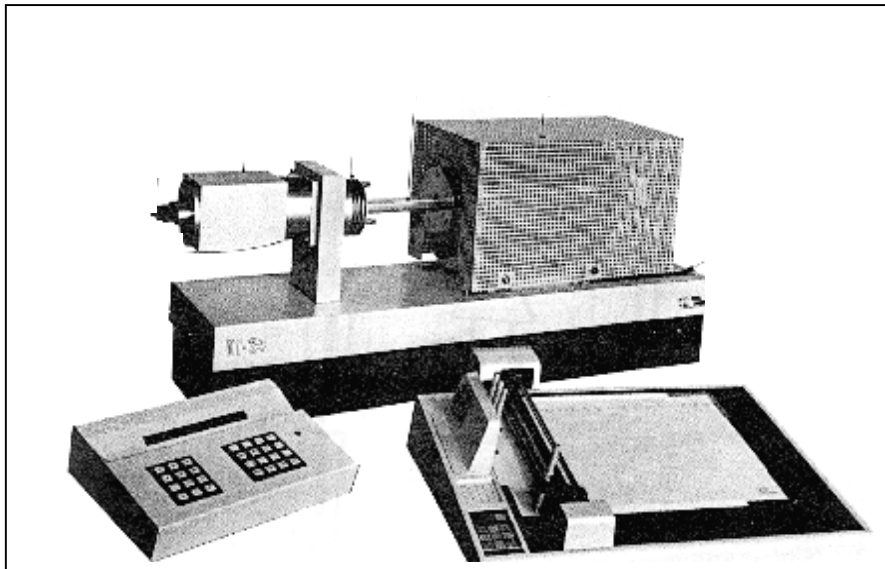


Fig. 15 : Dilatomètre différentiel ADAMEL LHOMARGY de type DI24.

Les échantillons utilisés peuvent être de forme parallélépipédique (25 x 5 x 5 mm³) et les essais de dilatation s'effectuent sous atmosphère contrôlée.

5- Microscopie optique

Parmi les appareils qui augmentent le pouvoir séparateur de l'oeil on peut citer le microscope optique ; la distance minimale entre deux points qui peuvent être vus séparément par ce microscope est donnée par la formule :

$$\gamma = \frac{0.61\lambda}{n \sin u} \dots\dots\dots(3)$$

λ : longueur d'onde du rayonnement utilisé,

n : indice de réfraction du milieu environnant,

u : demi angle d'ouverture de l'optique.

Le pouvoir séparateur du microscope optique atteint moins de $0,5 \mu\text{m}$, c'est-à-dire 2000 distances interatomiques, ce qui permet l'observation par réflexion d'une surface métallique parfaitement plane, obtenue par polissage mécanique ou électrolytique.

On colore différemment les phases apparaissant dans le métal ou l'alliage par une attaque métallographique sélective.

Les évolutions microstructurales des alliages ayant subi des traitements thermiques isothermes ont été suivies à l'aide d'un microscope métallographique à grand champ Olympus BX51M (Fig. 16), par appréciation métallographique de la taille de grains, de la quantité de précipités formés et de leurs formes ; pour cette étude les échantillons traités ont subi un polissage mécanique et ont été ensuite attaqués chimiquement par un réactif de Keller dont la composition est :

- § Eau distillée : 87 ml
- § Acide fluorhydrique : 05 ml
- § Acide chlorhydrique : 09 ml
- § Acide nitrique : 23 ml



Fig. 16 : Microscope optique de type Olympus BX51M.

6- Mesures de Microdureté

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un corps plus dur que lui. 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.

Les mesures de microdureté ont été effectuées sur un microduromètre semi automatique du type ZWICK (Fig. 17) à pénétration **Vickers**, avec une charge de mesure de 300 g. Il est relié à un micro-ordinateur, ce qui permet la mesure automatique de l'empreinte grâce à un logiciel adapté. Une moyenne de dix mesures a été effectuée lors de chaque essai.

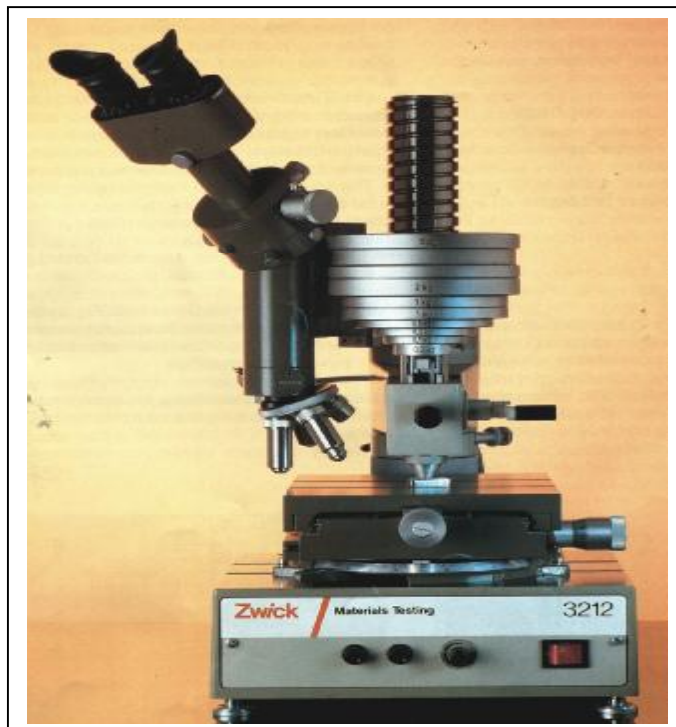


Fig. 17 : Microduromètre semi automatique du type ZWICK à pénétration Vickers

Chapitre IV Résultats expérimentaux et interprétations

1- Résultats de l'analyse dilatométrique :

1.a- Cas de l'échantillons trempé

La courbe dérivée du segment de chauffage du cycle dilatométrique complet d'un échantillon homogénéisé 17h à 430 °C et trempé, est présentée dans la figure 1a. La courbe de refroidissement ne présente pas d'anomalies particulières mais la courbe de chauffage est assez intéressante ; en effet, un examen plus détaillé permet de constater que :

- une anomalie importante débutant à 211 °C est composée d'une expansion avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 252 °C suivie directement d'une contraction,
- une anomalie supplémentaire dans l'intervalle [36-101 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé vers 59 °C.

Un deuxième essai réalisé juste après le premier (Fig. 1b) montre que la deuxième expansion diminue d'intensité et les pics de la courbe dérivée sont décalés vers les plus hautes températures avec la disparition de la première expansion. L'anomalie dans l'intervalle [40-80 °C] est certainement due à la dissolution des zones GP formées au cours de la trempe.

Pour ce qui est de l'anomalie importante, elle est due à la précipitation des phases β et β' donnant une expansion suivie de leur dissolution donnant une contraction.

1.b- Cas des échantillons congelés

Les différentes courbes dilatométriques des échantillons congelés et ayant subi deux essais dilatométriques avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale à 2 °C/mn pour le 1^{er} cycle et une vitesse de refroidissement égale à 1 °C/mn pour le 2^{ème} cycle, ensuite maintenus au congélateur pendant différents temps, ont la même allure. Elles présentent un pic de dissolution des zones GP après 12 mois de vieillissement à -15 °C.

Ces résultats sont inattendus parce que les lacunes hors d'équilibre responsables de la formation des zones GP, sont éliminées normalement au cours des deux cycles dilatométriques.

Le prolongement du temps de maintien après les deux essais dilatométriques influe notablement sur les amplitudes et les intervalles d'existence des différents pics.

La courbe dilatométrique du cycle complet et de la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 6 mois (Fig. 2a) présente :

- une anomalie importante apparaît entre 216 et 424 °C, composée d'une expansion avec un pic de la courbe dérivée situé vers 240 °C et d'une contraction qui prend fin vers 424 °C,
- une anomalie supplémentaire dans l'intervalle [40-95 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé vers 63 °C.

Un deuxième essai réalisé juste après le premier (Fig. 2b) montre que l'expansion diminue d'intensité et les pics de la courbe dérivée sont décalés vers les hautes températures.

L'anomalie dans l'intervalle [40-80 °C] est certainement due à la dissolution des zones GP formées au cours de la trempe.

Pour ce qui est de l'anomalie importante (entre 216 et 424 °C), elle est due à la précipitation des phases β et β' donnant une expansion suivie de la dissolution donnant une contraction.

Un troisième essai réalisé après 6 mois de maintien (Fig. 3a) montre la disparition de la première expansion avec un décalage de la deuxième expansion vers les hautes températures, alors que l'essai dilatométrique réalisé juste après (Fig. 3b) mène aux mêmes observations. Cependant le prolongement du temps de vieillissement jusqu'à 12 mois (Fig. 4a) mène à la réapparition du pic de dissolution des zones GP ce qui est un effet surprenant, parce qu'il y'a une formation des zones GP sans la présence des lacunes hors d'équilibre qui sont en principe éliminées au cours des essais dilatométriques avec des vitesses de refroidissement assez faibles (1 °C/mn).

Une petite expansion apparaît dans l'intervalle [150-276 °C] suivie par une seconde expansion liée à la formation des phases β et/ou β' .

La courbe dilatométrique du cycle complet et de la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon congelé pendant 24 mois (Fig. 5a) présente la même allure que celle de l'état trempé. Un 2^{ème} cycle (Fig. 5b) mène toujours à la disparition de la 1^{ère} expansion et au décalage de l'anomalie importante vers les hautes températures, avec la diminution de l'amplitude de l'expansion. Un troisième cycle réalisé après 12 mois de maintien à (-15 °C) (Fig. 6a) mène à la réapparition de l'expansion due à la dissolution des zones GP avec leur décalage vers les hautes températures ; cette dernière est suivie d'une autre expansion dans l'intervalle [150-250 °C]. On note aussi l'existence de l'anomalie importante qui apparaît dans l'intervalle [250-414 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 300 °C.

La courbe de l'alliage homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques successifs puis maintenu 12 mois (Fig. 6b) présente une expansion dans l'intervalle [45-94 °C] due à la dissolution des zones GP avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 61 °C et une seconde à 258 °C avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 294 °C suivie directement d'une contraction dans l'intervalle [310-403 °C], dont le minimum de la courbe dérivée est situé vers 370 °C.

La courbe dilatométrique du cycle complet avec la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 30 mois (Fig. 7a) présente deux expansions avec une seule contraction dans presque le même intervalle de température que celui de l'état vieilli 24 mois. Le deuxième cycle (Fig. 7b) montre une seule expansion suivie d'une contraction avec l'absence de la première expansion parce que les zones GP sont totalement dissoutes au cours du premier cycle.

Un 3^{ème} essai réalisé après 12 mois de maintien du même échantillon (Fig. 8a) donne une courbe qui présente :

- une première expansion dans l'intervalle [45-95 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 64 °C suivie d'une autre expansion dans l'intervalle [150-227 °C],
- une grande expansion qui débute vers 227 °C avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 290 °C suivie d'une contraction avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 370 °C.

Un 4^{ème} cycle réalisé juste après (Fig. 8b) conduit toujours aux mêmes effets.

D'après les résultats précédents les zones GP se forment après 12 mois de maintien à -15 °C sans la présence des lacunes hors d'équilibre et le prolongement du temps de maintien avant les essais dilatométriques n'a aucune influence sur l'amplitude

des pics. 18 mois de maintien après deux essais dilatométriques d'un échantillon congelé 24 mois (Fig. 9) mène à une courbe qui présente trois expansions et une seule contraction. La première expansion la plus importante prend fin à 110 °C, cependant la 2^{ème} débute vers 258 °C avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 294 °C suivie d'une contraction qui prend fin vers 452 °C avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 411 °C ; on observe aussi l'existence d'une petite expansion dans l'intervalle [110-258 °C].

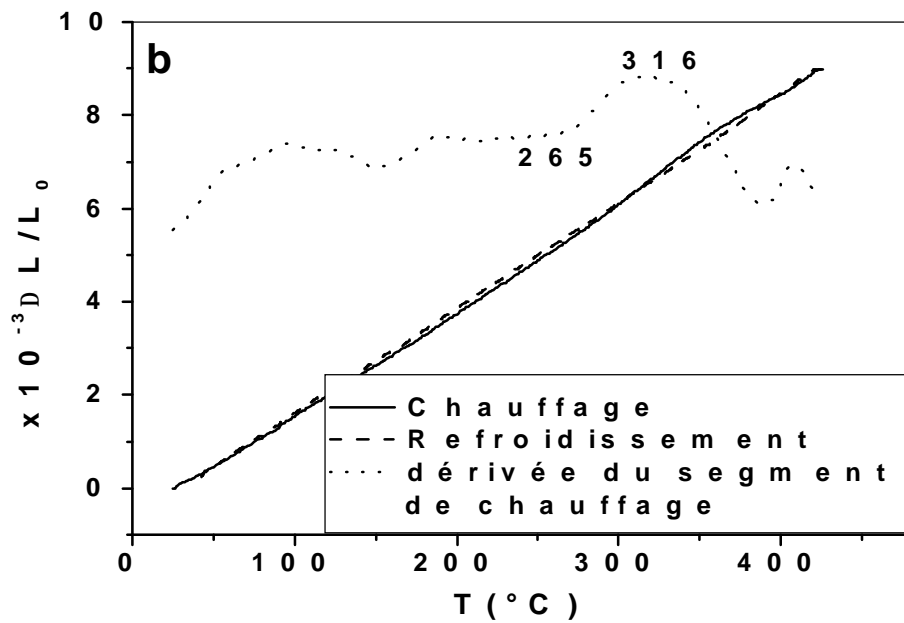
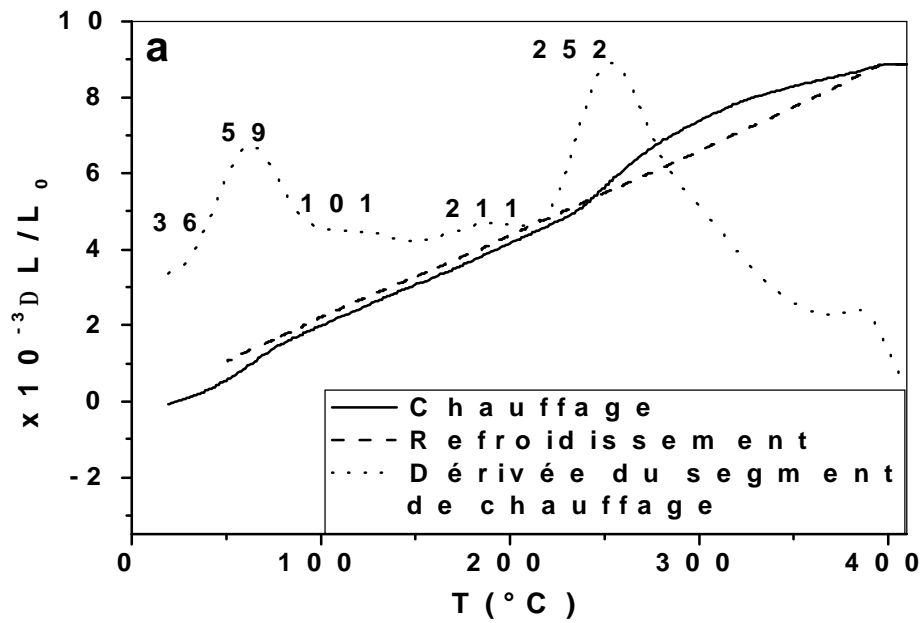


Fig. 1 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C et trempé : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)

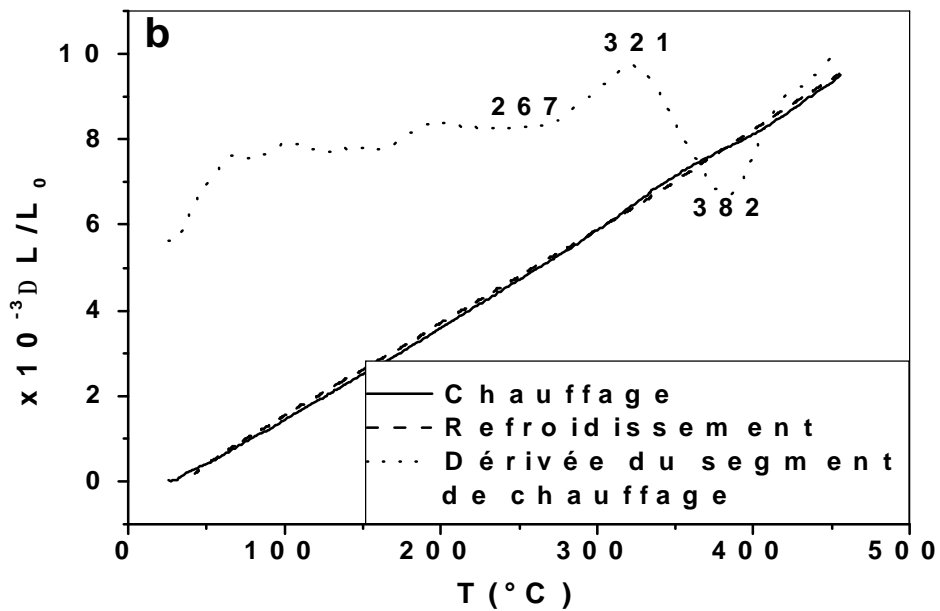
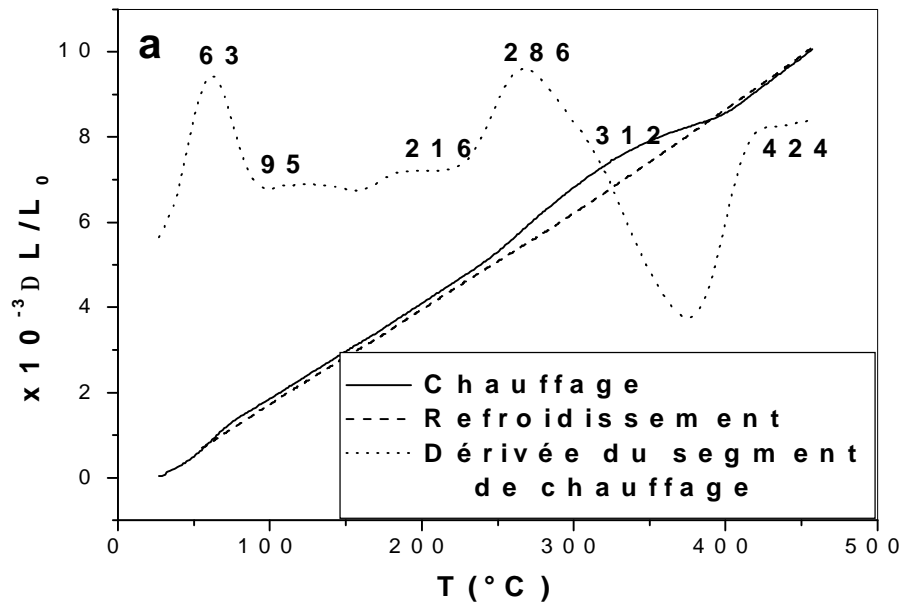


Fig. 2 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430 °C, trempé à l'eau et vieilli 6 mois à -15 °C: 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

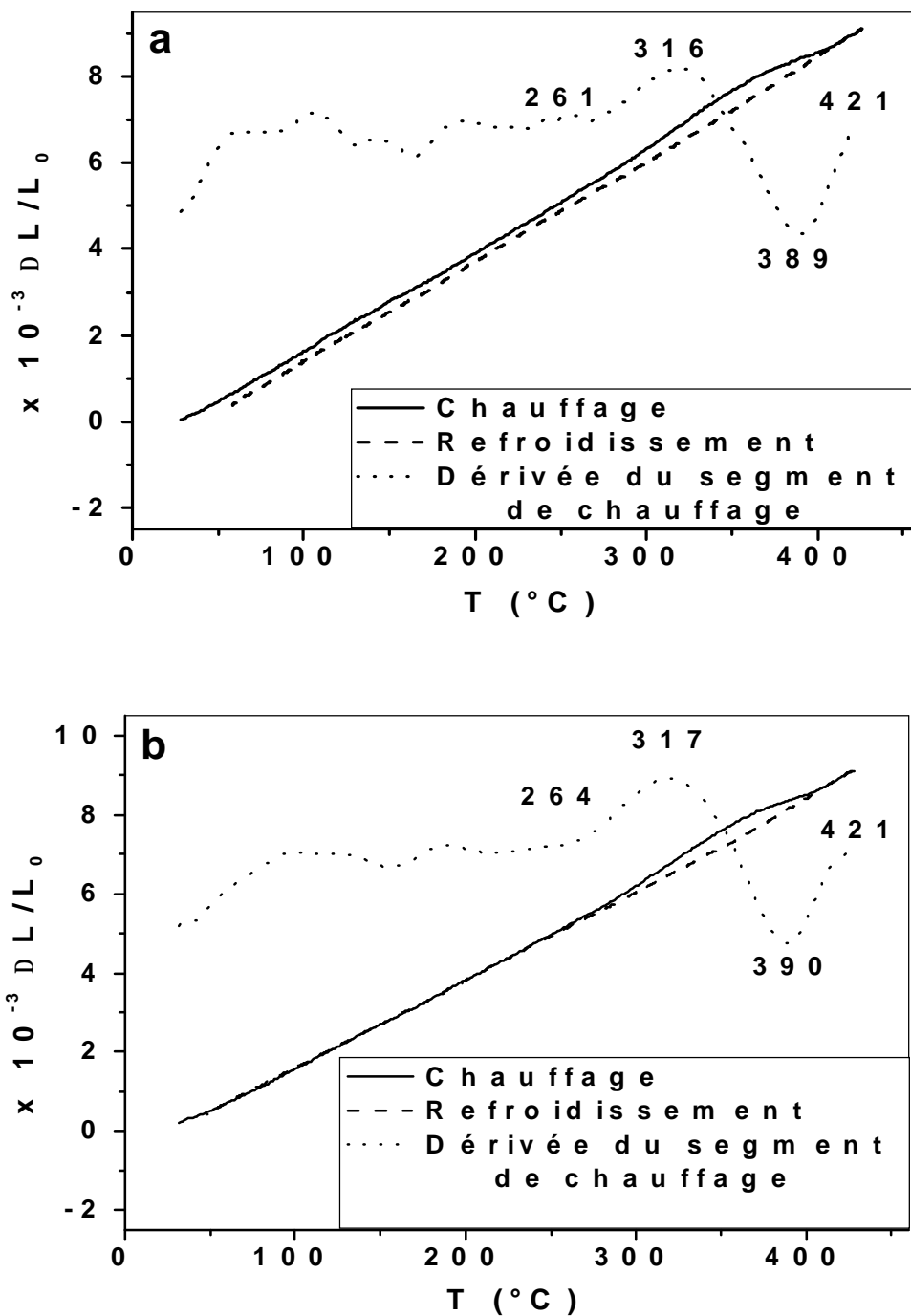


Fig. 3 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau et vieilli 6 mois à -15 °C+2 essais dilatométriques+6 mois à -15 °C :1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

