

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

UNIVERSITE MENTOURI – CONSTANTINE-
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N d'ordre :
Série :

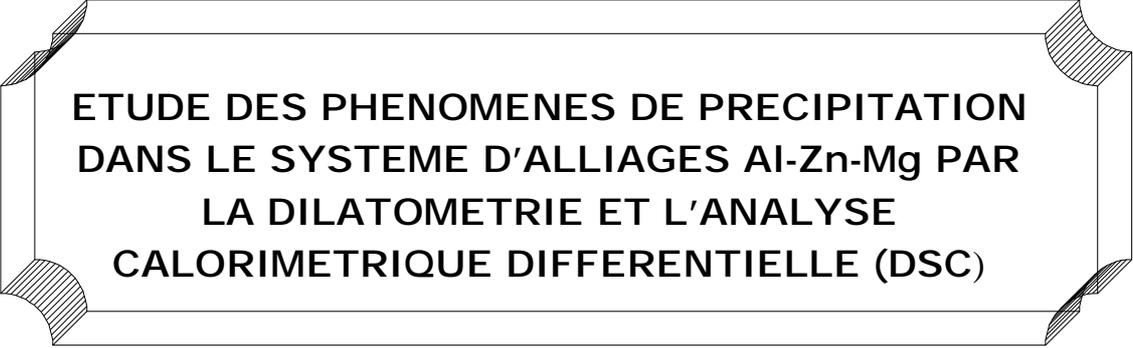
MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

THEME



**ETUDE DES PHENOMENES DE PRECIPITATION
DANS LE SYSTEME D'ALLIAGES Al-Zn-Mg PAR
LA DILATOMETRIE ET L'ANALYSE
CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE (DSC)**

PAR :
AMIRA RADIA

Soutenu le : / /2005

Devant le jury :

Président :	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri-Constantine
Rapporteur :	L. HADJADJ	M. C.	Université Mentouri-Constantine
Examineurs :	S. CHEKROUD	Prof.	Université Mentouri-Constantine
	D. KHIREDDINE	Prof.	Université Mentouri-Constantine
	K. LATROUS	M. C.	Université Mentouri-Constantine

Dédicace

*A ceux qui ont veillés à ma première éducation et qui m'ont toujours prodiguée amour et réconfort et dont la tendresse et le soutien moral m'ont fournie l'énergie nécessaire , à ma mère **Akila** et mon père **Abdehafid**.*

*A celle qui m'a soutenue dans les moments difficiles et qui s'est préoccupé à la bonne continuation de mes études l'enseignante Madame **Zitouni Rafika**.*

*A mes oncles spécialement **Zidane** et **Ibrahim**.*

*A mes frères et sœurs , surtout **Aya, Saliha** et **youcef**.*

A mes amis proches

*A toutes les personnes de ma grande famille **Amira** et **Zedjadj**.*

Je dédie ce modeste travail.

Remerciements

Tout d'abord remercions Dieu tout puissant qui nous a éclairé vers le bon chemin

Mes premières remerciements s'adressent à mon directeur de thèse L. HADJAJ, Maître de Conférence au département de physique de l'Université Mentouri de Constantine, qui m'a proposé ce sujet, m'a dirigée pour sa bonne réalisation, je veux aussi lui exprimer ma sincère gratitude pour sa disponibilité à mon égard, pour ses conseils, pour ses orientations et pour son aide dans la rédaction du mémoire et l'interprétation des résultats .

J'exprime ma gratitude à Monsieur D. Hamana, Professeur au Département de Physique et Doyen de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri de Constantine ,qui m'a acceptée au sein de son laboratoire, et mis à ma disposition ses moyens matériels et aussi pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur S. Chekroud Professeur au département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri, à Madame D. Khireddine Professeur au département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri et à Monsieur K. Latrous, Maître de Conférences à l'Université Mentouri, qui ont bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.

Sans oublier de remercier le directeur du laboratoire de microscopie ionique et sonde atomique de l'Université de Rouen (France) qui m'a fourni les échantillons de mon étude et l'équipe du laboratoire de céramique (Université de Constantine).

Mes remerciements vont également à mes amies : M. Hamel S. Chamekh, S. Chahlette, N. Laouici, N. Rezeiki, C. Kaddour, D. Kerdoud, N. Berrech, L. Ramech, H. Nasri et N. Zitouni.....etc.

A toute l'équipe du laboratoire de transformation de phase : Mr M. Boucheur, A. Hayoune, L. Nouicer, M. Boufengour, A. Azizi, N. Benyahia L. Amiour, L. Khadraoui, L. Boumaza, H. Bensouyad, A. Ayadi.

Je n'oublie pas de remercier particulièrement Mr A. Saouchi pour son aide concernant les problèmes d'informatique (traitement de texte).

Ainsi qu'à chaque équipe des autres laboratoires se trouvant au sein de l'Unité de recherche « Physique des Matériaux et Applications » surtout F. Bouaïcha,

N. Boussof, A. Boushaba, Y. Aouabdia, F. Khalfallah, F. Serrdj , N. Boukarboua,
D. Belaimeri.

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

Sommaire

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
--------------------	---

Chapitre I : Généralités sur les processus de précipitation

I-1-Introduction.....	4
I-2-Définition de la précipitation.....	4
I-3-Précipitation homogène.....	6
I-4-Précipitation hétérogène	6
I-5-Précipitation dynamique	9
I-6-Morphologies des précipités	10
I-7-Durcissement structural	11
I-8-Rôle des éléments d'addition et des défauts structuraux	15
I-9-Gémination, croissance et coalescence des précipités.....	17

Chapitre II. : Précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg

II-1-Introduction	22
II-2-Diagramme d'équilibre	22
II-3-Précipitation homogène	22
II-4-Nature cristallographique et chimique des phases en présence	24
II-5-La séquence de précipitation	25
II-6-Phénoménologie de la précipitation	32

Chapitre III : Matériaux et méthodes expérimentales

III-1-Matériaux étudiés	36
III-2-Méthodes expérimentales utilisées	37

Chapitre IV- Résultats expérimentaux et interprétations

IV-1-Introduction	41
IV-2-Précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg	42
IV-3-L'effet d'addition du cuivre	66
IV-4-Mesures de micro dureté	88
IV-5-Diffraction des rayons X	98
CONCLUSION	103
REFERENCES	106

Introduction

L'aluminium et ces alliages jouent un rôle important dans l'industrie, ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Ces alliages, notamment les alliages à durcissement structural, sont de plus en plus utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique du fait de leur bon compromis densité/propriétés mécaniques (une faible densité d'aluminium et très bonnes propriétés mécaniques). Ces alliages sont naturellement bien estimés pour les applications nécessitant des propriétés mécaniques élevées pour lesquelles le prix n'est par le seul argument déterminant.

Actuellement les alliages ayant les meilleures caractéristiques mécaniques appartiennent à la série 7000, les principaux éléments d'addition sont dans ce cas ; le zinc dont la teneur varie de 4 à 8% massique, le magnésium dont la teneur varie de 1 à 3% massique et le cuivre. Le durcissement structural de ces alliages est dû principalement à la précipitation de formes transitoires : zones G.P et η .

L'addition de cuivre, jusqu'à des teneurs de 2% massique, durcit ces alliages par solution solide et par précipitation, par ailleurs la présence de cuivre dans les zones G.P augmente leur stabilité à chaud, ce cuivre diminue toute fois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité de ces alliages, le magnésium et le chrome (<0,3%) améliorent leur résistance a la corrosion et la corrosion sous tension respectivement.

Outre leurs propriétés mécaniques remarquables, ces alliages se prêtent facilement aux traitements thermiques, cette qualité est due à leur grand intervalle de température de mise en solution, leur bonne trempabilité, leurs températures de vieillissement sont relativement basses, allant de la température ambiante à 160 °C ; grâce à cet ensemble de propriétés, les caractéristiques des joints soudés peuvent rester voisines de celles du métal de base, la soudabilité de ces alliages est favorisée par la présence de Zirconium.

Le principal inconvénient de ces alliages est leur faible résistance à chaud, dès que la température de service dépasse 120 °C ; c'est pour cela que ces alliages sont très largement utilisés dans la construction aéronautique, et notamment pour la construction des avions civils et les tôles constituant les ailes d'avions.

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

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

Généralement les précipités intermédiaires dans les divers alliages sont considérés pour avoir les mêmes compositions que le précipité d'équilibre, bien que les structures cristallines soient différentes parce qu'elles maintiennent une cohérence avec le réseau mère pour les premiers.

Les étapes critiques de la séquence de précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg sont la formation de la phase métastable η' à partir de son précurseur (zones GP et VRC), et la transformation subséquente en phase d'équilibre η .

Parmi les phases qui font partie de la séquence de précipitation, seule la structure de la phase d'équilibre est relativement bien établie, à partir de travaux sur un monocristal par rayon X. En considérant la transformation de phase, le processus de base de la précipitation dans ce système a été raisonnablement établi après une recherche poussée. Cependant, plusieurs détails ne sont toujours pas clairs, et ce vu le manque d'informations concernant la structure dans les différents stades de la séquence de précipitation, tout particulièrement la transition des zones GP aux précipités durcissant de la phase intermédiaire η' .

En plus de cette introduction le mémoire est organisé comme suit :

- le premier chapitre donne des généralités sur les phénomènes de précipitation (les différents types de précipitation, rôle des éléments d'addition et défauts structuraux, la germination, la croissance et la coalescence des précipités dans le système d'alliages Al-Zn-Mg-(Cu)).

- le second chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les travaux et les résultats déjà obtenus sur la précipitation dans le système d'alliages Al-Zn-Mg.

- le troisième chapitre décrit le matériau étudié et les techniques expérimentales utilisées pour caractériser l'influence de la température, du temps de maintien de

Introduction

vieillissement et de l'addition du Cu sur l'évolution et le type des phases précipitées et sur les propriétés mécaniques (la dureté).

- le quatrième chapitre et le dernier expose les différents résultats expérimentaux accompagnés d'interprétations et explications nécessaires. La conclusion résume les faits majeurs de ce travail, en fin ce mémoire est complété par une liste des références bibliographiques.

Chapitre I

*Généralités sur les processus
de précipitation*

Chapitre I

Généralités sur les processus de précipitation

I- Introduction

Les transformations de phases conduisent, pour des températures décroissantes, à un autre état qui peut être caractérisé par :

- ✓ une nouvelle phase de structure différente, c'est le cas de la solidification et des transformations allotropiques.
- ✓ deux nouvelles phases de structures et de compositions différentes de celles de la phase initiale, ce sera le cas des réactions eutectiques et eutectoides.
- ✓ deux nouvelles phases dont l'une à la même structure que la phase mère mais avec une composition différente, l'autre est de structure et de composition différente, ce sera le cas des réactions de précipitation.

La première explication scientifique du phénomène de la précipitation appelée « durcissement structural » est donnée en 1930 par Merica [1], qui suggère l'apparition de petites particules précipitées au sein de la solution solide d'aluminium. Mais la notion de zones de pré-précipitation n'apparaît qu' en 1937 avec les travaux de Guinier et Preston qui ont étudié un alliage binaire Al-5%Cu [2, 3].

1.2. Définition de la précipitation

La précipitation d'une solution solide sursaturée est une transformation de phases caractérisée par une germination et une croissance d'une ou de plusieurs phases, elle consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée (la matrice mère) en une nouvelle phase (le précipité) et une nouvelle solution solide (la matrice appauvrie). La précipitation peut se produire à la température ambiante ou à une température plus élevée. Ce processus donne des états différents avec différentes propriétés physiques, et il a un grand intérêt pour le processus de durcissement.

Pour déclencher une réaction de précipitation il faut effectuer les trois étapes suivantes (Fig. I.1) :

- ✓ un traitement d'homogénéisation ou de mise en solution à une température T_1 qui permet de dissoudre les précipités présents, et qui donc va éliminer toute ségrégation dans l'alliage pour arriver à un système généralement monophasé et homogène.
- ✓ Un refroidissement ou une trempe pour obtenir une seule phase hors équilibre, dite solution solide sursaturée puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre.
- ✓ un vieillissement à l'ambiante, ou à une température supérieure (T_2) ; à ce stade le matériau se caractérise par une forte concentration d'éléments d'addition en solution solide, et par une forte densité de lacunes. Cet état, très instable, va tendre à se décomposer en de nouvelles phases, qui conduiront à un durcissement structural.

La précipitation dans une solution solide sursaturée peut se produire de façon continue ou discontinue.

La précipitation est dite discontinue lorsque au cours de la transformation il y a coexistence de deux régions, l'une où la transformation de la solution solide est complète et l'autre où la solution solide est encore sursaturée. La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules qui contiennent des précipités sous forme de lamelles, lors de cette précipitation le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes, l'une correspondant à la solution solide encore sursaturée et l'autre à la solution solide d'équilibre.

Lors de la précipitation continue, la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir en éléments d'atomes soluté d'une manière continue, aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution sera continue. Pendant la précipitation continue, la seconde phase d'équilibre peut apparaître soit directement quand la température est voisine de la température de mise en solution, soit indirectement en passant d'abord par des phases intermédiaires métastables quand la réaction se produit aux basses températures.

Suivant la répartition et les sites de germination on distingue en général trois types de précipitation notamment dans les alliages Al-Zn-Mg(Cu) :

1.3. Précipitation homogène

Ce type de précipitation dépend fortement de la composition de l'alliage mais aussi de la température de maintien pendant le revenu.

1.4. Précipitation hétérogène

1.4.1. Précipitation sur les joints et sous joints de grains

La littérature traitant de ce type de précipitation est très abondante, on peut citer notamment les travaux de Holl (1964-65 et 1967), Cormish et Day (1969) cités par Deschamps[4] et ceux de Unwin et Nicholson (1969) cités aussi par Deschamps et par Dumont [4, 5]. Du point de vue expérimental, et du point de vue de la modélisation, citons les travaux de Aaron et Aaronson, Speight (1968), Ardell (1972) et Hoyt (1991) (cités par Deschamps [4]). Unwin et Nicholson [4, 5] montrent qu'une trempe trop lente peut être à l'origine de la précipitation grossière (quelques centaines de nm) de la phase η sur les joints et sous-joints de grains, ils ont également montré que des revenus à haute température favorisent ce type de précipitation. Les résultats de Godard (1999) (cité par Dumont [5]) semblent indiquer que la germination aux joints de grains pendant la trempe se fait d'une manière quasi instantanée. Elle est également rapide pendant le revenu, Unwin et Smith, cités par Dumont [5], ont observé au cours de maintiens à 100 °C que le nombre de précipités n'évoluait plus entre 1 h et 20 heures de traitement, c'est-à-dire les précipités germent dès le début du revenu. En outre, la différence entre la structure des joints et sous-joints de grains a une influence sur cette précipitation ; les joints de fortes désorientations en opposition aux sous-joints, sont plus désordonnés. Ce type de précipitation a lieu entre 100 °C et 400 °C sur les joints et uniquement à partir de 350 °C sur les sous-joints (Fig.I. 2) .

Les conséquences de cette précipitation hétérogène sur la microstructure des joints de grains sont multiples. Elle se traduit directement par la présence de particules grossières et fragilisantes.

Elle passe parallèlement par la diffusion vers les joints de solutés et de lacunes, la précipitation est de ce fait responsable du développement de zones dénudées de précipités (pfz) dans le voisinage immédiat du joint.

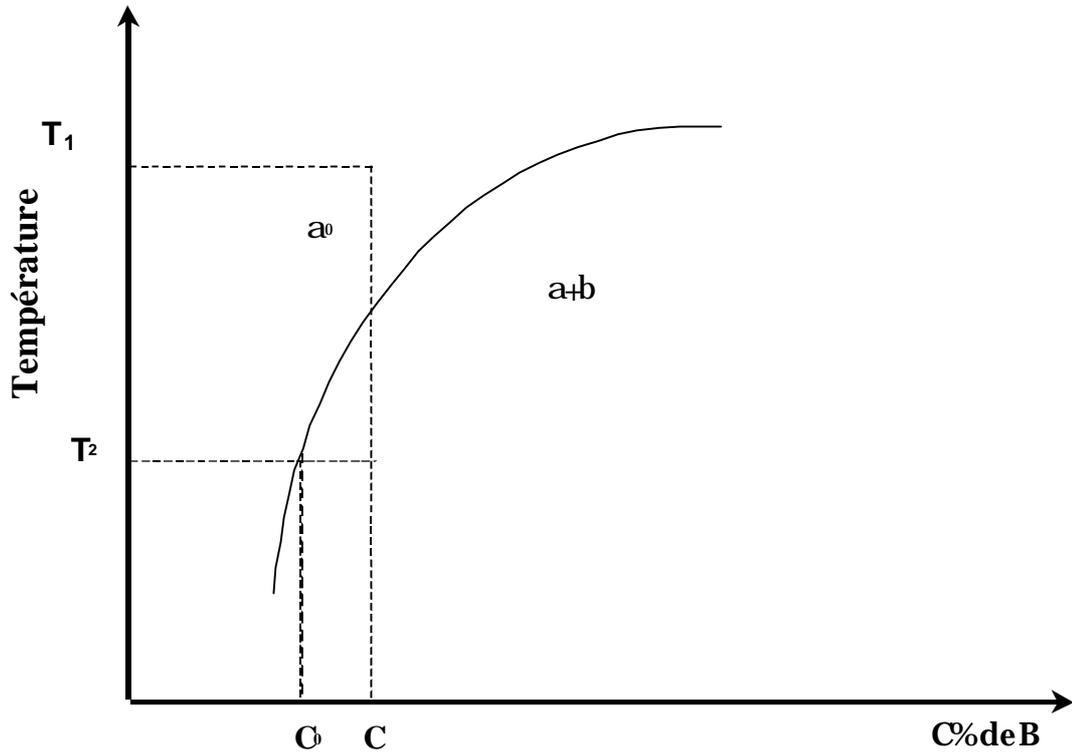


Fig. I.1: courbe de solubilité d'un métal B dans un métal A.

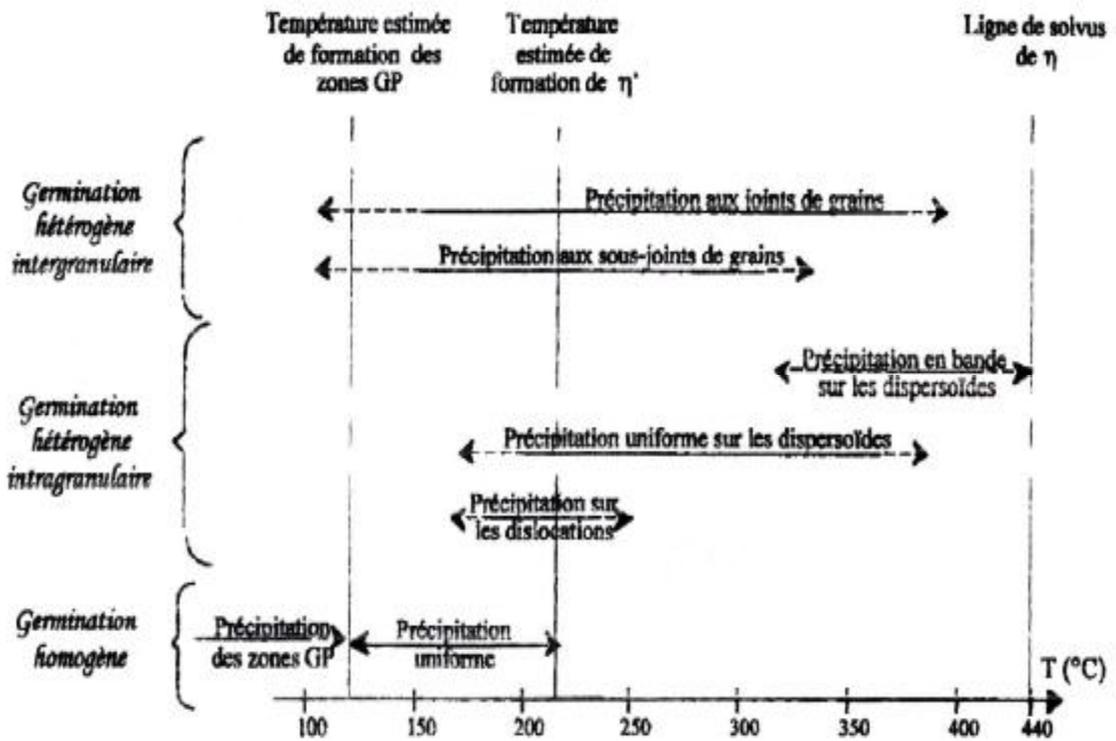


Fig. I.2 : Différents sites de germination actifs dans l'alliage 7010 [5].

1.4.2. En bandes sur les dispersoïdes

Les dispersoïdes peuvent aussi représenter des sites préférentiels de germination hétérogène, cette précipitation n'apparaît toute fois que pour les alliages très sensibles à la trempe (alliages très chargés), et / ou très trempés. Godard (1999), cité par Dumont [5], a caractérisé ce type de précipités hétérogènes. Il les a ainsi répartis en deux familles : précipités uniformes et / ou positionnés en bandes, la différence entre ces deux familles réside selon lui dans la taille du germe, et non pas dans sa nature. Ils s'agit dans les deux cas de la phase β' , cohérente.

Les dispersoïdes se présenteraient sous la forme de cuboïdes plus petits (20nm) pour la précipitation uniforme et (40nm) pour la précipitation en bandes. Cette différence de taille s'accompagnerait de plus d'une légère perte de cohérence du germe, dans le dernier cas. Il ne peut en aucun cas s'agir de l'autre variante β , qui se présente sous forme de baguettes. La précipitation sur les dispersoïdes apparaît d'autre part plus ou moins tôt, pendant la trempe. Les sites uniformes sont activés entre 200 °C et 350 °C alors que ceux en bandes interviennent entre 325 °C et le solvus de la phase η (440 °C pour la nuance 7010 par exemple). En outre, la vitesse de germination diffère selon la famille de précipités : elle est instantanée dans le cas des précipités en bandes, et est plus progressive dans le cas de la précipitation uniforme.

1.4.3. Sur les dislocations

La précipitation sur les dislocations dans les alliages Al-Zn-Mg(Cu) est simple, elle se fait directement en phase stable, c'est-à-dire la phase hexagonale η [6, 7, 8]. Plusieurs variantes de cette phases ont été décrites dans la littérature (voir chapitre II). La famille de précipités observée sur les dislocation est soit de type η_4 [6, 9], soit de type η_2 [8, 9].

Pour les précipités η_4 sur les dislocations, Allen et Vander Sande [6] ont montré les propriétés suivantes :

- ✓ il n'y a pas de dissociation de la dislocation au niveau du précipité.
- ✓ le plan d'habitat du précipité est toujours le plan de glissement (111) de la dislocation pour une dislocation coin, mais pas toujours pour une dislocation vis.
- ✓ la direction de plus grande dimension du précipité est la direction $\langle 110 \rangle$, la plus proche de la direction de la ligne de dislocation.

Ces deux dernières remarques ne sont bien sûr valables à priori que pour les précipités η_4 .

1.5. Précipitation dynamique

Il existe un troisième type de précipitation, que l'on ne peut classer ni dans la précipitation homogène ni dans la précipitation hétérogène, car les mécanismes qui la gouvernent sont encore mal connus, ce troisième type est la précipitation dynamique sur des défauts mobiles.

Les alliages d'aluminium lors d'une déformation à chaud du matériau en solution solide subissent un adoucissement considérable, cet adoucissement est attribué à la précipitation aidée par la déformation, cette précipitation se développe de façon grossière à haute température, elle est plus importante quand la vitesse de déformation est faible, elle est appelée précipitation dynamique puisque elle est liée au mouvement des dislocations.

Un type de précipitation similaire est suspecté dans les matériaux déformés à froid dans un état sursaturé. L'hypothèse de la formation de précipités de très petite taille lors de la déformation a été proposée par plusieurs auteurs cités par Deschamps [4] pour expliquer différents types de résultats expérimentaux.

- ✓ McCreynolds (1949) a proposé que les instabilités plastiques présentes lors de la déformation de la solution solide dans l'alliage Al-Cu sont causées par la précipitation de zones G.P lors des temps d'arrêt des dislocations. Plus récemment, Pink et Wehernig (1987), ont expliqué la disparition des serrations à partir d'une valeur seuil de la déformation dans les alliages Al-Zn-Mg en solution solide par la formation de précipités lors de la déformation, mais sans préciser si cette précipitation était naturelle. « ie identique à la précipitation qui aurait lieu en l'absence de déformation ».
- ✓ Kelly et Chiou (1958, puis Greetham et al/ 1960), ont montré que la dépendance en température de la contrainte d'écoulement lors d'un saut de température effectué pendant un essai de traction sur un alliage Al-Cu en solution solide était caractéristique de la présence de précipités très fins. Ces précipités ne peuvent avoir été créés que pendant la déformation.
- ✓ Matura et al (1957) ont montré que la déformation en solution solide d'un alliage Al-Cu à température ambiante entraînait une très forte augmentation de la

résistivité, contrairement à la déformation dans ce même état mais à 343 °C, ou bien à la déformation du matériau précipité à température ambiante. Ils expliquent cette augmentation anormale de la résistivité par une précipitation lors de l'essai.

- ✓ Poole et Shercliff (1996) ont observé un taux d'érouissage anormal lors de la déformation d'alliage Al-Zn-Mg-Cu en solution solide, et proposent la précipitation dynamique comme interprétation de ce phénomène.

Enfin aucune étude n'a permis pour l'instant de déterminer si cette précipitation était différente en nature ou en cinétique de la précipitation naturelle. De plus il n'existe aucune preuve expérimentale directe permettant de déterminer le mécanisme et la nature d'une telle précipitation.

1.6.Morphologie des précipités

D'après Hornbogen [10], il existe trois types de particules formées au cours de la précipitation :

1.6.1.Les précipités cohérents

Ces précipités forment une interface de cohérence avec la phase mère c'est-à-dire que le plan d'atomes constituant l'interface, indépendamment de leur nature chimique, est commun aux deux cristaux, une condition nécessaire pour la cohérence est que les deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient identiques ou presque identiques (Fig.I.3a).

1.6.2.Les précipités semi-cohérents

Pour lesquels l'interface précipité-matrice contient un certain nombre de défauts linéaires (dislocation) (Fig.I.3b).

1.6.3.Les précipités incohérents

Dans ce cas il n'existe aucun interface cohérent, la structure et la composition des précipités formés changent brusquement de celle caractéristique de l'une des phases, à celle correspondant à la phase adjacente sur une distance de quelques atomes (Fig.I.3c).

Les précipités des deux premiers types appartiennent généralement à la catégorie des phases intermédiaires dont l'évolution conduit directement au précipité d'équilibre, alors que les précipités incohérents sont des phases d'équilibre, il semble en effet que dans les premiers stades il existe presque toujours un certain degré de cohérence, on assiste alors à une séquence de précipitation où la cohérence précipité-matrice diminue avec l'avancement de la réaction et dont les premiers stades les précipités sont si cohérents avec la matrice qu'on ne parle plus de précipitation, mais de pré-précipitation, les amas ainsi formés qui sont toujours de taille très petite (autour de 50 \AA), sont appelés zones de Gunier-Preston : ces zones ont des formes très variées suivant l'effet de taille et la structure électronique du solvant et du soluté : par exemple, sphères dans l'alliage Al-Ag, ellipsoïdes dans Al-Zn.

La morphologie des précipités au cours de la croissance est co-contrôle par des paramètres cinétiques et énergétiques, par contre la morphologie finale est complètement déterminée par une minimisation d'énergie du système complet, matrice, précipités et interface. Pour des précipités cohérents, il est possible de calculer la morphologie finale, par contre dans le cas de précipités semi-cohérents un tel calcul est impossible à cause des contributions anisotropes d'énergies de déformation élastique et d'interface et disques plans dans Al-Cu.

1.7.Durcissement structural

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 solution solide (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. Il est réalisé par un traitement thermique effectué en trois stades :

- ✓ chauffage à une température suffisamment élevée (450 °C à 550 °C suivant le type d'alliage) pour mettre les éléments d'addition en solution solide (homogénéisation).

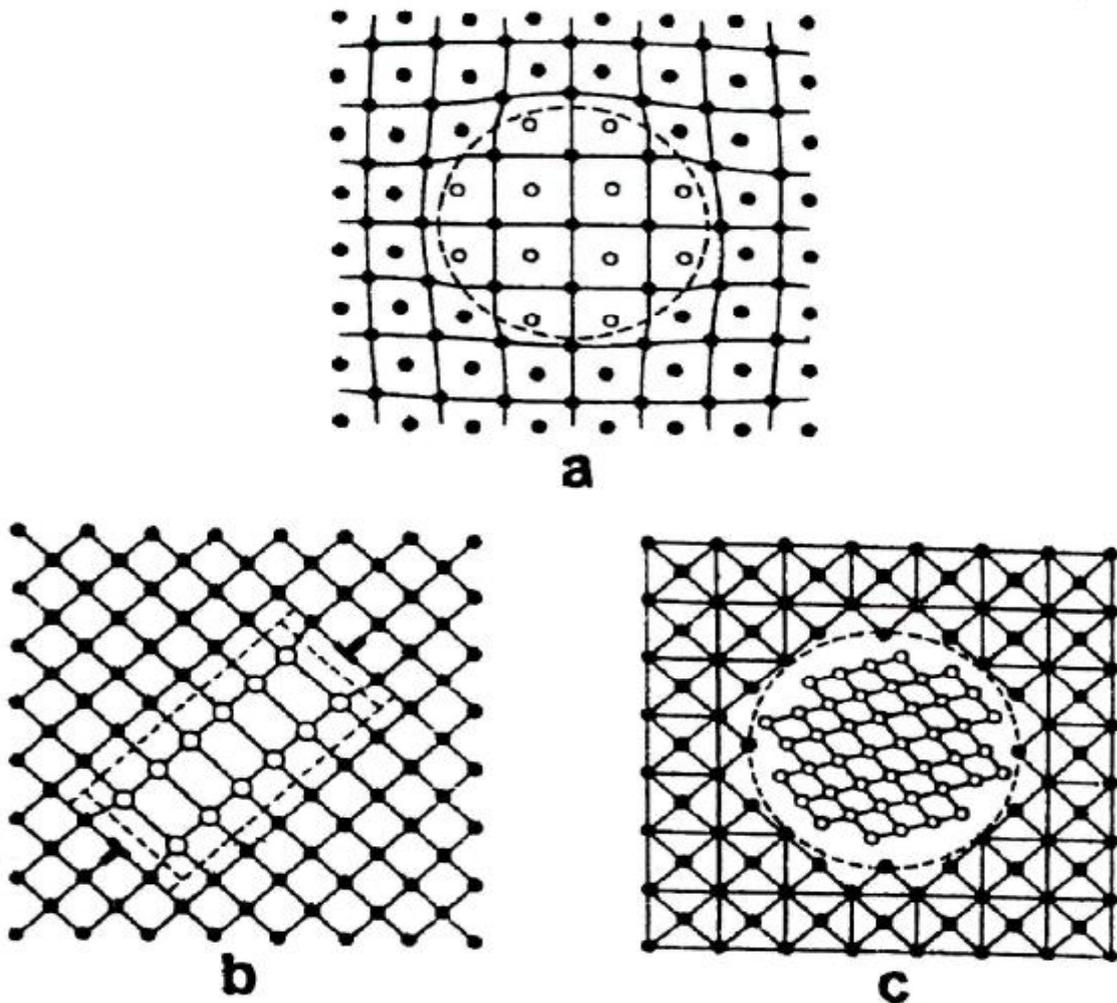


Fig.I.3. Les différents types de précipités :

- a - précipités cohérents
- b - précipités semi- cohérents
- c - précipités incohérents

✓ refroidissement rapide ou trempe pour maintenir la solution solide sursaturée à la température ambiante.