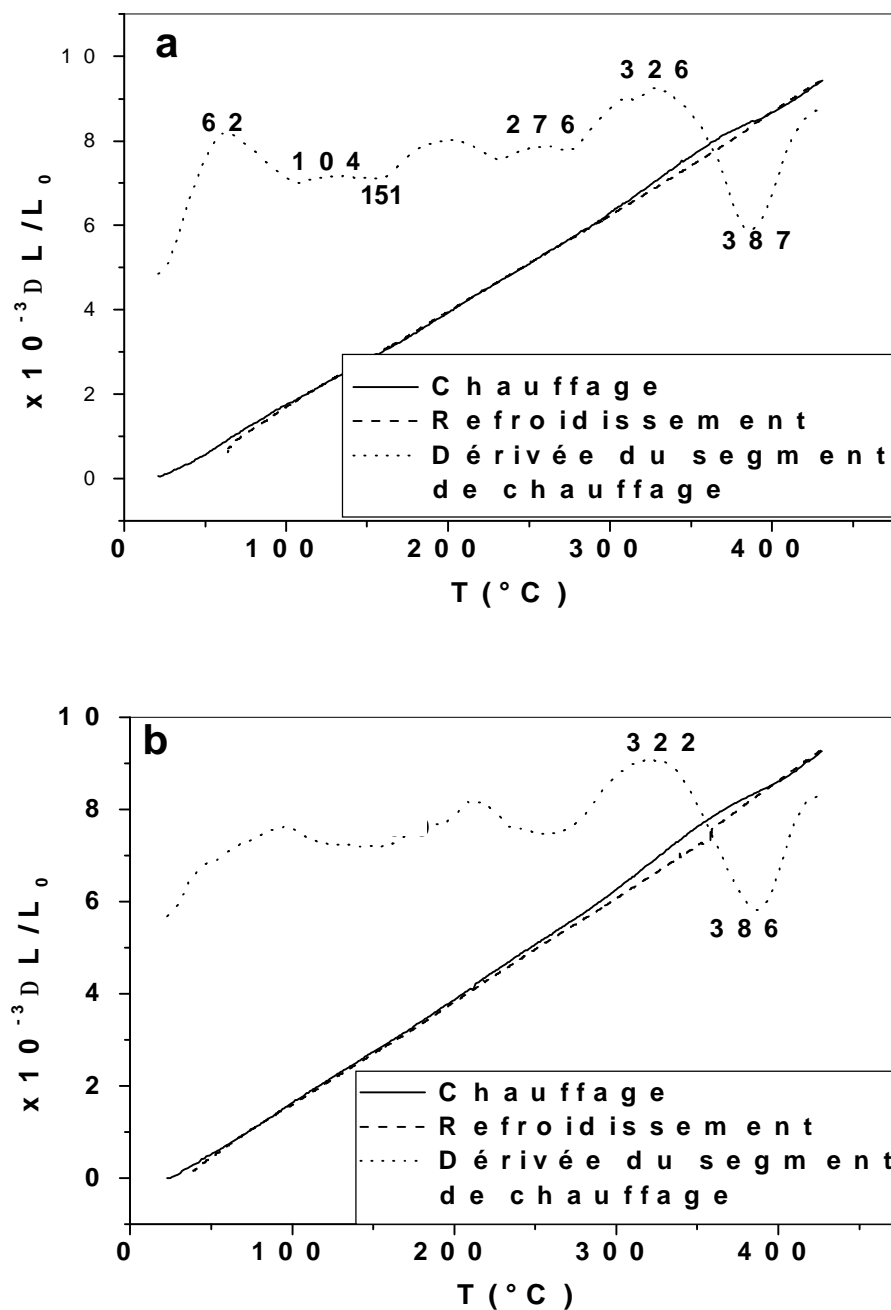


Fig. 4 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau et vieilli 6 mois à -15 °C+2 essais dilatométriques+12mois à -15 °C: 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

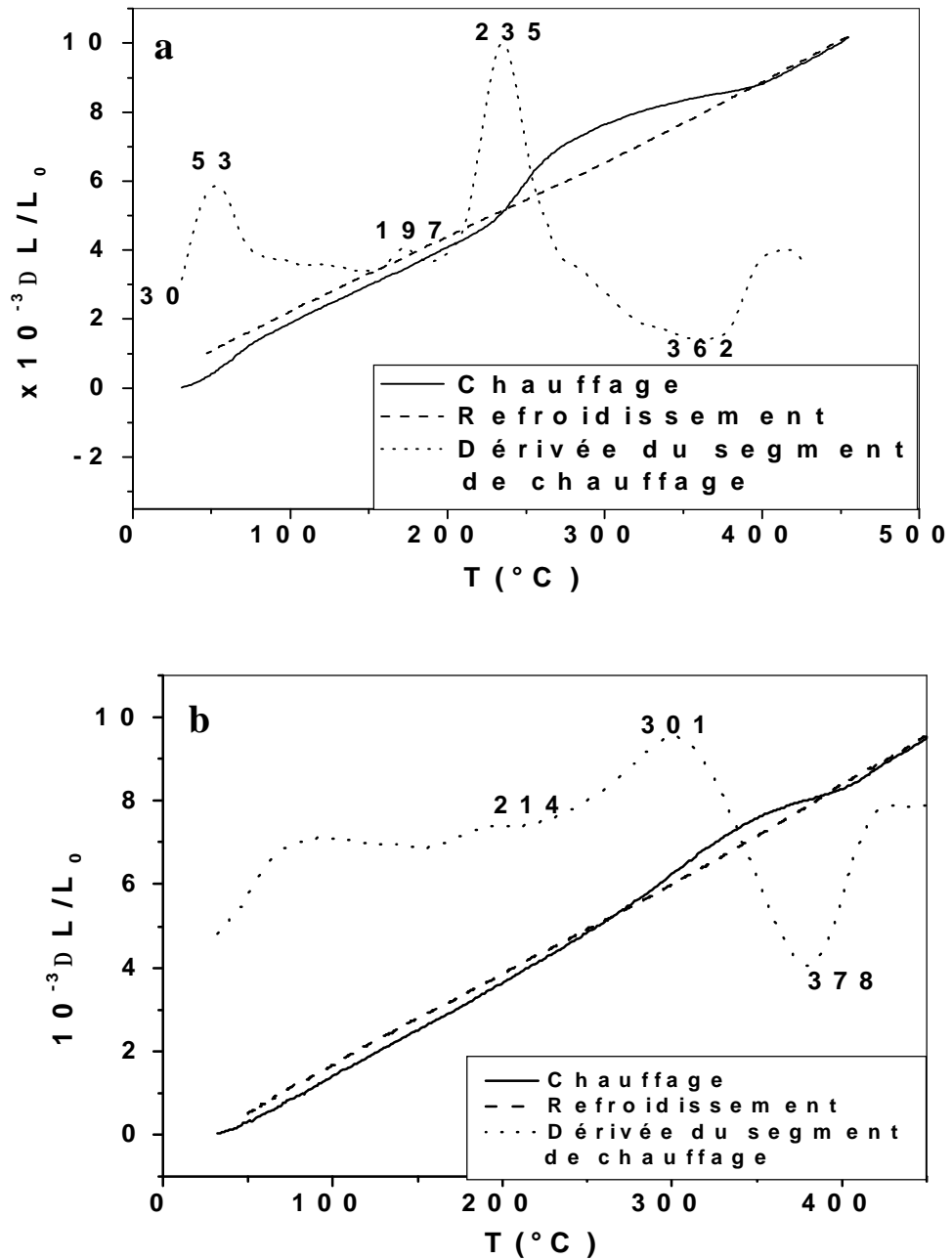


Fig. 5 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage ($2^{\circ}\text{C}/\text{min}$) d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430°C , trempé à l'eau et vieilli 24 mois à -15°C 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)..

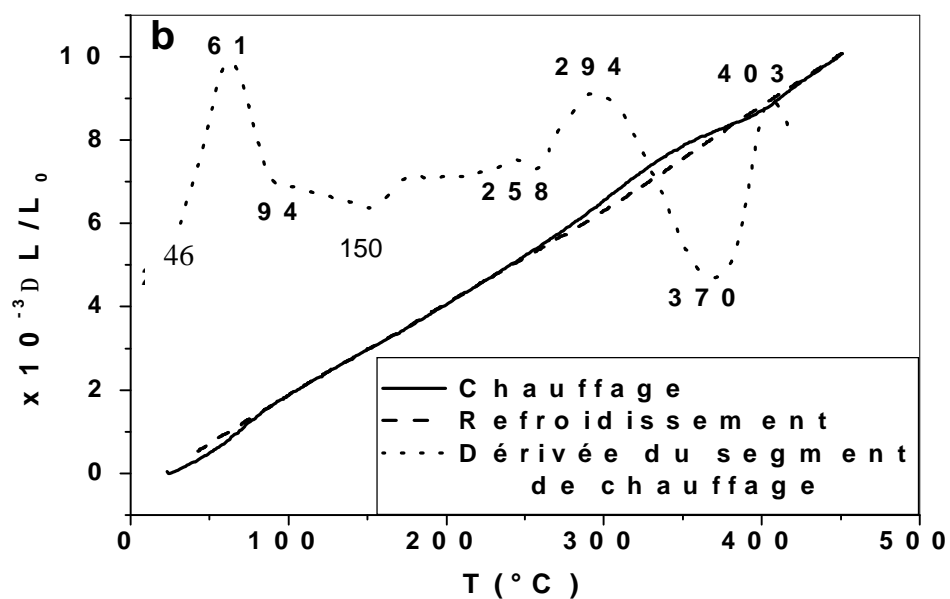
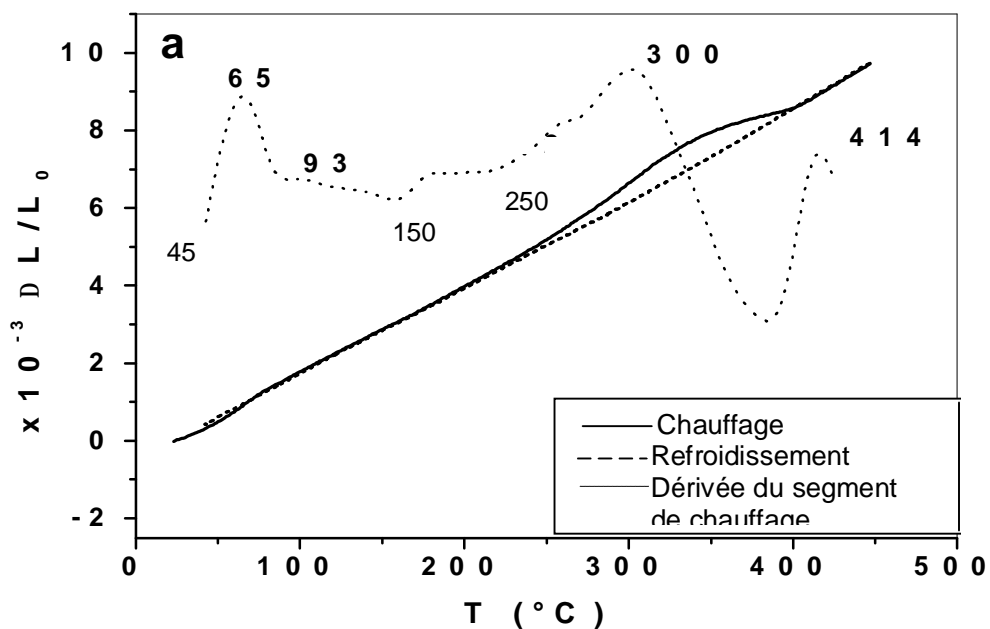


Fig. 6 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage ($2^{\circ}\text{C}/\text{min}$) d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430°C , trempé à l'eau et vieilli 24 mois à -15°C + 2 essais dilatométriques et congelé 12 mois (a) + 2cycles dilatométrique + 12 mois à -15°C (b).

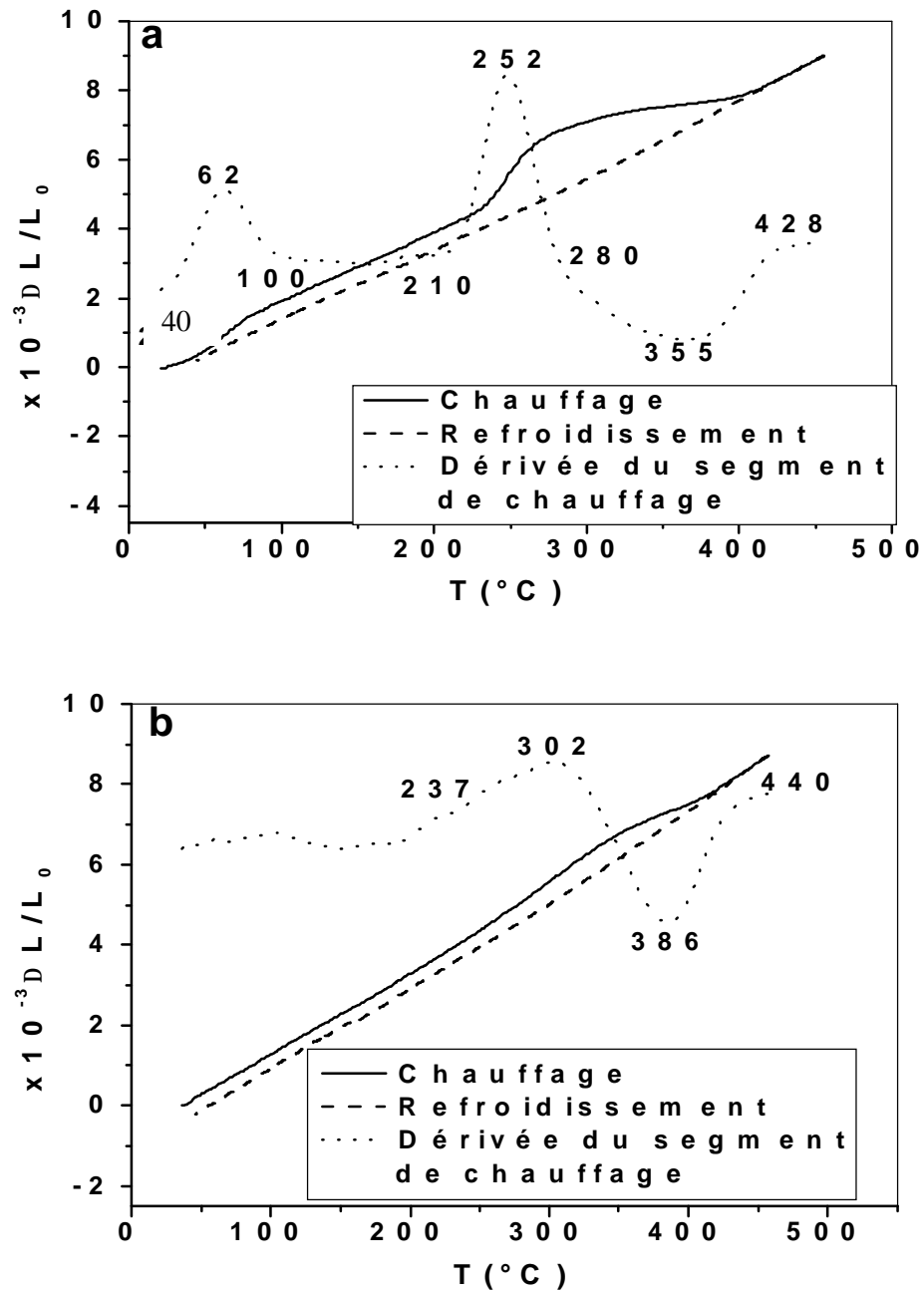


Fig. 7 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage ($2^\circ\text{C}/\text{min}$) d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430°C , trempé à l'eau et vieilli 30 mois à -15°C 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

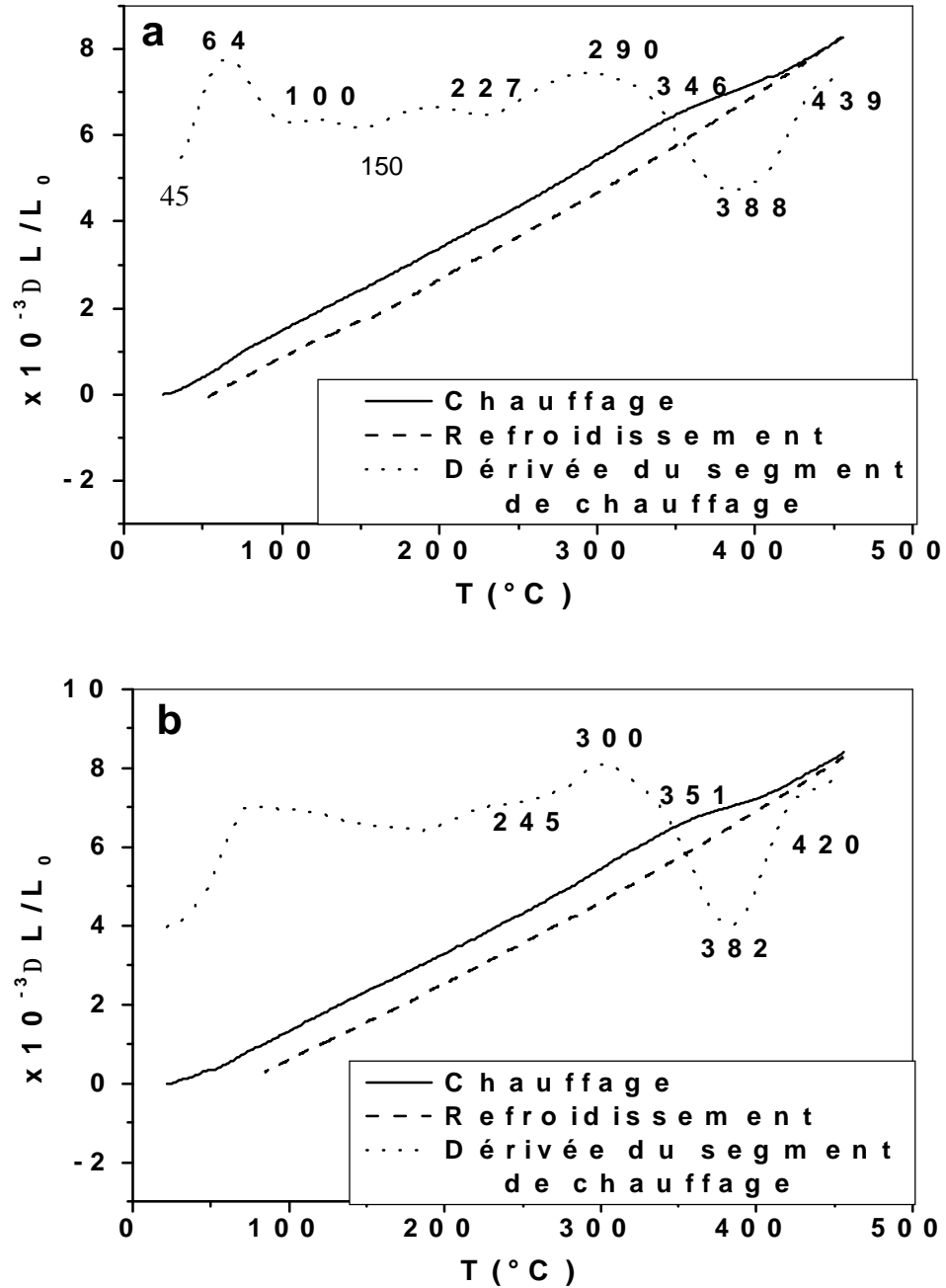


Fig. 8 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage ($2^\circ\text{C}/\text{min}$) d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430°C , trempé à l'eau et vieilli 30 mois à -15°C +2 essais dilatométriques+12 mois à -15°C : 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

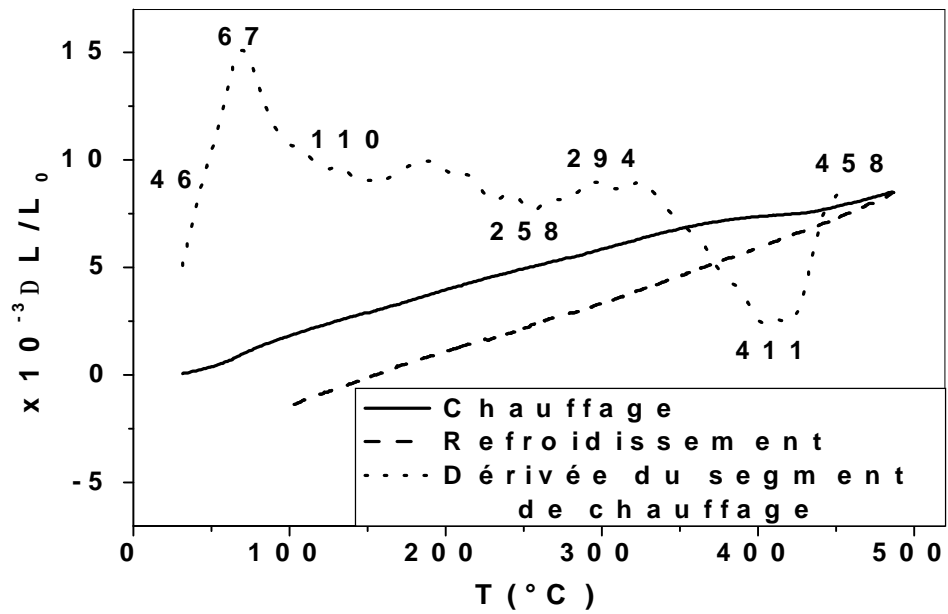


Fig. 9 : Courbe de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage ($2^{\circ}C/min$) d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à $430^{\circ}C$, trempé à l'eau et vieilli 24 mois à $-15^{\circ}C$ +2essais dilatométrique+18 mois à $-15^{\circ}C$.

1.C- Cas des échantillons maintenus à 25°C

La courbe dilatométrique du cycle complet avec la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et subi deux essais dilatométriques puis maintenu 2 mois à la température ambiante (Fig. 10a) présente une première expansion dans l'intervalle [36-150 °C] qui est due probablement à la dissolution des zones GP et une deuxième expansion qui présente un chevauchement de deux pics (expansions) suivi directement d'une contraction.

La courbe dilatométrique du cycle complet avec la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et subi deux essais dilatométriques puis maintenu 5,5 mois à la température ambiante (Fig. 10b) présente trois expansions et une seule contraction :

- une anomalie importante apparaît entre 225 et 424 °C, composée d'une expansion avec un pic de la courbe dérivée situé vers 320 °C suivi directement d'une contraction due à la précipitation des phase β' et β donnant une expansion suivie de leur dissolution donnant une contraction,
- une expansion supplémentaire dans l'intervalle [43-115 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé vers 80 °C, due à la dissolution des zones GP formés au cours du maintien pendant 5,5 mois apparemment sans la présence des lacunes hors d'équilibre ,
- on note la présence d'une petite expansion dans l'intervalle [159-225 °C].

La courbe dilatométrique du cycle complet avec la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé, trempé et subi deux essais dilatométriques puis vieilli pendant 8 mois (Fig. 11a) présente la même allure que celle de l'état précédent. La première expansion apparaît dans l'intervalle [56-120 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 87 °C dont on observe une augmentation de l'amplitude. L'expansion la plus importante débute à 252 °C avec un pic de la courbe dérivée situé vers 310 °C, suivie d'une contraction qui prend fin à 418 °C.

Un deuxième cycle (Fig. 11b) réalisé juste après le premier montre :

-la disparition de la première expansion qui est traduite par la dissolution totale des zones GP au cours du premier cycle.

-que le maximum de l'expansion due à la formation de β' et/ou β est décalé vers les hautes températures par rapport à celui du premier cycle et qui apparaît à la température 330 °C,

-l'expansion est suivie d'une contraction qui est due à la dissolution de β et/ou β' .

Le prolongement du temps de maintien jusqu'à 12 mois après les deux essais dilatométriques de la même échantillon (Fig. 12), mène à l'augmentation de l'amplitude de l'expansion due à la dissolution des zones GP qui apparaît pratiquement dans le même intervalle de température suivie d'une petite expansion qui garde la même ampleur, alors que l'expansion due à la formation de β et/ou β' apparaît avec un pic de la courbe dérivée situé vers 303 °C est suivie directement d'une contraction.

La courbe dilatométrique d'un échantillon homogénéisé, trempé et mûri pendant 7,5 ans à la température ambiante (Fig. 13a) présente la même allure que celle de l'état de trempé mais avec un pic de la courbe dérivée de l'expansion (dissolution des zones GP) plus étalé ; le deuxième cycle de la même échantillon (Fig. 13b) mène à la disparition de ce pic et au décalage des autres pics de la courbe dérivée vers les hautes températures.

Un troisième cycle réalisé après 15 mois de maintien de la même échantillon (Fig. 14a) mène à la réapparition de l'expansion due à la dissolution des zones GP dans le même intervalle de température suivie d'une petite expansion dans l'intervalle [150-162 °C]. La grande expansion débute vers 262 °C avec un pic de la courbe dérivée situé vers 314 °C suivie d'une contraction.

Un 4^{ème} cycle réalisé juste (Fig. 14b) après sur le même échantillon, mène toujours à la disparition du pic dû à la dissolution des zones GP.

Les mêmes effets sont observés pour les échantillons traités comme suit :

- vieilli 24 mois à la température ambiante + deux essais dilatométriques (Fig. 15) + 20 mois à la température ambiante (Fig. 16),
- trempé + deux essais dilatométriques + 21 mois à la température ambiante (Fig. 17),
- vieilli 32 mois à la température ambiante + un essais dilatométriques (Fig. 18) + 30 mois à la température ambiante (Fig. 19).

Le maintien à la température ambiante, après les deux essais dilatométriques successifs, mène toujours à la réapparition de l'expansion due à la dissolution des zones GP et à la réapparition de la petite expansion qui débute à la température du fin de la dissolution des zones GP et prend fin à la température de début de la grande expansion due à la formation des phases β' et/ou β . Le deuxième cycle dilatométrique de ces échantillons mène à la disparition de l'expansion due à la dissolution des zones GP.

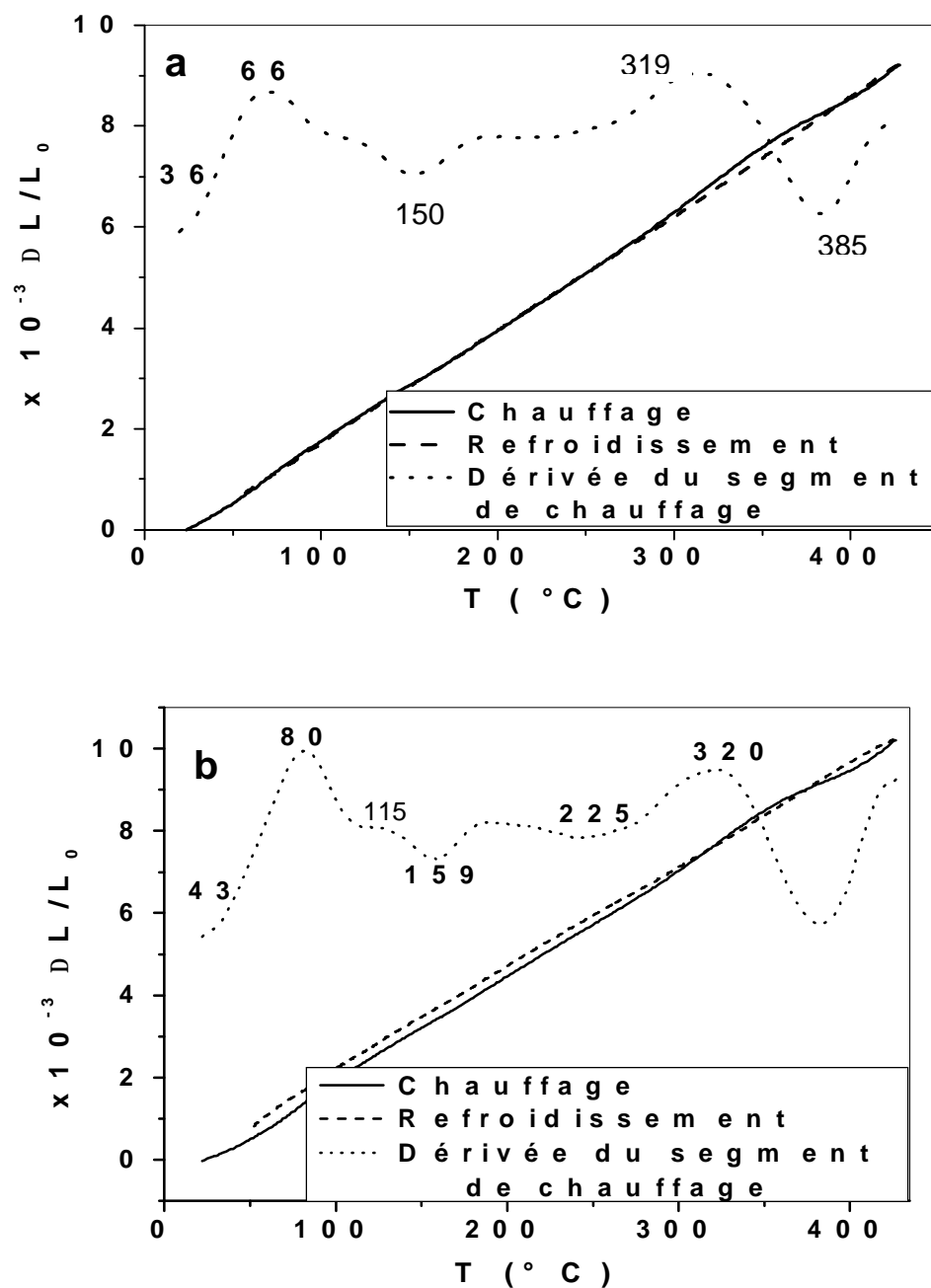


Fig. 10 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques, ensuite mûris à la température ambiante pendant 2 mois (a) 5.5 mois (b)

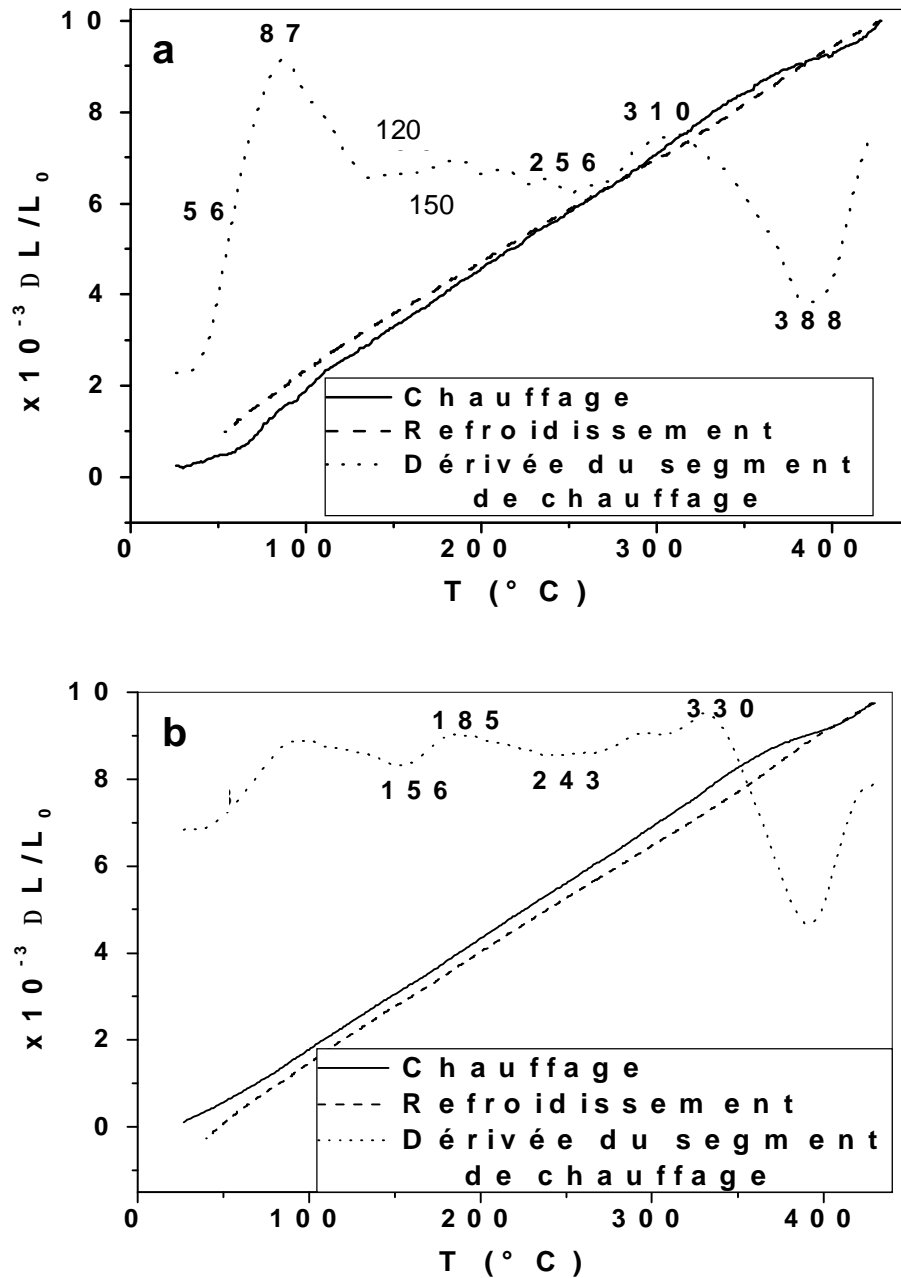


Fig. 11 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques ensuite mûri 8 mois à la température ambiante : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

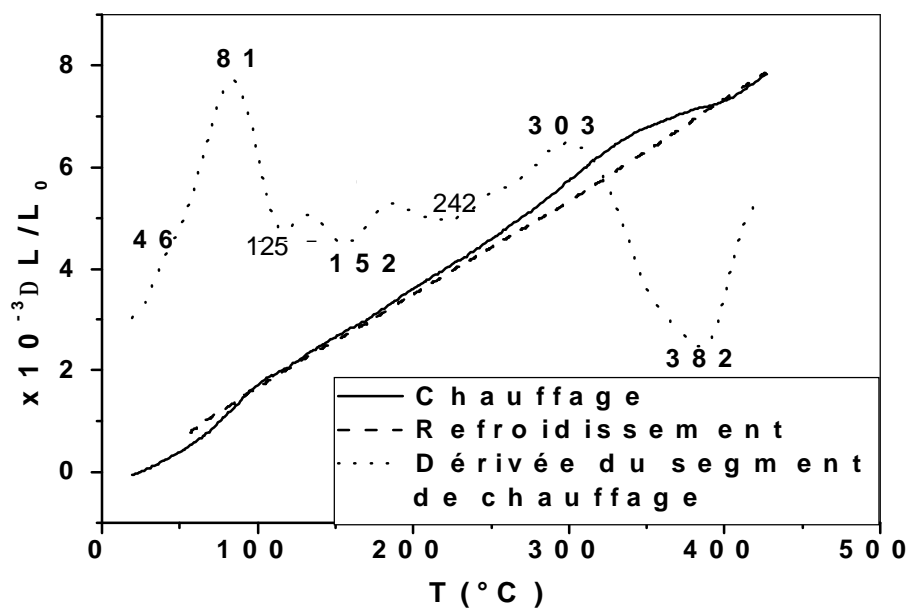


Fig. 12 : Courbe de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et subi deux essais dilatométriques, ensuite mûri 12 mois à la température ambiante.

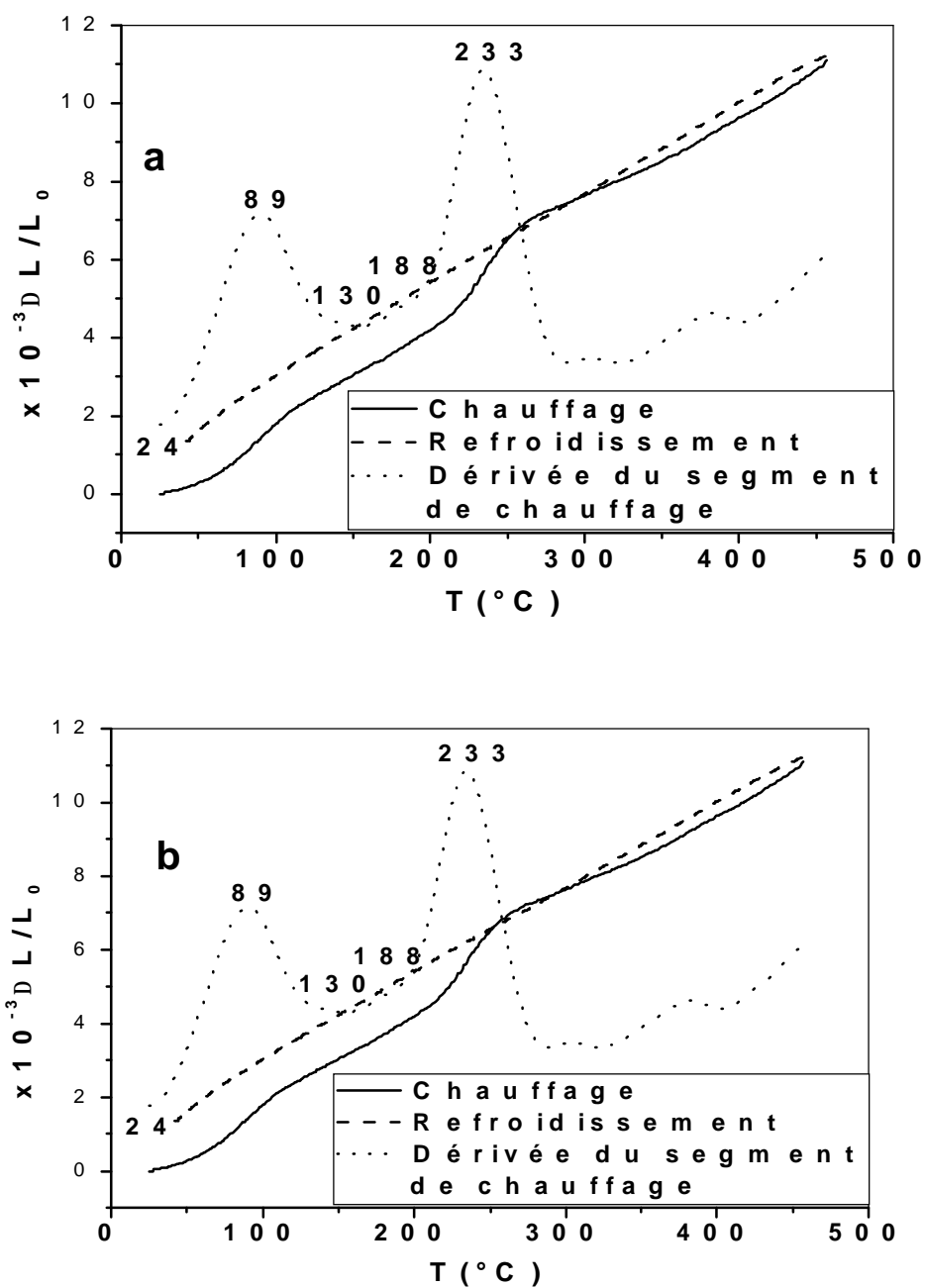


Fig. 13 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C trempé et mûris 7,5 ans à la température ambiante : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