✓ vieillissement soit à la température ambiante ou à une température comprise entre 100 °C et 220 °C selon l'alliage.

On constate que le durcissement par un revenu est plus important que le durcissement par maturation et passe par un maximum plus ou moins élevé à chaque température envisagée. Ce durcissement structural s'explique par la décomposition en

plusieurs étapes de la solution solide sursaturée, les atomes d'éléments d'addition formant de très fins précipités, plus ou moins cohérents avec la matrice d'aluminium.

1.7.1. Durcissement par solution solide

La présence d'atomes étrangers en solution solide provoque une variation du paramètre de la maille par rapport au métal pur. Cette variation locale du paramètre provoque une force d'obstacle sur la dislocation. Guyot 1979 cité par Deschamps [4]. Le durcissement apporté par cette contribution peut être estimé dans le cas d'une solution solide diluée (Kocks et al 1975 cités par Deschamps [4]).

1.7.2. Durcissement par précipitation

La précipitation est le moyen d'obtenir le durcissement le plus important dans les alliages d'aluminium, il est dû au franchissement des précipités par la dislocation, soit par cisaillement ou par contournement (Fig.I.3a,b) ; le cisaillement nécessite un interface entre la matrice et le précipité cohérent ou semi-cohérent, de façon à assurer la continuité du réseau cristallographique.

La présence de précipités cohérents ou de zones G.P provoque un état de contraintes dû à l'effet de taille, ce dernier effet peut être positif ou négatif, les dislocations seront attirées ou repoussées par les particules de seconde phase.

L'action d'une contrainte extérieure peut provoquer le cisaillement des précipités par les dislocations, considérons par exemple, le cas d'un ensemble de dislocations arrivant ou voisinage d'un précipité, si l'action de la contrainte extérieure est suffisante pour vaincre les interactions élastiques et permettre le glissement des dislocations celles-ci peuvent franchir l'interface matrice-précipité.

Dans le cas des précipités incohérents, la dislocation ne peut pas traverser le précipité, puisque il n'y a pas de continuité du plan de glissement sous l'action d'une contrainte, le franchissement du précipité ne peut se faire que par contournement. Le contournement est plus facile quand les précipités sont distants les uns des autres.

Le durcissement par précipitation dépend de nombreux facteurs, parmi lesquels la résistance au cisaillement du précipité lui même.

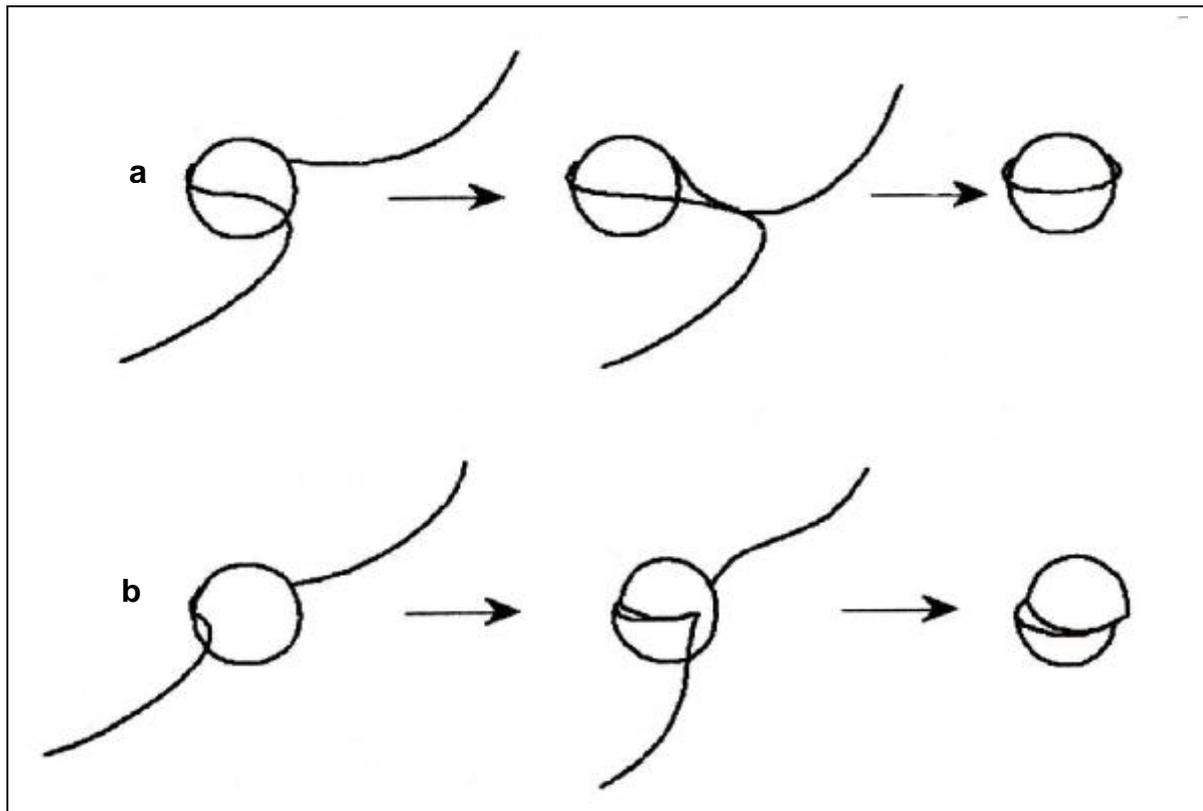


Fig.I.4. Franchissement des précipités par dislocation :
 a- contournement
 b- cisaillement

1.7.3. Durcissement par l'effet de cohérence

Le champ élastique présent autour d'un précipité cohérent peut attirer la dislocation, ou la repousser. Dans les deux cas on a une force d'obstacle pour que la dislocation arrive soit à franchir la répulsion, soit à se libérer de l'attraction (Gleiter 1967, Wedersich 1968, Gerold et Haberkorn 1966 cités par Deschamps [4]).

1.7.4. Durcissement par faute d'empilement

Cet effet intervient pour des particules ayant une énergie de faute d'empilement plus faible que celle de la matrice. Dans ce cas lorsque la dislocation tente de se séparer du précipité, la distance entre les deux dislocations partielles est différente dans le précipité et dans la matrice et la compatibilité à l'interface matrice-précipité impose une distorsion de cette faute d'empilement, coûteuse en énergie, de plus les énergies de ligne dans la matrice et le précipité sont dans ce cas différentes.

1.8. Rôle des défauts structuraux et des éléments d'addition sur les phénomènes de précipitation

1.8.1. Rôle des défauts structuraux

La série 7000 se forme principalement par l'addition de Mg et Cu aux alliages binaire Al-Zn. La précipitation dans les alliages du système Al-Zn-Mg dépend de nombreux facteurs, parmi lesquels, les éléments d'addition tel que le Mg et le Cu et les défauts structuraux (lacunes, dislocation, joint de grains), ces facteurs jouent un rôle important dans le processus de vieillissement, ils peuvent avoir une influence sur la germination et la croissance des particules nouvelles, par des effets directs sur la diminution de l'énergie d'interface et sur le coefficient de diffusion respectivement.

◆ Rôle des lacunes

La formation des zones G.P dans les alliages d'aluminium est généralement reliée à la présence d'une sursaturation de lacunes due à la trempe (Federighi 1958, Federighi T et al/ 1962, Girifalco et al/ 1965 cités par Deschamps [4]), ces lacunes en sursaturation forment des complexes avec les atomes de soluté. Ces complexes se dissolvent à l'interface du précipité parce que l'énergie d'interaction entre les lacunes et les solutés est plus faible dans la zones G.P. Ainsi les lacunes seules se trouvant en sursaturation autour des zones G.P rediffusent dans la matrice, pour se recombinaison avec d'autres atomes solutés, ce mécanisme est dit « pompe à lacunes ».

◆ Rôle des dislocations

Les dislocations sont des sites privilégiés pour la germination hétérogène, un germe qui se forme sur une dislocation peut libérer une partie de l'énergie élastique associée au champ de déformation de cette dislocation, de plus, la diffusion des solutés est plus rapide le long des dislocations que dans le cristal massif, les précipités ayant germés sur celles-ci ont un taux de croissance supérieur à celui des précipités homogènes. De ces deux effets combinés résultent une précipitation plus précoce et une taille plus grande.

D'une part les dislocations sont des puits de lacunes : les lacunes en sursaturation s'annihilent sur les dislocations, d'autre part ils sont des puits de solutés, l'interaction élastique entre les atomes de soluté et les dislocations provoque un flux de diffusion

des solutés vers la dislocation, ce flux de solutés diminue la proportion des solutés aptes à précipiter en volume.

Plusieurs auteurs ont remarqué un ralentissement de la formation des zones G.P dû à la présence des dislocations (Takeuchi, Ceresara et Fiorini, liu et *al* , Konatsu et *al* cités par Deschamps [4]).

◆ **Rôle des joints et sous-joints de grains**

Les joints et sous-joints de grains sont aussi des sites privilégiés de précipitation : d'une part la germination est ici plus aisée car ces sites peuvent potentiellement libérer de l'énergie lors de la germination, et d'autre part la diffusion de soluté ici est nettement plus rapide que dans le matériau massif, permettant une croissance plus rapide des précipités germés.

Ces défauts sont aussi des puits de lacunes et des puits de solutés ; et de la combinaison de l'appauvrissement en soluté et en lacunes résulte l'apparition des zones dénudées de précipités (pfz), c'est-à-dire la formation des zones molles, qui ont une influence néfaste sur les propriétés du matériau (diminution de la plasticité à cause de la formation d'une couche fragile).

Ainsi, les joints et sous-joints de grains forment une zone fortement perturbée, ce qui donne une précipitation plus grossière que dans le volume.

1.8.2.L'influence des éléments d'addition

◆ **L'influence de Mg**

l'influence du Mg était de ralentir très sensiblement la vitesse de la précipitation après la trempe, il ne modifie pas la séquence de pré-précipitation dans les alliages binaires Al-Zn.

- ✓ Polmear cité par A.Par [11] pense que le Mg, du fait de sa taille relativement importante et de sa grande affinité chimique pour le Zinc, tend à s'entourer d'atomes de Zinc, donc la concentration en atomes de Zn libres s'abaisse, d'où le ralentissement de la formation des zones G.P.
- ✓ Panseri et Federighi cités par A.Par [11] ont suggéré que le Mg a une forte interaction avec les lacunes. Ainsi la plupart des lacunes sont retenues par les atomes de Mg, donc la diffusion des atomes de Zinc est liée à la mobilité des couples lacunes-Mg.

- ✓ Ohta et Hashimoto cités par A. Par [11] retiennent l'explication d'une interaction importante entre les atomes de Zinc et de Mg, et la formation durant la trempe des zones ternaires. Ces dernières interagissent avec les lacunes et abaissent ainsi la concentration en lacunes libres.
- ✓ Gould cité par A. Par [11] a expliqué le ralentissement de la formation des zones G.P par la grande stabilité des complexes Mg-Zn-lacunes aux basses températures de vieillissement, ces complexes sont formés par le groupement Mg-Zn à haute température puis l'interaction avec les lacunes au cours de la trempe.

♦ *L'influence du Cu*

L'effet du Cu est :

- ✓ la stabilisation des zones G.P à plus haute température [12,13]
- ✓ l'augmentation du taux de germination [14]
- ✓ le ralentissement de la cinétique de croissance [13].
- ✓ le retardement le processus de décomposition à la température ambiante dans les alliages Al-Zn-Mg[15].

1.9. Germination, croissance et coalescence des précipités

On distingue en général dans le processus de la précipitation trois étapes successives : lors de la première étape (la germination) la sursaturation et donc la force motrice sont élevées, la précipitation est contrôlée par deux paramètres, le taux de germination et le rayon de germination .

Lorsque la sursaturation diminue, il n'y a plus de nouveaux germes créés , on entre dans le régime de croissance, où le rayon des précipités existants augmente, leur nombre restant constant.

Enfin, lorsque la sursaturation est proche de zéro, la force motrice de l'évolution de la microstructure est la diminution de la surface totale des précipités : les plus gros précipités croissent au dépens des plus petits c'est le régime de la coalescence.

1.9.1. Germination des précipités

La décomposition est contrôlée par le gain d'énergie libre du système, en effet, dans un alliage présentant une lacune de miscibilité, la formation de germes de soluté tend à faire décroître cette énergie (contribution chimique : G_{ch}). Le gain d'énergie sera proportionnel au volume du germe, cependant la création d'une nouvelle interface précipité / matrice fait augmenter l'énergie libre car elle met en jeu une énergie interfaciale (γ) toujours positive, la variation d'énergie de surface (G_s) sera cette fois proportionnelle à la surface du germe. De plus, la création du germe induira des distorsions élastiques du réseau en raison de la différence de taille existant entre atomes majoritaires, ce terme d'énergie élastique ($G_{él}$) tend à diminuer la force motrice de germination .

La variation d'énergie libre associée à la création d'un germe de rayon r est donnée

$$\text{par :} \quad \Delta G(r) = (\Delta G_{ch} + \Delta G_{él}) \frac{4pr^3}{3} + 4pr^2g$$

Pour croître continûment, il faut que les germes atteignent un rayon critique r_0 à partir duquel une augmentation de la taille du germe correspond à une diminution de l'énergie libre (fig.4.).

$$r_0 = -\frac{2g}{\Delta G_{ch} + \Delta G_{él}}$$

Le terme élastique conditionnera la morphologie des précipités, lorsque cette énergie élastique sera faible (solutés et solvants de même taille), les particules tendant à occuper un grand volume et à minimiser leur surface. Elles approcheront donc une forme sphérique, c'est le cas des alliages Cu-Co ou Al-Mg, lorsque cette énergie sera importante, les particules précipiteront plutôt sous forme de plaquettes, c'est le cas par exemple des alliages Al-Cu (rapport de taille atomique ~10%).

◆ **Facteurs influençant la germination**

De façon générale, la germination d'un précipité dépend de plusieurs facteurs :

- ▼ l'énergie interfaciale qui est fonction de la similitude plus ou moins marquée des systèmes cristallographiques de la matrice et du précipité, ou de leurs différences.

- ✓ si le précipité a une structure cristalline différente celle de la matrice, il peut y avoir des différences de volume, de forme, etc.... d'où les tensions à la fois dans la matrice et le précipité. Il faut alors tenir compte de l'énergie associée à ces tensions pour écrire l'équation d'équilibre qui donne la dimension critique des particules précipitées.
- ✓ les zones de défauts dans la matrice peuvent constituer des emplacements privilégiés pour la formation des germes car elles nécessitent, pour les précipités, un degré de sursaturation moindre qui est une zone parfaite.
- ✓ les joints de grains constituent des zones privilégiées de précipitation.
- ✓ il apparaît tout d'abord que le rayon de germination est relativement peu sensible à la température, cette dernière joue essentiellement sur le régime de croissance / coalescence par exemple dans Al-Zn-Mg à 120°C, la croissance est presque inexistante alors qu'elle est très rapide à plus haute température.

● **Germination homogène et hétérogène**

La formation d'une nouvelle phase nécessite une fluctuation des atomes à partir des positions de la phase mère, ces fluctuations coopératives permettent le réarrangement atomique suivant le réseau, ces régions de très faibles dimensions doivent atteindre une taille critique. Pour qu'il y ait germination homogène : Il faut que ces régions soient structurellement, chimiquement et énergétiquement identiques à n'importe quelle autre région dans la phase mère. La germination apparaît complètement au hasard à travers tout le système.

La situation précédente ne se présente généralement pas dans un solide réel et la germination tend à s'opérer, de préférence et en premier lieu, là où se trouvent des imperfections. On est alors en présence d'un processus de germination hétérogène, les diverses imperfections qui sont capables de jouer ce rôle d'initiation des transformations sont : les joints et sous-joints de grains, les surfaces de polyгонisation, les dislocations, les défauts d'empilement, éventuellement les défauts ponctuels et leurs amas, la surface du métal, par le fait qu'elle introduit une discontinuité dans le réseau cristallin, peut constituer elle aussi le point de départ des transformations dans la matrice.

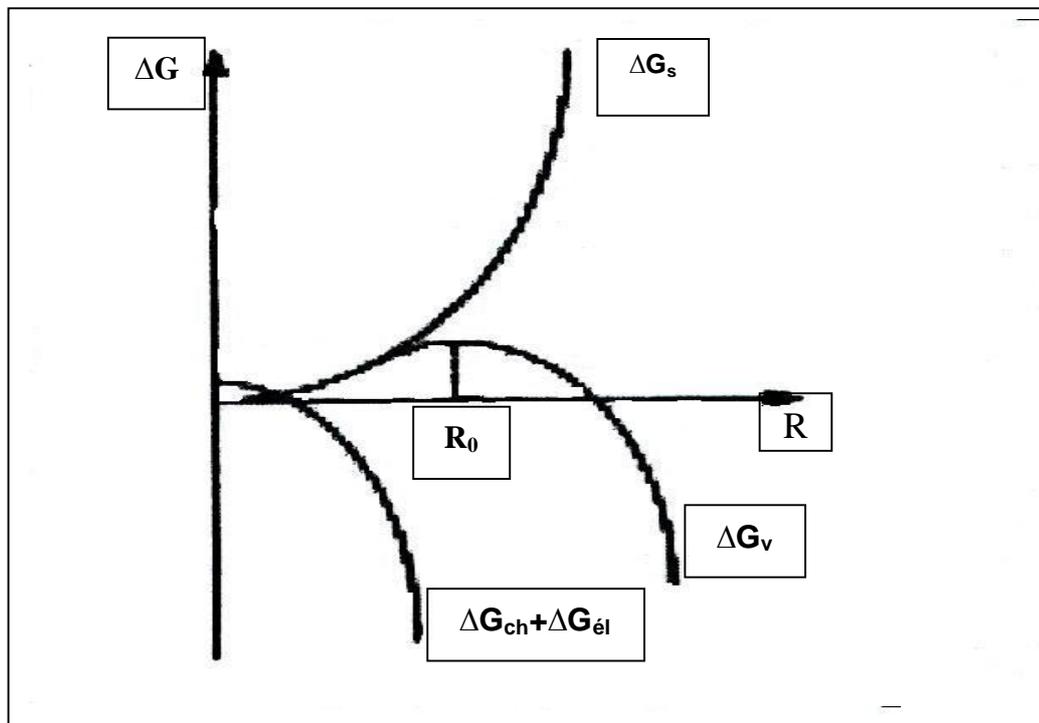


Fig.I.5 : Variation d'énergie libre causée par la formation de germe de rayon R.

1.9.2. Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement, cette dernière phase à une composition différente de celle de la phase mère.

Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est limitée et parce que la distance sur laquelle la diffusion doit se produire est voisine de zéro, c'est donc la traversée de l'interface qui est la plus lente. Mais lorsque les cristaux sont plus gros, c'est l'inverse qui est vrai : le flux de diffusion diminue progressivement parce que la disparition continue du soluté de la solution solide réduit le gradient de concentration qui est la force motrice de la diffusion tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de ce dernier .

La vitesse de croissance dépend alors de la vitesse à laquelle les atomes sont apportés vers ou éloignés de l'interface par diffusion (croissance commandée par la diffusion dans la phase mère), et de la vitesse à laquelle ils traversent l'interface (croissance commandée par la traversée de l'interface).

1.9.3. Coalescence des précipités

A la fin de la croissance, on observe simultanément que les gros précipités continuent de croître au détriment des plus petits qui finissent par disparaître, ce phénomène est expliqué comme suit : au voisinage des particules fines, la concentration des atomes de soluté est plus grande, alors que dans les volumes adhérent aux particules grosses, cette concentration est plus faible, la différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grosses particules et les atomes du composant de base, de la particule grosse à la particule fine. Une telle distribution des composants de diffusion fait que près des gros cristaux de la seconde phase la solution solide devient sursaturée, ce qui conduit à leur croissance. Par contre, au voisinage des particules plus dispersées, la solution solide devient insaturée et les particules se dissolvent, c'est le phénomène de coalescence.

Chapitre II

*Précipitation dans les alliages
Al-Zn-Mg*

sur les zones G.P) est appelée précipitation homogène, par opposition à la précipitation hétérogène dont les sites de germination sont pérennes (comme les dislocations).

Dans cette partie nous passerons d'abord en revue la nature et la composition chimique des différentes phases (métastables et stables) susceptibles de précipiter dans les alliages Al-Zn-Mg-(Cu). Ensuite nous présenterons le phénomène de leur précipitation, c'est-à-dire leur mode de germination, leur stabilité et l'influence des différents paramètres des traitements thermiques

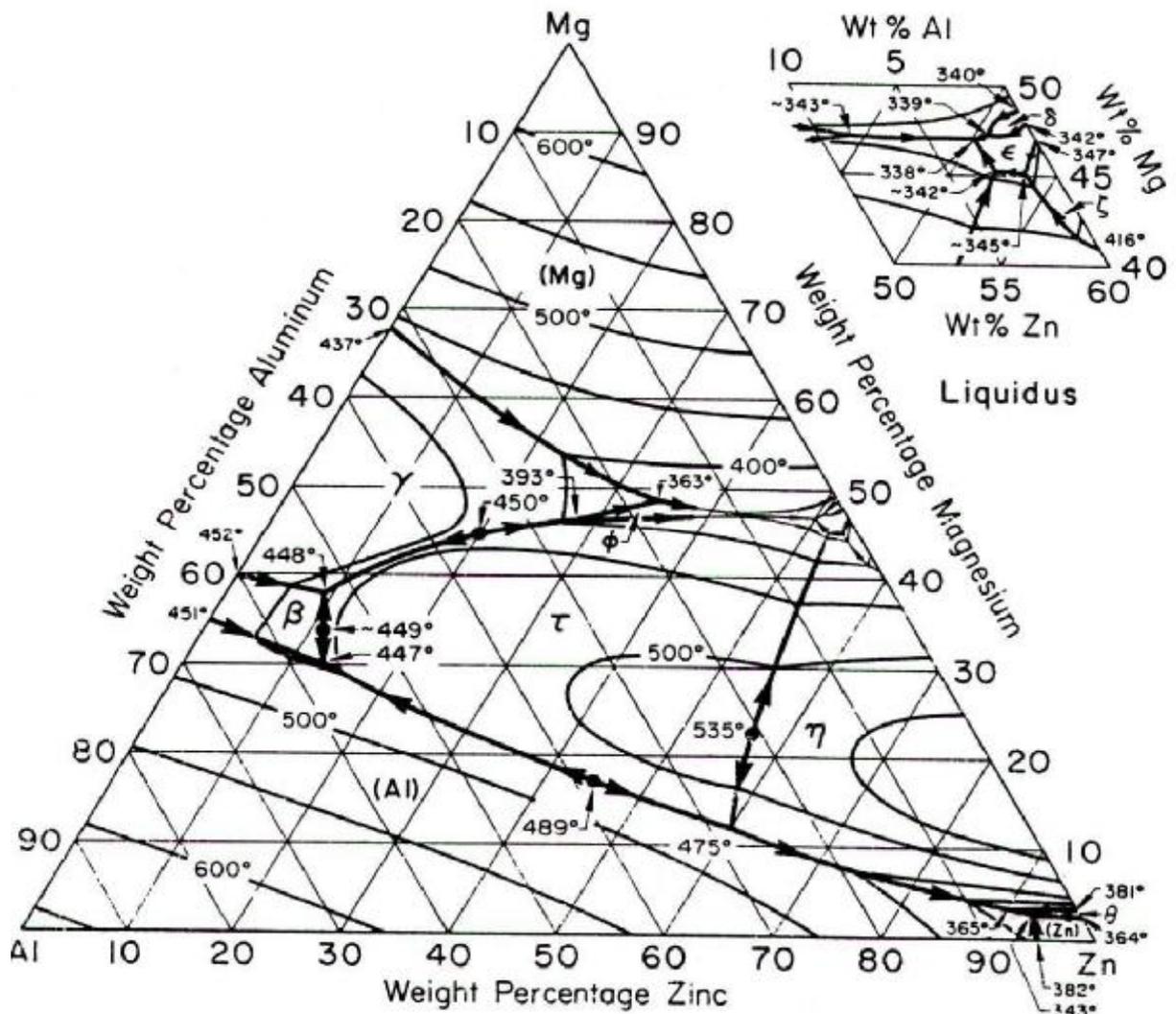


Fig. II. 1: diagramme d'équilibre de l'alliage ternaire Al-Zn-Mg [18]

II.4. Natures cristallographique et chimique des phases en présence

On peut classer, globalement, les phases présentes dans la série 7000 en quatre catégories.

→ les précipités durcissant

Ces précipités contrôlent les propriétés mécaniques plastiques du matériau (limite d'élasticité et taux d'écrouissage). Ils sont formés des principaux éléments d'alliage. Ces précipités se forment à basse température et peuvent être totalement dissous par un traitement de mise en solution.

→ Les dispersoïdes

Ceux ci permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation, ils sont stables à haute température, ils se forment lors de la coulée et suivent l'ensemble de l'histoire du matériau. Ils ne subissent pas de modification sensible ultérieurement : Nes [19] à montré qu'à 460 °C aucune précipitation sensible des dispersoïdes n'apparaissait en 24 heures, le chrome et le manganèse (Cr, Mn) sont longtemps introduits intentionnellement du fait que ces précipités jouent un rôle antirecristallisant. Depuis quelques années les industriels se sont tournés vers le zirconium. Ce dernier précipite avec l'aluminium à haute température pendant la coulée et / ou l'homogénéisation, pour former Al_3Zr . Par ailleurs la diffusion du zirconium dans la matrice d'aluminium était faible, on considère généralement que cette précipitation évolue peu pendant les traitements thermiques.

En outre les dispersoïdes présentent deux structures différentes, l'une stable et l'autre métastable. La structure métastable généralement observée est du type L_{12} et de paramètre de maille 0,408nm [19], le désaccord paramétrique avec la matrice est de 0,8 à 1% [19, 20]. La structure stable de la phase Al_3Zr est une structure tétragonale.

→ Les phases constituantes

Elles ont les mêmes caractéristiques que les dispersoïdes, *i.e.* elles sont stables à assez haute et très haute température, et ne se modifient pas lors des traitements thermomécaniques, elles sont formées de certains éléments d'addition principaux (Mg, Cu). Elles sont généralement indésirables car elles diminuent fortement la tenue en fatigue et la ténacité de ces alliages.

➤ **Les particules d'oxyde**

Ces particules se forment dans le bain de métallique et sont également très néfastes pour les propriétés de l'alliages, elles sont néanmoins en grande majorité filtrées lors de la coulée.

II.5.La séquence de précipitation

La précipitation dans ce système est un sujet intéressant à cause de la séquence de précipitation qui varie suivant plusieurs paramètres (la composition, les traitements appliqués ...). Elle est considérée comme comportant trois étapes, dépendant de la composition de l'alliage ou du rapport Zn :Mg [21]. Deux séquences sont généralement proposées dans la littérature.

✓ solution solide sursaturée → zones G.P → η → η [9,18,22,23,24]

✓ solution solide sursaturée → T' → T [18,21,24]

Pour des rapports Zn :Mg plus élevés, des zones G.P.(riches en Zn et Mg) semblent être remplacées graduellement par la formation des précipités de la phase intermédiaire η (généralement admise pour avoir la composition $MgZn_2$) et la phase d'équilibre η ($MgZn_2$), ces deux phases sont hexagonales bien que leurs paramètres de réseau soient différents [24]. Pour le même rapport des solutés Zn et Mg et un traitement à basse température, on observe souvent la deuxième séquence dans des alliages du domaine [solution solide+T] car la germination des phases de type T fait appel à une énergie d'activation plus importante que pour la phase η .

Pour des alliages de faible rapport Zn : Mg le précipité intermédiaire peut être la phase cubique T' (probablement $Mg_{32}(Al, Zn)_{49}$) et la phase d'équilibre T, de même composition et qui est également cubique [21].

Les travaux de Mondolfo [25] tendent à montrer que le second mécanisme est favorisé dans les alliages avec une teneur en Mg dépassant 2% poids ($C_{Mg} \geq 2\%$ pds). En outre, Embury et Nicholson [26] prétendent qu'elle ne peut avoir lieu que pour des revenus à températures élevées, supérieures à 190 °C, et pour des alliages ayant un rapport Zn/Mg faible le réseau de la phase T est cubique à face centrée avec un paramètre $a = 14,16 \text{ \AA}$ et les relations d'orientation avec la matrice sont : $(100)_T // (112)_{Al}$; $[001]_T // [110]_{Al}$. Enfin d'autres chercheurs proposent une troisième séquence, elle est comme suit :

solution solide → zones GP → η → η → T[27]

Les phénomènes de précipitation précédents sont très complexes, de par la diversité de la taille des particules d'une part et la multiplicité des sites de germination active d'autre part. Le travail de Godard (1997) cité par Dumont [5] a fourni, pour un alliage 7010 un excellent récapitulatif des intervalles de température de germination, pour chaque type de précipité, ainsi l'ensemble de la précipitation est divisé en trois grandes familles : la précipitation hétérogène, la précipitation intergranulaire, la précipitation hétérogène intragranulaire et la précipitation homogène. La figure 2 du chapitre I montre en particulier que la germination hétérogène peut intervenir pendant la trempe dans un vaste domaine de température. La précipitation homogène de revenu est à l'origine du durcissement structural, et qui a déjà été très largement étudiée par Deschamps [4].

II.5.1. Les zones de Guinier-Preston

A basse température la solution solide se décompose pour former les zones Guinier-Preston (G.P) ces zones ont été reconnues comme élément microstructural dans les alliages d'aluminium depuis les premiers travaux de Guinier et Preston (cités par Berg [28]). Elles ont été détectées pour la première fois dans les alliages Al-Zn-Mg par Graf [29]. Cependant le rôle précis de celles-ci est la formation de précipités durcissant qui n'est pas encore bien éclairé dans la plupart des autres alliages [28]. Leur solvus est estimé aux environs de 120 °C à 155 °C selon les auteurs [30]. Elles ont la même structure que l'aluminium. Contrairement aux alliages Al-Cu, par exemple, où les zones G.P sont sous forme de plaquettes dont l'épaisseur, peut être réduite à un seul plan atomique. La précipitation de ces zones est favorisée par les lacunes de la trempe, qui accélèrent les phénomènes de diffusion des atomes et servent de sites de germination ; Thomas et al [31], en étudiant l'alliage Al-6%Zn-3%Mg, à l'aide du microscope électronique à transmission, reportaient que les zones G.P sont sphériques. Elles s'ordonnent rapidement pour constituer des plans alternativement riches en Zinc et Magnésium, parallèles aux plans {100} de la matrice d'aluminium [31]. La forme en sphère a été observée par microscopie électronique à transmission MET par Embury et Nicholson [26] et récemment en haute résolution par Mukhopadhyay [32].

On considère généralement que cette morphologie est due à la compensation des écarts stériques entre l'aluminium et les différents éléments d'addition : en effet, le Mg est plus gros que l'Al de 12%, le Zn plus petit de 2,8%, le Cu plus petit de 10,2% [33].

La compensation des effets de taille dans un précipité contenant chacun de ces éléments limite ainsi les contraintes de cohérence.

De nombreux auteurs ont proposé la présence de deux familles de zones G.P dans les alliages ternaires Al-Zn-Mg:

- ✓ Guinier (1959) cité par Malkopadhyay [32] montre la présence de deux familles de zones GP de compositions différentes , l'une est composée de Zn pur où presque, ces zones sont analogues a celles formées dans le système binaire d'alliage Al-Zn l'autre famille est composée de ces deux élément Zn et Mg).
- ✓ Ungaret et *al.* [34,35] ont mesuré en diffusion centrale des RX la présence de deux familles de zones G.P de tailles différentes, dont la plus petite disparaît au cours de la maturation de l'alliage
- ✓ Sur la base des mesures de diffusion centrale des neutrons, Blaschko et *al.* [36] ont également proposé l'existence de deux familles de zones G.P l'une de taille très réduite et constante ($R=0,3$ a $0,4$ nm), qu'ils assimilent à un ordre local, et l'autre de taille croissante au cours de la maturation.
- ✓ **A partir** des mesures d'annihilation de positrons, Dlubek et *al.* [37] ont défini l'existence de deux familles de zones G.P l'une ne contenant que des atomes de Zn et Al, l'autre contenant des atomes de Al, Zn et Mg et des lacunes. Cependant, ces auteurs indiquent que la première famille de zones G.P est absente dans les alliages contenant plus de 1%at. de Mg.
- ✓ En fin, Nagy et *al.* [13] montrent que la dissolution des zones G.P au cours d'une expérience de DSC provoque un seul pic endothermique dans le ternaire, mais deux pics dans un alliage quaternaire (Al-Zn-Mg-Cu), ce qu'ils interprètent comme la présence de deux sortes de zones G.P, de zones contenant les solutés Mg et Zn et des zones contenant les atomes des éléments Mg, Zn et Cu.

Les résultats des différentes études qui ont été menées pour connaître la composition de ces zones sont :

- ✓ Groma et Szentirmay [38] proposent à partir de mesures de pouvoir thermo-electrique que la formation des zones G.P dans les alliages Al-Zn-Mg commencerait uniquement par la formation des zones binaires Al-Zn, les atomes de Mg n'intervenant que dans un deuxième temps.
- ✓ Groma et *al.* [39] comparent le comportement en diffusion centrale de RX de nombreux alliages AL-Zn-Mg. En faisant l'hypothèse que la composition en Zn des zones G.P est indépendante de la concentration minimale de l'alliage, ils obtiennent par une analyse de l'intensité intégrée la composition suivante pour ces zones : $X_{mg}=40$ % at., $X_{zn}= 50$ à 60 %at.
- ✓ Hono et *al* [40] ont déterminé par FIM / AP (la microscopie ionique à effet de champ couplée à la sonde atomique tomographique) la composition des zones G.P dans un alliage Al-2 % at. Zn-2 % at.Mg - 0.5 % at.Cu : 20 à 25 % Zn, 15 à 20 % Mg, 1 à 3 % Cu, 50 à 60 % Al.
- ✓ Maloney et *al.* [41] sur la base des expériences à la sonde atomique ont montré que, les zones G.P dans l'alliage Al-2.1Zn-1.7Mg (%at) vieilli 168h à 60°C ont une composition moyenne de 8.7 ± 3 at % Zn et 6.3 ± 1 at % Mg.

II.5.2. La phase métastable η

Le durcissement structural maximum des alliages de la série 7000 est conditionné par les caractéristiques (fractions et tailles) des précipités de la phase intermédiaire η . Cette phase apparaît aux températures intermédiaires (typiquement 120°C-180°C), elle est très importante car c'est elle qui confère à l'alliage sa plus grande limite d'élasticité. Cette phase se présente sous la forme d'une phase métastable, cohérente ou semi-cohérente, elle est sous la forme de fines plaquettes (2nm selon Dubost et Sainfort [42]), parallèles aux plans {111} de la matrice d'aluminium. En raison de la très faible épaisseur de ces plaquettes il est très difficile de connaître avec précision la structure cristallographique de η ; celle-ci a toujours fait et fait encore l'objet d'une controverse. Plusieurs structures cristallines et relations d'orientation ont été proposées pour la phase η :

-(a) hexagonal, $a = 0.496$ nm et $c = 0.868$ nm avec $(101\bar{0})_{\eta} // (110)_m$, $(0001)_{\eta} // (11\bar{1})_m$
 Mondolfo et *al* [1956] cités par Yamamoto [22],

-(b) hexagonal, $a = 0,496$ et $c = 1,403\text{nm}$ avec la même relation d'orientations précédente (comme a) Bigot et *al.* [1996] cités par Yamamoto [22],

-(c) **monoclinique** ($a = b = 0,497$, $c = 0,544\text{nm}$) et $\gamma = 120^\circ$ avec $(001)_{\eta} // (11\bar{1})_m$, $(100)_{\eta} // (110)_m$

-(d) orthorhombique ($a = 0,492$, $b = 0,852$ et $c = 0,701 \text{ nm}$). Avec $[100]_{\eta} // [112]_m$, $[010]_{\eta} // [11\bar{0}]_m$ Yan et *al* [1991] cités par Yamamoto [22].

L'hypothèse généralement retenue est celle d'une structure hexagonale, avec comme relations d'orientation $(0001)_{\eta} // (111)_{Al}$ et $(1010)_{\eta} // (110)_{Al}$ cette hypothèse comporte des avantages :

- ∅ Le premier est qu'ainsi le plan basal de η se trouve sur une autre structure hexagonale, i.e. le plan $(111)_{Al}$ avec un désaccord paramétrique élevé.
- ∅ Le deuxième est que cette structure peut directement se transformer en la phase d'équilibre η moyennant un simple changement de paramètre.

Le paramètre a_{η} est assez bien connu dans cette hypothèse, puisqu'il est estimé généralement à $0,496 \text{ nm}$ et ceci que ce soit dans les alliages ternaires Al-Zn-Mg ou dans les alliages quaternaires Al-Zn-Mg-(Cu) [31, 43-45]. D'autres auteurs trouvent des valeurs légèrement différentes mais proches ($0,489 \text{ nm}$ [46], $0,497 \text{ nm}$ [47]). Du fait de la faible épaisseur des plaquettes η , le paramètre c_{η} mal connu, a différentes valeurs qui sont données dans la littérature ($0,868 \text{ nm}$ [31], $1,374 \text{ nm}$ [46], $1,403 \text{ nm}$ [43,44] et, $0,554 \text{ nm}$ [47]). Les derniers travaux de Li et *al* [48] tendent toute fois à confirmer la valeur de $1,402\text{nm}$. La composition de la phase η a fait l'objet d'assez peu d'études qui ont toutes été réalisées par FIM / AP, dont les résultats sont :

Dans le 7150 (2.8% at. Zn, 2,8% at. Mg, 1% at. Cu), d'après Brenner et *al* cités par Deschamps[4] la composition est proche de $Mg(Zn, Cu, Al)_2$ pour des précipités η formés au cours d'un traitement de re-précipitation. Ils estiment ainsi une composition de 10 à 15 % Al, 15 à 20 % Cu, 30 à 40 % Zn et 30 à 40 % Mg.

Sur le même alliage 7150, Warren et *al* cités par Deschamps[4], trouvent une composition radicalement différente, avec une teneur en Al de 75 à 85 %.

Enfin, dans une étude sur la nuance 7050 (2,66 % at Zn, 2.74% at Mg, 0.96%at Cu), Bigot et *al* cités par Deschamps [4], donnent une composition de 55 à 60% Al, 15 à 20% Mg, 22 à 24% Zn et 2 à 2,5%Cu.

à la place de la phase η , les précipités T' sont plus gros que ceux de η après le même traitement de vieillissement.

Variété	Relation d'orientation	
h_1	$(001)_h // (110)_a$	$[100]_\eta // [001]_a$
h_2	$(001)_\eta // (11\bar{1})_a$	$[100]_\eta // [110]_a$
h_3	$(001)_\eta // (11\bar{1})_{lx}$	$[110]_\eta // [110]_{lx}$
h_4	$(001)_\eta // (110)_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [11\bar{1}]_{lx}$
h_5	$(301)_\eta // (110)_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [11\bar{1}]_{lx}$
h_6	$(201)_\eta // (11\bar{2})_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [11\bar{1}]_{lx}$
h_7	$(104)_\eta // (110)_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [11\bar{1}]_{lx}$
h_8	$(001)_\eta // (311)_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [11\bar{2}]_{lx}$
h_9	$(001)_\eta // (110)_{lx}$	$[1\bar{2}0]_\eta // [001]_{lx}$
h_{10}	$(001)_\eta // (11\bar{1})_{lx}$	$[110]_\eta // [13\bar{4}]_{lx}$
h_{11}	$(001)_\eta // (110)_{lx}$	$[100]_\eta // [11\bar{1}]_{lx}$

Fig. II.2. les variétés de la phase d'équilibre η et leur relation d'orientation avec la matrice d'aluminium [50].

II.5.5. La phase T

La phase T est une phase d'équilibre qui précipite pour de hautes températures de vieillissement $\sim 200^\circ\text{C}$ (Schmalzried cité par Ryum [9]), elle ne joue aucun rôle dans le durcissement par précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg. La phase T est formée dans les alliages Al-Zn-Mg, pour le rapport Zn :Mg faible et une température $> 200^\circ\text{C}$ [24] , elle est transformée à partir de T' à basse température (200°C), elle est plus stable à 200°C ou même à 250°C . Le rapport Zn :Mg dans cette phase est généralement plus fort que dans la phase η de $\sim 20\%$ [24]. Seong et al [51] ont montré que la phase T précipite au cours de la trempe lente d'un alliage

Al-Zn-Mg-Cu et pour un rapport Zn :Mg inférieur à 2.2, mais si le rapport Zn :Mg devient élevé la phase T n'apparaît pas.

II.6.Phénoménologie de la précipitation

II.6.1.Formation des zones G.P

Il est établi que la formation des zones G.P est étroitement liée à la sursaturation locale en lacunes de trempe, ces lacunes s'associent avec les atomes des solutés en solution solide, pour former de petits complexes. La liaison lacune-soluté étant plus faible à l'intérieur de la zone G.P, le complexe se dissout au contact de l'interface et les atomes repartent en solution solide pour former un nouveau complexe (Girifalco et Herman (1965) cité par Dumont [5]), c'est le mécanisme de « pompe à lacune ».

on a une concentration en lacunes constante pendant toute la période de maturation, la germination des zones G.P n'est pas homogène, elle a lieu sur des lacunes de trempe (Asono et al (1976) cité par Deschamps [4]). Le niveau de la sursaturation en lacunes, après trempe, est par ailleurs contrôlé par deux principaux paramètres : la température de mise en solution et la vitesse de refroidissement qui suit l'homogénéisation. D'après Deschamps [4] il semblerait qu'une mise en solution au delà de 520 °C conduise à l'annihilation des lacunes pendant la trempe, par formation de boucles de dislocations. Un refroidissement trop lent, après le traitement thermique, conduit parallèlement à une baisse importante de la concentration en lacunes. Cette dernière remarque est toute fois sujette à controverse puisque les résultats sur l'influence de la vitesse de trempe sur la cinétique de germination divergent.

La limite, en température, de formation des zones G.P à été abondamment étudiée dans la littérature ; que ce soit par des mesures de résistivité, de calorimétrie différentielle ou de propriétés mécaniques, elle est comprise entre 100°C et 155°C [4, 34, 52, 53]. Cette large gamme de température tient probablement aux techniques utilisées : 100 °C est une valeur obtenue en considérant la température à partir de laquelle le pic de résistivité n'apparaît plus, mais ceci n'est pas nécessairement relié à l'absence de zones G.P. 150 °C est une valeur obtenue à partir d'observations au MET, qui ne sont pas non plus totalement fiables. Les

meilleures mesures proviennent sans doute de la DSC, et donnent une température de 120°-130°C.

En fin, Ryum [54] a observé que la formation des zones G.P est insensible au chemin de la trempe, celle-ci est insensible à la température de trempe dans la gamme 400-475°C et de plus un passage d'une minute à 200°C lors de la trempe (diminuant fortement la concentration en lacunes) n'affecte pas la cinétique de la précipitation à la température ambiante. Ceci est en contradiction avec les résultats de Fabian et Wolter [55] qui trouvent une nette dépendance de la cinétique de formation des zones G.P avec la température de trempe.

L'énergie d'activation de la formation des zones G.P. est assez faible, elle est de l'ordre de 0,4 eV [4].

II.6.2. Dissolution des zones G.P

La dissolution des zones G.P au delà de leur limite de solubilité est d'une grande importance, les zones G.P sont des germes très efficaces pour les précipités η . Suivant l'état initial et les différentes techniques de mesure utilisées la température de réversion totale est située entre 100 °C et 170 °C [55-58]. D'autre part, l'énergie d'activation de cette dissolution est élevée, elle est comprise entre 1,3 eV et 1,7 eV [55, 59].

II.6.3. Phénoménologie de la précipitation η

La précipitation de la phase intermédiaire η constitue l'étape essentielle du mécanisme de durcissement, car sa finesse contrôle les caractéristiques mécaniques maximales du matériau. La phase η apparaît assez tôt par transformation des zones G.P dès 60 °C selon Lendvai et al [58], et à partir de 100 °C selon Ungar et al [35]. La germination directe de η apparaît à plus haute température, vers 120 °C à 150°C (elle fait suite aux températures de formation des zones G.P que nous avons revues ci-dessus).

Généralement, on considère qu'à ces températures elle est rapidement transformée en phase d'équilibre η , mais Guyot et Cottignies [60] indiquent une coalescence de η après des temps assez longs à 120 °C et 150°C, avec une énergie d'activation de 1,39 eV. La germination de η peut se faire sur différents sites, que l'on peut classer par ordre d'efficacité : germination en volume pour des matériaux avec une

faible sursaturation en lacunes (trempe lente), germination sur des amas de lacunes de trempe, et germination sur les zones G.P.

La germination dans le volume à été étudiée par Ryum [54], en faisant une trempe interrompue 1 minute à 200°C suivie d'une trempe jusqu'à la température ambiante (l'alliage ne comportant alors que peu de lacunes) puis immédiatement un traitement de revenu. Les propriétés mécaniques qui en résultent sont alors catastrophiques [54]. Car la germination de η ne peut se faire que de manière homogène.

La germination en l'absence de zones G.P peut se faire d'une manière relativement efficace en présence d'un nombre suffisant de lacunes de trempe, plusieurs auteurs ont proposé un mécanisme de germination sur de tels amas pour expliquer la relative bonne germination de η lorsque le revenu est effectué immédiatement après une trempe d'après [54] et Zahra et *al* cités par Deschamps [4] , cependant il n'est pas clairement déterminé si ces amas sont composés uniquement de lacunes ou bien de complexes solutés-lacunes. Dans cette situation, la germination de η dépend alors de manière critique des conditions de trempe d'après Zahra et *al*. (cités par Deschamps[4]).

La germination de loin la plus favorable se fait sur les zones G.P.. Celle ci a été depuis longtemps déduite d'observations indirectes montrant la présence de zones G.P lors de la germination. Lorimer et Nicholson et *al* cités par Dumont[4] proposent une transformation directe des zones G.P en précipités η . Le premier modèle est supporté par les observations récentes de Maklopadyay [32] faites par microscopie électronique à haute résolution (MEHT) qui montrent des précipités η germés directement sur des zones G.P.

Il y a ainsi une compétition entre la dissolution des zones G.P et la germination de η , puisque ces deux phénomènes se produisent dans les mêmes gammes de température (100-150°C). La germination de η ne peut se faire que sur des zones G.P d'une taille suffisante (Bardhan et Starloe (1968) cités par Deschamps[4]). Si l'on diminue la vitesse de montée en température lors d'un traitement de revenu, on passe d'un mécanisme de réversion totale des zones G.P à un mécanisme de réversion partielle puis de précipitation de η sur les zones G.P restantes [61]. Cependant, même dans le cas où la réversion est complète, Kovacs et *al*. [57] ont proposé qu'il subsiste des fluctuations locales de soluté qui aident à la germination de η . Le domaine d'apparition de η dépend de la composition de l'alliage, Ungar et *al* [35] indiquent que

l'on passe d'un régime de réversion totale des zones G.P avant germination de η à un régime de germination hétérogène lorsque la composition en Zn dépasse 2,5 %at. D'autre part, la présence du Cu a une influence sur la phase η : d'une part il la stabilise [62] et d'autre part le domaine de recouvrement entre les zones G.P et η est élargi, rendant la formation de la phase η moins sensible à la trempe [12].

II.6.4. Phénoménologie de la précipitation η

La phénoménologie de la précipitation de la phase d'équilibre η dans le milieu homogène a été peut étudiée, lors des traitements de revenu habituels, elle apparaît par transformation de η' , soit directement, soit par germination hétérogène sur η' [57,59]. On observe essentiellement les phases η_1 , η_2 et η_4 .

La première phase η_1 étant dominante lorsque la précipitation a lieu par germination sur η' , la deuxième η_2 par transformation directe de η' et la troisième η_3 lors d'une germination plus directe dans le volume.

Enfin, on considère généralement que la transformation de η' en η se fait à un stade suffisamment avancé du revenu pour que l'évolution de η se fasse directement dans un régime de coalescence.

Deschamps et *al.* et Dumont et *al.* [49, 63] montrent que les précipités de la phase d'équilibre η germent sur les dispersoïds Al_3Zr . Et ils sont principalement de type η_2 avec la relation d'orientation : $(0001)_\eta // (010)_{\text{Al}}$ et $[101\bar{0}]_\eta // [110]_{\text{Al}}$ [49].

Chapitre III

*Matériaux et méthodes
expérimentales*

Chapitre III

Matériaux et méthodes expérimentales

III. 1. Matériaux étudiés

III.1.1. Choix et analyse des matériaux

Les alliages du système Al-Zn-Mg (avec ou sans cuivre) sont des alliages d'un développement industriel plus récent par rapport aux alliages binaires. Leurs applications sont toute fois relativement importantes et le sont sans cesse en croissant du fait, d'une part des grandes possibilités métallurgiques de cette classe d'alliages et, d'autre part, des nombreux travaux de recherches les concernant effectués dans différents laboratoires de par le monde.

Ces alliages se subdivisent en deux familles importantes qui présentent des propriétés très différentes et se différencient sur le plan de la composition par la présence ou non du cuivre.

D'autres éléments tels que le chrome, le manganèse, le zirconium, et le titane, peuvent être présents pour différentes raisons, en plus des impuretés habituelles comme le fer et le silicium.

Nous avons utilisé dans notre travail les alliages suivant :

- Al -7,8% mass. Zn -1,07 %mass. Mg.
- Al- 8 % mass. Zn - 2,54 % mass. Mg - 1,45%mass. Cu

Ces alliages ont été fournis par le laboratoire de microscopie ionique et sonde atomique de l'université de ROUEN (France).

III.1.2. Traitements thermiques appliqués

Pour suivre les phénomènes de précipitation et voir globalement la séquence de précipitation c'est à dire les phases qui peuvent apparaître dans ce système d'alliages. Ces derniers ont subi les traitements thermiques suivants :

- ✓ traitement d'homogénéisation à 475 °C pendant une heure afin de dissoudre tout le zinc , le magnésium et le cuivre respectivement dans la solution solide.
- ✓ suivi immédiatement d'une trempe rapide dans l'eau froide, afin d'obtenir une solution solide sursaturée.
- ✓ des traitements de vieillissement, en les chauffant à des températures variées pour différentes durées de maintien pour provoquer le processus de précipitation.

III.1.3. Préparation des échantillons

Pour effectuer les mesures de dureté et l'étude de la microstructure par microscope optique , les échantillons doivent être polis mécaniquement au papiers abrasifs (du numéro 500 au numéro 1000) puis avec une pâte diamantée de granulométrie (9 et 3 μm), ensuite les échantillons sont attaqués chimiquement par le réactif de Keller dont la composition est la suivants :

- Acide fluorhydrique : 5 ml
- Acide nitrique : 23 ml
- Eau distillée : 78 ml
- Acide chlorhydrique : 9 ml

II.2. Méthodes expérimentales utilisées

➔ Dilatométrie

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

Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre différentiel ADAMEL LHOMARGY du type DI 24 pour déterminer avec une bonne précision les caractéristiques des changements de phase qui surviennent au cours d'un cycle thermique.

Il permet de travailler avec des vitesses de montée ou de descente en température suffisamment lentes ; cependant, au cours du refroidissement il ne permet pas d'atteindre une vitesse supérieure à celle du refroidissement libre du four. Les échantillons utilisés peuvent être de forme cylindrique (5 mm de diamètre et 25 mm de

longueur) ou parallélépipédique ($25 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$). Les essais de dilatation ou de retrait de l'éprouvette peuvent s'effectuer sous atmosphère contrôlée ou sous vide primaire.

L'appareil est connecté à un ordinateur permettant l'acquisition des données (ΔL , T, t), t étant la durée du traitement, de façon à pouvoir effectuer ultérieurement les calculs souhaités grâce à un logiciel approprié (LOGIDIL).

➔ **Analyse calorimétrique différentielle (DSC)**

l'analyse calorimétrique différentielle permet de mesurer les libérations ou absorptions d'énergie qui ont lieu dans un échantillon lorsqu'on lui fait subir un cycle thermique, on peut ainsi accéder à plusieurs types de modifications de la microstructure d'un matériau ; transformations de phases :

-Pic exothermique situé au-dessus de la ligne de base pour une précipitation, ou restauration et recristallisation.

-Pic endothermique au-dessous de la ligne de base pour une dissolution.

Deux méthodes permettent de mesurer la différence de température ΔT entre l'échantillon et la référence, ce sont l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et l'analyse thermique différentielle (ATD); l'évolution technologique permet actuellement que l'on transforme ce ΔT en une différence de flux thermique entre l'échantillon et la référence.

L'analyse Thermique Différentielle (ATD) ou 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 :

- ➔ une différence de température (ATD) entre l'échantillon et une substance utilisée comme référence,
- ➔ des flux thermiques (DSC).

Dans le premier type d'appareil, on mesure un déséquilibre thermique instantané : différence de température entre les deux échantillons ; alors que dans le deuxième cas, on mesure un déséquilibre « électrique » : différence de puissance électrique fournie pour maintenir la même température entre la référence et l'échantillon.

L'appareil de type DSC permet la détection de très faibles chaleurs de réaction et présente aussi une sensibilité plus forte que celle caractérisant l'appareil du type ATD, ce qui privilégie notre choix pour la DSC.

Les informations que l'on peut obtenir d'un thermogramme de DSC sont de deux ordres : tout d'abord, qualitativement, les types et températures de transformations , ensuite, quantitativement, l'énergie totale d'une réaction, par intégration d'un pic-exo-endo-thermique.

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

Dans notre étude nous avons donc utilisé l'analyseur un appareil de type SETARAM DSC 92. La vitesse de chauffage a été choisie égale à 10 °C/mn (quelques fois 5°C/min) avec une montée en température de 25 °C à 480 °C. Les échantillons sont préparés sous forme cylindrique (1.2 mm à 2 mm de hauteur et 5 mm de diamètre) avec une masse variant de 90 mg à 120 mg.

➔ **Diffraction des Rayons X**

Cette technique permet l'identification des phases cristallines d'un solide. Elle permet de suivre indirectement les phénomènes de précipitation dans ce système d'alliage Al-Zn-Mg et l'effet d'addition du cuivre sur les phénomènes de précipitation dans ces alliages à partir des pics de diffraction des différentes phases et des variations du paramètre du réseau de la matrice Al-Zn-Mg(Cu) en fonction des vieillissements à des températures correspondant a la précipitation des phases intermédiaires et d'équilibre (surtout).

Un diagramme de diffraction des rayons X est caractéristique d'un matériau ou d'un composé donné. La position angulaire θ_{hkl} des raies de diffraction obéit à la relation de Bragg: $2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda$ où λ est la longueur d'onde du rayonnement incident.

De la connaissance des angles, on déduit ainsi les distances inter-réticulaires d_{hkl} on peut alors déterminer qualitativement les phases en présence par comparaison des distances inter-réticulaires calculées avec celles stockées dans des bases de données (fichiers JCPDS par exemple) si le composé est déjà connu et répertorié.

Le diffractomètre utilisé est de marque Siemens D8 Advance à goniomètre automatique. Les spectres de diffractions des rayons X ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre ($I = 20 \text{ mA}$ et $V = 40 \text{ KV}$), le balayage a été fait pas par pas, entre 10° et 120°.

➔ **Microscopie optique**

La Microscopie optique représente une méthode facile et effective pour la caractérisation des différents de type de précipités, notamment pour les alliages bien connus. Puisque les différentes phases peuvent être colorées par attaque chimique pour pouvoir être ainsi identifiées ; par exemple la phase intermétallique Mg_2Si apparaît en gris dans le système d'alliage Al-Mg-Mn et micro-porosité en noir.

Les évolutions microstructurales des alliages Al-Zn-Mg(Cu) ayant subi des traitements thermiques (isothermes) ont été suivies à l'aide d'un microscope métallographique à grand champ OLYMPUS B X 51M muni d'une caméra photographique qui nous permet l'obtention d'un nombre illimité des différentes microstructures pour différents grossissements.

➔ **Mesures de microdureté**

La microdureté est la technique idéale pour caractériser les cinétiques de durcissement structural car elle permet de comparer facilement et rapidement les propriétés mécaniques de différents états métallurgiques (trempe et / ou revenu) , en terme de dureté Vickers.

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. La mesure de microdureté est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté H ($H= F/ S$).

Les mesures de microdureté ont été effectuées sur un microduromètre semi-automatique de type ZWICK à pénétration Vickers, avec une charge de mesure de 300g, relié à un micro-ordinateur 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.

Chapitre IV

*Résultats expérimentaux et
interprétations*

IV.2. Précipitation dans l'alliage ternaire Al-Zn-Mg

Etude par microscopie optique

L'observation métallographique est une méthode importante pour l'étude des phénomènes de précipitation; elle permet de suivre la taille, la répartition et la forme des précipités formés au cours de maintiens aux diverses températures de vieillissement : dans notre cas l'observation au microscope optique n'a révélé aucune différence microstructurale notable entre l'échantillon (Al-7.8 % mass. Zn-1.07 % mass. Mg) homogénéisé 1 h à 475 °C et trempé à l'eau et l'échantillon ayant subi un vieillissement de 1 h à 270 °C après homogénéisation et trempe (Fig. IV.1), la micrographie présente une microstructure identique à celle de l'état de trempe même avec des grossissements pouvant atteindre 1000X. Ceci est expliqué par le fait que les précipités formés dans ce système d'alliage Al-Zn-Mg sont des particules très fines et leur taille est de quelques nm comme il a été rapporté par plusieurs auteurs tels que:

- ▼ Dubost et Sainfort [42] qui montrent que les plaquettes de η ont un diamètre de 2nm.
- ▼ Yomamoto et *al.* [22] ont confirmé cette taille avec une étude au MET des échantillons vieillis à 120 °C et 200 °C pendant 24 h et 1,5 h respectivement, ils observent dans le premier cas des précipités de diamètre de 5 à 10 nm et dans le deuxième cas le diamètre varie entre 10 et 30 nm.

Pour cela l'étude microstructurale dans les alliages ternaires Al-Zn-Mg nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à transmission (MET).

Etude par DSC

L'étude préliminaire en DSC avec différentes vitesses (1 °C/min., 2 °C/min., 5 °C/min., 10 °C/min. et 20 °C/min.) de 30 °C à 480 °C a montré que les meilleurs profils ont été obtenus pour des vitesses de chauffage se situant entre 5 °C/min et 10 °C/min pour lesquelles nous obtenons une série de pics endothermiques et exothermiques dans pratiquement les mêmes intervalles de températures, nous avons choisi alors la vitesse de 10 °C/min au cours de notre étude.

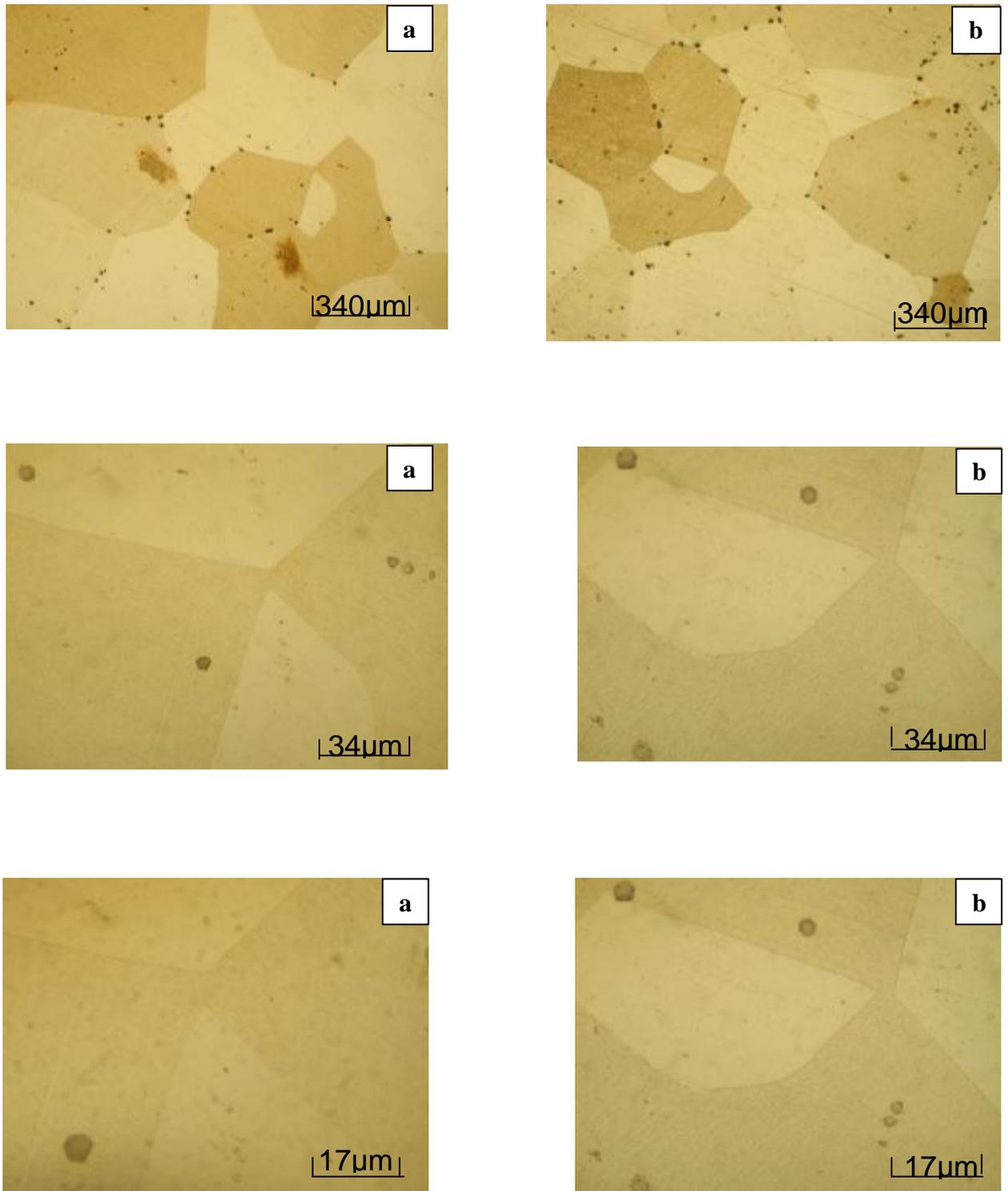


Fig. IV.1. Microstructure de l'échantillon Al-7.08% mass. Zn-1.07% mass. Mg (a) homogénéisé 1h à 475 °C et trempe, (b) homogénéisé , trempe et vieilli 1h à 270 °C.