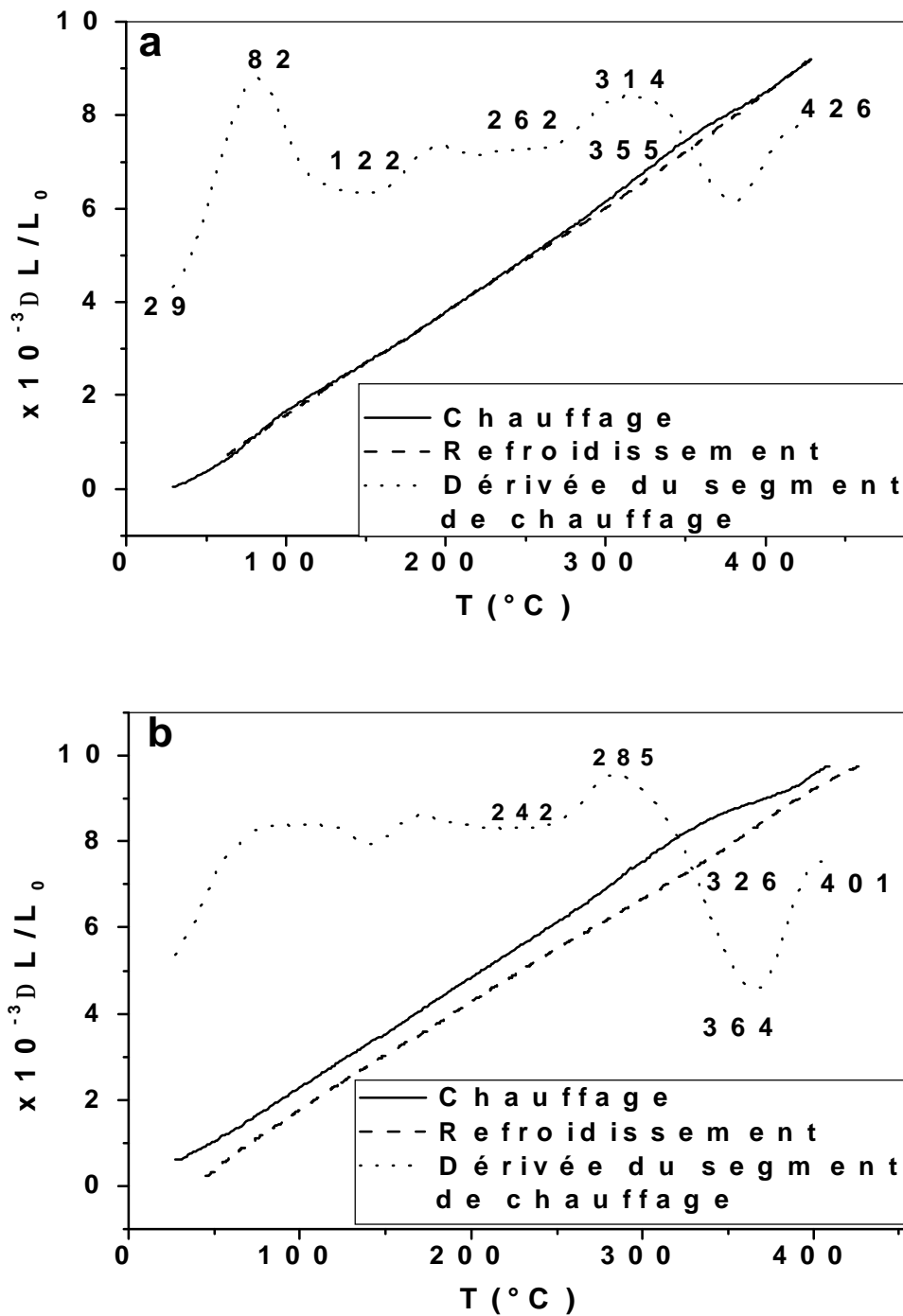


Fig. 14: Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% Mg mass. homogénéisé 17 h à 430°C trempé et mûris 7,5 ans à la température ambiante avant de subir deux essais dilatométriques et un vieillissement naturel de 15 mois à température ambiante : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

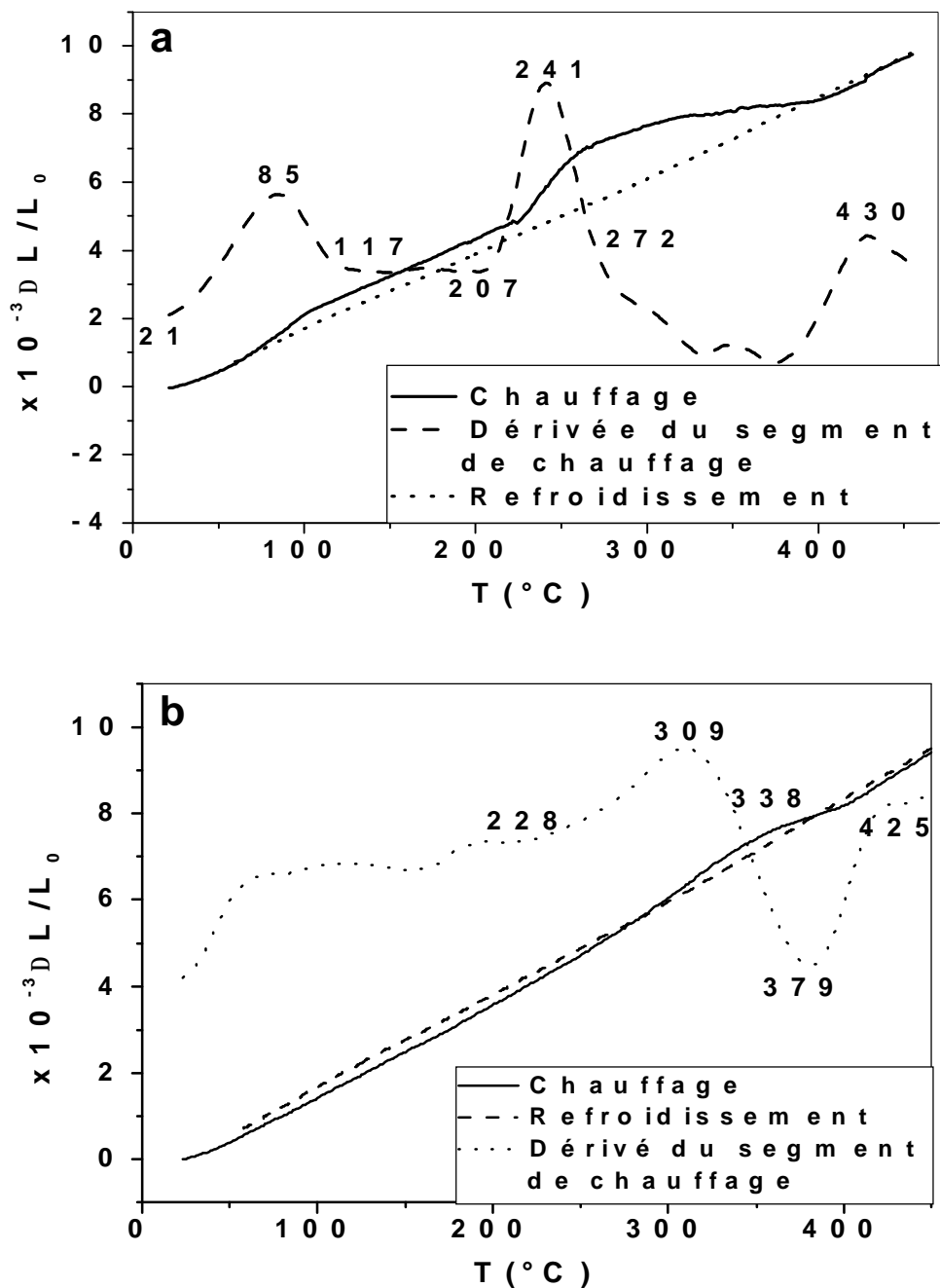


Fig. 15 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C et vieilli 24 mois à température ambiante: 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

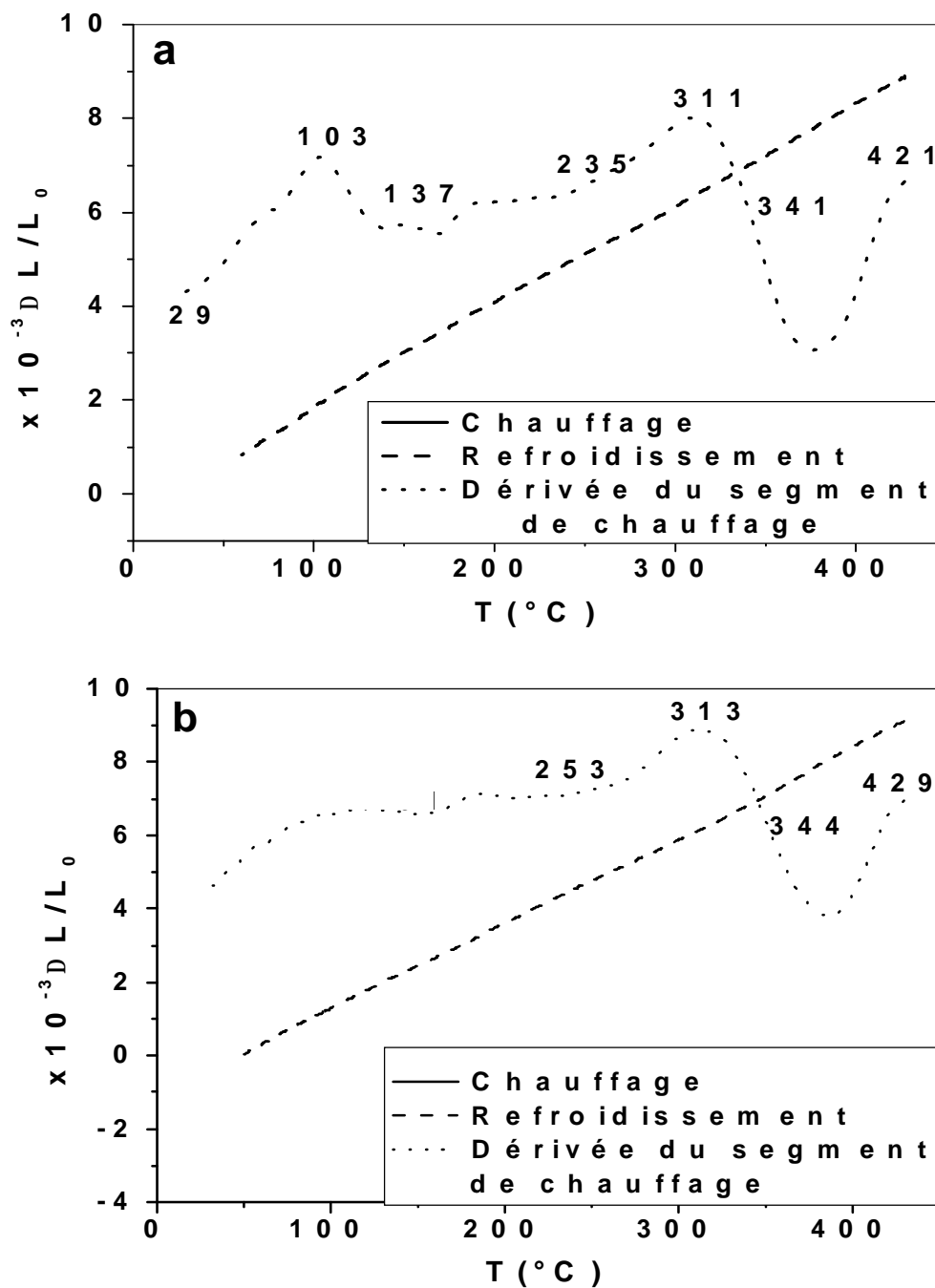


Fig. 16 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C et vieilli 24 mois à la température ambiante avant de subir deux essais dilatométriques et un vieillissement naturel de 20 mois : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

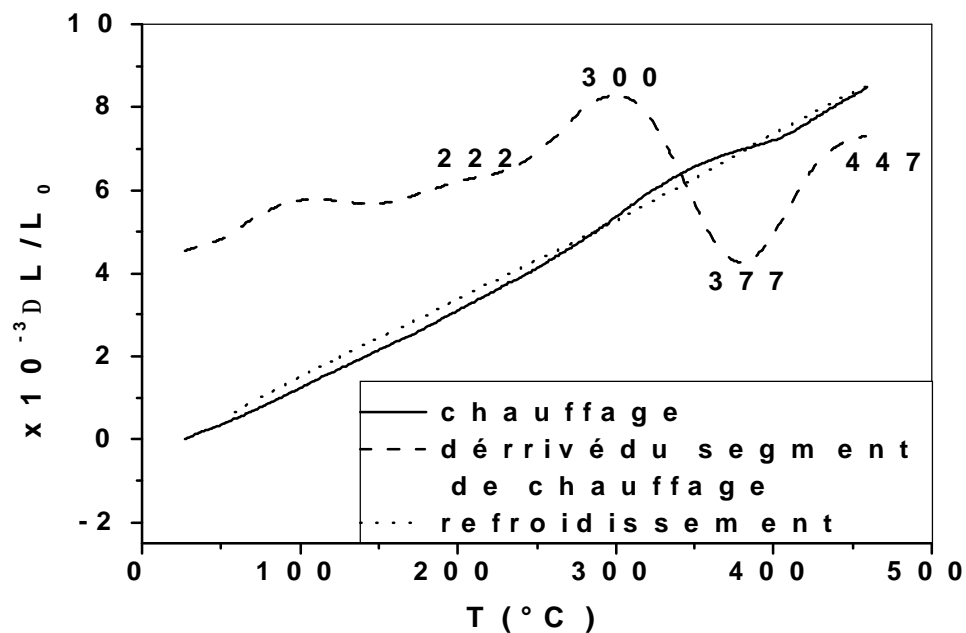
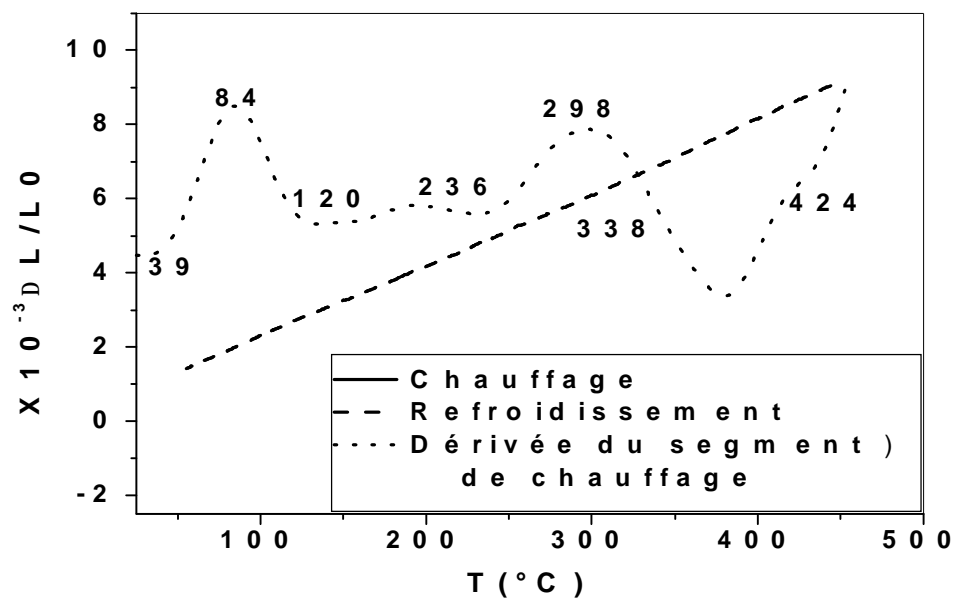


Fig. 17 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques et un vieillissement naturel de 21 mois à la température ambiante : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

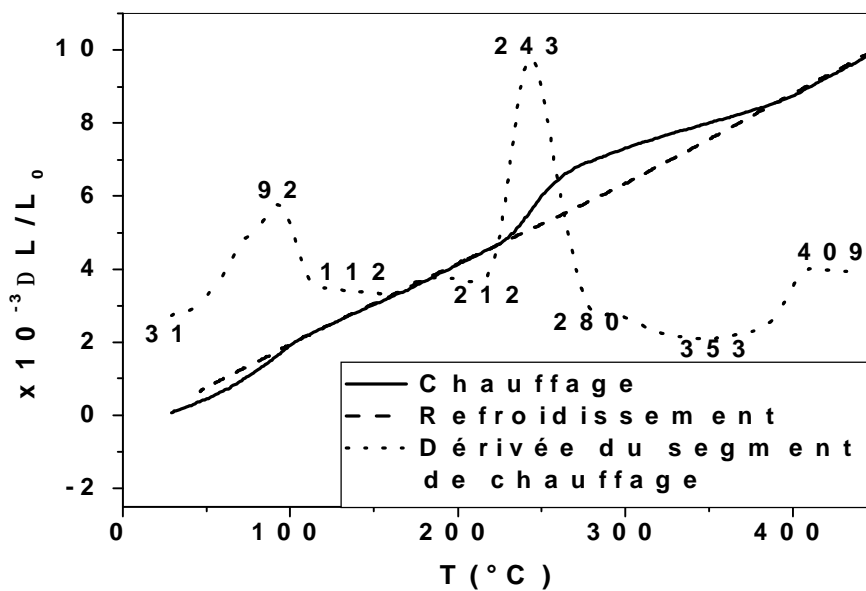


Fig. 18 : Courbe de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C trempé et vieilli 32 mois à la température ambiante.

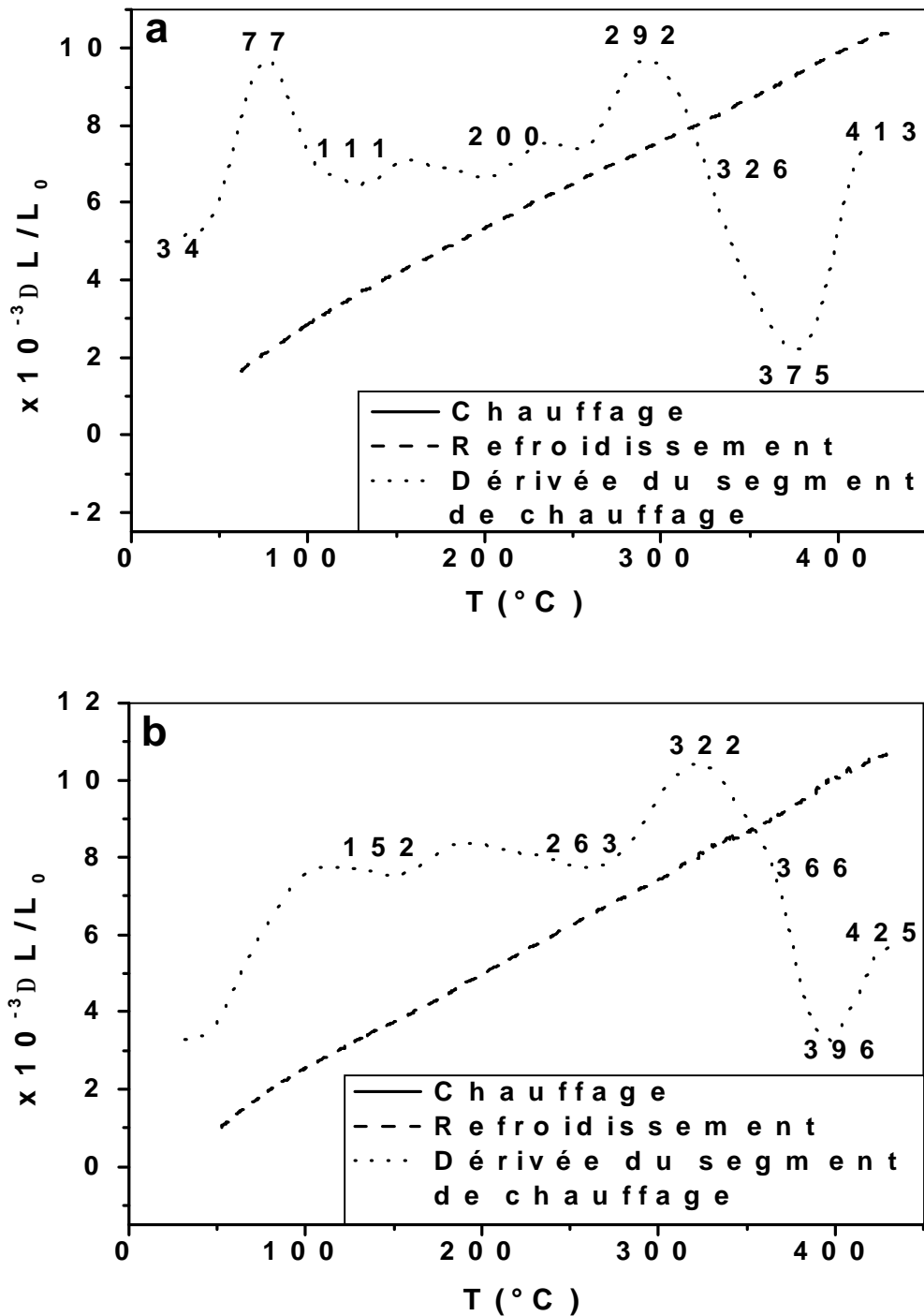


Fig. 19 : Courbes de dilatation $\Delta L/L_0=f(T)$ du cycle complet et dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et vieilli 32 mois à température ambiante avant de subir un essai dilatométrique et un vieillissement naturel de 30 mois : 1^{ère} cycle (a) 2^{ème} cycle (b).

2- Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle

2.a- Cas de l'échantillon trempé

La courbe de DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse de 5°C/mn d'un échantillon homogénéisé et trempé (Fig. 20a) présente deux pics endothermiques et un pic exothermique. Le premier pic endothermique apparaît dans l'intervalle [47-95 °C] avec un maximum situé vers 70 °C et le pic exothermique apparaît dans l'intervalle [211-359 °C] avec un maximum situé vers 303 °C suivi directement d'un pic endothermique dans le domaine de température [359-421 °C]. Un deuxième (Fig. 20.b) cycle mène à la diminution de l'amplitude du premier pic endothermique avec un décalage des autres pics vers les hautes températures.

2.b- Cas des échantillons congelés

La courbe de DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse de 5 °C/mn d'un échantillon homogénéisé, trempé et vieilli pendant 6 mois à -15 °C (Fig. 21a) à la même allure que celle de l'état de trempé. Le premier pic endothermique apparaît dans l'intervalle [43-107 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 76 °C ; le pic exothermique apparaît dans l'intervalle [266-355 °C] avec un maximum de la courbe du DSC situé vers 321 °C suivi directement d'un pic endothermique.

Un deuxième cycle (Fig. 21b) mène à la disparition du 1^{er} pic endothermique avec le décalage des autres pics vers les hautes températures.

Un troisième cycle réalisé après 6 mois de maintien à -15 °C (Fig. 22a) donne une courbe qui ne présente pas le pic de dissolution des zones GP mais avec la présence des pics exothermiques et endothermiques qui sont dus respectivement à la formation et la dissolution des phases β' et /ou β .