L'état de trempe

La courbe obtenue durant le chauffage en DSC de 30 °C à 480 °C avec une vitesse de 10°C/min pour l'échantillon Al-7.8 % mass. Zn-1.07 % mass. Mg homogénéisé 1,5 h à 475 °C et trempé à l'eau (Fig. IV.2) présente un premier pic endothermique p' situé vers 120°C qui correspondrait vraisemblablement à la dissolution de zones GPI dont la limite d'existence peut aller jusqu'à 150 °C [28], ou bien il est dû à la dissolution des zones riches en amas complexes atomes solutés-lacunes (VRC), puisque les derniers travaux de plusieurs auteurs tel que Werenskiold et *al.* [67] ont montré qu'après une trempe à la température ambiante l'existence de deux types de zones (les zones GPI et les VRC) ces dernières zones (VRC) sont assez stables à cette température. En plus on note la présence d'un épaulement vers 200°C qui serait probablement dû à la formation des zones GP II ou des VRC ou de la phase métastable η' .

Entre 200 °C et 300 °C les précipités η' germent soit sur les zones GP, soit par leur transformation si celles-ci atteignent une taille critique [65] ou soit directement à partir des VRC, contrairement aux différents types de la phase d'équilibre η qui se forment à partir de η' ou sur les dispersoïdes. Ces résultats sont traduits sur les courbes de DSC par le dédoublement du pic exothermique (p_1, p_2) qui apparaît dans l'intervalle de température [230 °C–290 °C] dont le pic p_1 est situé vers 245 °C et le pic p_2 vers 280 °C, ce pic exothermique est suivi par un deuxième pic endothermique dédoublé lui aussi (p_1'', p_2'') dans l'intervalle de température [290 °C–395 °C] et qui serait dû à la dissolution des phases précipitées entre 230 °C et 300 °C.

Le pic endothermique p' situé vers 120°C est attribué à la dissolution des zones GPI. Le pic exothermique dédoublé (p_1, p_2) précédé par un épaulement et situé vers 200°C suggère que les zones GPI se dissolvent avant la formation des phases η' et η .

Le recouvrement des deux pics exothermiques (p_1, p_2) dont les maximums sont situés respectivement vers 245 °C et 280 °C serait dû à la dissolution partielle de la phase intermédiaire η' par suite de la compétition entre la dissolution de celle-ci et la formation de la phase d'équilibre η ce qui pourrait indiquer que η se forme indépendamment de η' ou bien que ce recouvrement serait dû à la précipitation de différents types de η .

Le second pic endothermique dédoublé (p_1'', p_2'') dont les minimums sont situés vers 317 °C et 368 °C respectivement vient juste après le pic exothermique p_2 ce qui

veut dire que les précipités formés précédemment se dissolvent complètement à partir de 300 °C.

Les états vieillis

◆ Vieillessement à 120°C

La courbe de DSC d'un échantillon Al-7.8%mass.Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1h à 120°C (Fig. IV.2) révèle au cours du chauffage un premier pic endothermique dédoublé p_1' et p_2' dans l'intervalle de température [138 °C-220 °C] dont le pic p_1' est situé vers 175 °C et le pic p_2' et situé vers 215 °C, ce dédoublement est dû à la dissolution des phases intermédiaires qui **seraient** probablement les VRC et les zones GPII et /ou une partie de la phase η' respectivement, puisque la température de réversion totale des zones GP peut atteindre même la valeur de 170 °C d'une part, et puisque, d'autre part, l'énergie d'activation de cette dissolution est relativement élevée (1,3 ev - 1,7 ev) [54].

Et pour **mieux** voir cet évolution entre l'état homogène et l'état vieilli 1 h à 120 °C on a procédé à un vieillissement de 30 min qui montre que l'épaulement vers 200 °C commence à disparaître **laissant** place aux deux pics **endothermiques**.

Le pic exothermique dédoublé (p_1 , p_2) dans l'intervalle de température [220 °C – 300 °C] représente la formation des phases intermédiaire η' et d'équilibre η ou les différents types de η respectivement, les pics p_1 et p_2 avec leur maximum situés vers 240 °C et 270 °C respectivement sont relativement séparés avec toujours un recouvrement, ce qui explique que les premiers précipités de la phase métastable η' ou ceux de la phase d'équilibre (premier type de précipité de η) sont relativement stables mais ne se transforment pas immédiatement et totalement en seconds précipités (second type de η).

Le second pic endothermique est toujours dédoublé p_1'' et p_2'' dans l'intervalle de température [300 °C-385 °C], il est dû à la dissolution complète des phases précipitées η' et η ou η_1 , η_2 et η_4 .

Le même chauffage réalisé sur le même échantillon homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 8 h, 24 h et 48 h à 120 °C donne des courbes qui sont présentées sur la figure (IV.2), dont l'allure générale est pratiquement la même, à savoir:

-un premier pic endothermique dédoublé (p_1' , p_2') pour le traitement de 8 h et dont le dédoublement n'est pas aussi net pour les deux autres traitements (24 h, 48 h), ce pic

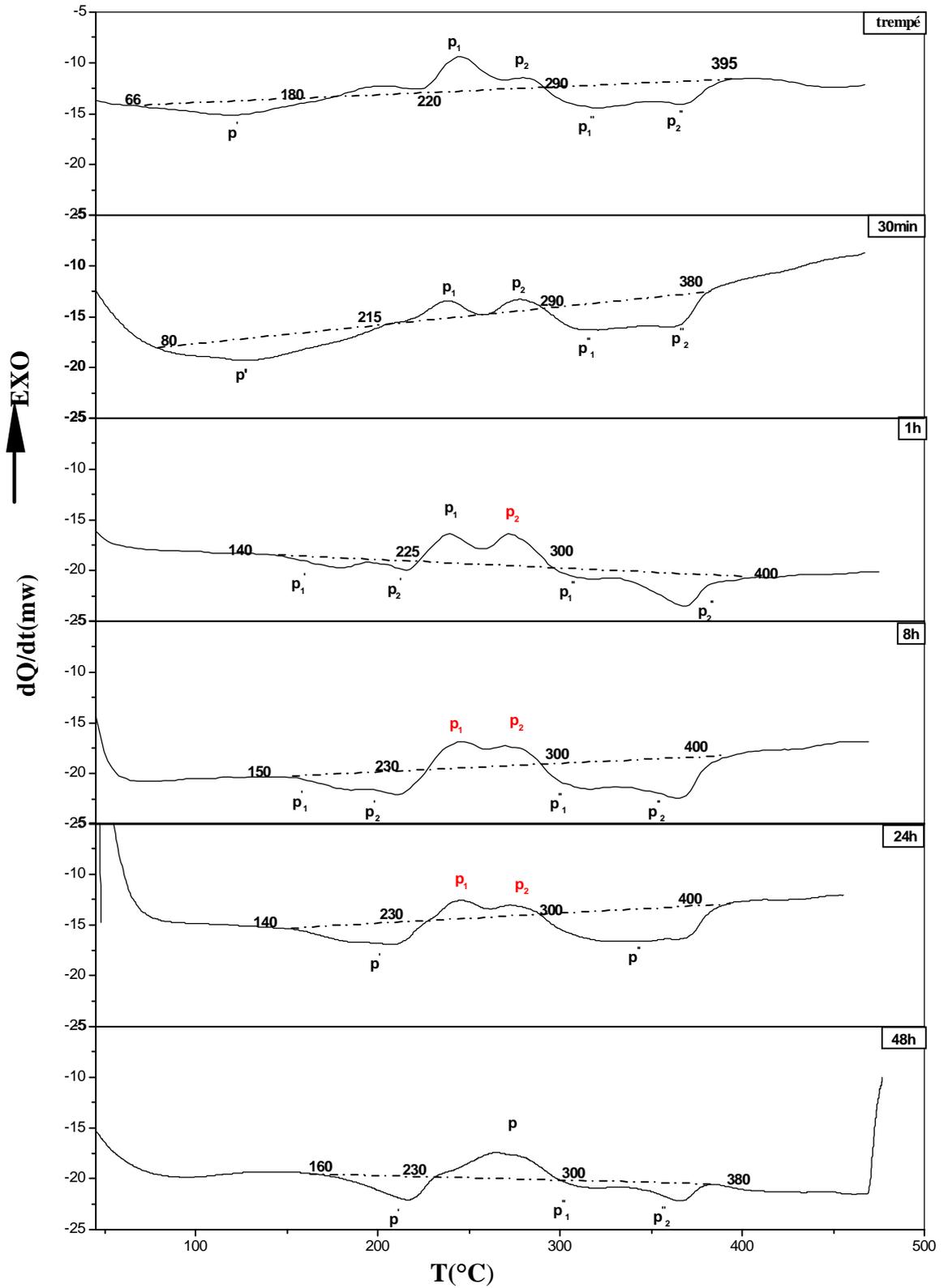


Fig. IV.2. Courbes de DSC de l'échantillon Al-7.8%mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 120 $^{\circ}C$ pendant 30 min, 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement.

apparaît presque dans le même intervalle de température [140 °C-230 °C] pour 8 h et 24 h et [180 °C-230 °C], il est dû probablement à la dissolution des zones GPII et / ou VRC et /ou une partie de η .

-un pic exothermique dédoublé (p_1, p_2) dont les maximums sont situés vers 245 °C et 270 °C respectivement pour tous les temps de vieillissement (8 h et 24 h)et pour le temps de 48h ,il devient un seul pic correspondant a un recouvrement de deux pics exothermiques et il est situé dans le même intervalle de température [230 °C-300 °C], ce pic serait dû à la formation des phases η et η ou η_1 et η_2 ou η_4 .

-un autre pic endothermique, dédoublé lui aussi (p_1'' et p_2'') et situé dans l'intervalle de température [300 °C–400 °C] pour les traitements de 8 h et 48 h, mais pour l'autre traitement de 24 h ce dernier est non dédoublé et il est situé dans le même intervalle de température, il est dû toujours à la dissolution de toutes les phases précipitées.

Cependant des remarques intéressantes sur les courbes de ces états de vieillissement peuvent être faites:

- ✓ la quantité de précipités de la phase d'équilibre η formée augmente par rapport à l'état de trempe, puisque les deux pics liés à leur formation et dissolution (p_1, p_2'') sont relativement plus importants que ceux de l'état de trempe.
- ✓ l'amplitude des pics endothermiques devient plus importante en fonction du prolongement du temps de vieillissement, bien que l'amplitude du pic exothermique semble diminuer au cours du temps.
- ✓ le pic p_2 dû à la formation de la phase d'équilibre η est plus important au premier temps de vieillissement (1 h), si on prolonge le temps ce pic devient moins important.
- ✓ le pic endothermique p_2'' dû à la dissolution de la phase η devient plus important au cours du temps de vieillissement ceci peut être interprété par l'augmentation de la quantité de précipités η formés au cours du temps.
- ✓ le pic dû à la dissolution des zones GPI se trouve décalé vers les hautes températures (de 120 °C à l'état de trempe à 180 °C à l'état vieilli 8 à 120 °C) ceci est dû probablement à l'augmentation de l'énergie d'activation de cette réaction.
- ✓ le pic dû à la formation de la phase η est décalé vers les basses températures : de 280 °C à l'état de trempe à 270 °C au premier temps de vieillissement (1 h) à 120 °C et son maximum reste constant au cours du prolongement du temps à

120 °C ceci peut être expliqué par le fait que la dissolution des zones GP facilite la formation de η aux températures moins élevées lors du chauffage en DCS.

- ✓ la disparition du dédoublement du premier pic endothermique à l'état vieilli 48h à 120 °C peut être expliqué par la dissolution des zones GPI qui se termine au cours de vieillissement au four pendant ce traitement.

◆ **Vieillissement à 150°C**

Pour l'échantillon homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1 h à 150 °C (Fig. IV.3) la courbe montre pratiquement la même allure que celle de la courbe de l'état vieilli à 120 °C pendant 24 h à savoir:

- un premier pic endothermique dédoublé p_1' situé vers 177 °C et p_2' situé vers 210 °C, dans l'intervalle de température [150 °C-225 °C], ce pic dédoublé est dû probablement à la dissolution des zones GPII ou VRC et d'une partie de la phase intermédiaire η' .

- le pic exothermique aussi dédoublé (p_1, p_2) apparaît dans l'intervalle de température [225°C - 285°C] dont le pic p_1 est situé vers 240 °C et le pic p_2 situé vers 270 °C, ce pic est lié à la formation des deux phases η' et η ou bien il est dû à une transformation de η' à un type de η (η_2 ou η_4) et la formation d'un autre type de η (η_1).

- le deuxième pic endothermique étalé dans l'intervalle [285 °C-390 °C] est dû à la dissolution totale des précipités des deux phases intermédiaire η' et d'équilibre η , à partir de ce pic on peut dire d'une part que l'énergie d'absorption des deux phases d'équilibre est la même donc la quantité des deux phases précipitées est la même et d'autre part qu'éventuellement les précipités η' changent et se transforment graduellement en précipités η , ces derniers précipités (η_2 .ou η_4).

Des vieillissements prolongés (8 h, 24 h et 48 h) à 150 °C ont été réalisés sur le même échantillon, le chauffage en DSC donne des courbes présentées dans la figure IV.3 , ces courbes montrent :

- un pic endothermique p' situé vers 216 °C dans l'intervalle de température [160 °C-230 °C] il est dû probablement à la dissolution des phases intermédiaires, il est suivi immédiatement par un pic exothermique p situé dans l'intervalle de température [230 °C-290 °C] dû à une réaction de précipitation, ce dernier pic est suivi d'un pic endothermique dédoublé p_1'' et p_2'' dans l'intervalle de température [290 °C-400 °C] ,il est dû à la dissolution de deux phases précipitées, ceci suggère que le pic exothermique p correspondrait à un recouvrement de deux pics exothermiques dus

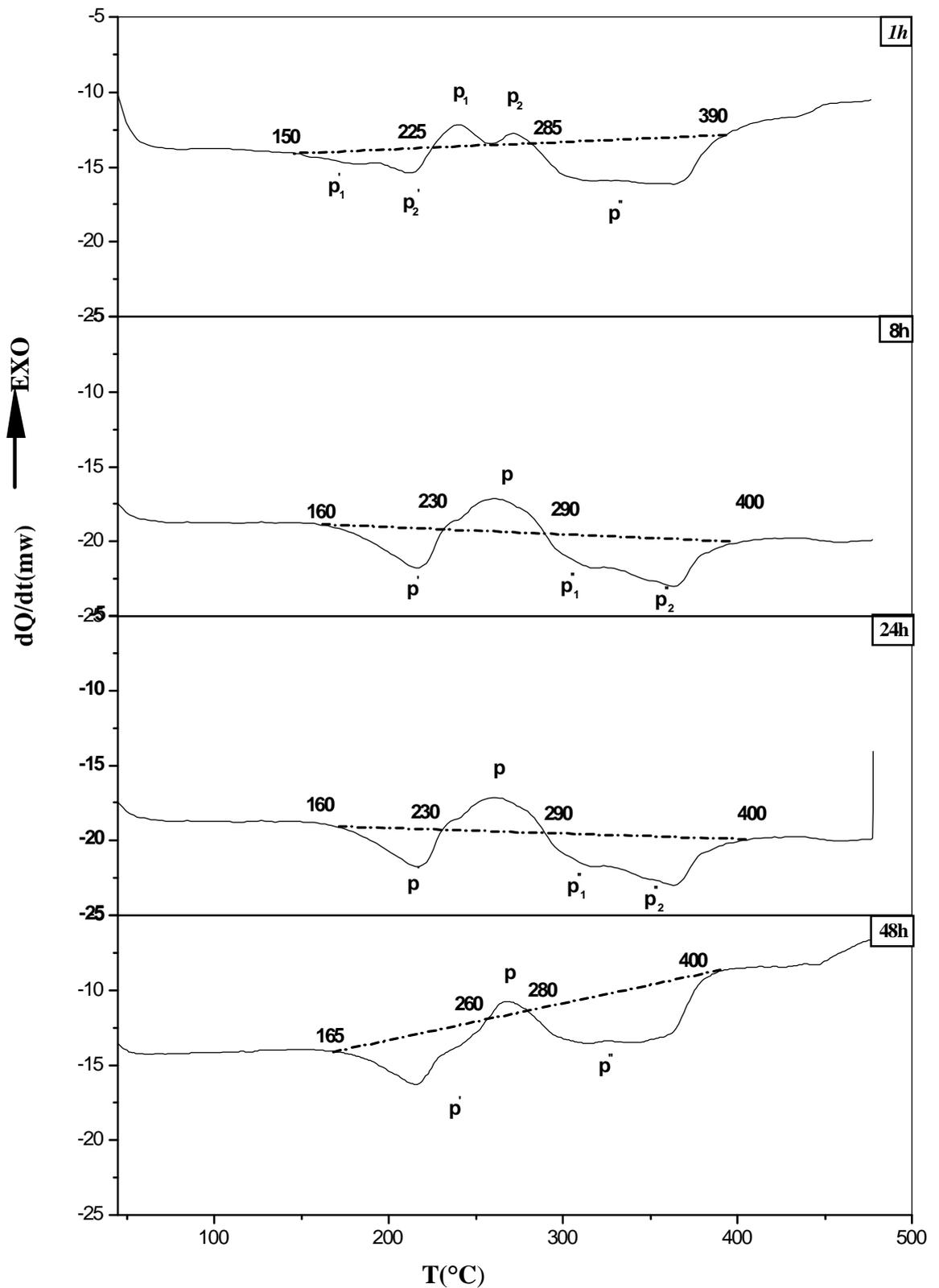


Fig. IV.3. Courbes de DSC de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 150 $^{\circ}C$ pendant 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement.

probablement à la précipitation des deux types de la phase η , puisque l'intervalle de température du pic endothermique dépasse celui de la formation et la dissolution de η .

• Vieillessement à 200°C

La courbe de DSC de l'échantillon Al-7,8% mass.Zn-1.07% mass.Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1 h à 200 °C (Fig.IV.4) présente pratiquement la même allure et le même nombre de pics que ceux de l'état vieilli 8 h, 24 h, et 48 h à 150 °C, à savoir:

- un pic endothermique p' situé dans l'intervalle de température [185 °C-245 °C] dû probablement à la dissolution de la phase intermédiaire η' .
- un pic exothermique p situé dans l'intervalle [245 °C-280 °C] lié à une réaction de précipitation.
- un second pic endothermique dédoublé avec deux minimum situés vers 313 °C et 360 °C respectivement dans l'intervalle de température [280 °C-385 °C], ce pic est dû à la dissolution totale des phases précipitées (les types de η)

Si on prolonge le temps de vieillissement jusqu'à 4 h à 200 °C pour le même échantillon, le chauffage en DSC donne seulement un pic endothermique dédoublé avec deux régimes bien séparés p_1 et p_2 dans l'intervalle de température [200 °C-385 °C]. Ceci est probablement dû à la dissolution des précipités des deux phases η' et η respectivement.

Le pic p_1 situé dans l'intervalle de température [200 °C-300 °C] est moins important que celui situé dans l'intervalle [300 °C-385 °C] (p_2) ce qui suggère que l'énergie absorbée au cours de la dissolution de la phase d'équilibre est plus grande que celle absorbée lors de la dissolution de la phase intermédiaire. Ceci peut s'expliquer par:

- ✓ la coalescence des précipités de la phase d'équilibre (croissance des grosses particules au dépend des petites pour réduire l'énergie d'interface) par rapport à ceux de la phase intermédiaire η' , donc la dissolution des premiers est plus difficile.
- ✓ la quantité des précipités η formés est plus importante que la quantité des précipités η' ce qui veut dire qu'au cours du temps et de la température les précipités η' quand ils augmentent suffisamment en taille ils changent graduellement en précipités η , où bien que la vitesse de transformation de η' en un type de η est plus rapide que la vitesse de coalescence de η' .

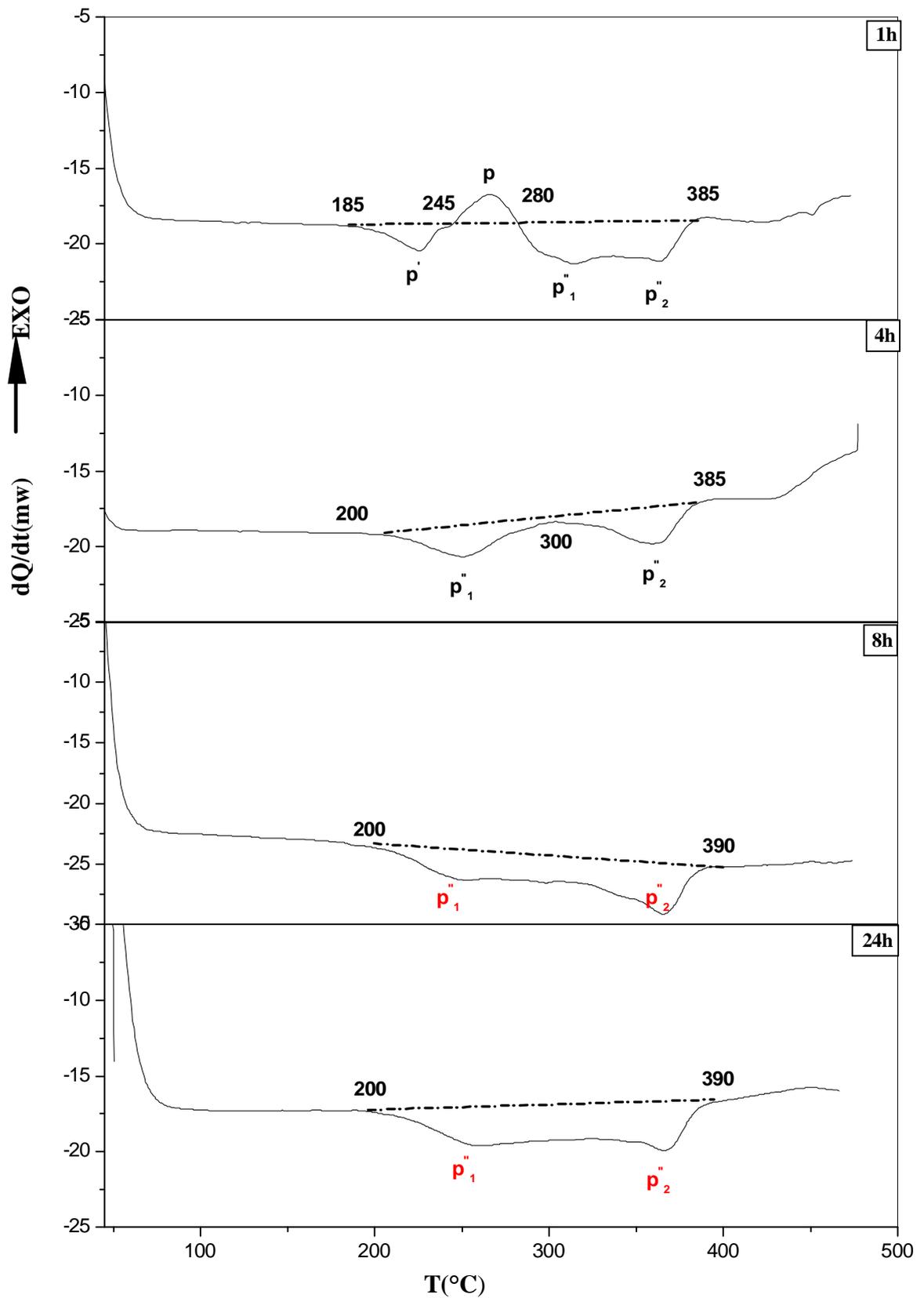


Fig. IV.4. Courbes de DSC de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé , trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement.

- ✓ la stabilité thermique de la phase d'équilibre η est plus importante que celle de la phase intermédiaire η' pour cela la dissolution de η est relativement plus difficile que celle de η' .

Le pic exothermique dû à la précipitation des phases intermédiaire et d'équilibre diminue considérablement au cours du temps et avec la température de vieillissement avant de disparaître complètement après un vieillissement de 4 h à 200 °C, ce qui suggère d'une part, que la germination et la croissance des précipités η' et η soient terminées pendant le maintien de 4 h à 200 °C, et d'autre part, la transformation de η' en η soit aussi terminée pendant ce maintien à cette température.

Quand le temps de vieillissement est prolongé à 8 h, 24 h à 200 °C pour le même échantillon, les courbes de DSC (Fig. IV.4) montrent seulement un pic endothermique **dédoublé p_1'' , p_2'' et étalé** dans l'intervalle de température [200°C - 390°C] dû à la dissolution totale des phases précipitées au cours du chauffage continu en DSC.

◆ **Vieillessement à 250°C et 300°C**

Pour les échantillons de l'alliage ternaire Al-7,8%mass.Zn-1.07%mass.Mg homogénéisés, trempés à l'eau et vieillis pendant 1 h, 8 h, 24 h et 48 h à 250 °C et 300 °C respectivement, les courbes de DSC révèlent au cours du chauffage un seul pic endothermique (Fig. IV.5-6) dû à la dissolution complète des précipités formés durant le traitement de revenu. L'intervalle d'existence de ce pic se réduit au cours du temps et avec la température de vieillissement.

Pour l'état vieilli à 250 °C (Fig.IV.5) le pic endothermique est probablement dû à la dissolution des deux phases η' et η puisque la température maximale liée à la formation de η' se trouve dans l'intervalle de température de ce pic [223 °C-380 °C]. Tandis que le pic endothermique de l'état vieilli à 300 °C est probablement dû à la dissolution de η puisque on dépasse l'intervalle de température de formation et de dissolution de la phase intermédiaire η' , pendant le premier temps de vieillissement (1 h), où le pic de dissolution est situé dans l'intervalle de température [270 °C–400 °C].

Au cours du prolongement du temps de vieillissement à 300 °C jusqu'à 8 jours, le pic endothermique reste toujours étalé ce qui voudrait dire que ce pic est dû à la dissolution de plus d'un type de précipités de la phase d'équilibre.

Pour mieux comprendre ces phénomènes, on va procéder à une analyse dilatométrique et on comparera ces résultats à ceux obtenus par DSC.

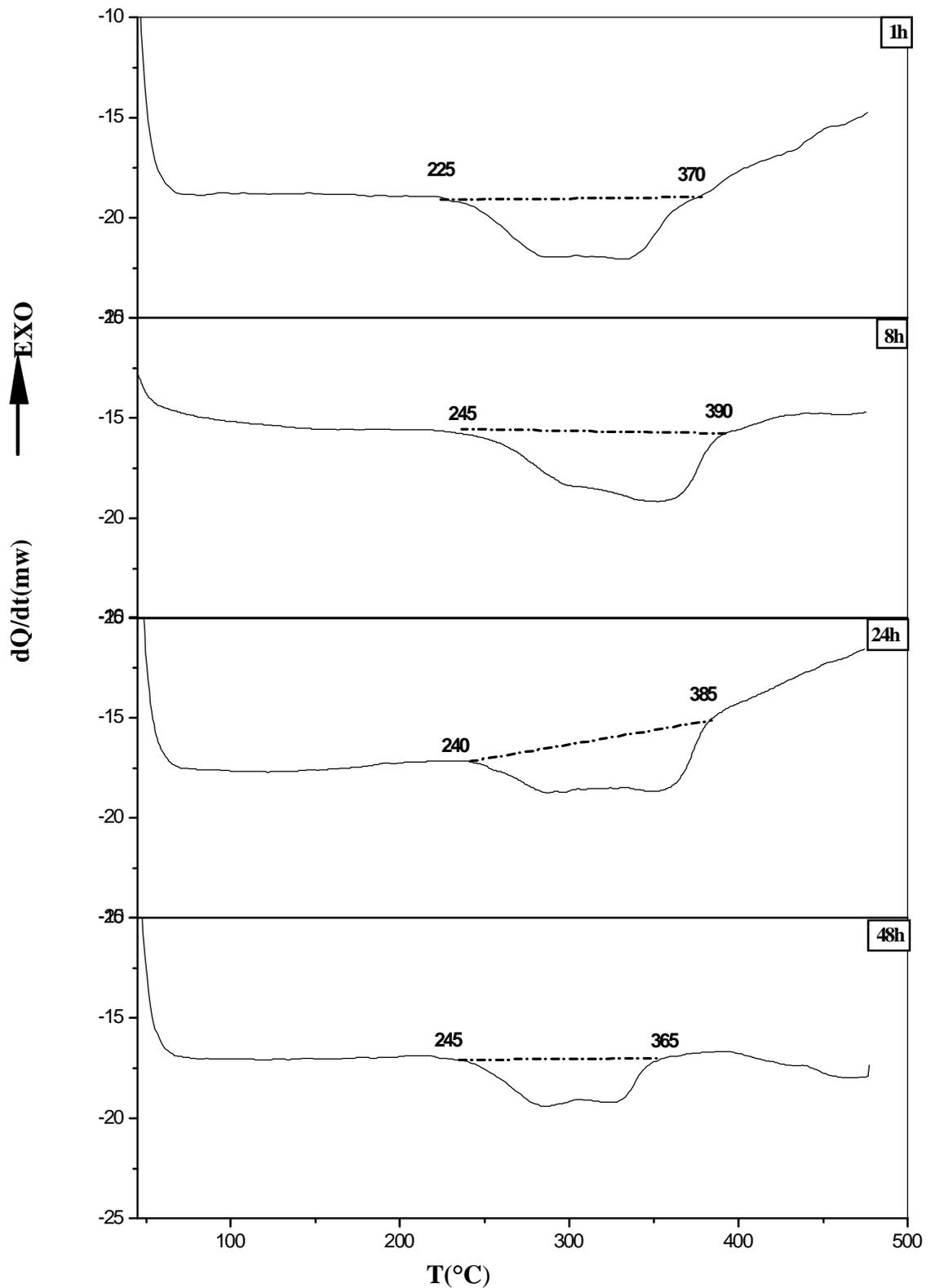


Fig. IV.5. Courbes de DSC de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 250 °C pendant 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement

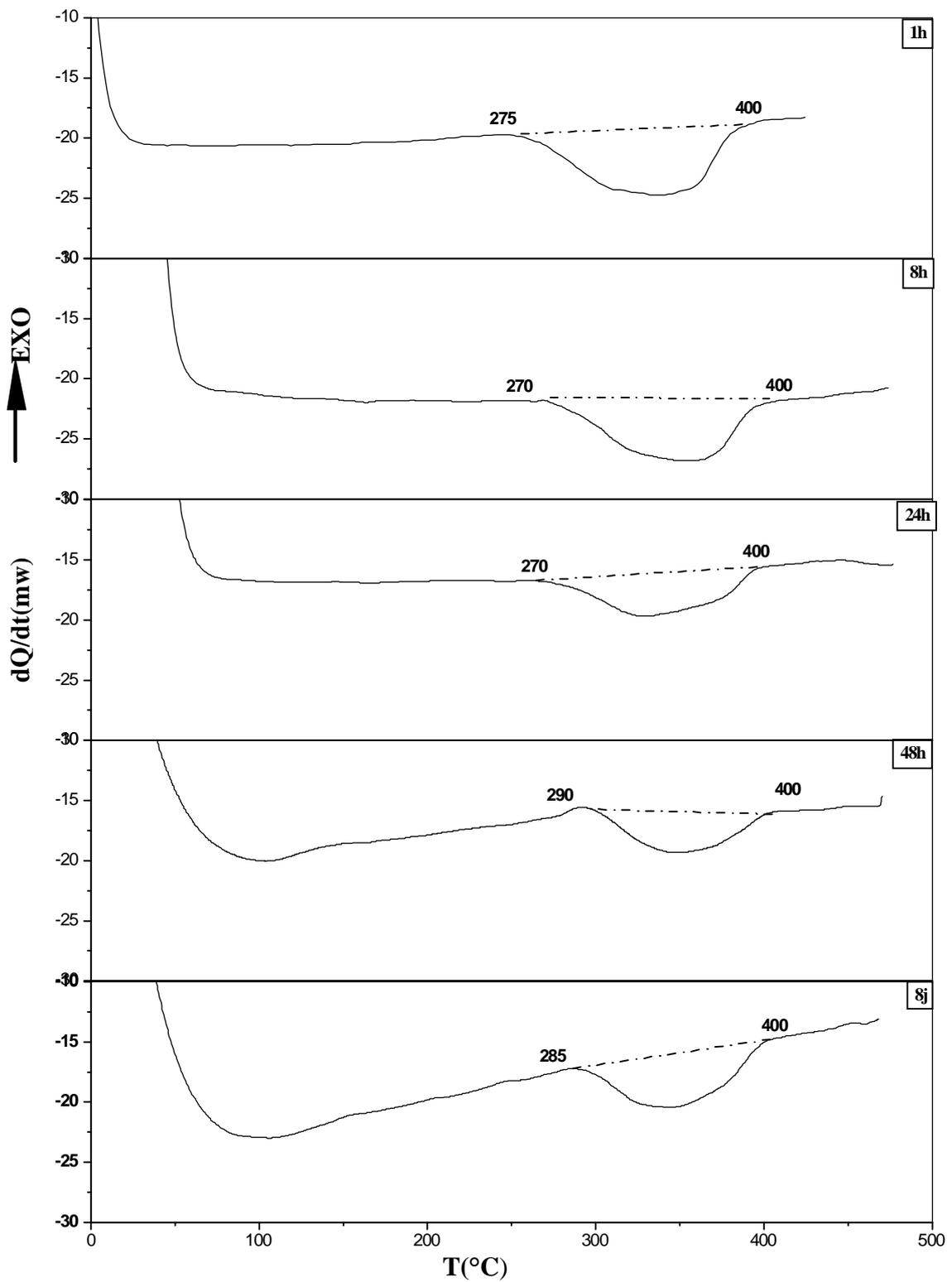


Fig. IV.6. Courbes de DSC de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 300 $^{\circ}C$ pendant 1 h, 8 h, 24 h, 48 h et 8 jours respectivement

Etude par dilatométrie

L'analyse dilatométrique est basée principalement sur l'examen des courbes dérivées, ces dernières sont généralement caractérisées par l'apparition d'expansions et de contractions, elles sont dues à deux phénomènes opposés, l'interprétation de ces deux effets (expansion, contraction) est basée sur:

- 1- l'effet du volume spécifique (le volume qu'occupe chaque atome dans les phases précipitées et dans la solution solide).
- 2- l'effet des différences entre les rayons atomiques des différents éléments en solution solide.

Pour cela la signification des expansions et des contractions est différente, selon l'alliage considéré, par exemple dans le système d'alliage Al-Mg, l'expansion est due au phénomène de précipitation et la contraction à la dissolution, à cause du volume spécifique de la phase d'équilibre.

Dans notre cas (les alliages Al-Zn-Mg) on peut interpréter les courbes sur la base du deuxième effet (les rayons atomiques) puisque Deschamps et al [66] montrent que le volume spécifique des différentes phases précipitées est le même que celui de la matrice, il est de l'ordre de $16.5 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^2$, donc l'expansion est due à la dissolution et la contraction à la précipitation dans notre cas. Puisque l'échantillon Al-Zn-Mg dilaté se trouvant dans un état sursaturée après homogénéisation et trempe rapide à l'eau, il va essayer de revenir vers son état d'équilibre, au cours du chauffage par précipitation de la phase d'équilibre η (MgZn_2), cette précipitation se fait généralement par la sortie des atomes de Mg et Zn de la solution solide (Al-Zn-Mg) lors du vieillissement.

Ici la contraction s'explique par la différence des rayons atomiques de l'aluminium ($r_{\text{Al}} = 0,143 \text{ nm}$), du magnésium ($r_{\text{Mg}} = 0,160 \text{ nm}$) et du zinc ($r_{\text{Zn}} = 0,138 \text{ nm}$), r_{Mg} étant supérieur à r_{Zn} et r_{Al} .

Quand le Mg et le Zn entrent en solution solide en substitution lors du traitement d'homogénéisation, les atomes de Mg augmentent la distance interatomique contrairement au Zn, et par conséquent, en sortant lors du revenu la distance inter atomique diminue, on a donc une contraction.

En plus Berg et al [28] montrent que la formation des zones GPII dans un alliage ternaire provoque une contraction dans la matrice d'aluminium, cette contraction est expliquée par le fait que le rayon atomique de Mg est plus gros de 12% que le rayon de

Al, ce mécanisme est similaire au model proposé par Li et al [48] pour la transition entre la matrice et les précipités de la phase intermédiaire η .

Etat homogène de trempe

La courbe dérivée obtenue lors du chauffage au dilatomètre de l'échantillon Al-7,8 %mass.Zn-1.07% mass.Mg homogénéisé et trempé à l'eau (Fig.IV.7) avec la vitesse de 9°/ min présente des effets « semblables » à ceux observés en DSC dans les mêmes intervalles de températures, à savoir :

-une première expansion peu importante dans l'intervalle de température [75 °C-143 °C] avec un maximum situé vers 105 °C, cette expansion est attribuée à la dissolution des zones GP ou VRC formées après la trempe.

-deux contractions successives dans l'intervalle de température [143 °C-275 °C] avec trois minimum situés vers 160 °C, 220 °C et 260 °C respectivement.

La première contraction est la moins importante dans l'intervalle de température [143 °C-196 °C] avec un minimum situé vers 160 °C, cette contraction est probablement due à la formation des zones GPII où VRC, la deuxième contraction est plus importante et elle est située dans l'intervalle de température [196 °C-275 °C] avec deux minimum situés vers 220 °C et 260 °C respectivement, cette contraction serait due à la précipitation des phases intermédiaire η et d'équilibre η respectivement.

La deuxième expansion est plus importante dans l'intervalle de température [275 °C-370 °C] avec deux maximum situés vers 280 °C et 344 °C respectivement , elle est due très probablement à la dissolution des deux phases précipitées (η_1 .et η_2 ou η_4)

Etats vieillis

◆ Vieillessement à 120°C

La courbe dérivée dilatométrique de l'échantillon Al-7,8% mass. Zn-1.07% mass.Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1h à 120 °C (Fig. IV.8.a) montre pratiquement la même allure que celle de la courbe précédente (Fig.IV.7), à savoir :

-une expansion entre 102 °C et 193 °C avec un minimum situé vers 180 °C, elle est due à la dissolution des zones GP ou VRC.

-une contraction avec un pic étalé dans l'intervalle de température [193 °C–286 °C], elle est due toujours à la précipitation de η et un type de η ou la transformation de η à un type de η et la formation de l'autre type.

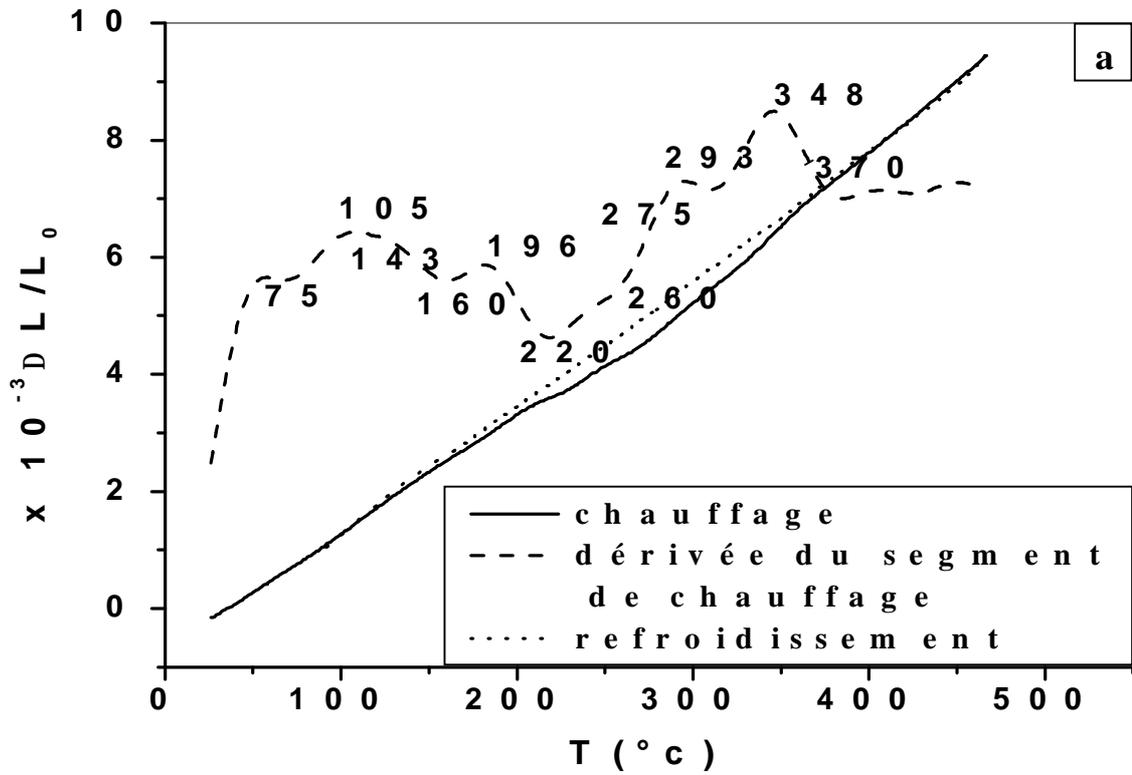


Fig. IV.7. Courbe dilatométrique de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé 1.5 h à 475 °C et trempé à l'eau.

-une expansion dans l'intervalle de température [286 °C-380 °C] avec deux maximum situés vers 305 °C et 350 °C, elle est due à la dissolution totale des précipités formés des deux phases précédentes .

Si on prolonge le temps de maintien à 24 h (Fig. IV.8.b) on obtient la même allure que celle de la courbe de la (Fig. IV.8.a) à savoir :

-une expansion dans l'intervalle de température [130 °C–205 °C] avec un maximum situé vers 190 °C.

-une contraction avec un pic étalé dans l'intervalle de température [205 °C-285 °C] .

-une deuxième expansion avec deux maximum situés vers 310 °C et 350 °C dans l'intervalle de température [285 °C–375 °C].

- Les expansions sont dues probablement à la dissolution des zones GP II, VRC et une partie de η , la contraction est due à la précipitation de η et les différents types de η et la deuxième expansion est due à la dissolution des deux types de précipités formés dans l'intervalle de température [285 °C-375 °C], elle est due probablement à deux types de η .

◆ Vieillessement à 150°C

Pour l'échantillon Al-7,8%mass.Zn-1.07%mass.Mg homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1 h à 150 °C, la courbe dérivée dilatométrique (Fig.IV.9.a) présente une allure similaire à celle des courbes de l'état vieilli à 120 °C (Fig.IV.8) à savoir :

-une expansion avec un maximum situé vers 190 °C dans l'intervalle de température [160 °C-207 °C] .

-une contraction qui devient dans ce cas plus ou moins nette avec un pic moins étalé situé vers 250 °C dans l'intervalle de température [207 °C-280 °C].

-une deuxième expansion avec deux maximum situés vers 305 °C et 350 °C respectivement dans l'intervalle de température [280 °C–390 °C].

La première expansion est due à la dissolution des phases intermédiaires, zones GP, VRC et une partie de η et la deuxième avec deux maximums est attribuée à la dissolution des deux phases précipitées (probablement deux types de la phase η) ; l'existence de ces deux maximum confirme que la contraction est due à un recouvrement correspondant à l'apparition de **deux phases**.

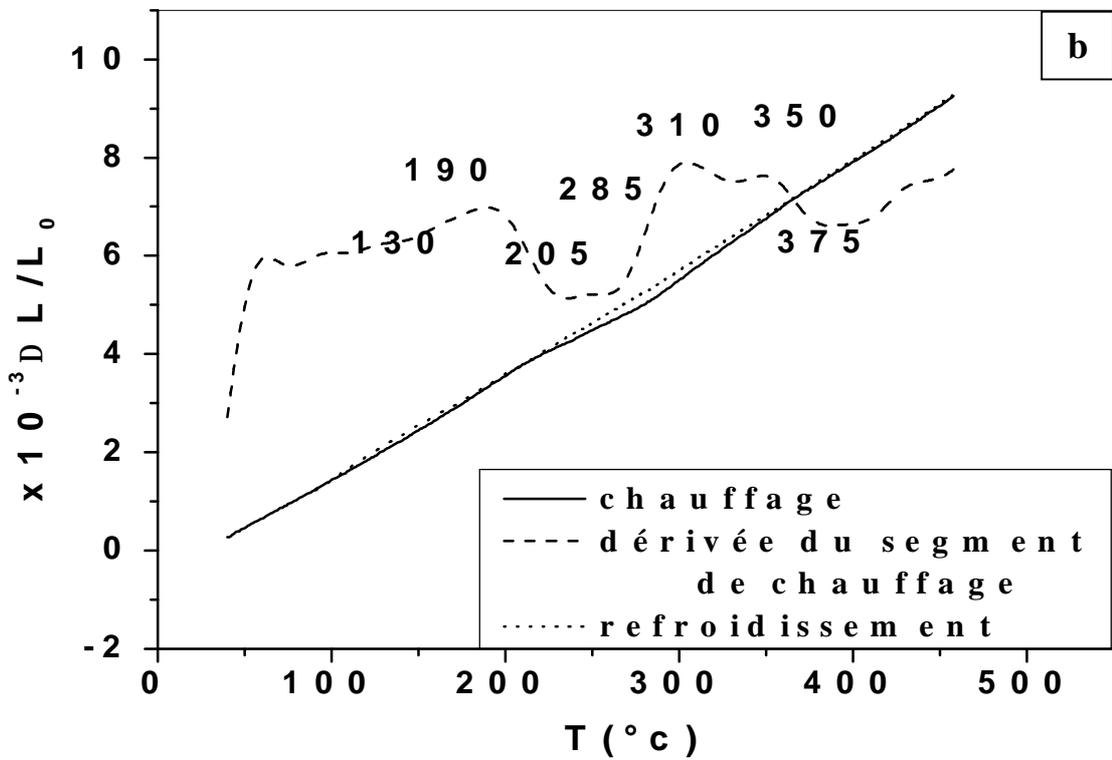
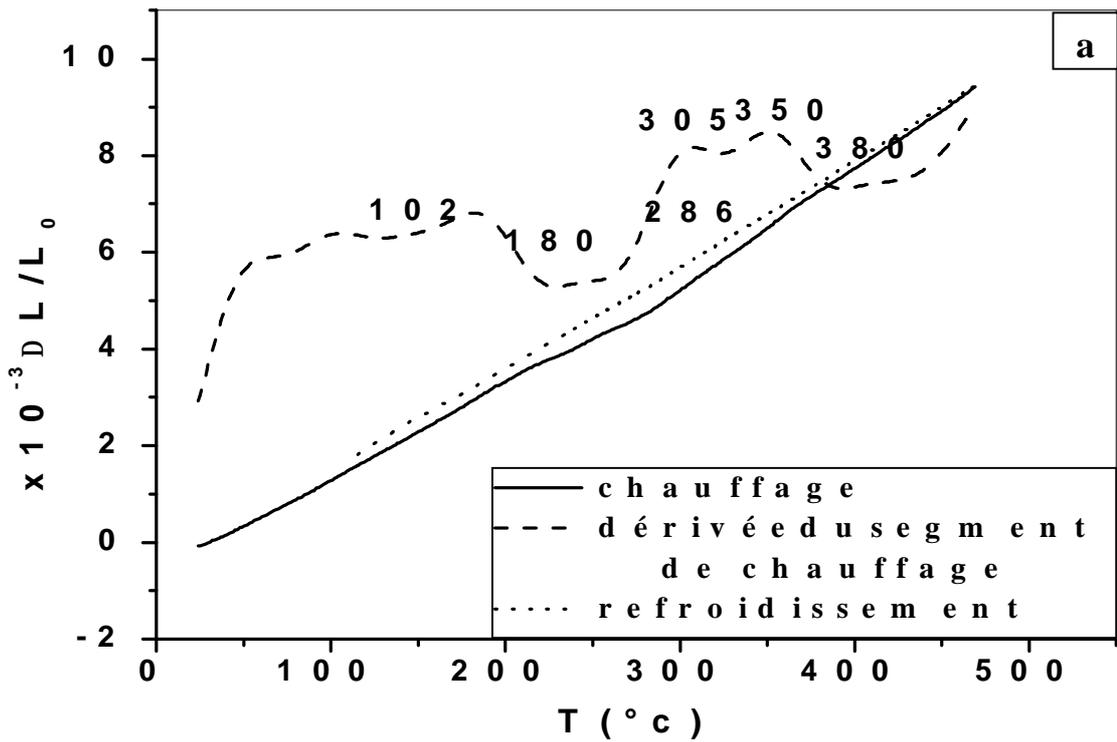


Fig IV.8. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07 % mass. Mg homogénéisé et trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h et (b) 24 h à 120 °C.

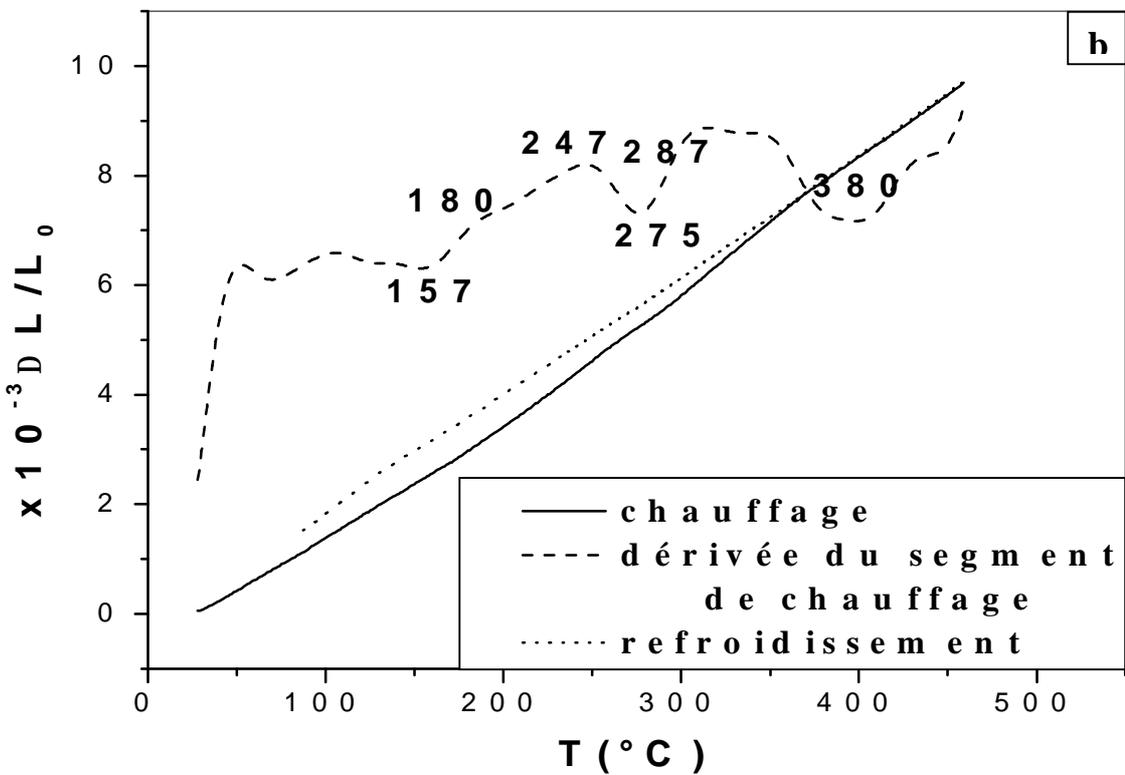
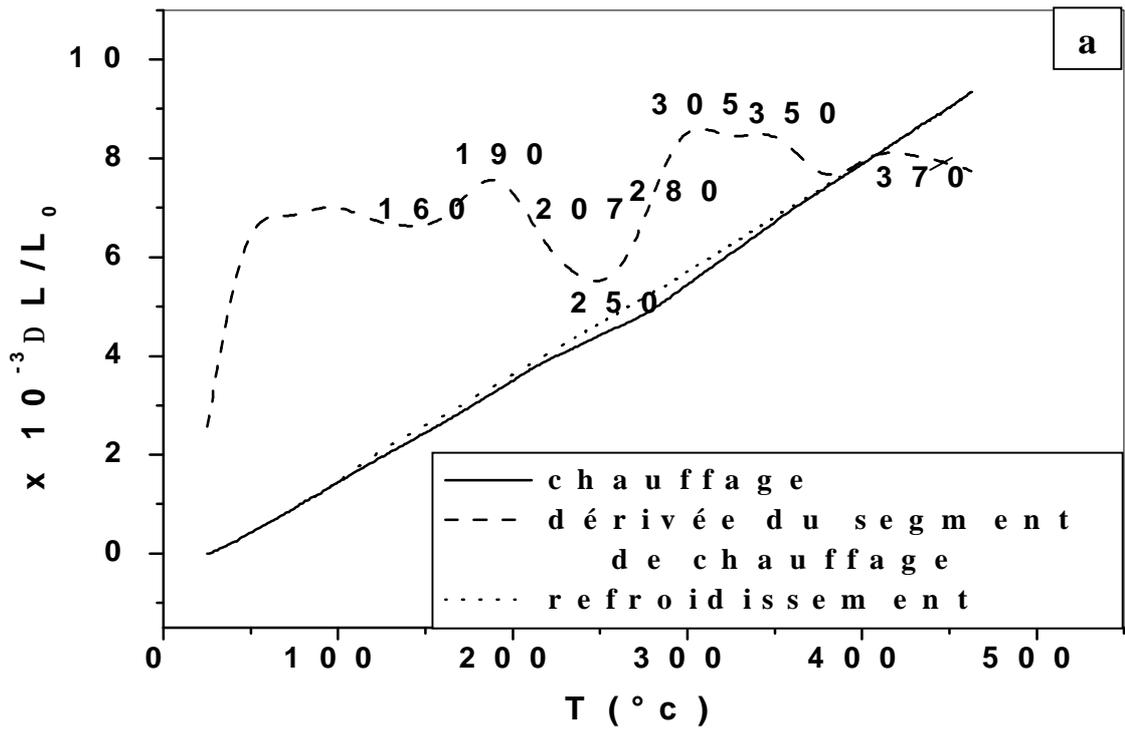


Fig. IV.9. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07 % mass. Mg homogénéisé trempé à l'eau et vieilli (a) 1 et (b) 24 à 150 °C.

Quand on prolonge le temps de maintien jusqu'à 24 h à cette température (Fig. IV.9.b) , la courbe dilatométrique présente deux expansions successives bien séparées, où la première apparaît entre 157 °C et 275 °C avec deux maximums situés vers 180 °C et 247 °C respectivement, la deuxième apparaît entre 275 °C et 380 °C avec un pic plus étalé est plus important, ces expansions sont dues à la dissolution des précipités formés pendant le vieillissement de 24 h à 150 °C. Notons que cette courbe présente des effets semblables observés en DSC mais à un état différent (vieillissement de 4 h à 200 °C).

◆ Vieillessement à 200°C

Pour un traitement de vieillissement de 1 h à 200 °C de l'échantillon Al-7,8% mass. Zn-1.07%mass. Mg la courbe dérivée dilatométrique (Fig. IV.10.a) montre pratiquement la même allure que celle de la courbe de la figure (IV.9.a), bien que dans ce cas les expansions soient plus importantes que celles de la figure(IV.9.a) , et la contraction est moins importante et plus nette, les maximum et minimum se trouvent légèrement décalés vers les hautes températures.

Une expansion apparaît entre 160 °C et 244 °C avec un maximum situé vers 217 °C qui est dû probablement à la dissolution des phases métastables (zones GP, VRC où η).

Une contraction avec un minimum situé vers 260 °C dans l'intervalle de température [244 °C-275 °C], elle est due à la précipitation probablement des phases d'équilibre.

La seconde expansion avec deux maximum situés vers 305 °C et 346 °C est due à la dissolution des deux phases précipitées.

Les deux maximum situés vers 305 °C et 360 °C suggèrent que la contraction située entre 244 °C et 275 °C correspondrait à la formation de deux phases.

Après un vieillissement de 24 h à 200 °C, la courbe dilatométrique montre une expansion dans l'intervalle de température [160 °C-380 °C] avec trois maximums situés vers 250 °C, 300 °C et 340 °C respectivement, cette expansion avec ces différents maximum est due à la dissolution des précipités formés lors de ce traitement thermique (200 °C pendant 24 h).

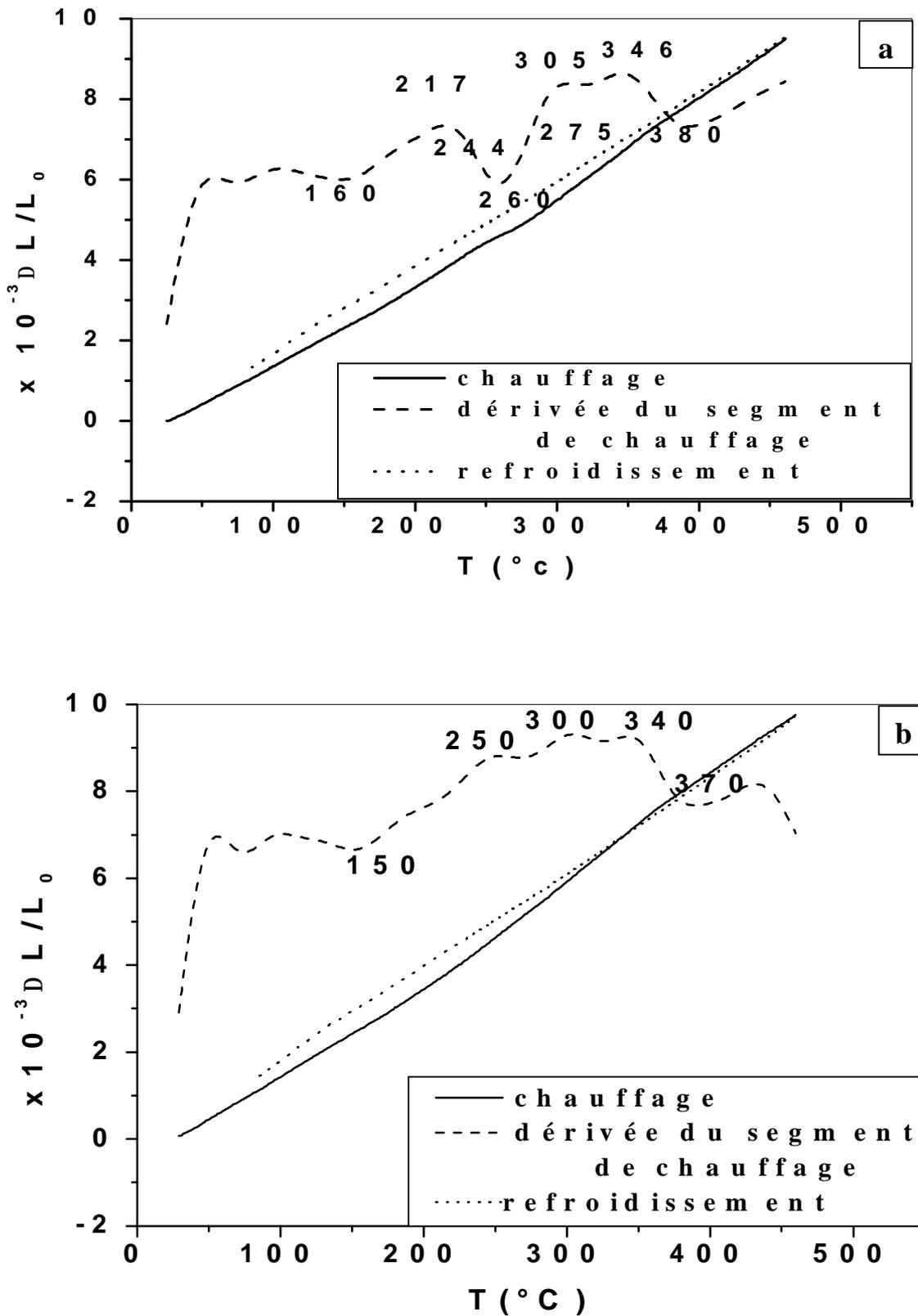


Fig. IV.10.. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé et trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h et (b) 24 h à 200 °C.

Ces précipités sont très probablement les trois types de la phase d'équilibre η , car l'étude en MET de Werenskiold et al [67] a montré la présence de η dans les orientations η_1 , η_2 et η_4 après un vieillissement de 7 h à 170 °C pour un alliage ternaire de la même série d'alliages.

◆ Vieillessement à 250 et 300°C

Pour les échantillons Al-7,8%mass.Zn-1.07%mass. Mg homogénéisés, trempés à l'eau et vieillis à 250 °C et 300 °C respectivement les courbes dérivées dilatométriques (Fig.IV.11-12) montrent seulement des expansions.

Après un vieillissement de 1 h à 250 °C plus un maintien de 3 mois à l'ambiante (Fig.IV.11.a) la courbe montre une expansion dans l'intervalle de température [150 °C-386 °C] avec trois maximums, situé vers 200 °C, 240 °C et le troisième devient un peu plus étalé dans l'intervalle de température [250 °C-386 °C], cette expansion est due probablement à la dissolution de η des différents types de la phase d'équilibre η .

Si on prolonge le temps jusqu'à 24 h à cette même température on obtient une courbe similaire, à savoir :

-une expansion dans l'intervalle de température [150 °C-385 °C] avec un pic étalé, et donc la même conclusion s'impose que celle du traitement thermique précédent.

Après un vieillissement de 1 h à 300 °C plus un maintien de 3 mois à l'ambiante la courbe dérivée dilatométrique (Fig. IV.12.a) montre deux expansions successives dans l'intervalle de température [256 °C-413°C], la première expansion apparaît entre 250 °C et 360 °C avec deux maximum situés vers 315 °C et 350 °C respectivement, et la deuxième entre 360 °C et 400 °C avec un maximum situé vers 390 °C, ces expansions sont dues vraisemblablement à la dissolution des précipités de la phase d'équilibre η formés lors de ce traitement à 300 °C.

Quand le temps de maintien est prolongé à 24 h (Fig. IV.12.b) la courbe dérivée dilatométrique montre une expansion dans un intervalle de température réduit [275 °C-390 °C], avec deux maximums situés vers 320°C et 350°C respectivement, cette expansion avec ces deux maximum est due certainement à la dissolution de plus d'un type de la phase d'équilibre η . Aussi, on peut expliquer la présence de la deuxième expansion qui apparaît entre 360 °C et 400 °C sur la courbe précédente (300 °C+ maintien) par l'effet du maintien à l'ambiante.