Le prolongement du temps de maintien jusqu'à 10 mois après les deux essais de DSC du même échantillon donne une courbe (Fig. 23a) qui présente un pic exothermique dans l'intervalle [249-353 °C] suivi d'un pic endothermique dans le domaine [353-425 °C] avec l'absence du premier pic endothermique dû à la dissolution des zones GP. Cependant 12 mois de maintien après les essais thermiques réalisés dans la DSC on observe (Fig. 23b) un pic endothermique dans l'intervalle [60-97 °C] dû certainement à la dissolution des zones GP comme il a été déjà remarqué sur les courbes dilatométriques dans le même domaine de température (par la présence d'une expansion) ; on observe aussi l'existence d'un pic exothermique complexe plus étalé

(superposition de deux pics) dans l'intervalle [145-374 °C] suivi directement d'un pic endothermique.

La courbe calorimétrique obtenue après 12 mois de maintien au congélateur de l'échantillon vieilli 30 mois (Fig. 24a) donne un pic endothermique dans l'intervalle [57-104 °C] dû à la dissolution des zones GP formées certainement au cours du maintien de 12 mois ; cependant le pic exothermique apparaît cette fois ci dans l'intervalle [265-351 °C] il est suivi d'un autre pic endothermique qui débute vers 351 °C et prend fin vers 430 °C. Ce dernier échantillon a subi un quatrième cycle (DSC) juste après le 3^{ème} (Fig. 24b) ; il a conduit à la disparition du 1^{er} pic endothermique et à la diminution de l'amplitude des pics exothermique et endothermique et leur décalage vers les hautes températures.

La courbe de DSC obtenue au cours du chauffage de l'échantillon homogénéisé, trempé et vieilli 24 mois (Fig. 25a) présente :

- un pic endothermique dans l'intervalle [56-106 °C] avec un minimum situé vers 76 °C,
- un pic exothermique dans l'intervalle [208-322 °C] avec un maximum situé vers 289 °C suivi d'un pic endothermique. Un deuxième essai du même échantillon (Fig. 25b) mène à la disparition du 1^{er} pic avec la diminution de l'amplitude du pic exothermique et du pic endothermique et leur décalage vers les hautes températures.

Un troisième cycle après 18 mois de maintien du même échantillon (Fig. 26) mène à :

- la réapparition du premier pic endothermique dû certainement à la dissolution des zones GP formées au cours de ce dernier maintien, mais ce pic apparaît cette fois ci dans le domaine [45-84 °C],
- un pic exothermique observé dans l'intervalle [219-318 °C] avec un maximum situé vers 284 °C,
- un pic endothermique dans l'intervalle [318-427 °C] avec un pic situé vers 390 °C.

Après 21 mois de maintien on a réalisé un essai de DSC de l'échantillon vieilli pendant 30 mois et ayant subi 2 cycles de DSC (Fig. 27a), on observe toujours l'apparition de l'effet de la dissolution des zones GP qui sont formées au cours du maintien de 21 mois au congélateur avec la formation des phases β et/ou β' (pic exothermique) et leur dissolution (pic endothermique). Un deuxième cycle réalisé juste après sur le même échantillon (Fig. 27b), conduit à la disparition du premier pic endothermique.

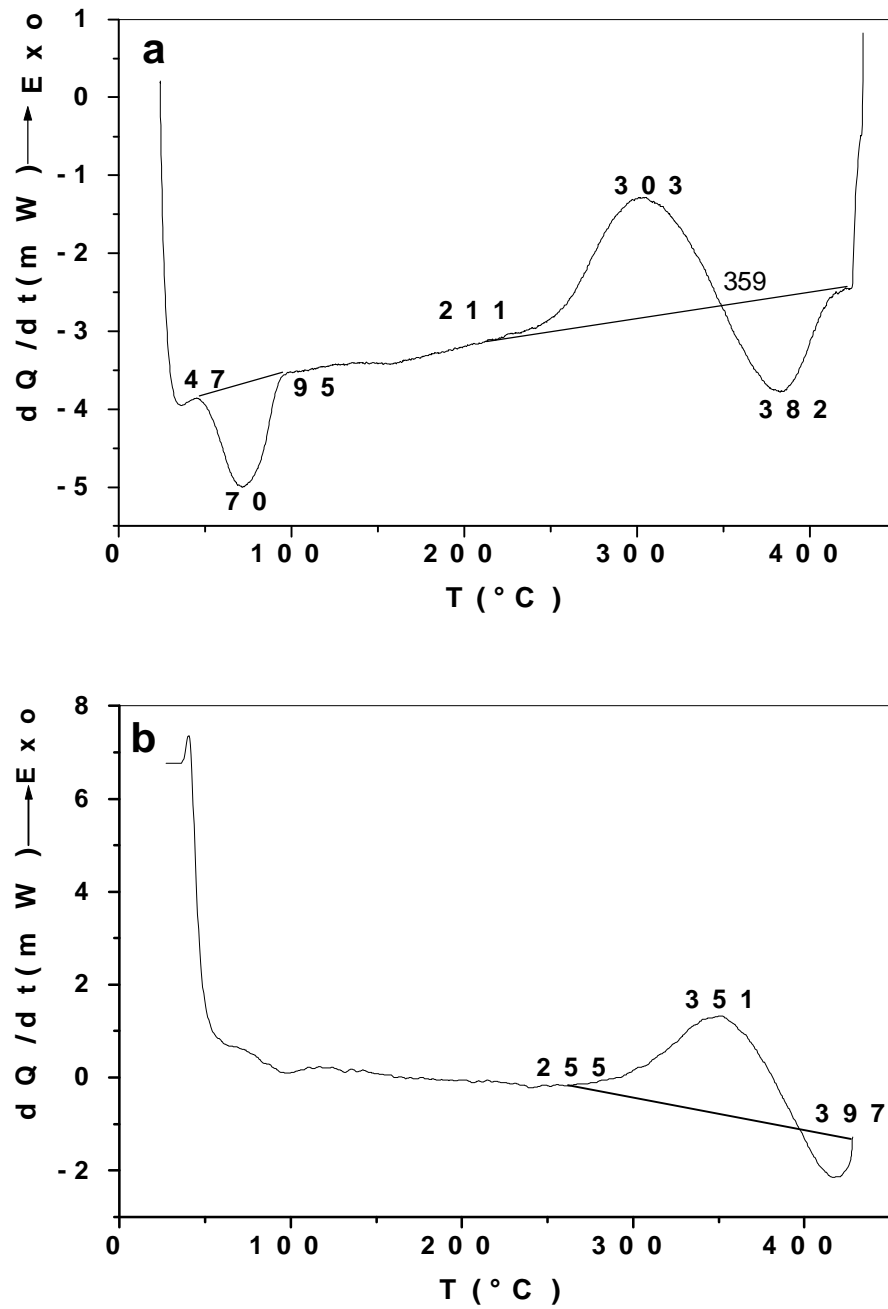


Fig. 20 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé et trempé : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

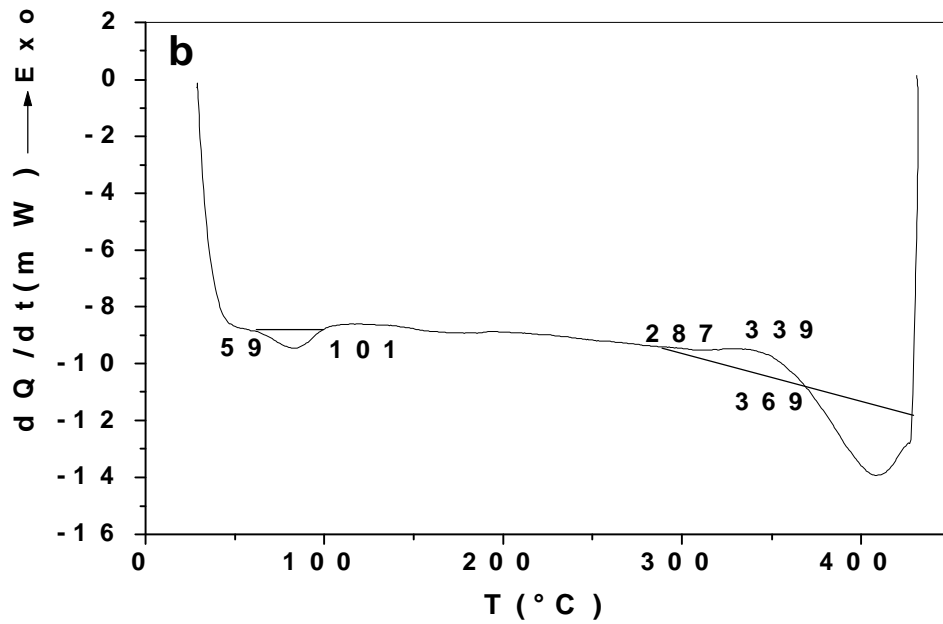
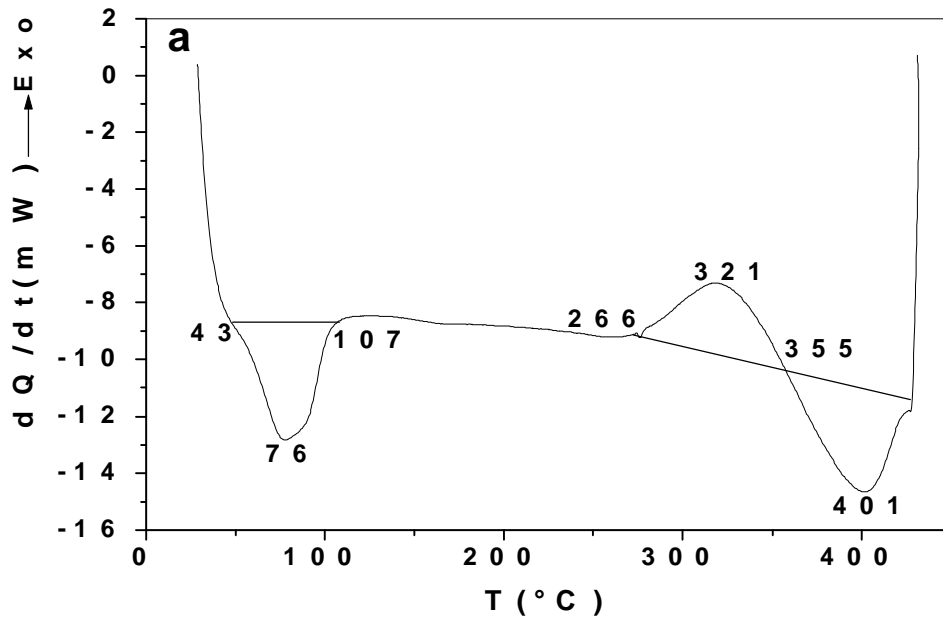


Fig. 21 : Courbe DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 6 mois à -15 C : 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle(b).

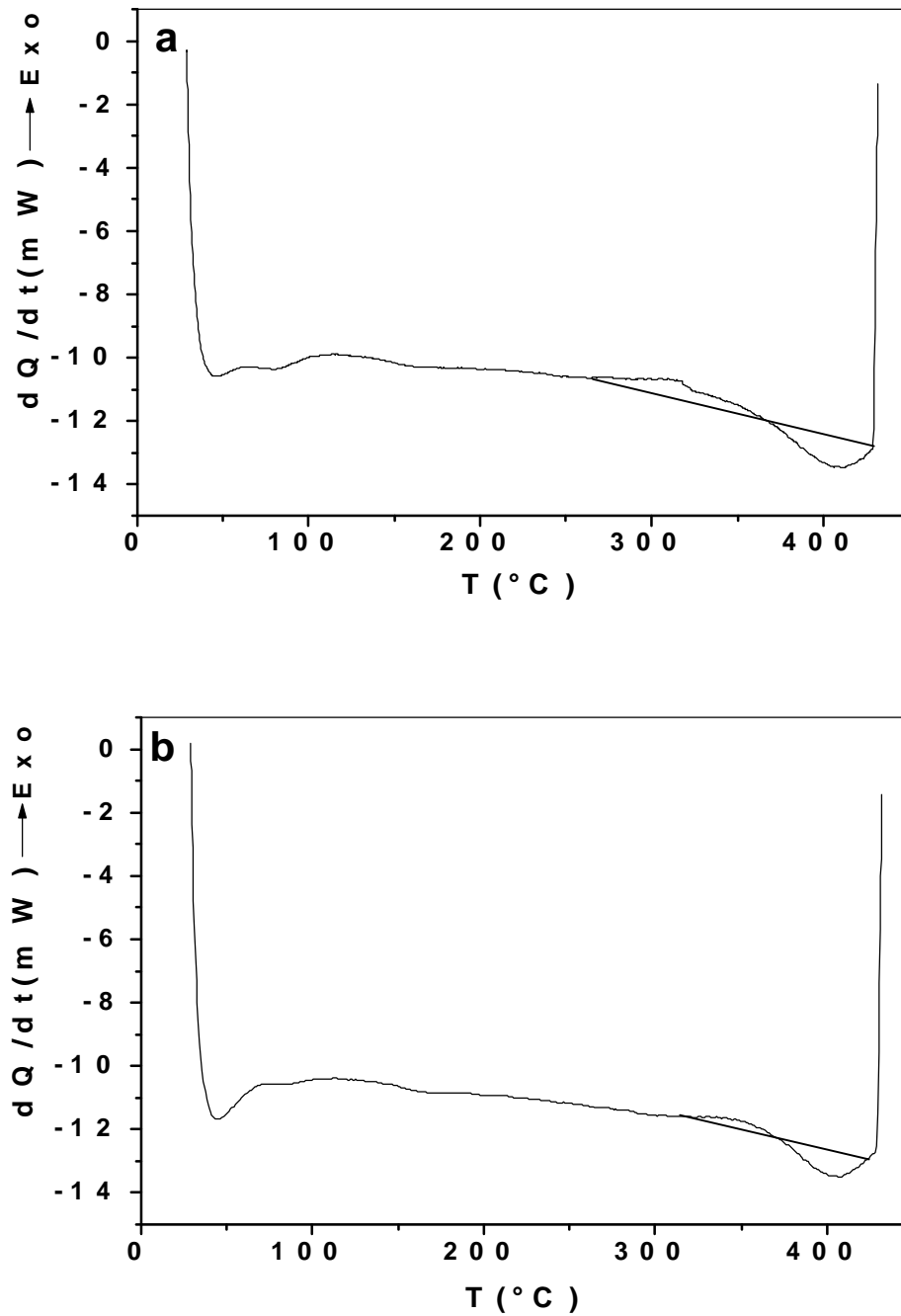


Fig. 22 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 6 mois à $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ avant de subir deux essais de DSC et un vieillissement de 6 mois à $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$: 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)

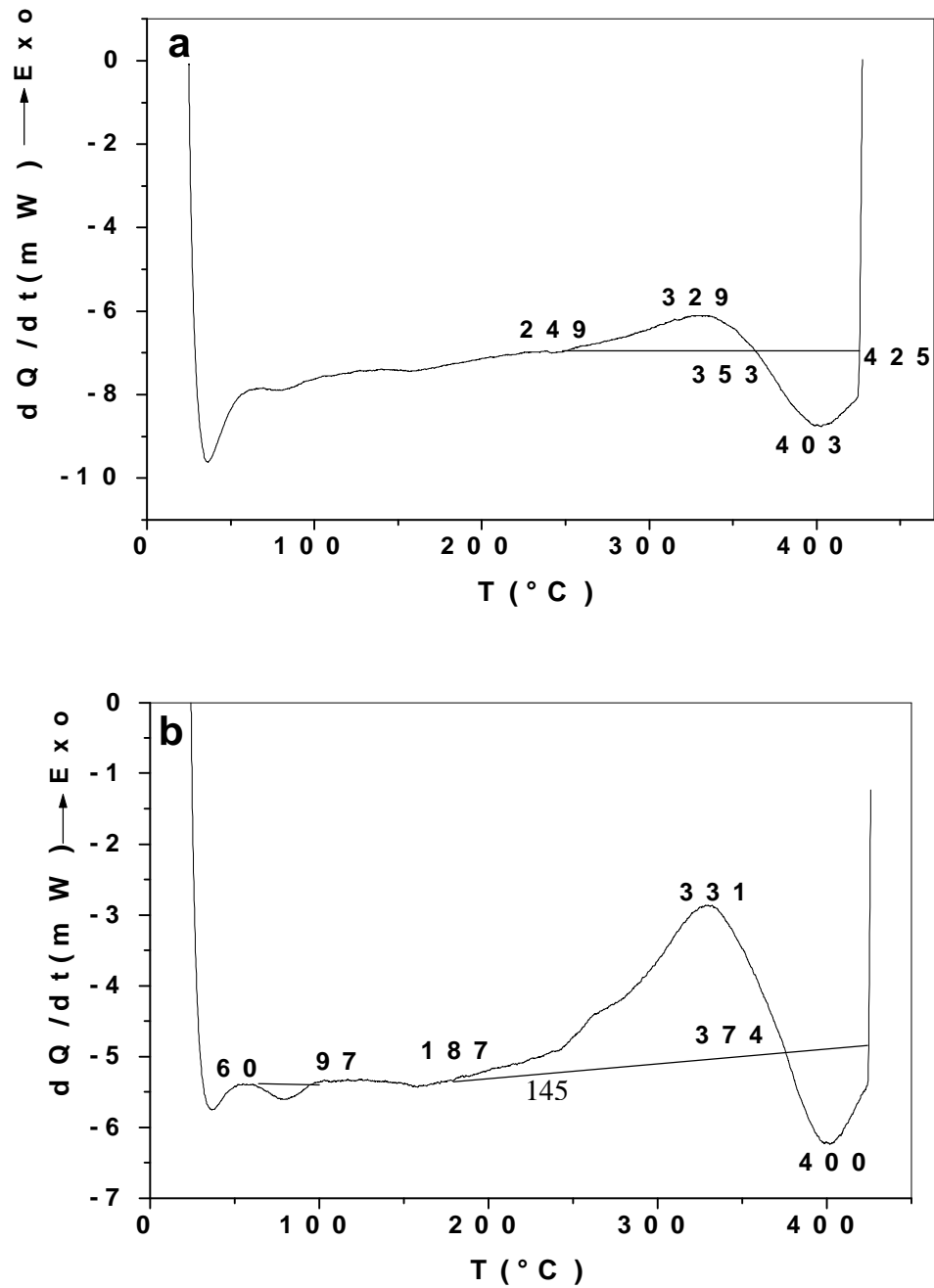


Fig. 23: Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 6 mois à -15 °C avant de subir un essai de DSC et un vieillissement de 10 mois (a) et 12 mois (b).