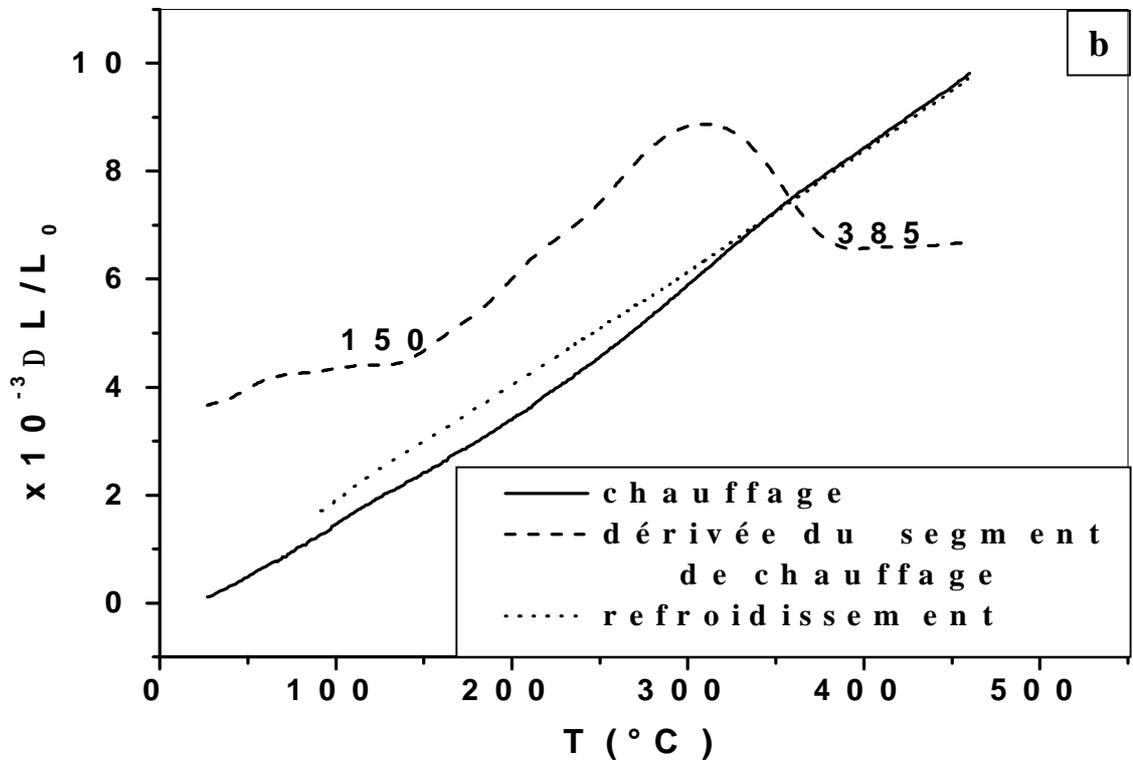
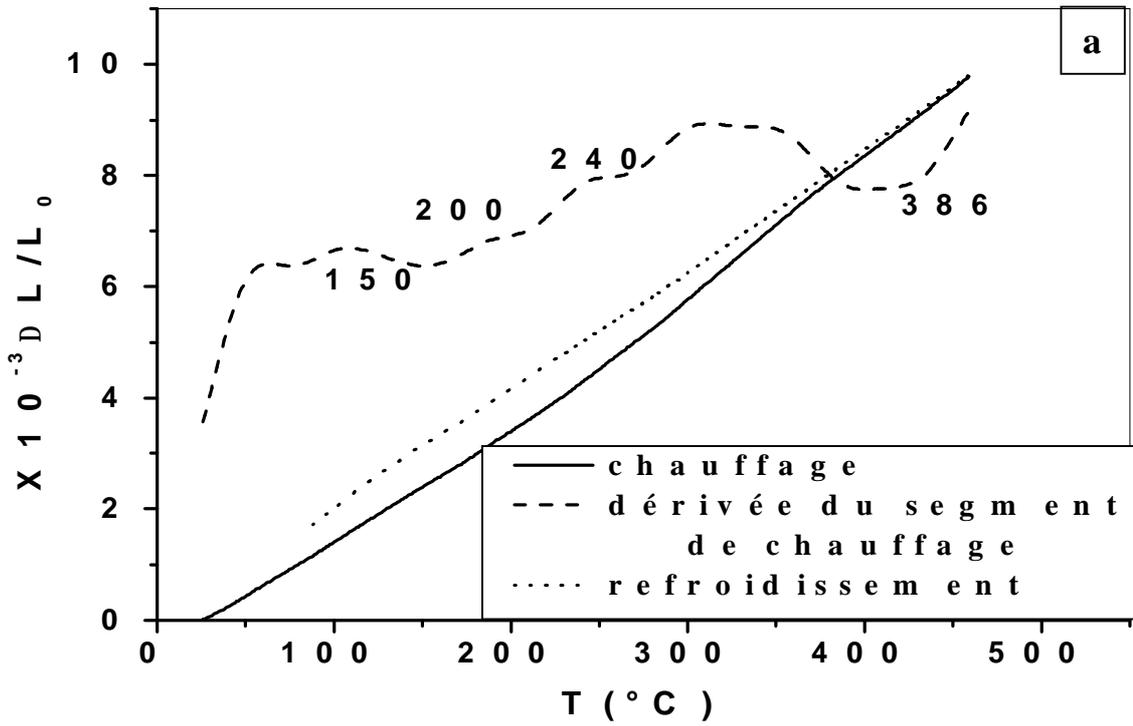


Fig. IV.11. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé et trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h plus maintien de 3 mois à l'ambiante et (b) 24 h à 250 $^{\circ}C$.

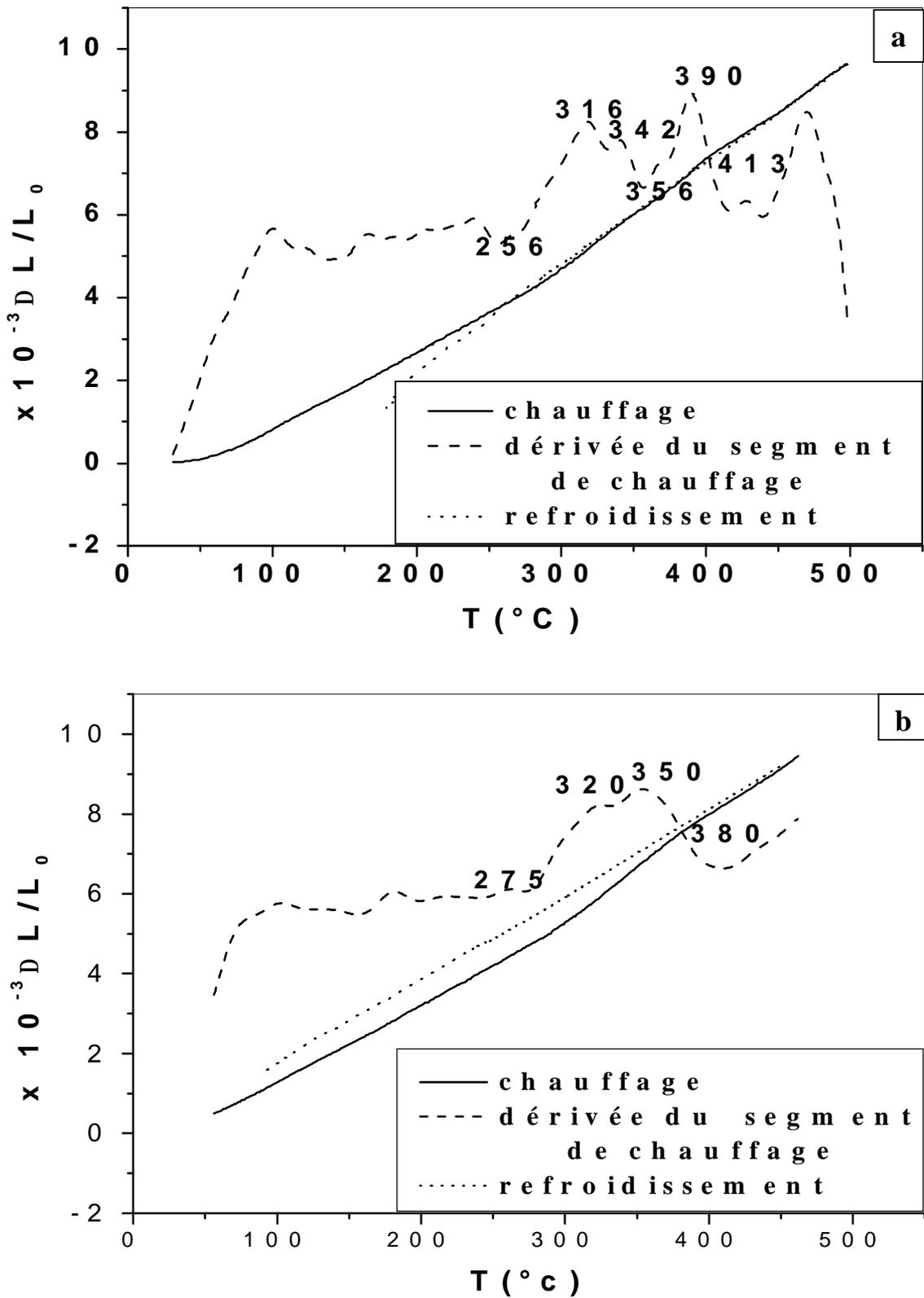


Fig. IV.12. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé et trempé à l'eau et vieilli (a) 1h plus maintien de 3 mois à l'ambiante et (b) 24 h à 300 °C.

IV.3. L'effet de l'addition du cuivre :

Pour étudier l'effet du cuivre sur les phénomènes de précipitation et les propriétés mécaniques dans ce système d'alliages Al-Zn-Mg on va étudier l'alliage quaternaire (Al-8 % mass. Zn-2.54 % mass. Mg-1.45 % mass. Cu), les échantillons de cet alliage subissent les mêmes traitements thermiques que ceux subits par l'alliage ternaire.

Etude par microscopie optique

L'observation au microscope optique de l'échantillon (Al-8 % mass. Zn-2.54 % mass. Mg-1.45 % mass. Cu) homogénéisé 1 h à 475 °C et trempé à l'eau (Fig. IV.13.a) révèle une microstructure identique à celle de l'alliage ternaire pour le même état, mais la taille des grains de l'alliage quaternaire est plus petite .

Pour l'échantillon vieilli 1 h à 270 °C après homogénéisation et trempe, la micrographie de la (Fig. IV.13.b) présente une microstructure identique à celle de l'état de trempe même avec des grossissements pouvant atteindre 1000. Ceci peut être expliqué par le fait que le Cu a un effet notable sur la taille des grains de la solution solide.

Etude par DSC

Dans ce cas pour l'alliage quaternaire on a utilisé le même cycle thermique et la même vitesse de chauffage qui ont été utilisés précédemment pour l'alliage ternaire (un chauffage de 30 °C à 480 °C avec la vitesse de 10 °C/min).

L'état de trempe

La courbe obtenue durant le chauffage en DSC de l'échantillon Al-8 % mass. Zn- 2.54 % mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé 1.5 h à 475 °C et trempé à l'eau (Fig. IV.14) présente :

- un pic endothermique dans l'intervalle de température [80 °C-140 °C] qui correspondrait à la dissolution des zones GPI ou VRC qui se forment durant ou après la trempe.
- un pic exothermique dédoublé (p_1 , p_2) dans un large intervalle de température [140 °C-300 °C], dont le pic p_1 apparaît entre 140 °C et 200 °C, il est peu important et il

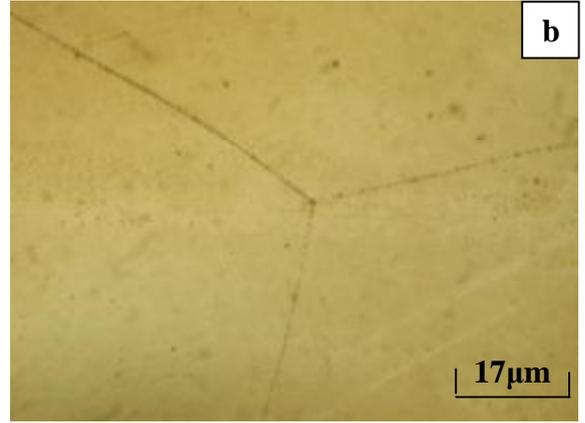
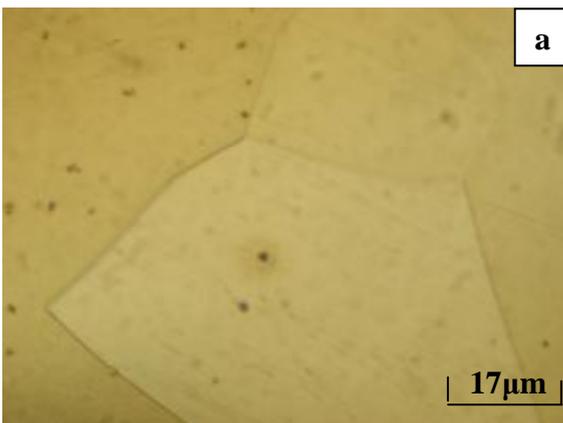
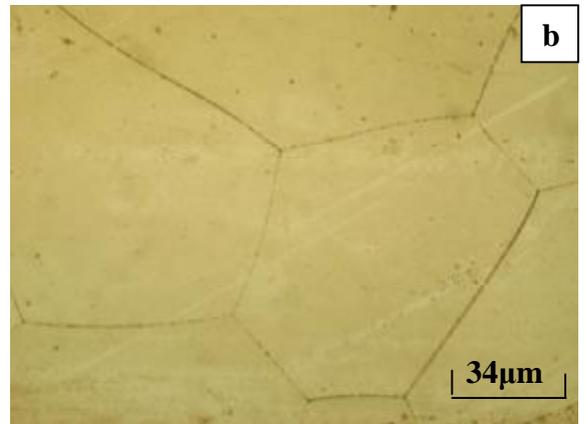
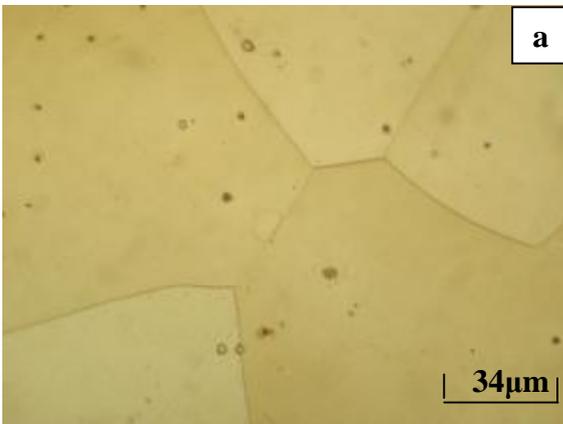
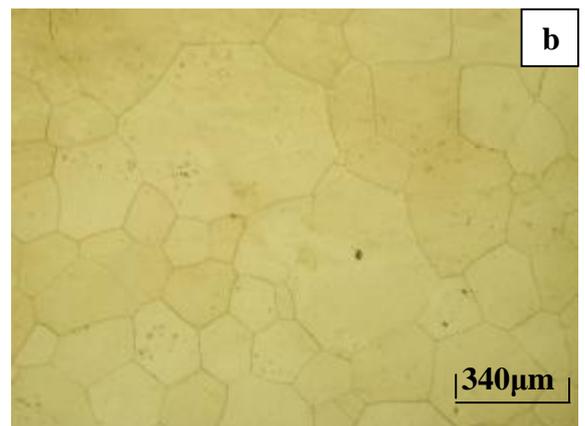
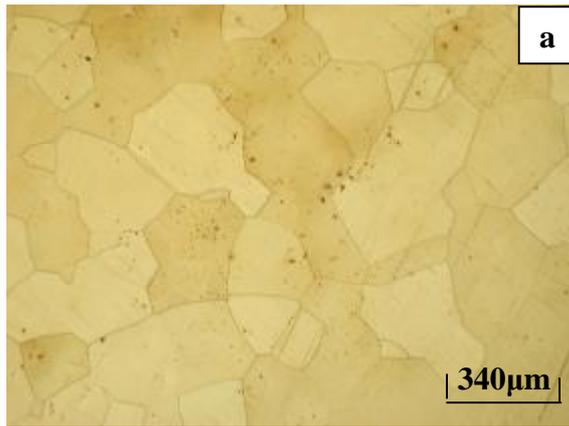


Fig. IV.13. Microstructure de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.45% mass. Mg- 1.54% mass. Cu (a) homogénéisé 1 h à 475 °C et trempe, (b) homogénéisé, trempe et vieilli 1 h à 270 °C.

est dû probablement à la formation des précipités intermédiaires (zones GPII ou η). Le pic p_2 apparaît dans l'intervalle de température [200 °C-300 °C], il est plus important et plus étalé que p_1 , il correspond peut être à un recouvrement de deux pics exothermiques pas bien séparés, ce pic semble être dû à la formation de deux phases ou plus, ces phases seraient deux types de précipités de la phase d'équilibre η ou des précipités des phases d'équilibre η et T respectivement.

Le deuxième pic endothermique apparaît dans l'intervalle de température [300 °C-470 °C], il est dû à la dissolution totale des précipités formés pendant ce traitement de vieillissement .

La comparaison de cette courbe à celle de la figure 10 permet de conclure que : l'épaule observé sur la figure 10 devient un pic exothermique net pour l'alliage quaternaire et plus important que celui de cette même figure 10, avec un décalage vers les basses températures.

Dans l'intervalle de température [200 °C-300 °C] on observe pour l'alliage ternaire deux pics exothermiques nets et bien séparés dont les maximum sont bien déterminés, mais pour l'alliage quaternaire ces deux pics se recouvrent pour n'en former qu' un seul.

Le second pic endothermique se trouve dans un large intervalle de température [300 °C-470 °C], la différence entre les deux thermogrammes de DSC peut être expliquée par l'addition du Cu et/ou par l'accroissement de la somme totale des éléments de solutés (Zn, Mg et Cu) qui est plus importante dans le cas de l'alliage quaternaire.

Les états vieillis

◆ Vieillessement à 120°C

Pour l'échantillon Al-8%mass.Zn-2.54%mass.Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 30 min à 120 °C le chauffage en DSC révèle deux pics endothermiques et un troisième pic exothermique (Fig. IV.14).

Le premier pic endothermique dans l'intervalle de température [110 °C-160 °C] est dû certainement à la dissolution des phases métastables en l'occurrence les zones GPI ou les VRC.

Le pic exothermique est constitué de trois pics exothermiques (p_1 , p_2 , p_3) qui se recouvrent dans l'intervalle de température [160 °C-295 °C], ces pics sont bien

séparés, ce qui veut dire que ces phases sont relativement stables et la transformation d'une phase à une autre ne se fait pas immédiatement.

Le pic p_1 apparaît entre 160 °C et 200 °C et il est dû à la formation des zones GP II ou la phase intermédiaire η , le pic p_2 est situé dans l'intervalle de température [200 °C-260 °C], il est plus étalé, ceci peut s'expliquer par le ralentissement de la croissance des précipités formés dans cet intervalle de température à cause de la présence du Cu, ce pic peut être attribué à la formation de η où d'un type de la phase d'équilibre η , le pic p_3 apparaît dans l'intervalle de température [260 °C-295 °C], ce pic est moins important que le précédent (p_2), il est dû à la formation d'un autre type de la phase d'équilibre η ou à la formation de l'autre phase d'équilibre phase T.

Le second pic endothermique est situé dans l'intervalle de température [295 °C-460 °C], il correspond à la dissolution totale des phases précipitées au cours du vieillissement de 30 min à 120 °C.

Pour le vieillissement de 1h à cette température de 120°C (Fig. IV.14) la courbe de DSC présente seulement deux pics l'un exothermique et l'autre endothermique.

Le pic exothermique dédoublé (p_2, p_3) dans l'intervalle de température [176 °C-300 °C] dont le pic p_2 est plus étalé, il est probablement dû à la formation des précipités de la phase η où d'un type de la phase η , p_3 est dû à la formation d'un autre type de la phase η où de la phase T.

Le pic endothermique dédoublé (p''_1, p''_2) situé dans l'intervalle de température [300 °C-460 °C] est dû à la dissolution totale de ces précipités formés durant le vieillissement à 120°C pendant 1h.

L'absence d'un pic endothermique correspondant à la dissolution des zones GP peut s'expliquer par le fait que ces zones GP formées après traitement d'homogénéisation se dissolvent totalement au cours du vieillissement pendant 1h à 120 °C, où bien que ces zones sont transformées en phase intermédiaire η .

La disparition du pic exothermique p_1 peut s'expliquer soit par la formation des précipités correspondant au second pic exothermique p_2 sur les précipités du pic p_1 (soit que η se forme sur les zones GP, où peut être même η qui se forme sur η), soit que p_2 correspond à un recouvrement des deux pics exothermiques p_1 et p_2 .

Le même chauffage réalisé sur le même échantillon homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 8 h, 24 h et 48 h à 120 °C donne des courbes (figure IV.14), dont l'allure générale est pratiquement la même à savoir :

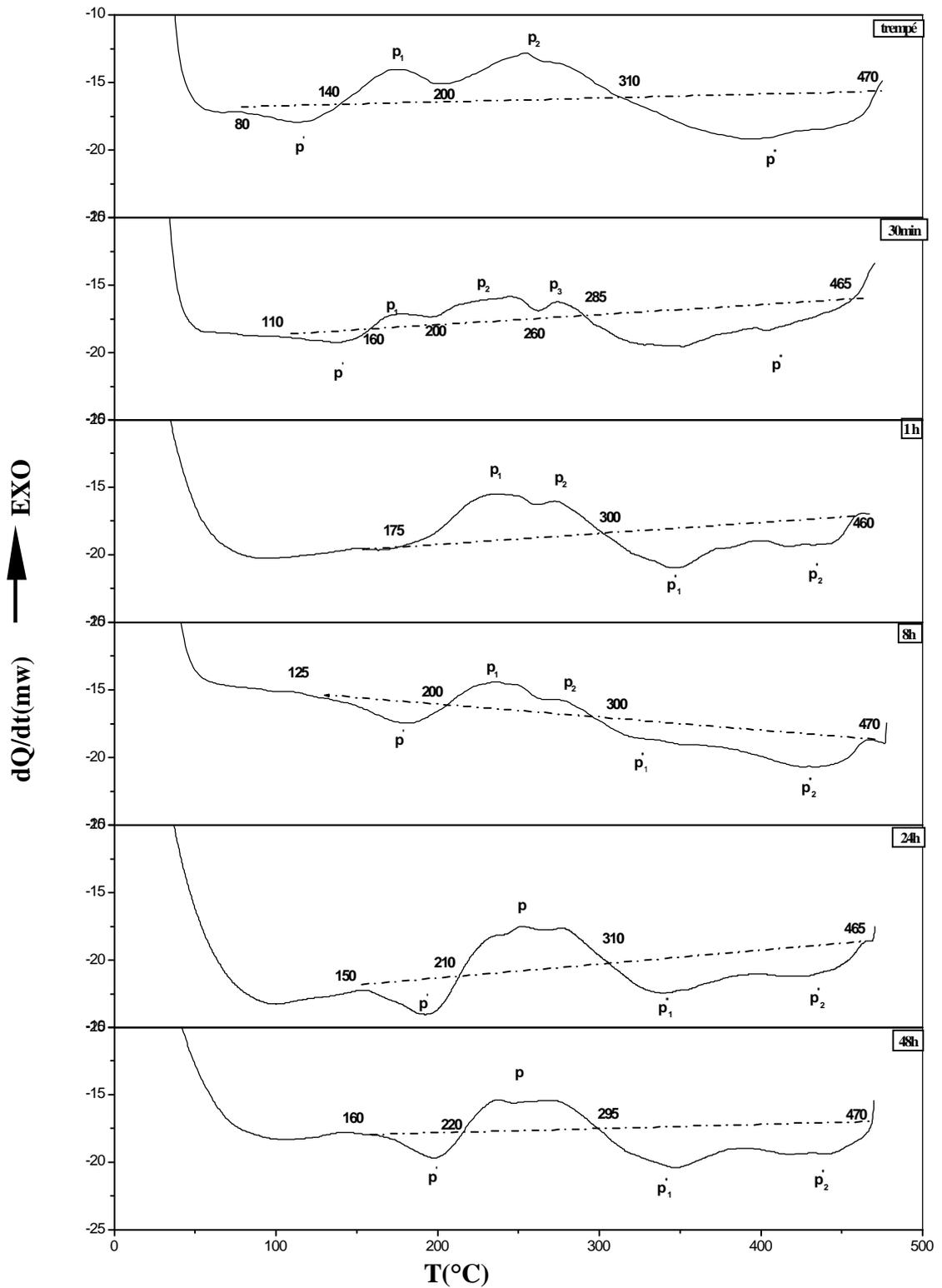


Fig. IV.14. Courbes de DSC de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et trempé + vieilli à 120 $^{\circ}C$ pendant 30 min, 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement

-un premier pic endothermique p' dans un intervalle de température presque identique [125 °C–200 °C], ce pic est dû probablement à la dissolution des phases intermédiaires (zones GP et /ou une partie de η).

-un pic exothermique p dans l'intervalle de température [200 °C-300 °C] correspondant à un recouvrement de plus de deux pics exothermiques pour les traitements de 24h et 48 h, ce pic peut être attribué à la formation des phases η , η et T où aux différents types de la phase d'équilibre η (η_1 , η_2 et η_4) mentionnés dans la littérature.

-le second pic endothermique, dédoublé (p_1'' et p_2'') situé dans l'intervalle de température [300 °C-470 °C] est dû à la dissolution totale des précipités formés pendant ces traitements.

A partir des observations faites sur ces pics exothermiques on peut dire que le cuivre a un effet notable sur la cinétique de précipitation dans les alliages du système Al-Zn-Mg, et le recouvrement des pics exothermiques pas bien résolus (Fig. IV.15), peut être expliquée par la compétition de l'augmentation du taux de germination et le ralentissement de la cinétique de croissance à cause de la présence du Cu comme il a été rapporté par plusieurs auteurs dans la littérature [14, 15] et puisque la taille des précipités formés pour les deux températures 100 °C et 120 °C ne dépasse pas la taille critique de la germination [67].

◆ Vieillessement à 150°C

Pour l'échantillon homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1 h à 150 °C la courbe de DSC (Fig. IV.15) montre pratiquement la même allure que les courbes de la figure (IV.15) correspondant au vieillissement pendant 24 h et 48 h à 120 °C à savoir :

-un premier pic endothermique dédoublé p' dans l'intervalle de température [150 °C-220 °C] dû à la dissolution des phases intermédiaires (zones GP II ou d'une partie de la phase intermédiaire η).

-le pic exothermique correspond à un recouvrement de trois pics exothermiques (p_1 , p_2 , p_3) dans l'intervalle de température [220 °C-290 °C], ces pics sont relativement séparés par rapport à l'état vieilli à 120 °C, est ils sont dus à la formation de plus de deux phases.

-le deuxième pic endothermique étalé dans l'intervalle de température [290 °C-470 °C], il est dû à la dissolution totale des précipités formés lors du chauffage dans le calorimètre (DSC).

Si on prolonge le temps de vieillissement à 8 h, 16 h, 24 h et 48h respectivement à cette température et sur le même échantillon, on obtient des courbes de même allure que celle de la figure IV.14 (8 h-48 h) à savoir :

un premier pic endothermique suivi par un pic exothermique qui est aussi suivi par un deuxième pic endothermique.

Pour le vieillissement de 8 h et 16 h le premier pic endothermique apparaît dans l'intervalle de température [150 °C–220 °C], il est dû probablement à la dissolution des zones GPII et /ou une partie de η .

Le pic exothermique correspondant à un recouvrement de trois pics exothermiques dans l'intervalle de température [220 °C-295 °C] est dû soit à la formation des phases η , η et T, soit à la formation des phases η_1 , η_2 et η_4 .

Le second pic endothermique situé dans l'intervalle de température [295 °C-470 °C], il est nettement dédoublé pour le temps de 16 h, ce pic est dû à la dissolution des phases précédemment formées.

Pour le vieillissement de 24 h, le premier pic endothermique apparaît pratiquement dans le même intervalle de température que pour le traitement précédent.

Le pic exothermique dans cet état apparaît dans l'intervalle de température [230 °C-290 °C], il correspond à un recouvrement de deux pics exothermiques bien séparés, ce dédoublement (p_1 , p_2) dont le pic p_1 est situé vers 240 °C et le pic p_2 vers 270 °C est dû probablement à la formation de deux phases et la dissolution partielle d'une troisième phase.

Le second pic endothermique situé dans l'intervalle de température [290 °C-470 °C] est dû toujours à la dissolution totale des phases formées.

Pour le temps de vieillissement de 48h, le premier pic endothermique situé dans l'intervalle de température [160 °C-260 °C] présente en plus un épaulement vers 240 °C, ce pic est dû à la dissolution de deux phases différentes probablement la phase intermédiaire η et un type de la phase d'équilibre η respectivement. Le pic exothermique dans l'intervalle de température [260 °C-290 °C] est dû à une réaction de précipitation.

Le second pic endothermique dans l'intervalle de température [290 °C-470 °C] est dû à la dissolution totale de plus d'un type de précipités.

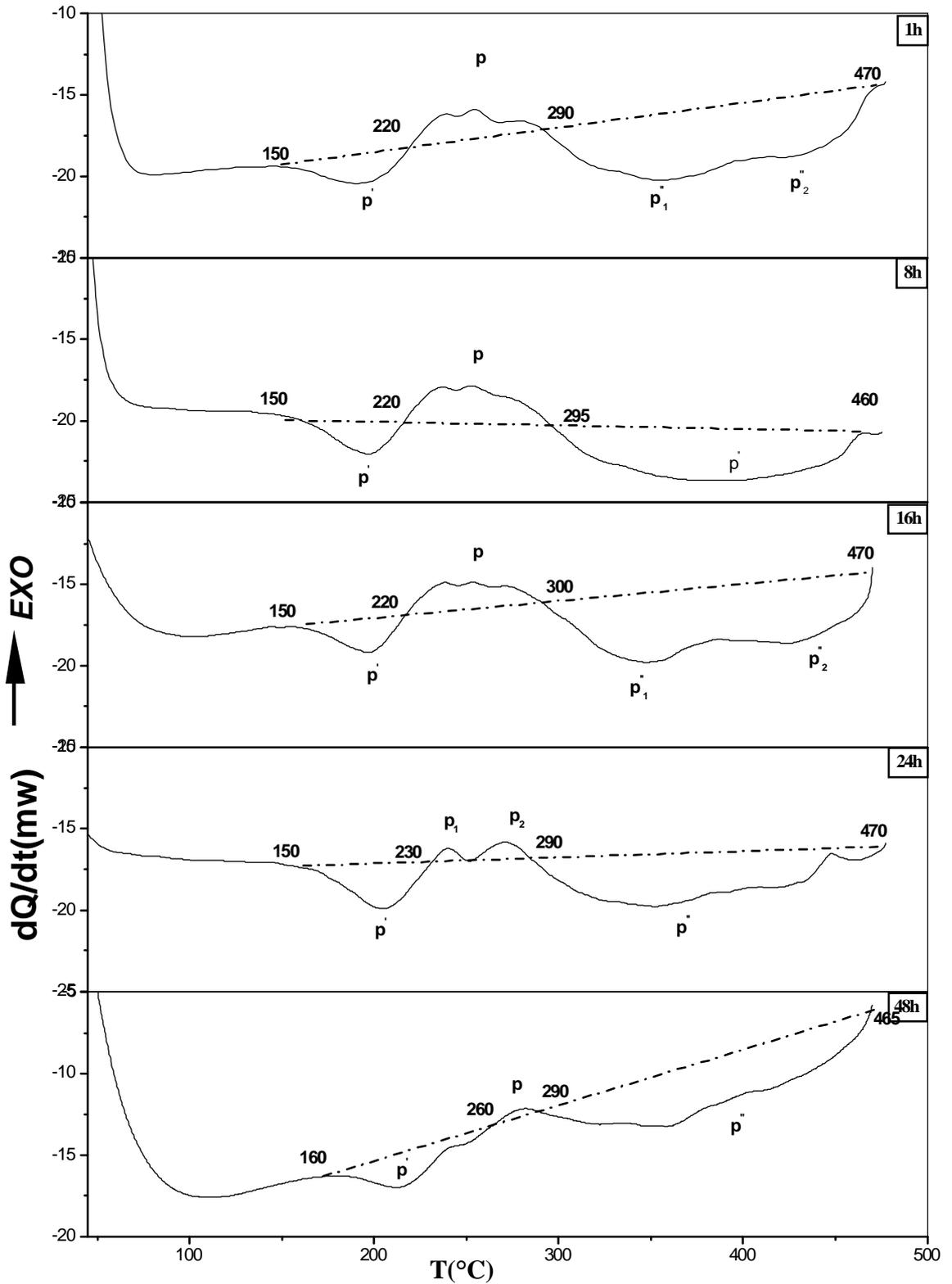


Fig. IV.15. Courbes de DSC de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 150 °C pendant 1 h, 8 h, 16 h, 24 h et 48h respectivement

♦ **Vieillessement à 200°C, 250°C et 300°C**

Pour l'échantillon Al-8% mass Zn-2,54% mass Mg-1.45% mass Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 200 °C, 250 °C et 300 °C les courbes obtenues en DSC (Fig. IV.16-18) présentent seulement un pic endothermique .

Pour le traitement de 200 °C le pic endothermique dans l'intervalle de température [180 °C-460 °C] est composé de deux régimes l'un peu important dans l'intervalle de température [180 °C-280 °C] et l'autre plus important dans l'intervalle de température [280 °C-460 °C] pour les temps 1 h et 8 h respectivement et pour le temps de 16h les deux régimes se trouvent dans l'intervalle de température [190 °C-290°C] et [290 °C-460 °C] respectivement. Le premier régime est dû probablement à la dissolution de la phase intermédiaire η et d'un type de la phase d'équilibre η , puisque Yamamoto et *al.* [22] montrent avec une étude au MET la présence de η après 1.5 h à 200 °C pour un alliage Al-Zn-Mg-(Cu). Le deuxième régime est dû à la dissolution de deux autres types de la phase d'équilibre η .

Si le temps de vieillissement est prolongé à 24 h on obtient un pic avec un seul régime dans l'intervalle de température [290 °C-460 °C], il est dû à la dissolution totale de tous les précipités formés.

Pour les traitements de 250 °C et 300 °C l'intervalle d'existence des pics endothermiques se trouve réduit considérablement en fonction du temps de vieillissement, cet intervalle varie de [215 °C-460 °C] à [265 °C-460 °C] et de [235 °C-470 °C] à [270 °C-465 °C] pour les temps (1 h, 48 h) et (1 h, 8 jours) à 250 °C et 300 °C respectivement, ce pic est dû probablement à la dissolution totale des précipités η , η_1 , η_2 et η_4 .

Dans ce cas et après prolongement du temps de vieillissement jusqu'à 8 jours à la température de 300 °C, le pic endothermique reste toujours étalé et l'intervalle d'existence est plus large que pour l'alliage ternaire ce qui voudrait dire que le nombre ou le type de précipités formés dans l'alliage quaternaire est différent par rapport à celui formé dans l'alliage ternaire.

Pour mieux comprendre et cerner ces phénomènes, on va procéder à une analyse dilatométrique et on comparera ces résultats à ceux de la DSC.

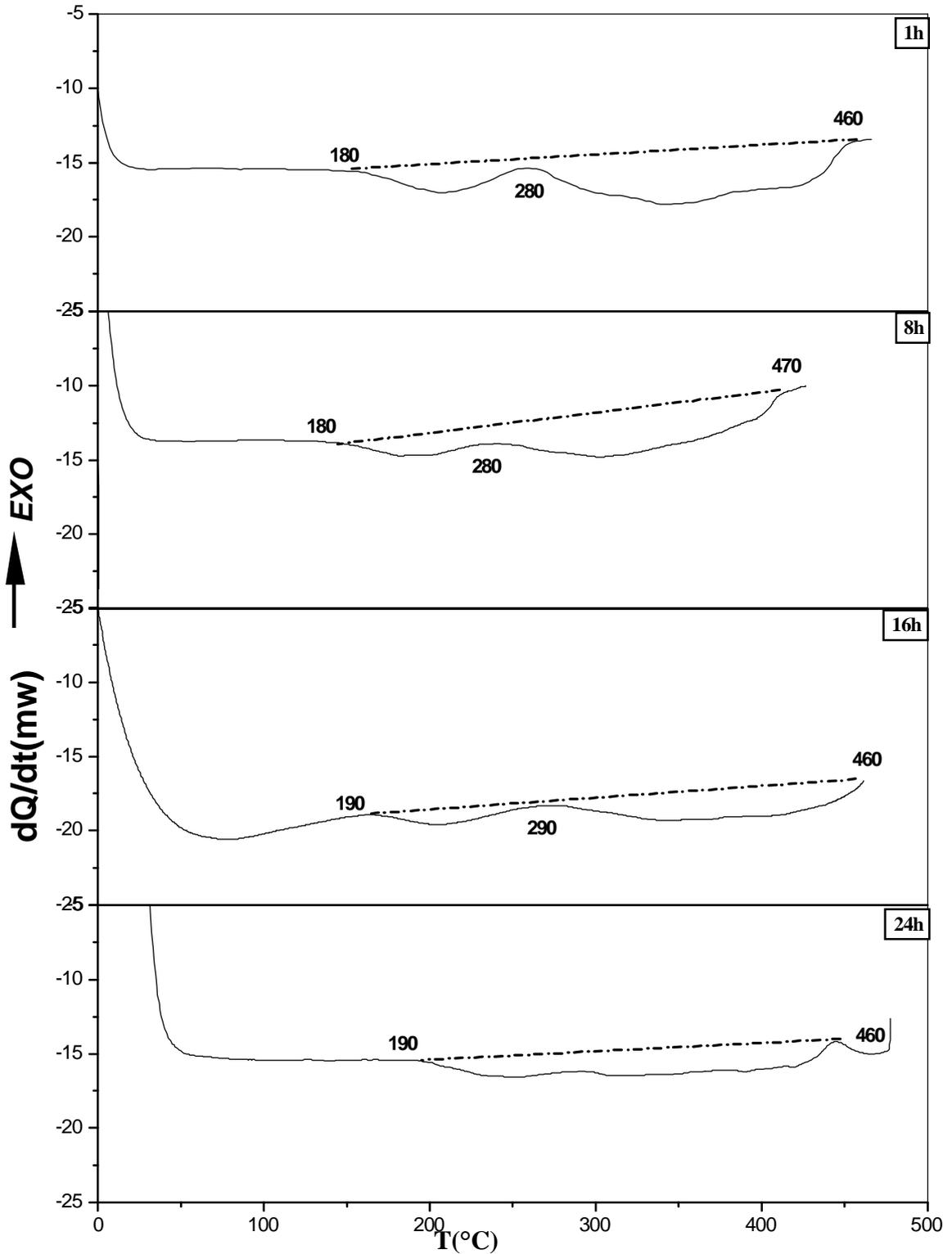


Fig. IV.16. Courbes et DSC de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau + vieilli à 200 °C pendant 1 h, 8 h, 16 h et 24 h respectivement.

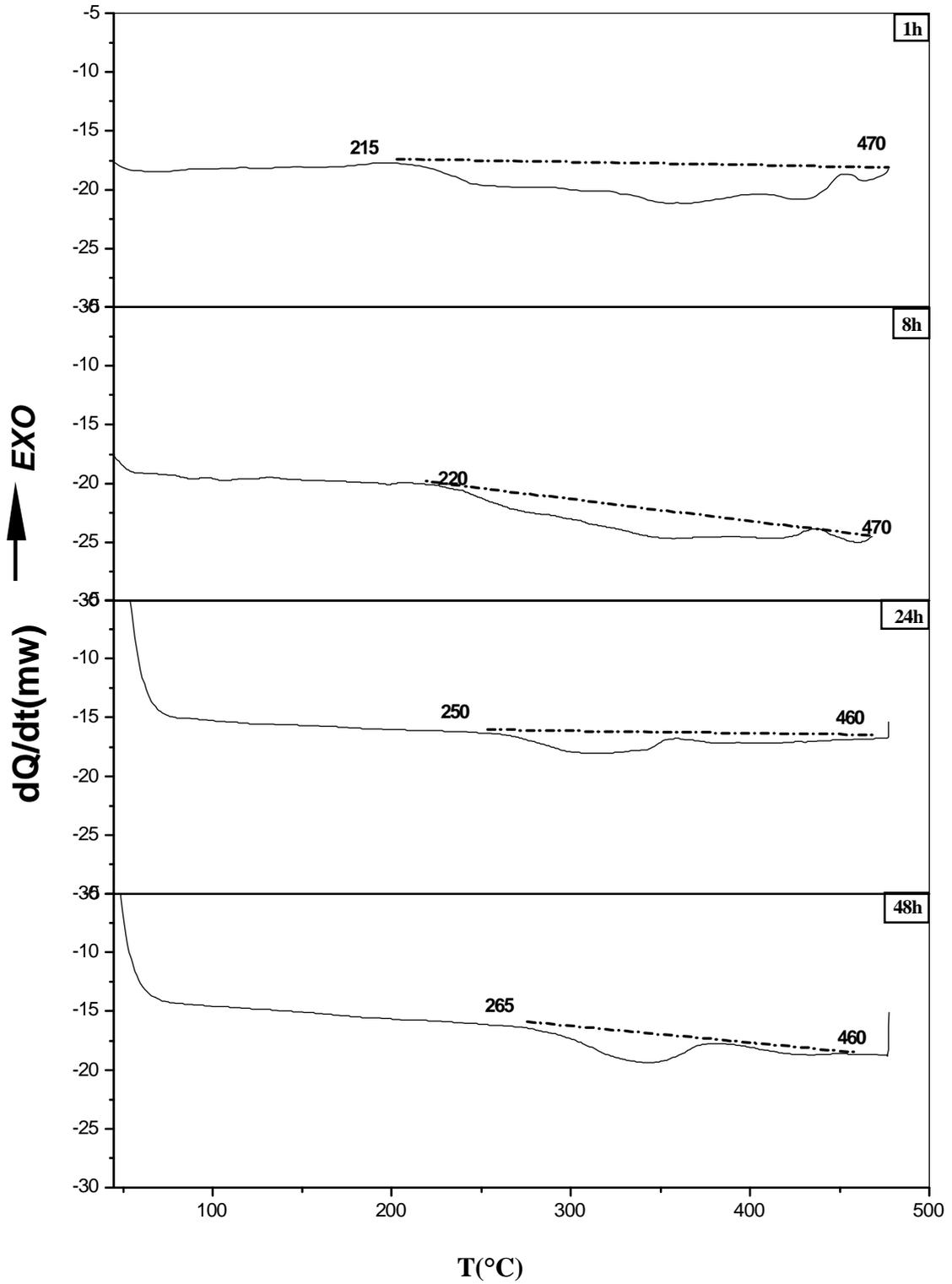
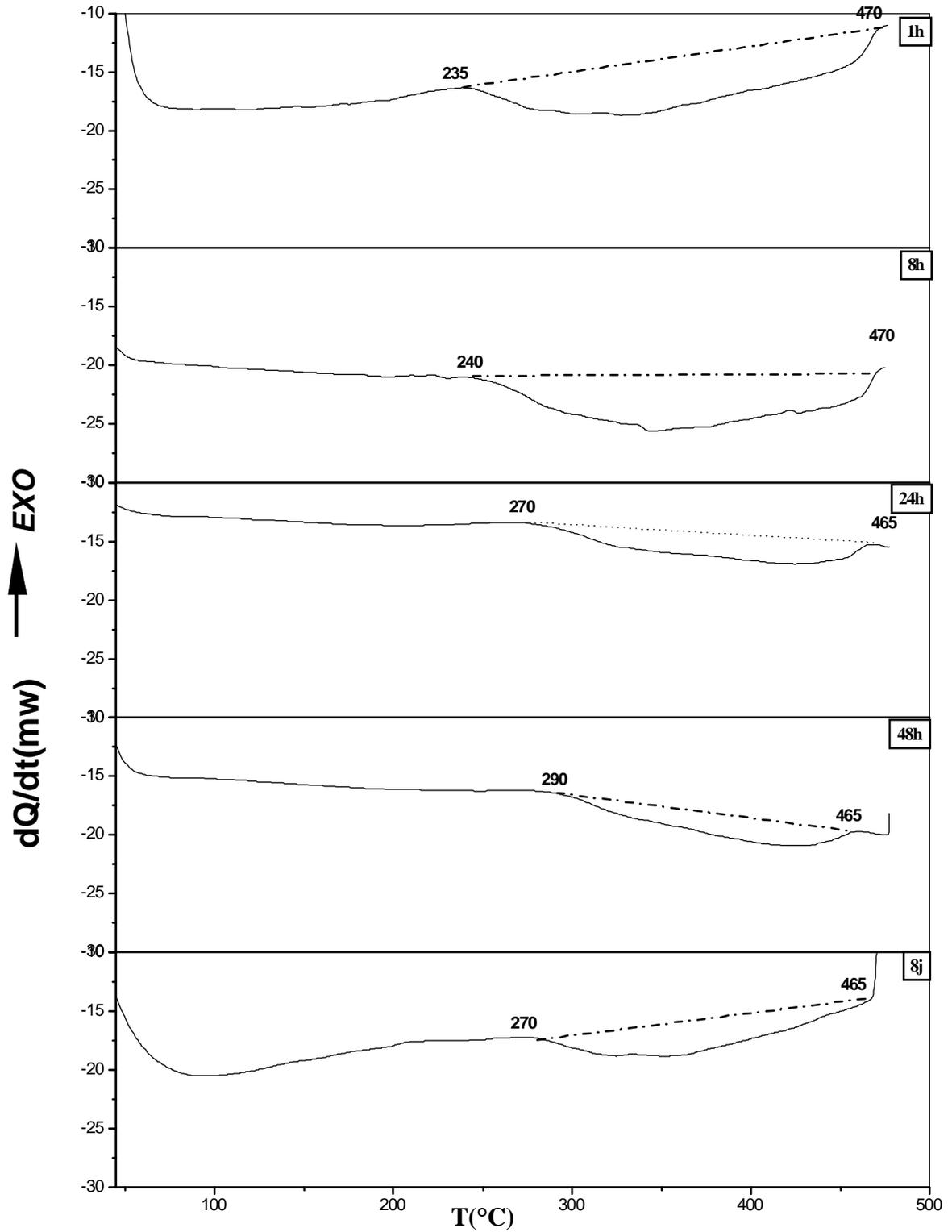


Fig. IV.17. Courbes de DSC de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé et trempé à l'eau + vieilli à 250 °C pendant 1 h, 8 h, 24 h et 48 h respectivement.



FigIV.18. Courbes et DSC de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 300 °C pendant 1 h, 8 h, 16 h, 24 h, 48 h et 8 jours respectivement

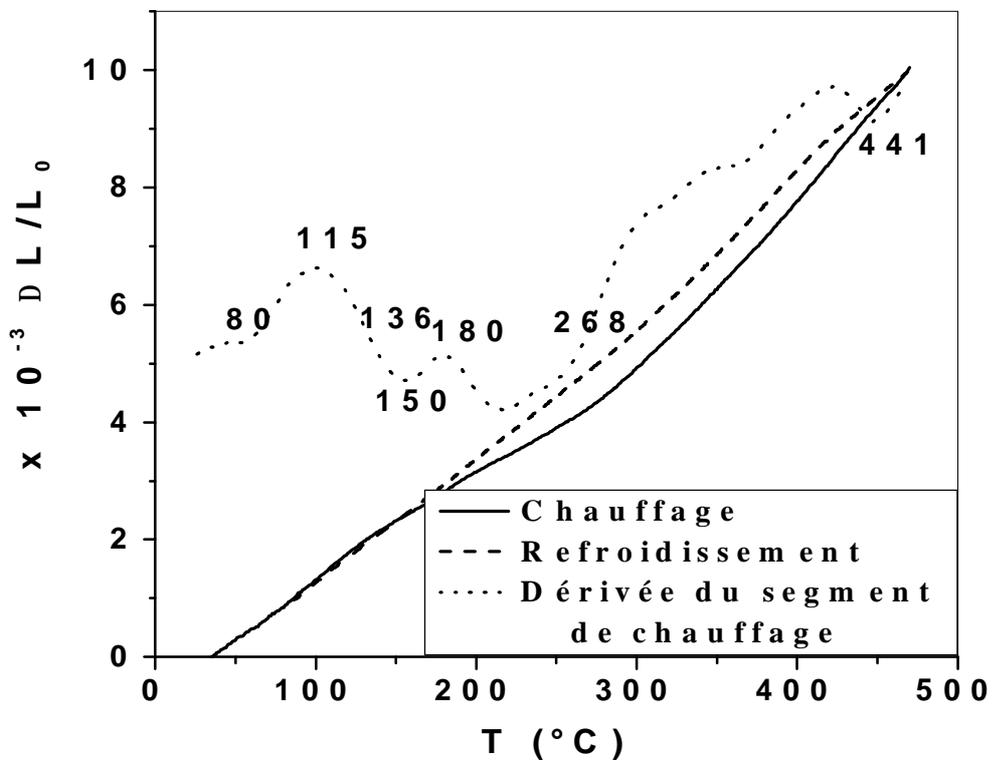


Fig. IV.19. Courbe dilatométrique de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé 1.5 h à 475 $^{\circ}C$ et trempé à l'eau.

Etats vieillis

◆ ***Vieillissement à 120°C***

La courbe dérivée dilatométrique de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 1h à 120 °C (Fig. IV.20.a) présente :

- une contraction avec deux minimum pas nettement bien séparés situés dans l'intervalle de température [120 °C-282 °C], elle est due à la précipitation des phases intermédiaires et d'équilibre (η , η et T) ou (η , η_1 , η_2 et η_4)
- une expansion dans l'intervalle de température [282 °C-385 °C] due à la dissolution totale des précipités formés.

Si on prolonge le temps de maintien à 24 h (Fig. IV.20.b) on obtient une allure similaire que celle de la courbe de la (Fig. IV.20.a) et contenant :

- une contraction avec deux minimums situés vers 220 °C et 275 °C respectivement dans l'intervalle de température [180 °C-295 °C].
- une expansion avec un pic étalé correspondant a un recouvrement de deux maximums dans l'intervalle de température [295 °C- 430 °C].

La contraction est due à la précipitation de η , η et T ou de η , η_1 , η_2 , et η_4 et la expansion est due probablement à la dissolution de ces précipités.

◆ ***Vieillissement à 150°C***

Pour l'échantillon Al-8%mass. Zn-2.54%mass. Mg-1.45%mass. Cu homogénéisé , trempé à l'eau et vieilli 1 h à 150 °C, la courbe dérivée dilatométrique (Fig. IV.21.a) présente une allure comparable à celle de la courbe dilatométrique du même l'état vieilli 1 h à 120 °C (Fig. IV.20.a) à savoir :

- une contraction dans l'intervalle de température [175-288 °C] constituée apparemment de deux minimums.
- une expansion avec un pic plus étalé et qui correspondrait à un recouvrement de trois maximums dans l'intervalle de température [288-430°C] .

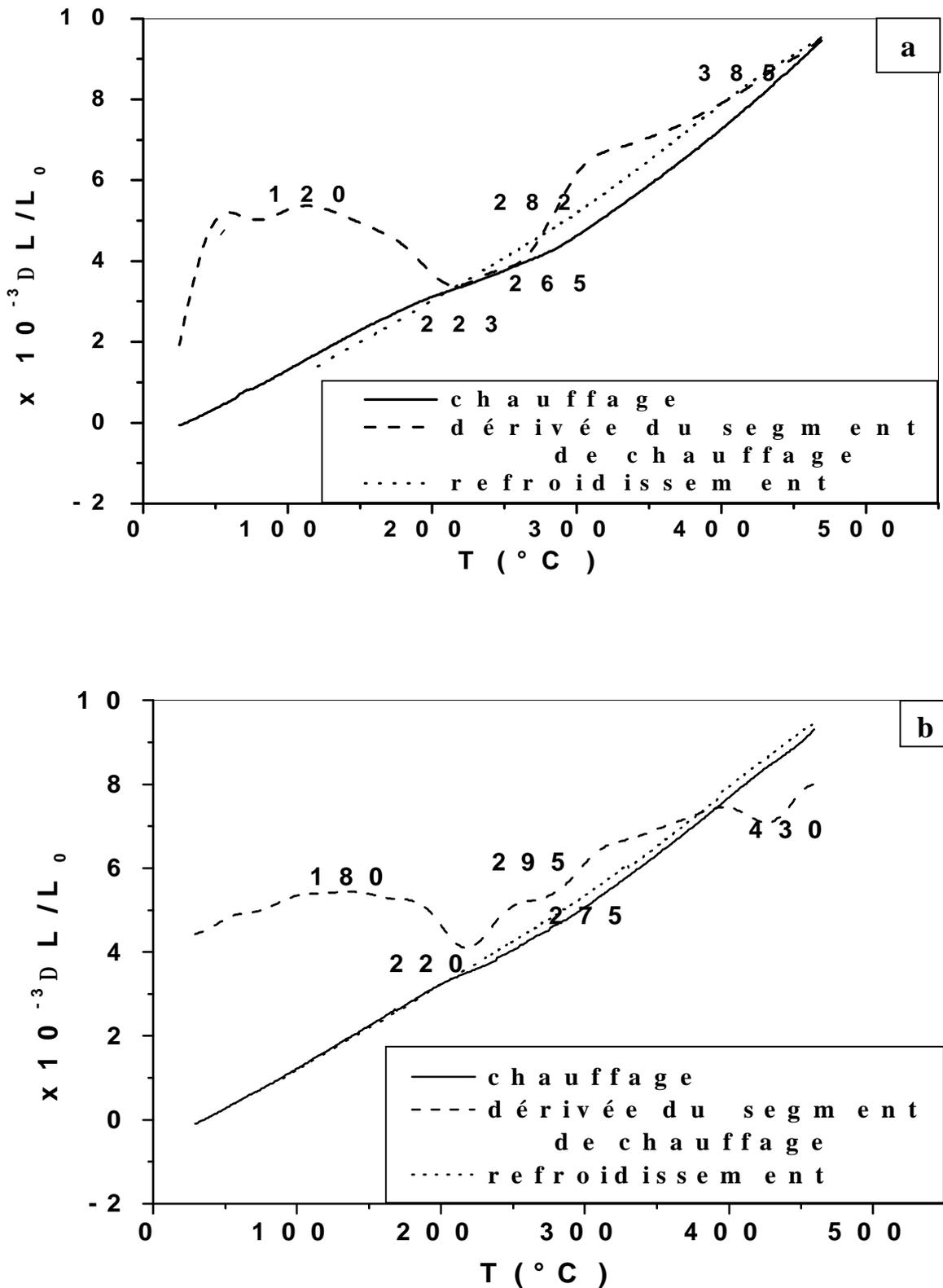


Fig. IV.20. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli à 120 °C pendant 1 h (a) et 24 h (b).

La contraction est due à la formation des phases intermédiaires et d'équilibres (η , η_1 , η_2 et η_4) et l'expansion est due à leur dissolution totale.

Quand on prolonge le temps de maintien à 24 h à cette température (Fig. IV.22.b), la courbe dérivée dilatométrique présente une allure différente à celle de l'état précédant (Fig. IV.20.a) à savoir :

- une expansion dans l'intervalle de température [133-208 °C], avec un maximum situé vers 186 °C.
- une contraction avec deux minimum situés respectivement vers 226°C et 256°C .
- une deuxième expansion avec deux pics plus étalés et plus importants dans l'intervalle de température [284-447 °C].

La première expansion est dû à la dissolution des précipités intermédiaires (zones G.P, VRC et η) ,la contraction est dû à la formation des phases(η , η_1 , η_2 et η_4) et la deuxième l'expansion est due à leur dissolution totale.

◆ **Vieillessement à 200°C**

Pour un traitement de vieillissement de 1h à 200°C de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu la courbe dérivée dilatométrique de la (Fig. IV.22.a) présente :

- une expansion située entre 135 °C et 280 °C avec un maximum étalé qui est due probablement à la dissolution des phases métastables (zones GP ,VRC , η).
- une expansion dans l'intervalle de température [280-415 °C] et qui est due à la dissolution des précipités de la phase d'équilibre.

Après un vieillissement de 24 h à 200 °C, la courbe dérivée dilatométrique présente une expansion dans l'intervalle de température [166-450 °C] avec plusieurs maximums (entre trois et quatre), cette expansion avec ces différents maximums est due à la dissolution des précipités formés lors du traitement de 200°C pendant 24 h (η , η_1 , η_2 et η_4) .

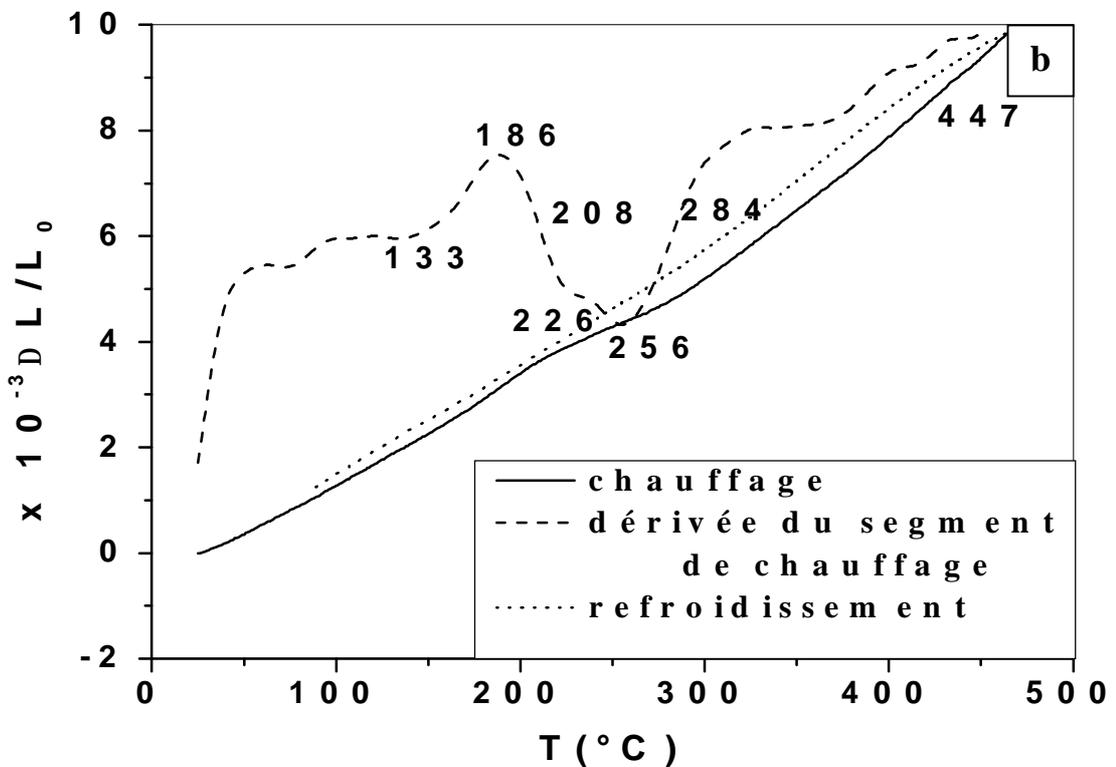
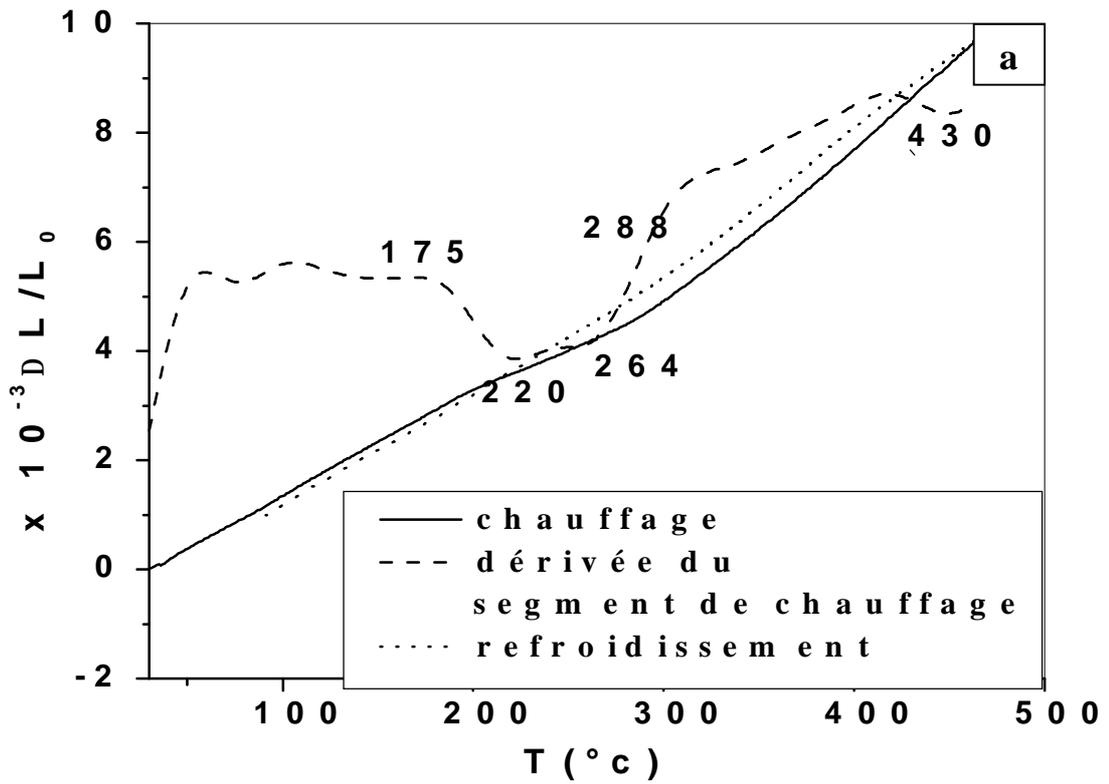


Fig. IV.21. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h (b) 24 h à 150 $^{\circ}C$.

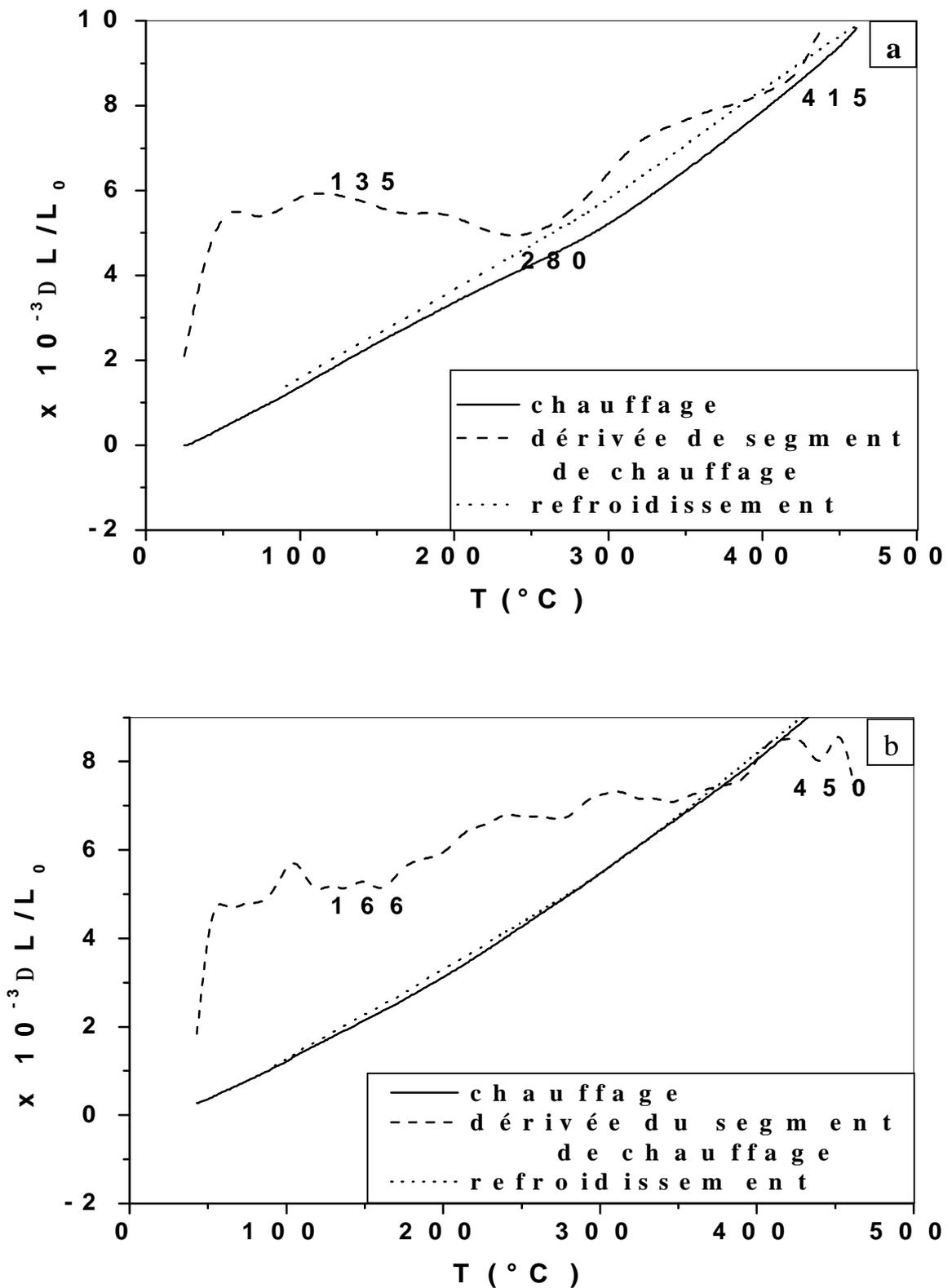


Fig. IV.22. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h (b) 24 h à $200^{\circ}C$.