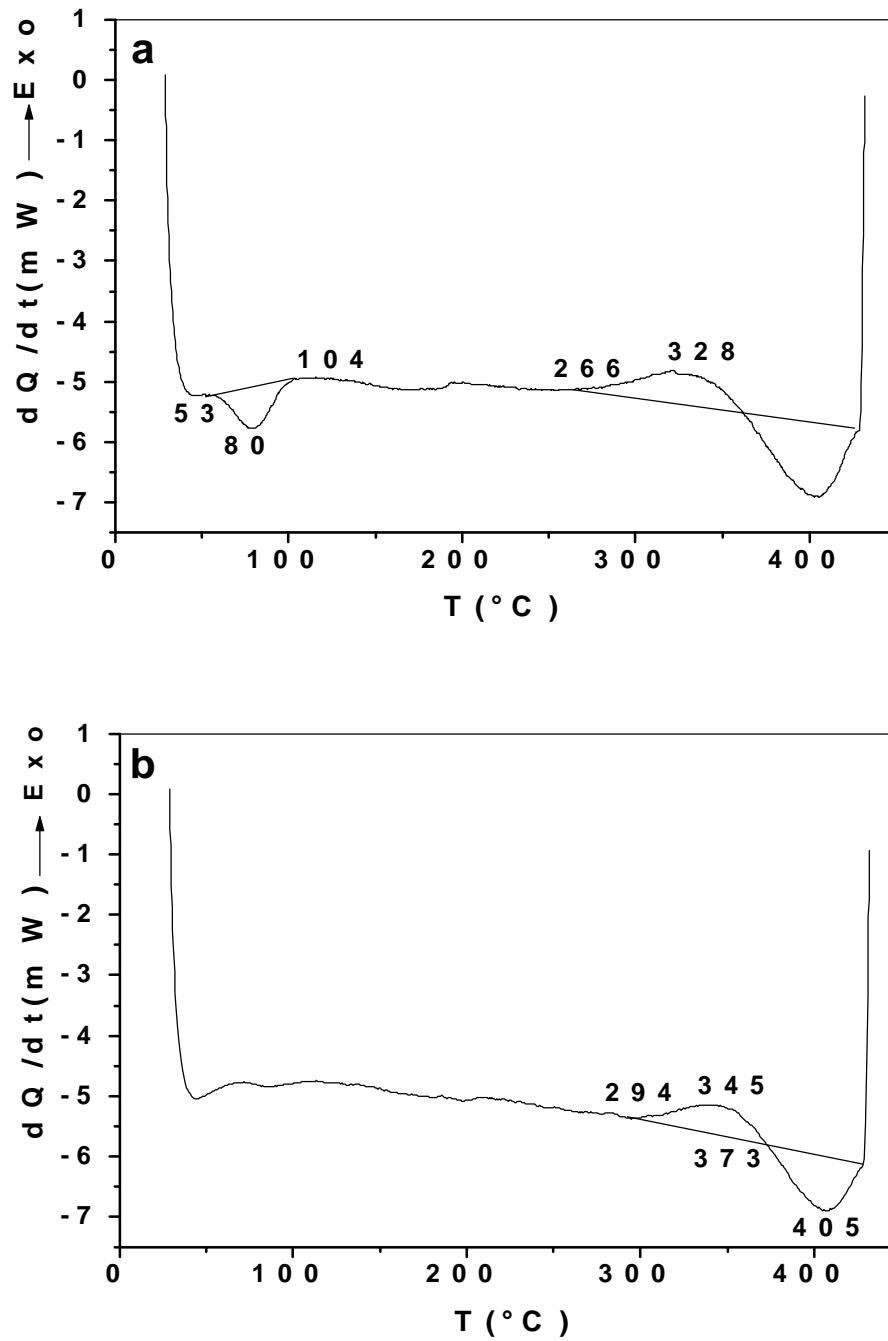


Fig. 24 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 30 mois à -15°C avant de subir 2 essais de DSC et un vieillissement de 12mois à -15°C 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)

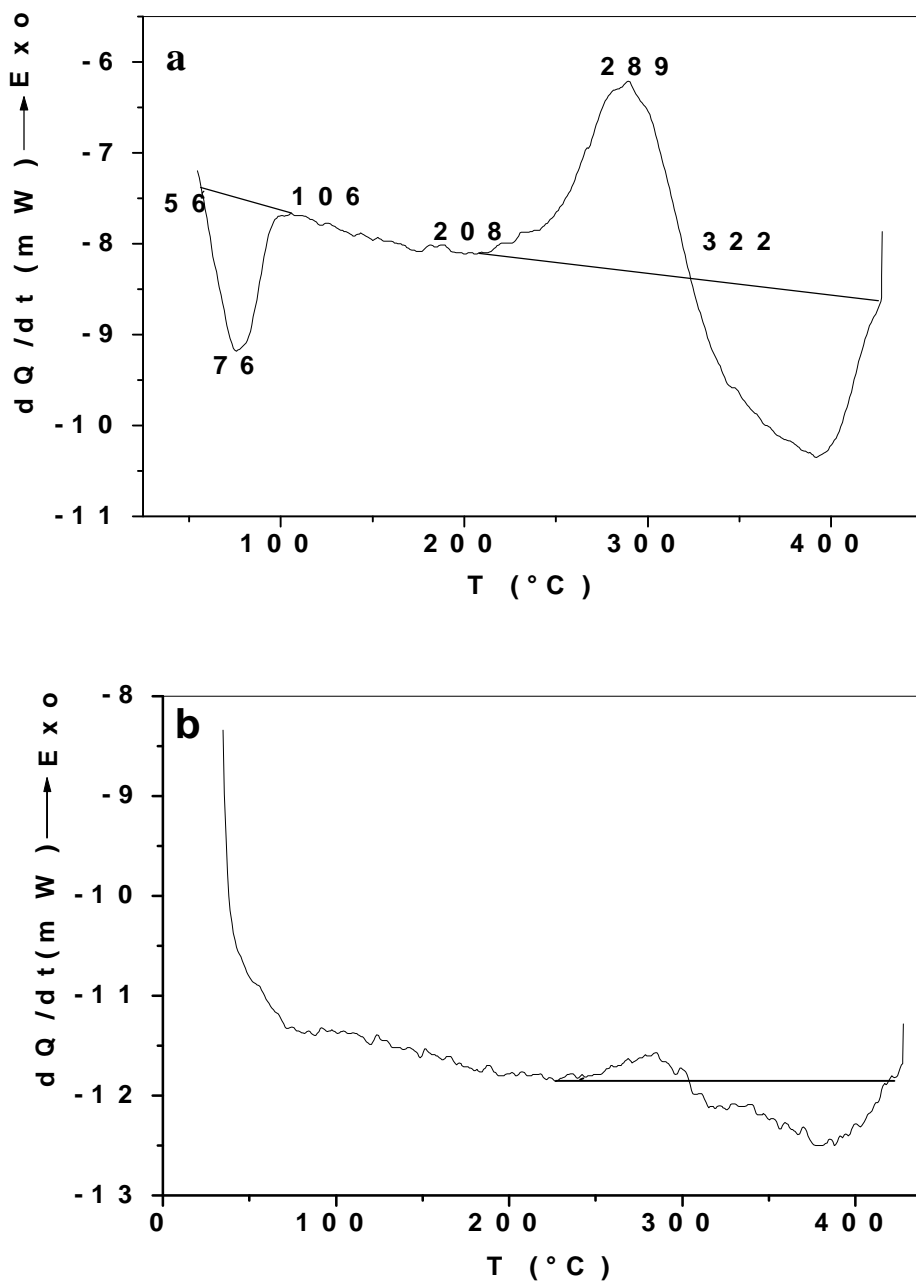


Fig. 25 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 24 mois à -15 °C 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)

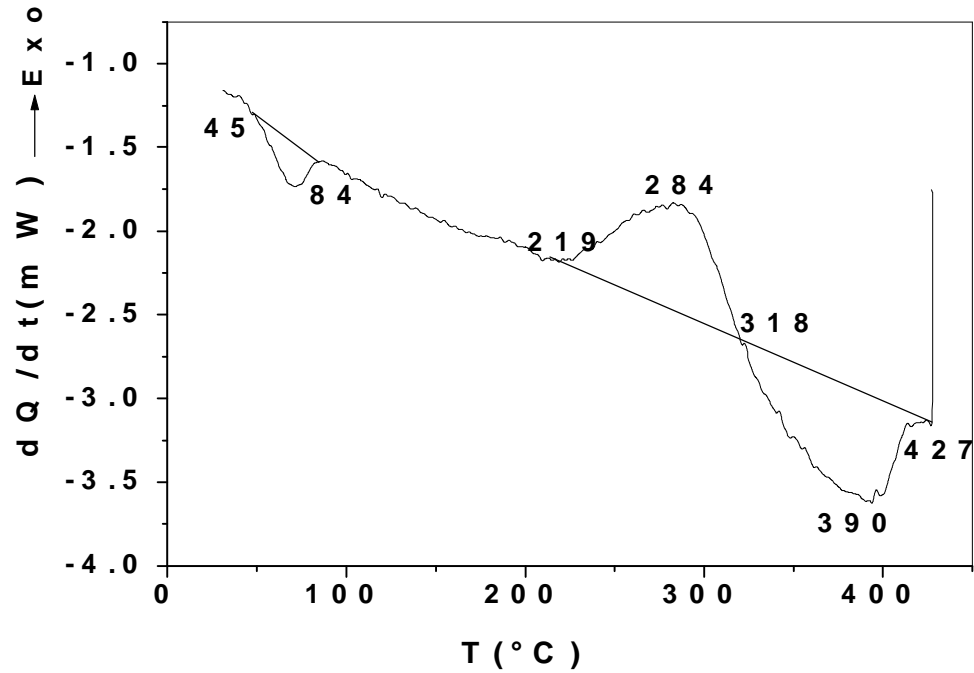


Fig. 26 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 24 mois à $-15^{\circ}C$ avant de subir 2 essais de DSC et un vieillissement de 18 mois à $-15^{\circ}C$.

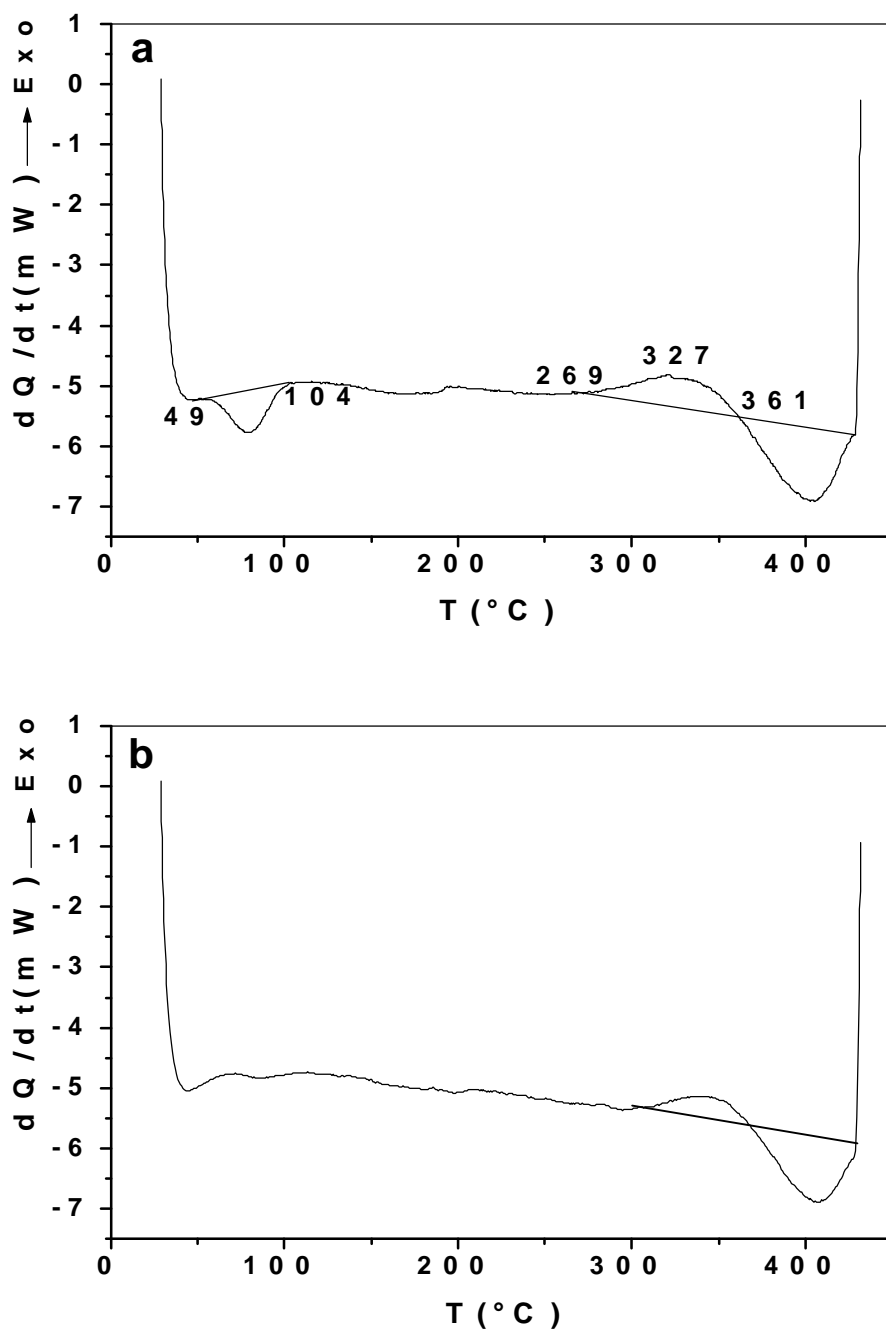


Fig. 27 : Courbe DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al- 12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 30mois à $-15^{\circ}C$ avant de subir 2 essais de DSC et un vieillissement de 21 mois à $-15^{\circ}C$ 1^{ère} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

2. C- Cas des échantillons maintenus à 25°C

La courbe de DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse de 5 °C/ mn d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais de DSC puis vieilli 2 mois (Fig. 28a) présente deux pics endothermiques et un pic exothermique.

Le premier pic endothermique situé dans l'intervalle [58-105 °C] est dû à la dissolution des zones GP formées certainement au cours du maintien de 2 mois, après les deux cycles thermiques de DSC avec des vitesses de refroidissement assez faibles. Ce qui nous mène à dire que les zones GP peuvent se former après 2 mois sans la présence des lacunes hors d'équilibre. Cependant, le pic exothermique débute à 208 °C avec un maximum situé vers 378 °C et il correspond à la formation des phases β et/ou β' , suivi directement d'un pic endothermique dû à leur dissolution.

Le prolongement du temps de maintien jusqu'à 5,5 mois après les deux cycles de DSC de l'échantillon homogénéisé et trempé (Fig. 28b), avec des vitesses de refroidissement égales à (2 °C/mn) pour le premier cycle et de (1°C/mn) pour le deuxième, montre que le pic de dissolution des zones GP augmente en amplitude et apparaît cette fois-ci dans l'intervalle [57-111 °C], alors que le pic exothermique est décalé vers les hautes températures [211-362 °C] avec un maximum situé vers 328 °C suivi directement d'un pic endothermique.

La courbe de DSC obtenue au cours de chauffage avec une vitesse de 5 °C/mn d'un échantillon vieilli pendant 8 mois à température ambiante après les deux cycles thermiques de l'échantillon trempé (Fig. 29a) présente :

- -un pic endothermique qui apparaît dans l'intervalle [56-117 °C] avec une amplitude plus importante,
- -un pic exothermique dans l'intervalle [229-373 °C] avec un maximum situé vers 329 °C,
- -un deuxième pic endothermique qui débute vers 350 °C avec un minimum situé vers 407 °C.

La courbe DSC obtenue après 12 mois de maintien à la température ambiante après les deux essais de DSC de l'échantillon trempé (Fig. 30), présente un pic de dissolution des zones GP plus important et qui est décalé vers l'intervalle [53-121 °C] mais dont le début reste pratiquement à la même température cependant le minimum est à 334 °C avec un maximum situé vers 334 °C.

La courbe de DSC obtenue au cours du chauffage de l'échantillon vieilli 7,5 ans à la température ambiante (Fig. 31a) présente la même allure que celle observée au cours des premiers cycles des cas précédents, et est composée de deux pics endothermiques et un seul pic exothermique. Le premier pic endothermique apparaît dans l'intervalle [50-134 °C] avec un minimum situé vers 99 °C, et le pic exothermique débute à 231 °C avec un maximum situé vers 294 °C suivi d'un pic endothermique dont le minimum est situé vers 399 °C.

Un 2^{ème} cycle (Fig. 31b) mène à la diminution de l'amplitude du pic exothermique et à son décalage vers les hautes températures.

Un 3^{ème} cycle après 15 mois de maintien (Fig. 32a) mène à la réapparition du 1^{er} pic endothermique dû à la dissolution des zones GP et apparaît dans l'intervalle [65-122 °C] avec un minimum situé vers 95 °C. Le pic exothermique apparaît cette fois-ci dans l'intervalle [254-377 °C] avec un maximum situé vers 345 °C. Il est suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle [377-428 °C] avec un minimum situé vers 410 °C.

Un 4^{ème} cycle (Fig. 32b) réalisé juste après mène aussi à la disparition du 1^{er} pic endothermique et au décalage des pics exothermique et endothermique vers les hautes températures.

La même allure a été observée dans le cas des échantillons vieillis 24 et 32 mois à température ambiante (Figs. 34a, 36a) et leur deuxièmes cycles (Figs. 36b, 38b) mènent toujours à la disparition du pic de dissolution des zones GP et au décalage des autres pics vers les hautes températures.

Après 20 et 30 mois de maintien, après les deux essais de DSC des échantillons vieillis 24 et 30 mois respectivement (Figs. 35, 37), on observe à nouveau la réapparition de l'effet endothermique dû à la dissolution des zones GP mais un peu décalé vers les hautes températures par rapport aux courbes obtenues avec des durées de maintien assez faibles ; ce pic garde presque la même amplitude dans ces deux derniers cas.

D'après les résultats obtenus par l'analyse calorimétrique différentielle on peut remarqué que l'augmentation du temps de maintien à la température ambiante, après deux essais thermiques réalisés dans la DSC, mène à l'augmentation de l'amplitude du pic de dissolution des zones GP et à leur décalage vers les hautes températures, mais pour les durées de maintien supérieures à 20 mois, ce dernier garde le même amplitude et le même domaine d'existence.

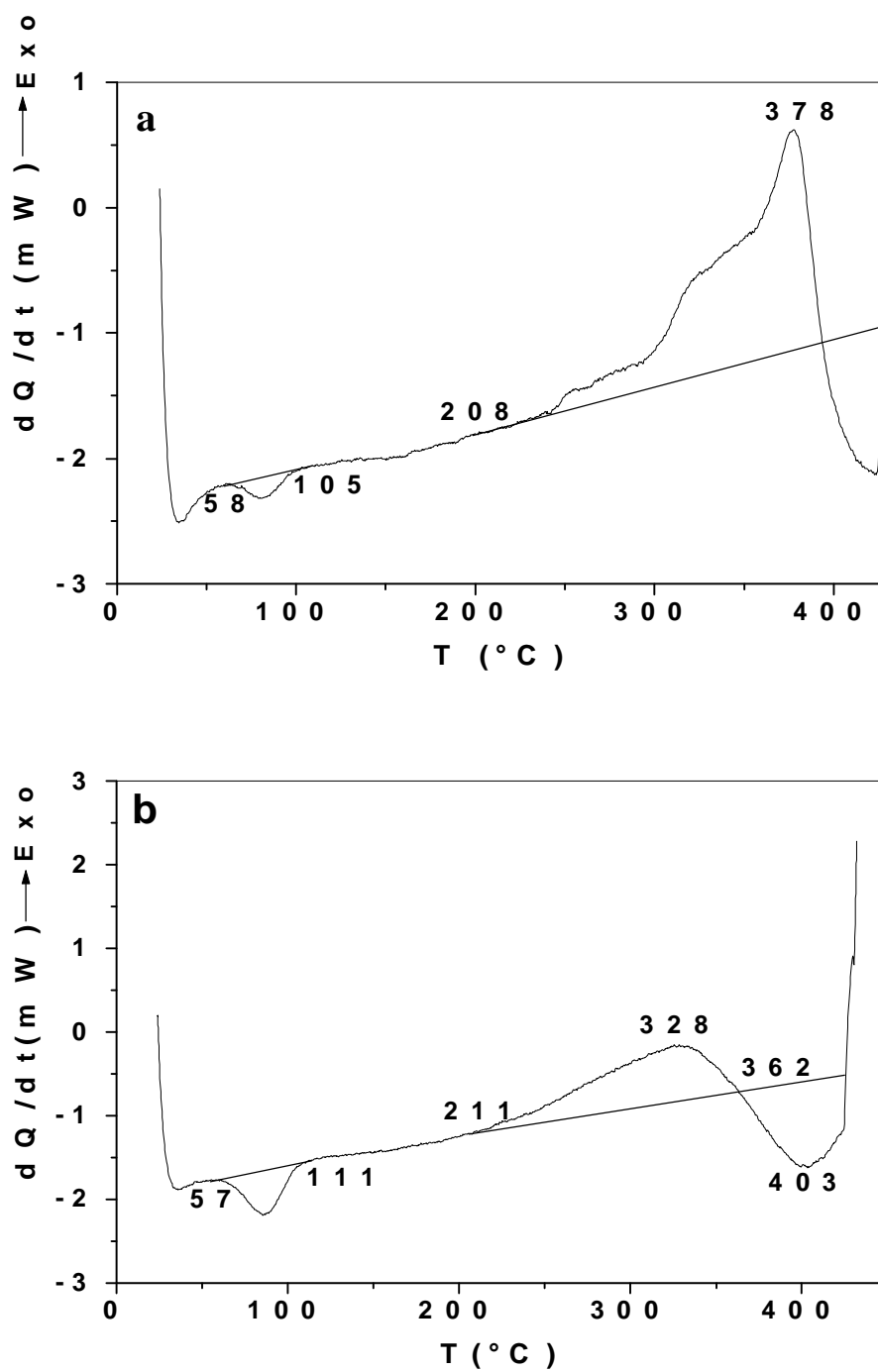


Fig. 28 : Courbe DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais de DSC puis vieillis à température ambiante pendant 2 mois (a) et 5,5 mois (b).

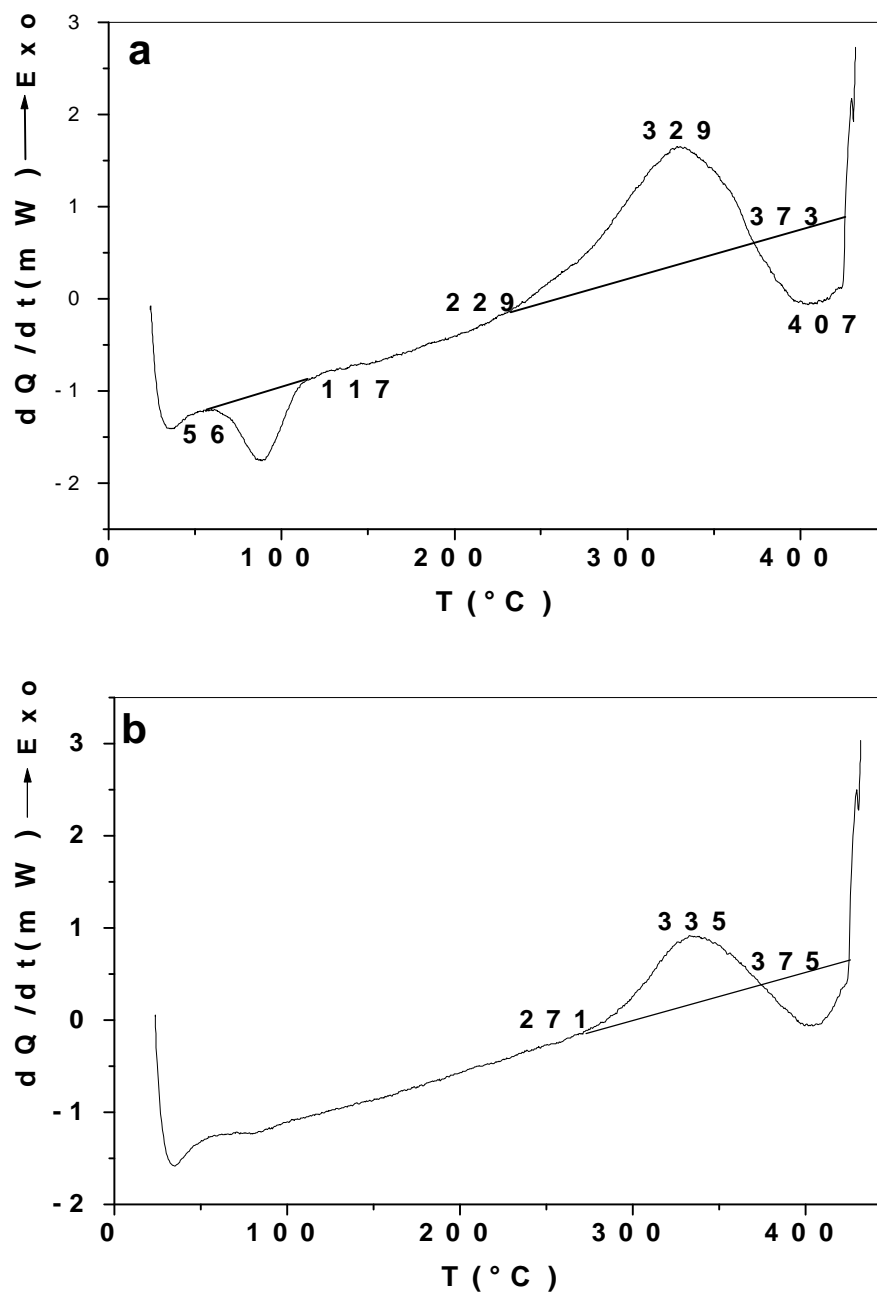


Fig. 29 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais de DSC ensuite vieillis pendant 8 mois à température ambiante : 1^{ère} cycle(a) et 2^{ème} cycle(b).

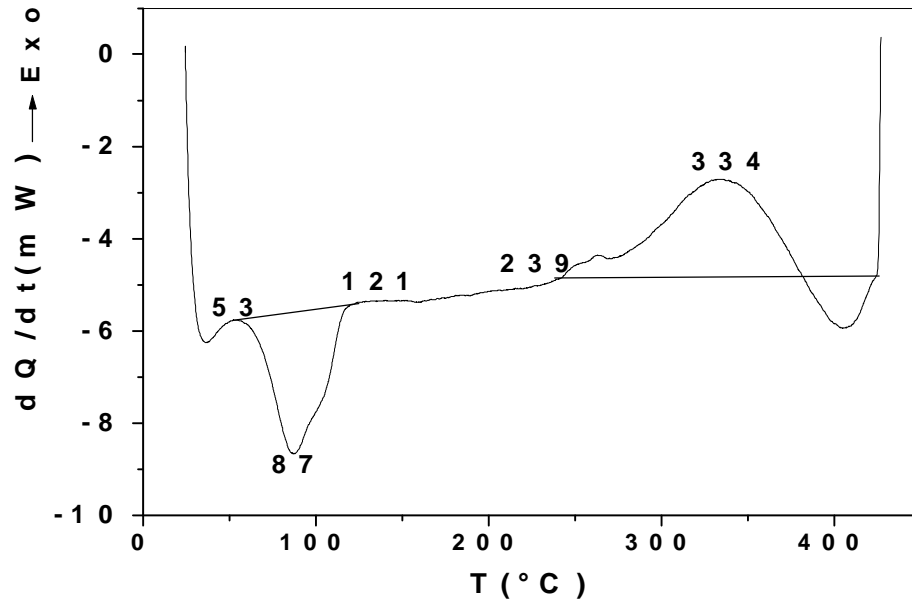


Fig. 30 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais de DSC puis vieilli pendant 12 mois à température ambiante.

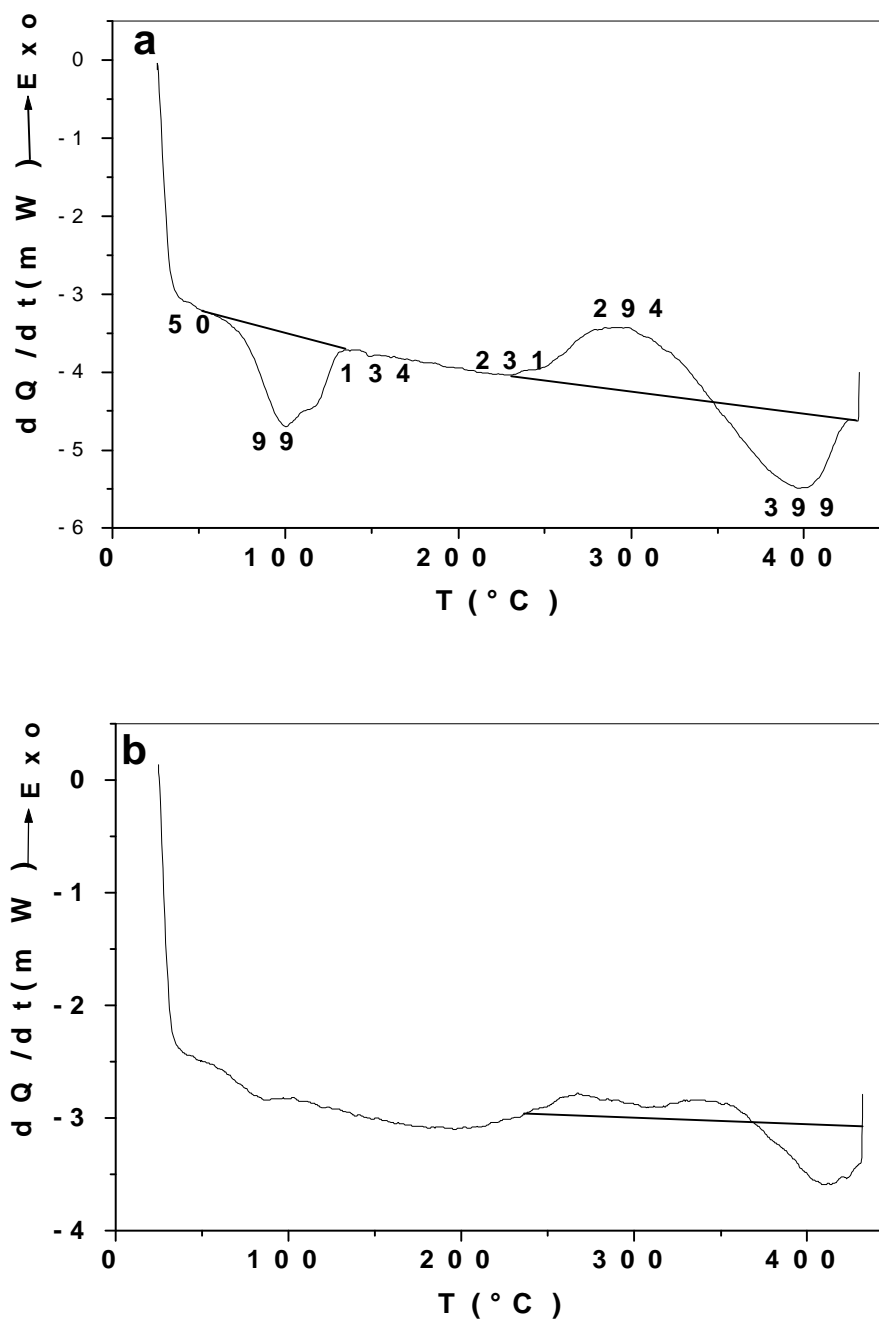


Fig. 31 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et mûri 7,5 ans : 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b)

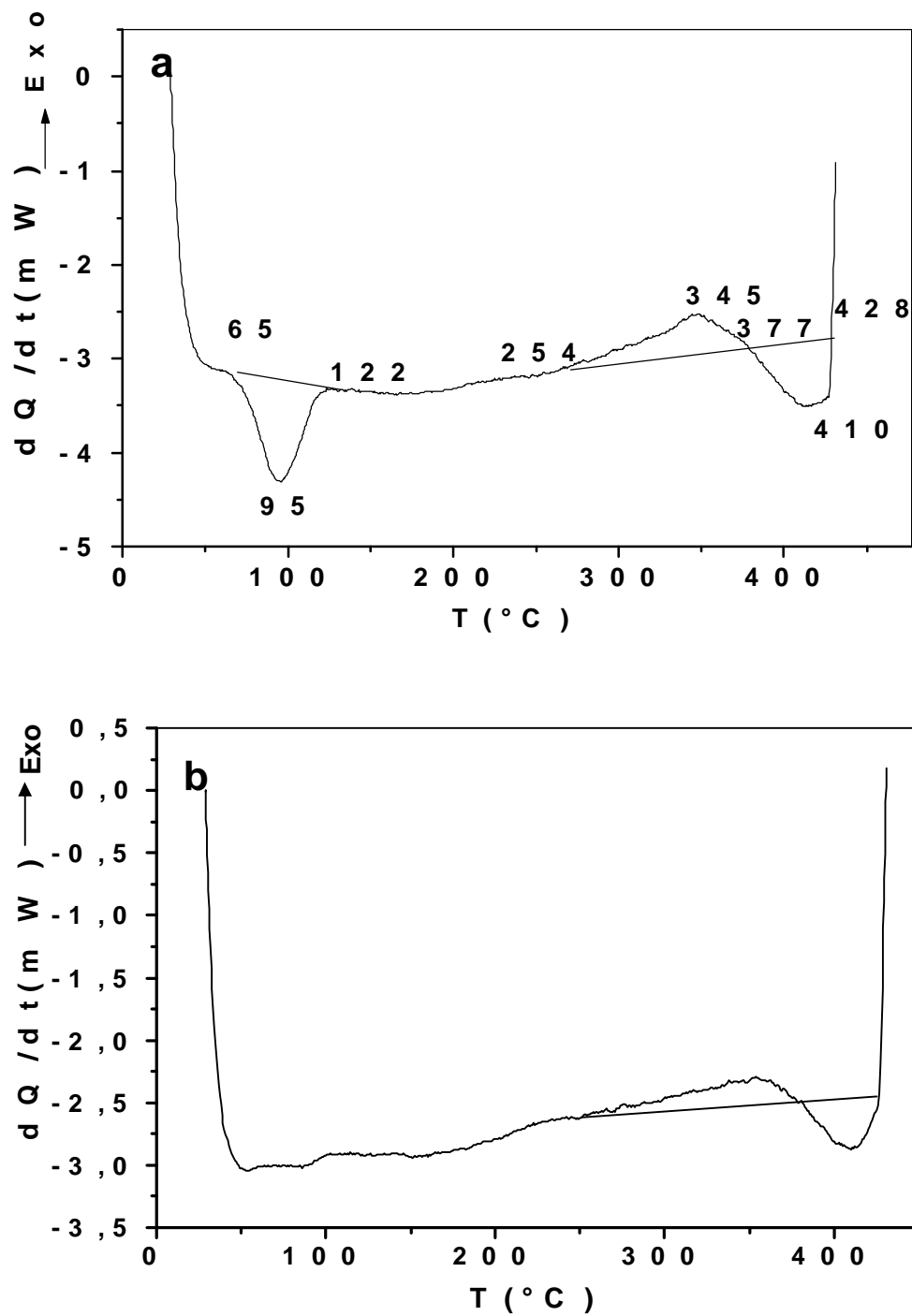


Fig. 32: Courbe DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé et trempé et mûris 7,5 ans avant de subir 2essais de DSC et un vieillissement de 15 mois à température ambiante : 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

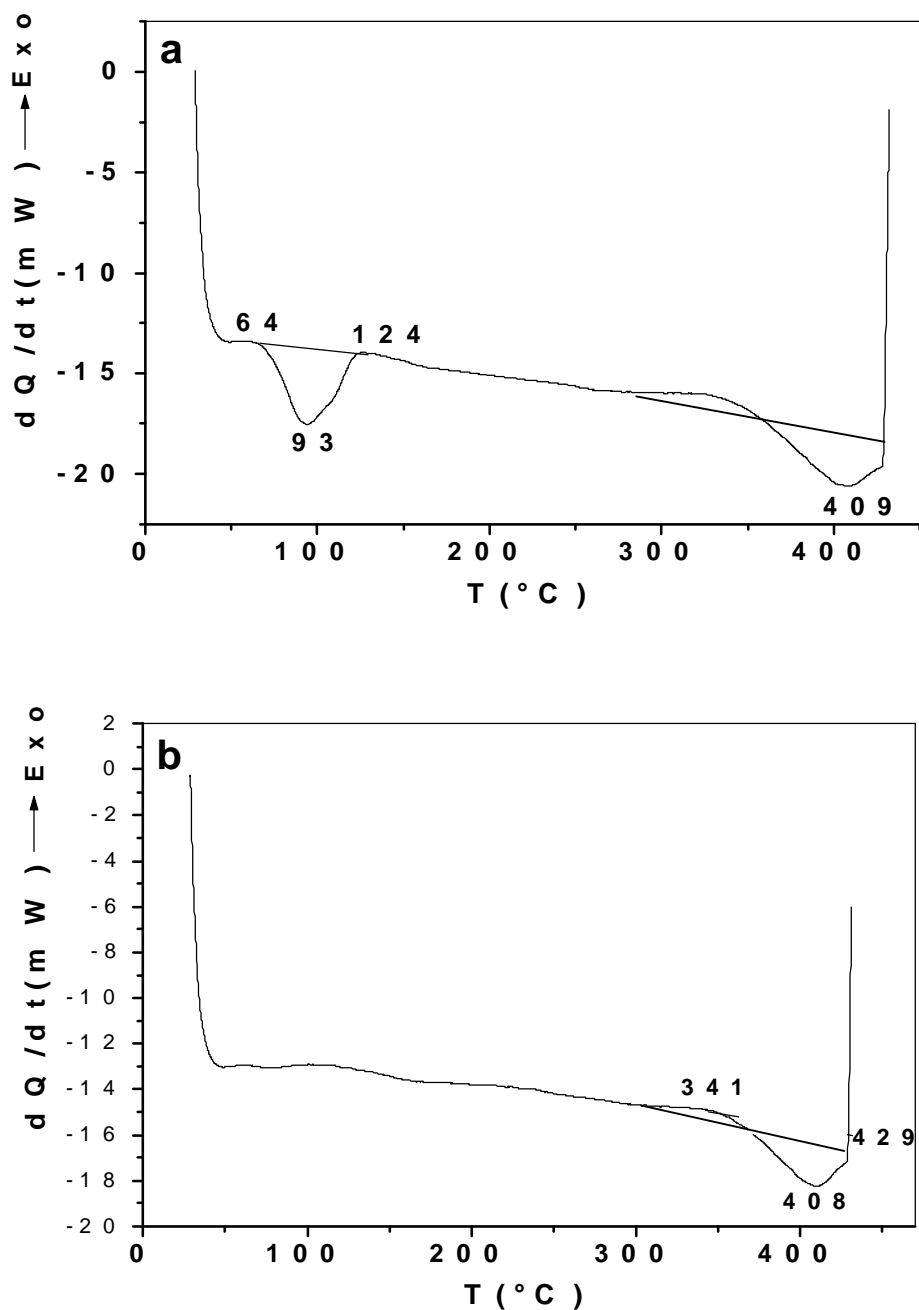


Fig. 33 : Courbe DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé et trempé et ayant subi 2 essais de DSC et un vieillissement de 21 mois à température ambiante : 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

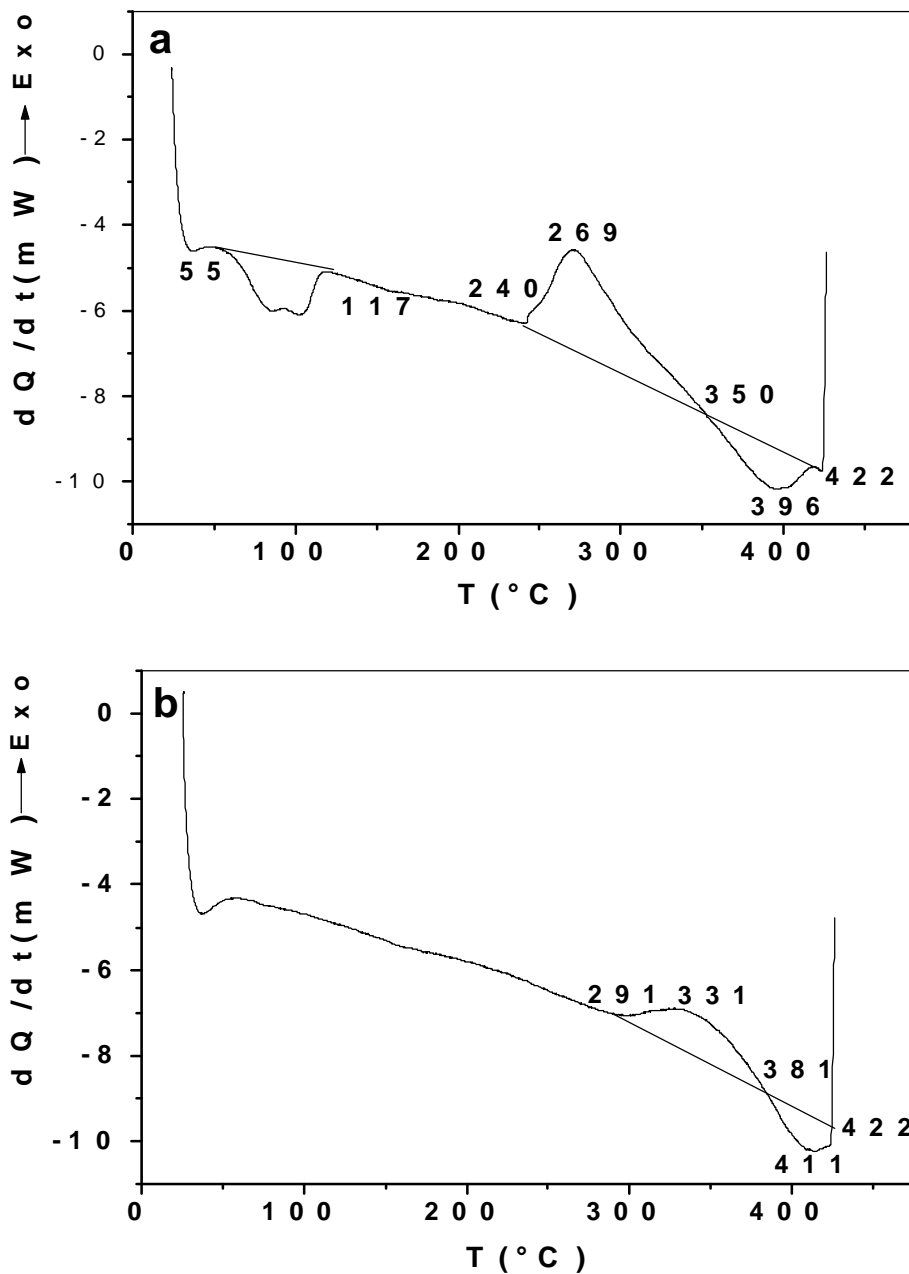


Fig. 34 : Courbes DSC obtenues au cours de chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 24 mois à température ambiante : 1^{er} cycle (a) 2^{ème} cycle (b).

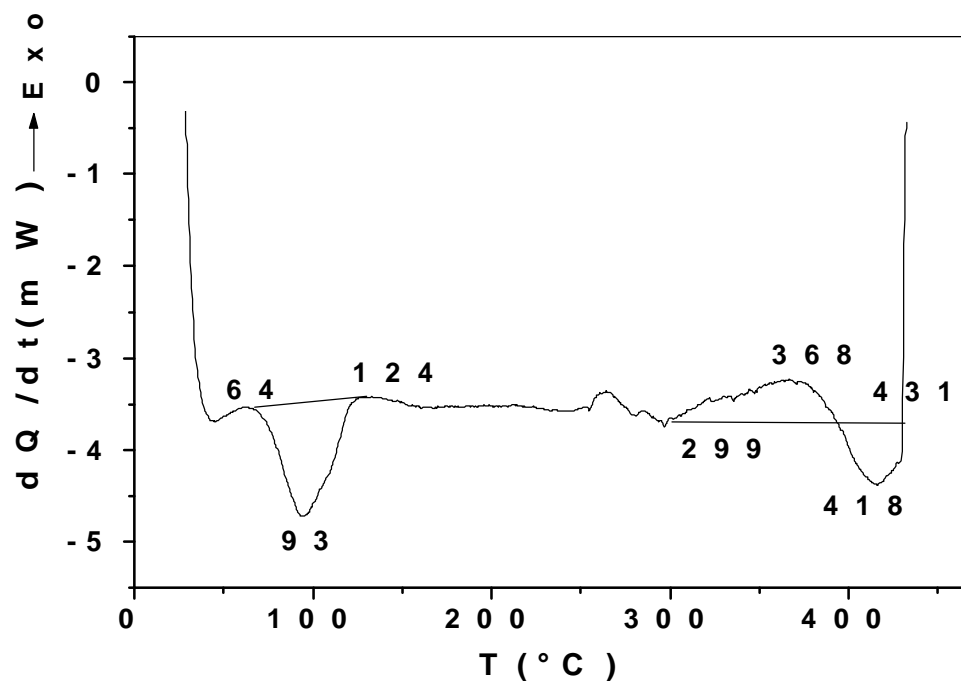


Fig. 35 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 24 mois à température ambiante avant de subir 2 essais DSC et un vieillissement de 20mois à température ambiante.

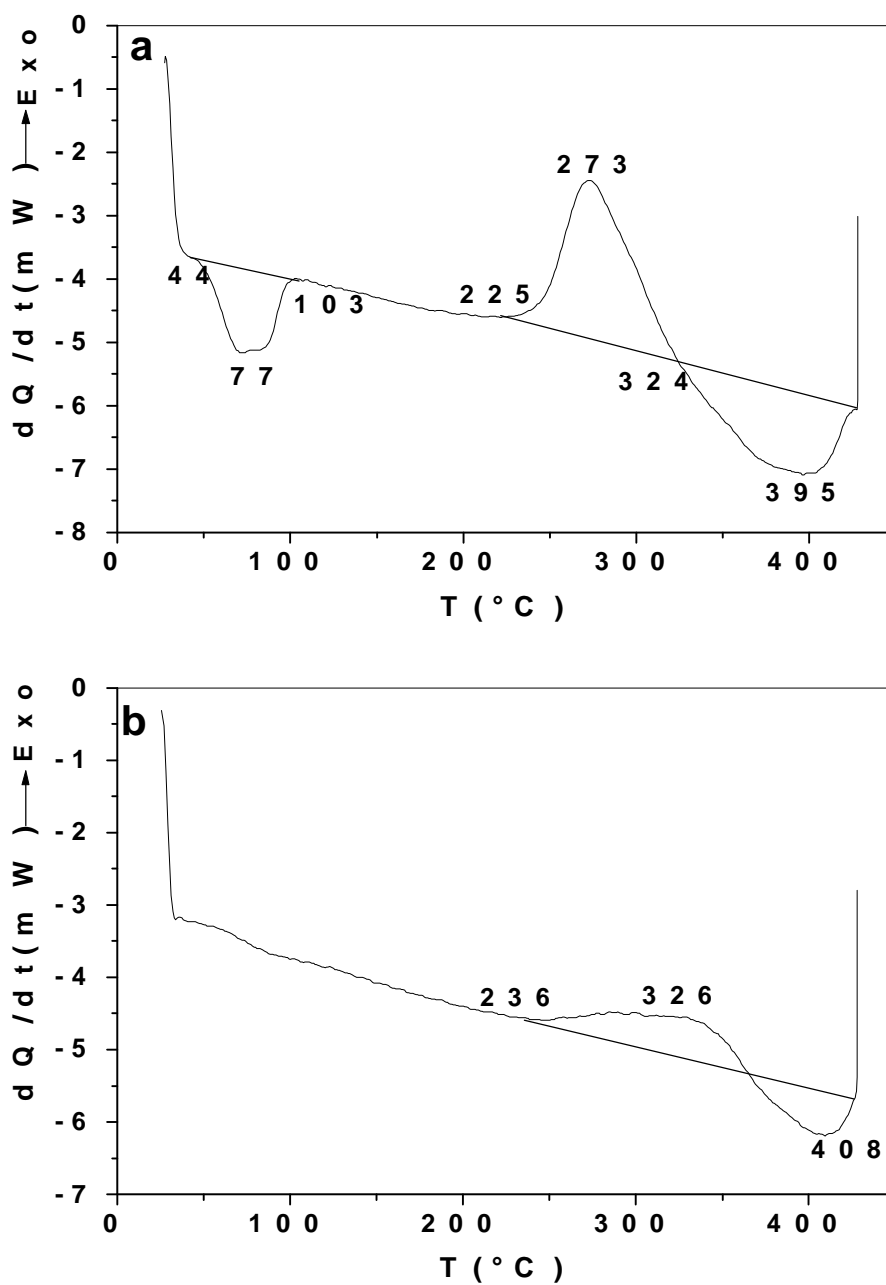


Fig. 36: Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et vieilli 32 mois à température ambiante 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

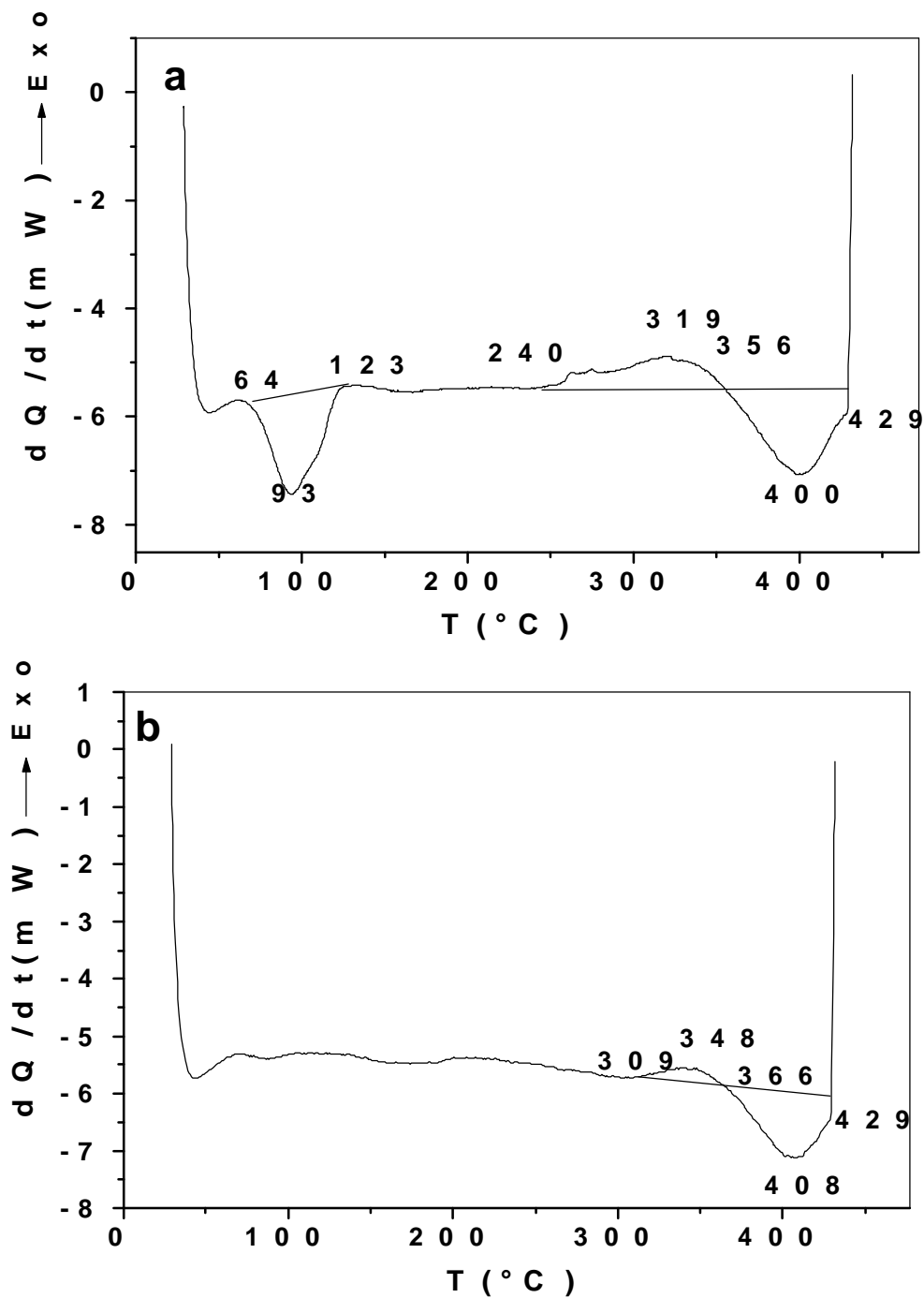


Fig. 37 : Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé et trempé et mûris 32 mois avant de subir 2 essais de DSC et un vieillissement de 30 mois à température ambiante 1^{er} cycle (a) et 2^{ème} cycle (b).

4- Etude microstructurales

L'observation au microscope optique des échantillons **homogénéisés**, trempés et ayant subi deux essais dilatométriques puis maintenus à -15 °C **pour différentes durées de maintien** (Fig. 42-43) montre que la microstructure n'a pas évolué : seules des précipités des phases β' (sous forme d'aiguilles) et β (sous forme de bâtonnets) sont observés. Le même résultat est obtenu pour le maintien à la température ambiante (Figs. 44-45). Cependant, les résultats obtenus par l'analyse dilatométriques et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) confirment la formation des zones GP après 12 mois de maintien à -15 °C et 2 mois de maintien à la température ambiante.

L'examen métallographique à l'aide d'un microscope optique des alliages étudiés n'a pas relevé une différence notable concernant l'évolution de la microstructure avec le temps de vieillissement ; cette dernière ne peut être observée que par le microscope électronique à transmission.

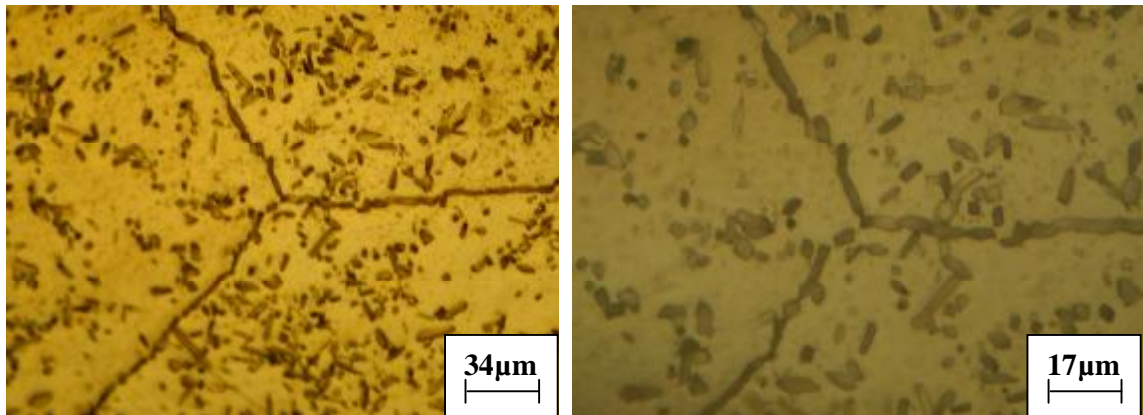


Fig. 42 : Microstructure de l'échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques avant le vieillissement pendant 6 mois au congélateur (-15 °C).

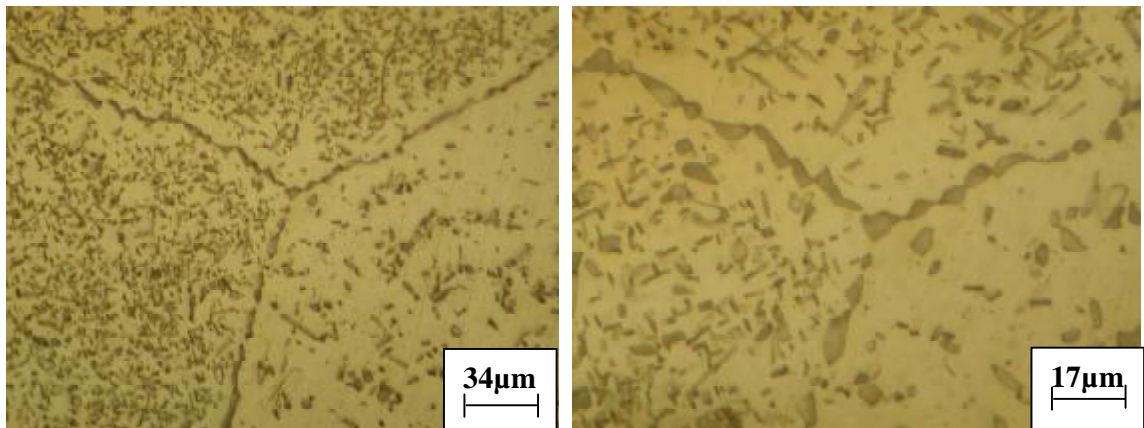


Fig. 43 : Microstructure de l'échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques avant le vieillissement pendant 12 mois au congélateur (-15 °C).

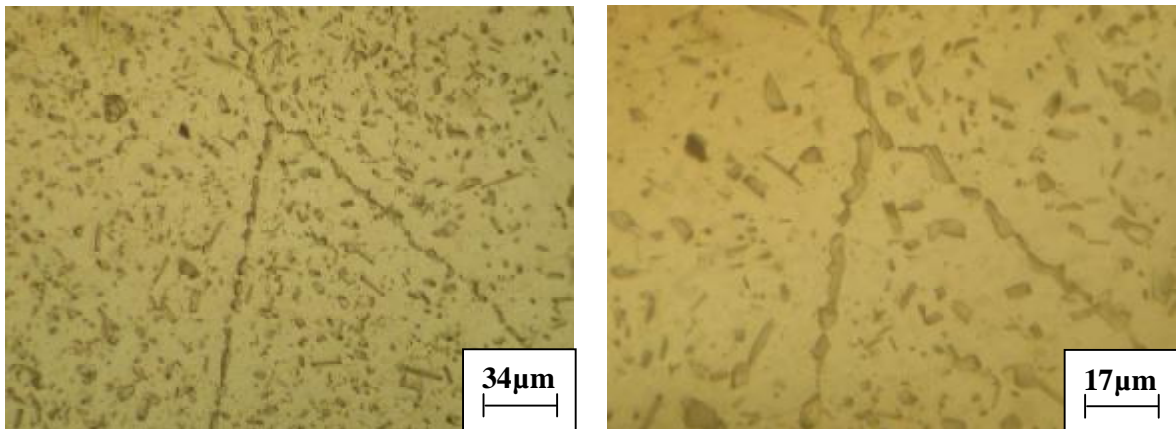


Fig. 44 : Microstructure de l'échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques avant le vieillissement pendant 3 mois à température ambiante.

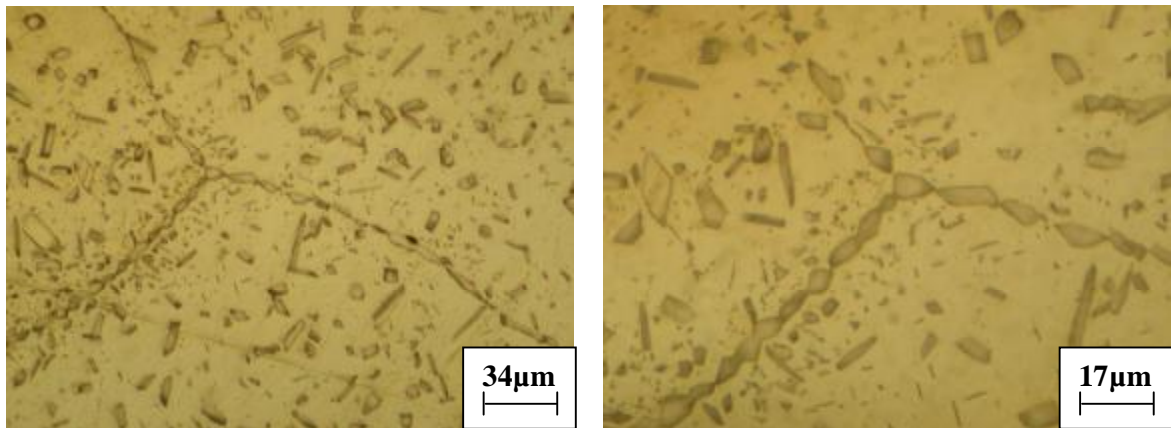


Fig. 45 : Microstructure de l'échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et ayant subi deux essais dilatométriques avant le vieillissement pendant 4 mois à température ambiante.

Conclusion générale

Une étude systématique des phénomènes de pré précipitation et de précipitation dans l'alliage Al-12% mass. Mg a été faite en utilisant diverses méthodes expérimentales très complémentaires:

- ✓ l'étude des variations dimensionnelles au cours des transitions de phases a été réalisée par dilatométrie,
- ✓ et l'appréciation des flux de chaleur mis en jeu lors des évolutions des matériaux par la DSC.

Les résultats obtenus par ces deux méthodes ont été confirmés par des mesures de microdureté.

L'étude de la pré précipitation dans l'alliages Al-12% mass. Mg a montré que :

- la formation des zones GP à basses températures peut avoir lieu sans la présence des lacunes en sursaturation et suite à une précipitation partielle de la phase d'équilibre β (Al_3Mg_2) ou de la forme intermédiaire β' ,
- leur formation peut être s'expliquée par la tendance du système à retourner vers l'état d'équilibre par des réarrangements atomiques qui apparaissent à basses températures -15°C et 25°C après une période d'incubation égale à 2 mois dans le cas du maintien à la température ambiante et 12 mois au congélateur ; la formation des zones GP étant toujours une première étape vers l'équilibre des phases,
- l'analyse de plusieurs courbes après la même durée de maintien (second maintien) des différents échantillons vieillis à -15°C et à 25°C et ayant subi deux essais dilatométriques successifs avec des vitesses de refroidissement assez faibles, montre que l'augmentation du temps de maintien (premier maintien) avant les deux essais n'a aucune influence sur la position et l'amplitude des pics dus à la dissolution des zones GP,
- l'augmentation du temps du second maintien après l'élimination des lacunes (après deux essais dilatométrique) conduit à l'augmentation de l'amplitude de l'expansion due à la dissolution des zones GP, ce qui traduit l'augmentation de leur quantité ; cette expansion apparaît pratiquement dans le même intervalle de température,
- le mécanisme de formation et la forme des zones GP formées sans la présence des lacunes hors d'équilibre ne sont pas encore déterminés parce qu'on a utilisé des méthodes indirectes pour confirmer leur existence,

- l'augmentation de la quantité de précipités formés au cours de l'élimination des lacunes hors d'équilibre par un refroidissement lent mène à la diminution de la concentration des zones GP formées au cours du maintien ultérieur,
- la formation des zones GP est plus rapide dans le cas du maintien à la température ambiante qu'au congélateur, ce qui montre que le processus est toujours légèrement activé thermiquement.

L'ensemble des résultats obtenus grâce à des méthodes d'analyse indirectes permettant de suivre les différents processus qui se déroulent à l'échelle atomique, démontrent l'utilité et l'importance de telles méthodes simples et peu coûteuses.

Résumé

Les études préliminaires réalisées sur la pré précipitation dans les alliages Al-Mg ont montré que la formation des zones GP est due essentiellement à la présence des lacunes hors d'équilibre retenues après trempe. Malgré les nombreux travaux qui lui ont été consacrés, l'étude de la pré précipitation dans l'alliage Al-12% mass. Mg reste encore un sujet d'actualité à cause de certains phénomènes non encore élucidés telles que la précipitation hétérogène et le rôle des lacunes hors d'équilibre.

Plusieurs méthodes expérimentales simples mais rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques ont été utilisées pour suivre les diverses évolutions structurales résultant des traitements thermiques : l'analyse dilatométrique, l'analyse calorimétrique différentielle, les mesures de la microdureté et la microscopie optique.

L'ensemble des résultats obtenus a permis de montrer que la formation des zones GP peut avoir lieu sans la présence des lacunes hors d'équilibre après une durée de maintien égale à 2 mois à la température ambiante ou 12 mois au congélateur d'un échantillon ayant préalablement subi deux essais dilatométriques successives.

Mots clés : zones GP, vieillissement naturel, lacunes, trempe.

GP zones formation in preliminary Aged alloys

Abstract

Previous studies of pre precipitation in Al-Mg alloys show that the formation of GP zones is due to the quenched in vacancies obtained after quench. Nevertheless the lot of works consecrated to this study, the pre precipitation in Al-Mg alloys remains an important subject due to the different phenomena observed but not explained.

Various simple but rigorous experimental methods were used in this work to observe and analyse several structural evolutions resulting from different heat treatments.

The obtained results show that GP zones can be formed without the presence of excess vacancies, after ageing for 2 months at room temperature and for 12 months at (-15 °C) following two successive dilatometric tests.

Keywords: GP zones, natural ageing, vacancies, quench.

تكوين مناطق Preston-Guinier للسبائك المعالجة بعد تعتيق أولي

ملخص

الدراسات السابقة لظاهرة ما قبل الترسيب في سبائك Al-Mg أظهرت أن تكوين مناطق Guinier -Preston متعلق أساسا بالتركيز الفجوي المحصل عليه بعد السقاية، لكن رغم تعدد البحوث إلا انه تبقى دراسة هذه الظاهرة في سبيكة Mg 12 % mass. Al في حاجة إلى اختبارات و دراسات جديدة لتعدد الظواهر التي لم يتم تفسيرها بعد.

عدة طرق تجريبية بسيطة لكن كافية و دقيقة تتوافق مع هذا النوع من الأبحاث و التي استعملت لنتبع مختلف التطورات البنيوية الناتجة عن مختلف المعالجات الحرارية : طريقة التمدد الحراري ، التحليل الحراري التفاضلي، قياس الصلادة و المجهر الضوئي.

مجموع النتائج المحصل عليها بينت أنه يمكن تكوين مناطق Guinier -Preston بدون وجود التركيز الفجوي خارج مجال الاتزان بعد تعتيق يقدر بشهرين في درجة الحرارة العادية أو 12 شهر بالنسبة لدرجة حرارة -15° م.

الكلمات الدليّة: مناطق Guinier -Preston،التعتيق الطبيعي، الفجوات ، السقاية.