♦ **Vieillessement à 250°C et 300°C**

Pour les l'échantillons Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisés, trempés à l'eau et vieillis à 250 °C et 300 °C respectivement les courbes dérivées dilatométriques (Fig.IV.23-24) montrent seulement des expansions.

Après un vieillissement de 1 h à 250 °C et 300 °C les courbes dérivées dilatométriques montrent pratiquement la même allure que celle de la courbe dilatométrique obtenue pour l'état vieilli 24 h à 200 °C, à savoir :

-Une expansion dans l'intervalle de température [155-434 °C] avec plusieurs maximums (entre trois et quatre), cette expansion avec ces maximums est due à la dissolution de plusieurs phases formes pendant ces traitements.

Si on prolonge le temps de vieillissement à 24h pour les vieillissements à 250 °C et 300 °C (Fig. IV.23-24) on obtient des courbes similaires à celles correspondant aux temps de vieillissements précédents :

-une expansion avec plusieurs maximums dans l'intervalle de température [160 °C-388 °C] pour le traitement de 250°C et dans l'intervalle [250 °C-450°C] pour le vieillissement à 300 °C, cette expansion avec ces maximums dû à la dissolution des phases intermédiaire et d'équilibre pour la température 250 °C et les précipités de la phase d'équilibre pour la température 300 °C.

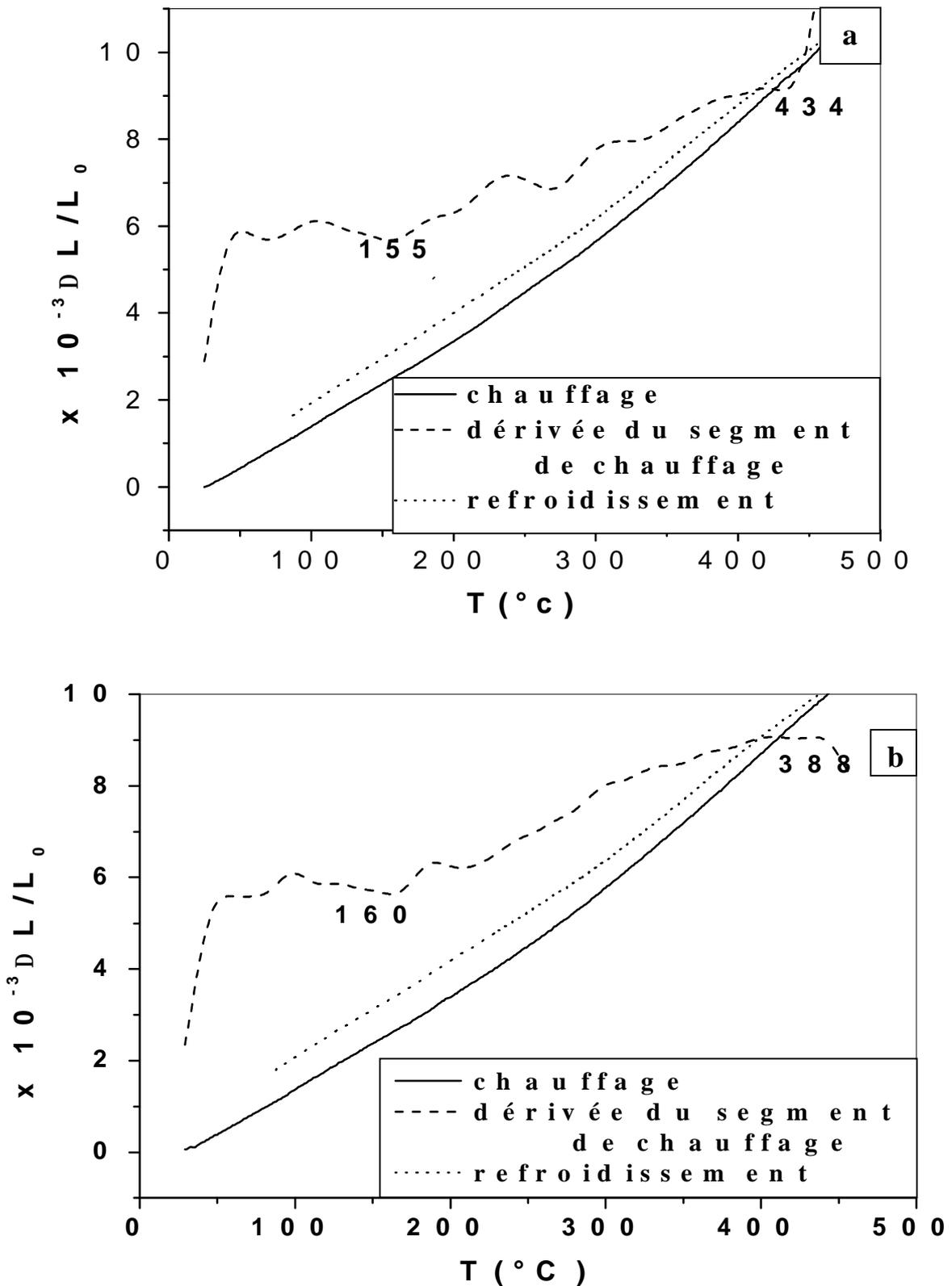


Fig. IV.23. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h (b) 24 h à 250 $^{\circ}\text{C}$.

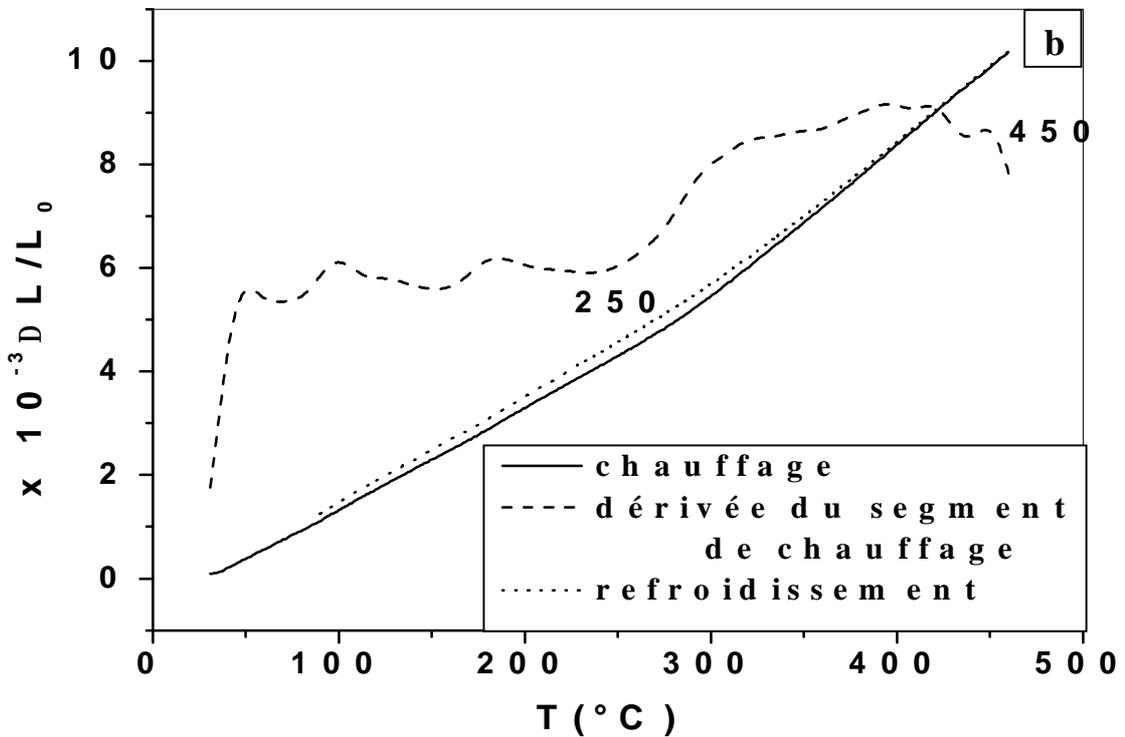
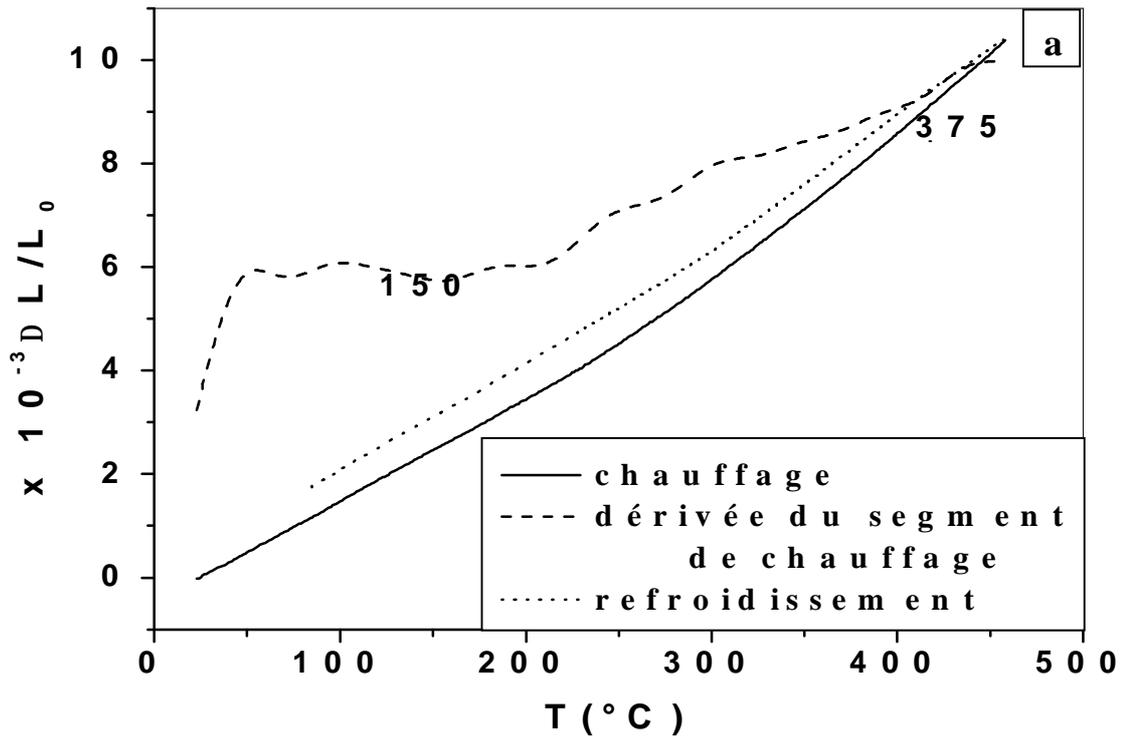


Fig. IV.24. Courbes dilatométriques de l'échantillon Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli (a) 1 h (b) 24 h à 300 °C.

IV.4. Mesures de microdureté

◆ Cas de l'alliage Al-Zn-Mg

Le durcissement structural de l'alliage Al-7,8%mass Zn-1.07%mass Mg a été suivi par des mesures de la microdureté Vickers (H_v) au cours du vieillissement après trempe de l'alliage pour différents temps et températures utilisés: 1 h, 8 h, 24 h et 48 h ; 120 °C, 150 °C, 200 °C, 250 °C et 300 °C .

■ L'évolution en fonction du temps

La variation de la microdureté pour l'échantillon Al-7,8% mass. Zn-1.07% mass. Mg vieilli à 120 °C pendant différents temps (1 h, 8 h, 24 h et 48 h) (Fig. IV25.) montre que la microdureté H_v augmente à partir de la valeur (131 N/mm^2) obtenue à l'état de trempe jusqu'à la valeur 150 N/mm^2 obtenue pour un vieillissement pendant 48 h à 120 °C, le vieillissement pendant 1h ne provoque pas de durcissement notable (133 N/mm^2) mais le prolongement du maintien jusqu'à 8h à la même température mène à une augmentation notable de la microdureté ($H_v = 141 \text{ N/mm}^2$) ce qui se traduit par la formation des zones GP (au cours de ce maintien) et qui présentent une interface cohérente avec la matrice, ou bien par la formation des interfaces de semi-cohérence due à la précipitation de la phase η

Si le temps de maintien est prolongé à 24 h on garde pratiquement la même valeur (142 N/mm^2), cet effet est observé sur les courbes obtenues lors du chauffage continu en DSC.

Après un vieillissement de 48 h on remarque une nette augmentation de H_v (150 N/mm^2) cette augmentation peut être expliquée par la formation des précipités cohérents ou semi- cohérents puisque ces derniers épinglent les dislocations et gênent leur déplacement. Cependant Werenskiold et *al.* [67] montrent que la taille des précipités formés pour les deux températures 100 °C et 120 °C ne dépasse pas la taille critique de la germination où l'augmentation du temps de vieillissement à ces deux températures n'a aucune influence sur la taille des précipités, donc on peut dire que les précipités formés à 120 °C sont cohérents et l'augmentation de H_v à cette température est due à l'augmentation de la quantité des précipités formés sans perte de concordance avec la matrice

Pour l'échantillon vieilli à 150 °C pendant les mêmes temps de maintien (Fig. IV.26.) on remarque une augmentation considérable de la microdureté jusqu'à la valeur de 168 N/mm² après un vieillissement de 24 h, puis celle-ci décroît jusqu'à la valeur de (162 N/mm²) après un maintien de 48 h à la même température. L'augmentation de H_v est expliquée comme suit:

- ✓ la formation de fins précipités de la phase η qui sont totalement cohérents où partiellement cohérents. Cette cohérence partielle crée un champs de contraintes qui gêne le déplacement des dislocations ce qui entraîne une augmentation de la microdureté .
- ✓ la formation des interfaces entre la matrice et les précipités formés (η).
- ✓ les précipités majoritaires à cette température sont η , même si probablement les précipités η sont déjà formés, mais leur rôle dans la diminution de H_v est négligeable jusqu'au maintien de 24 h. Werenskiold et *al.* [67] avec une étude en MET montrent une distribution uniforme des précipités η et un peu de η_1 après un vieillissement de 7 h à 150 °C.

La diminution de la microdureté pour le traitement de 48 h à 150 °C est expliquée soit par la formation de la phase d'équilibre η en quantité suffisante, soit par la croissance et la coalescence des précipités déjà formés η et η . Ce qui produit la perte de concordance (écart paramétrique) entre les précipités formés et la matrice donc le champ crée ici et l'épinglage des dislocations sont peu importants.

La variation de H_v en fonction du temps de vieillissement pour l'alliage ternaire Al-Zn-Mg à 150 °C pour les mêmes conditions (trempe à l'eau) ressemble à celle obtenue par Deschamps et Brechet [69] à 160 °C, mais la valeur maximal est différente (H_v = 155 N/mm²) ou par Macchi et *al* [70] qui obtient la même allure que celle de Deschamps et Brechet [68] avec une valeur maximal de (H_v=149 N/mm²) pour un traitement de 150 °C, cette différence de H_v maximal est due à la différence de la concentration des solutés dans la matrice d'aluminium pour chaque étude , donc la fraction volumique des précipités formés est différente, comme l'a montré Adachi et *al* [71] pour un alliage ternaire Al-Zn-Mg.

Pour l'échantillons vieilli à 200 °C et 250 °C pendant les mêmes temps de maintien précédents, on observe une nette diminution de la microdureté au cours du temps.

La diminution de H_v à partir de 200 °C est expliquée d'une part par le fait qu'à partir de cette température les phénomènes de précipitation de η se terminent, et/ou d'autre part par la croissance des précipités formés, Yamamoto et al [22], ont montré que la taille des précipités formés pendant 24 h à 120 °C est entre 5 et 10 nm, et que la taille des précipités formés après 1,5 h à 200 °C varie entre 10 et 30 nm, d'autre part les précipités existants à partir de 200 °C sont probablement de la phase η puisque Werenskiold et al [67] ont montré uniquement la présence de η avec ses diverses orientations après 7 h à 170 °C.

Après un vieillissement à 300 °C pendant les mêmes temps de maintien on remarque une diminution de H_v de la valeur 69 N/mm² à la valeur 50 N/mm² puis la microdureté reste presque constante au cours du temps, ceci peut être expliqué par le fait qu'à cette température la coalescence des précipités formés se termine au premier temps de vieillissement à cette température .

■ *L'évolution en fonction de la température*

La variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour les différents temps 1 h, 8 h, 24 h et 48h est présentée sur la figure(IV.26.), elle montre pratiquement les mêmes allures des courbes : une augmentation jusqu'à une valeur maximale correspondant au vieillissement à 150 °C puis une diminution considérable jusqu'à une valeur plus basse pour les vieillissements effectués à 300 °C .

L'augmentation de H_v peut être expliquée comme suit : le vieillissement à 120 °C provoque soit la formation des zones GP qui ne provoquent pas de durcissement important, soit la formation de quantités peu importantes des phases intermédiaire η et d'équilibre η mais la quantité de η est relativement plus importante que η , ce qui a été observé en MET par plusieurs auteurs tel que :

- ✓ Hancen et al [71] qui montrent la formation des zones GPI et un peu de zones GPII après un vieillissement de 1 h à 100 °C ou à 130 °C.
- ✓ Huang et al [24] qui montrent la formation des zones GP avec une taille de 2 –2.5 nm avec une distribution homogène après un vieillissement de 1 h à 120 °C.
- ✓ Werenskiold et al [67] qui montrent la formation des zones GPII après un vieillissement de 7 h à 120 °C.

- ✓ Yamamoto et al [22] qui observent la formation des précipités de diamètre de 5 à 10 nm après 24 h à 120 °C.
- ✓ Huang et al [24] qui montrent la présence des zones GP, et des précipités η ensemble avec des précipités de η (MgZn_2) après un vieillissement de 44 h à 120 °C.

La valeur maximale de la microdureté correspondant au vieillissement à 150 °C est probablement due à la formation de la phase η en quantité suffisante. Dumont et al [63] ont montré qu'à 160 °C les précipités η obtenus ont une taille optimale (diamètre de 6 nm) et ils sont remplacés progressivement par la phase d'équilibre η . Donc à cette température (150 °C) le champs de contraintes crée est plus important, pour que les dislocations évitent ce champs elles sont obligées de se courber pour se déplacer dans le matériau, en plus lorsqu'une dislocation traverse un précipité, elle se trouve freinée en particulier par l'interface précipité – matrice, et le freinage est plus important lorsque le précipité est peu cohérent car la dislocation devra croiser les dislocations de l'interface.

La diminution de H_v aux températures au dessus de 150 °C est expliquée comme précédemment par la perte de cohérence entre la matrice et les précipités formés à partir de 150 °C et/ou par la croissance et la coalescence des précipités formés, au cours de ceci le champs de contrainte crée et l'épinglage des dislocations sont peu importants.

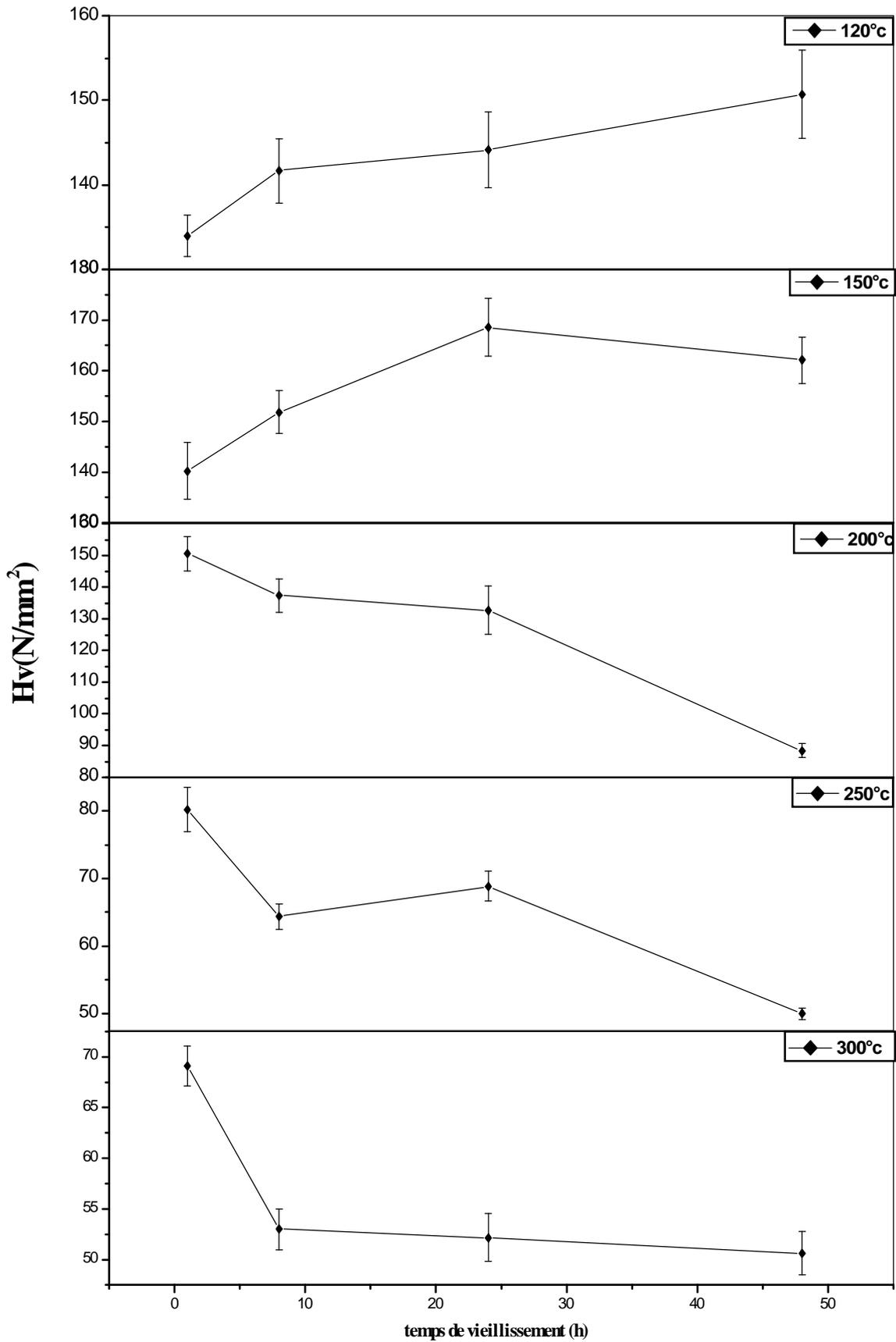


Fig. IV.25. Variation de la microdureté de l'alliage Al-Zn-Mg en fonction du temps de vieillissement aux températures données.

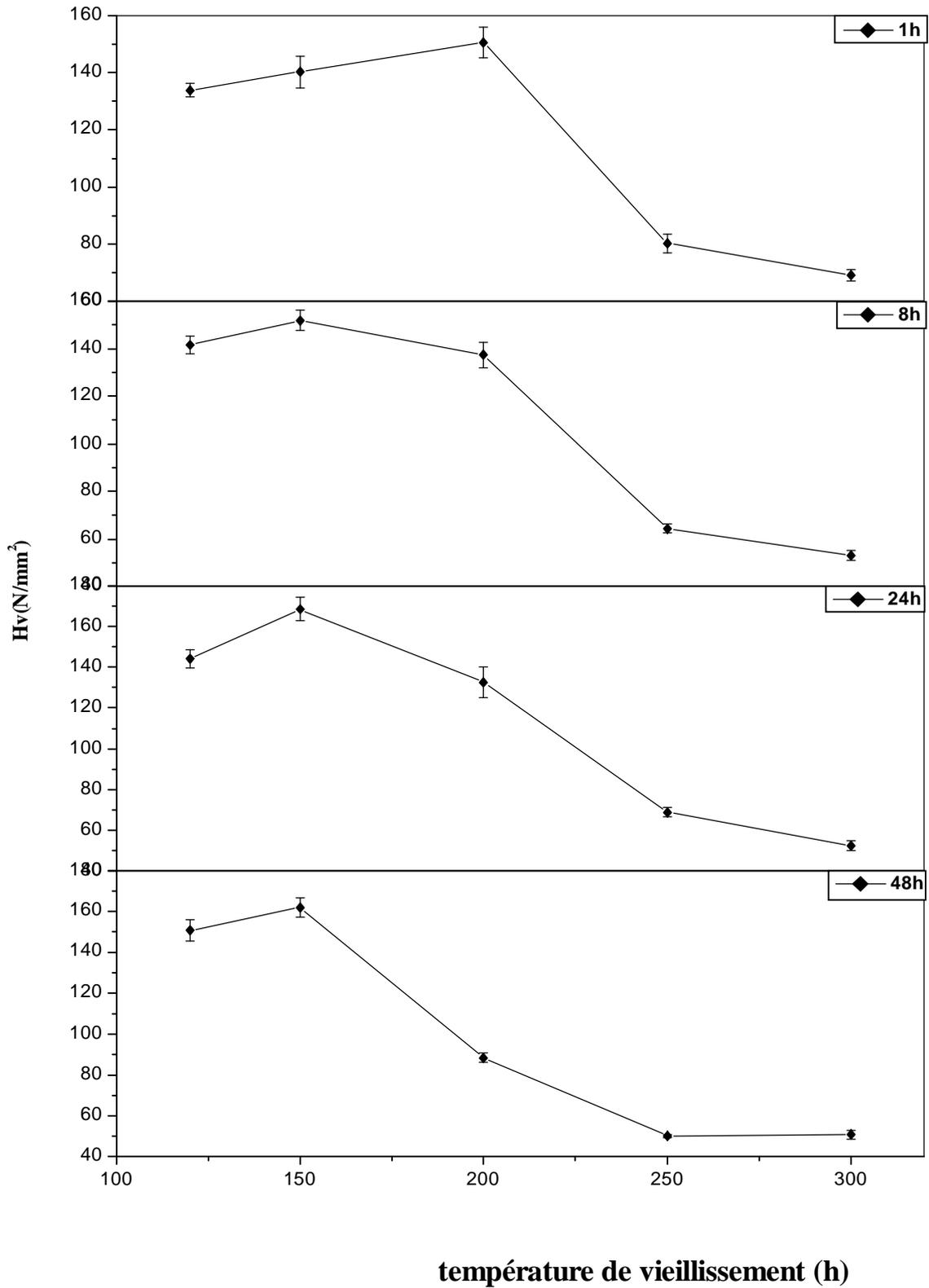


Fig. IV.26. Variation de la mirodureté de l'alliage Al-Zn-Mg en fonction des températures de vieillissement aux temps donnés.

◆ **Cas de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu)**

La variation de la microdureté de l'échantillon Al-8% mass. Zn- 2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu en fonction du temps et de la température de vieillissement montrent pratiquement les mêmes allures que celles des courbes de l'alliage ternaire, mais les valeurs de Hv pour l'alliage quaternaire sont plus élevées que celles de l'alliage ternaire ceci est dû à plusieurs facteurs tels que :

- la présence du Cu et la variation de la somme totale des solutés en présences. L'addition du Cuivre diminue la taille des grains (résultats de microstructure) donc on a plus de joints de grains dans le quaternaire ce qui cause une augmentation de Hv , d'une part , d'autre part Adachi et al [72] avec une étude de la densité électronique de deux types d'alliage l'un ternaire et l'autre quaternaire avec un rapport Zn :Mg = 1.22 et 1.19 (%at) respectivement, ils montrent que la présence du Cu change le type de la phase métastable de T' à η respectivement , donc la microdureté change en conséquence.

Par fois la somme totale des solutés joue un rôle plus important que l'effet d'addition du Cu dans le durcissement de ces alliages comme l'a rapporté Adachi et al [72] au cours de leur étude de deux types d'alliage Al-Zn-Mg(Cu) dont les sommes des solutés sont 8.61% at et 8.21% at respectivement, ici la quantité de soluté est plus grande 1.05 fois pour le ternaire ; dans leur étude ils trouvent que la microdureté de l'alliage ternaire est plus grande que celle de l'alliage quaternaire ; ils expliquent ceci par l'augmentation de la fraction volumique des précipités dans l'alliage ternaire (une augmentation de la fraction volumique de 1.4 fois) , et le changement de la quantité de soluté n'est pas comparable au changement de la quantité de la fraction volumique, donc l'augmentation de la fraction volumique est considérée causée aussi par l'augmentation des solutés, et ils concluent que la fraction volumique change malgré quelques changements des quantités des atomes de solutés. Dans notre cas les sommes des solutés des deux alliages sont 4.6 (%at) et 7.13 (%at) respectivement, la quantité des solutés du quaternaire augment 1.55 fois que celle du ternaire ce qui pourrait expliquer que Hv de l'alliage quaternaire est plus élevée que celle de l'alliage ternaire.

En plus on peut expliquer l'augmentation de Hv pour Al-Zn-Mg(Cu) par rapport à celle de Al-Zn-Mg à partir des résultats de DSC de l'état vieilli à 120 °C.

En effet, l'existence du pic exothermique p_1 (figure IV.14) dans l'intervalle de température [140-200°C] pour l'alliage quaternaire pour un traitement de 30 min à cette température qui pour l'alliage ternaire devient un pic endothermique prouve que la quantité des précipités durcissant formés dans l'alliage quaternaire est plus élevée que celle formée dans l'alliage ternaire.

L'existence d'un pic endothermique dédoublé dans l'alliage ternaire pour les temps 1 h, 8 h et 24 h à 120 °C (Fig. IV.2.), contrairement à l'alliage quaternaire où on a toujours un seul pic endothermique, peut aussi expliquer que dans le premier cas on a les zones GP et η (la formation de η sur ou à partir des zones GP est lente), mais dans le deuxième cas on a seulement la phase η (formation rapide de η sur les zones GP). Et d'autre part, Lim et al [51] ont rapporté que le Cu participe à la précipitation dans les alliages quaternaires, donc la taille des précipités formés et surtout les précipités η dans l'alliage quaternaire est plus petite par rapport à celle des précipités formés dans l'alliage ternaire, mais la stabilité des premiers est plus élevée que celle des seconds.

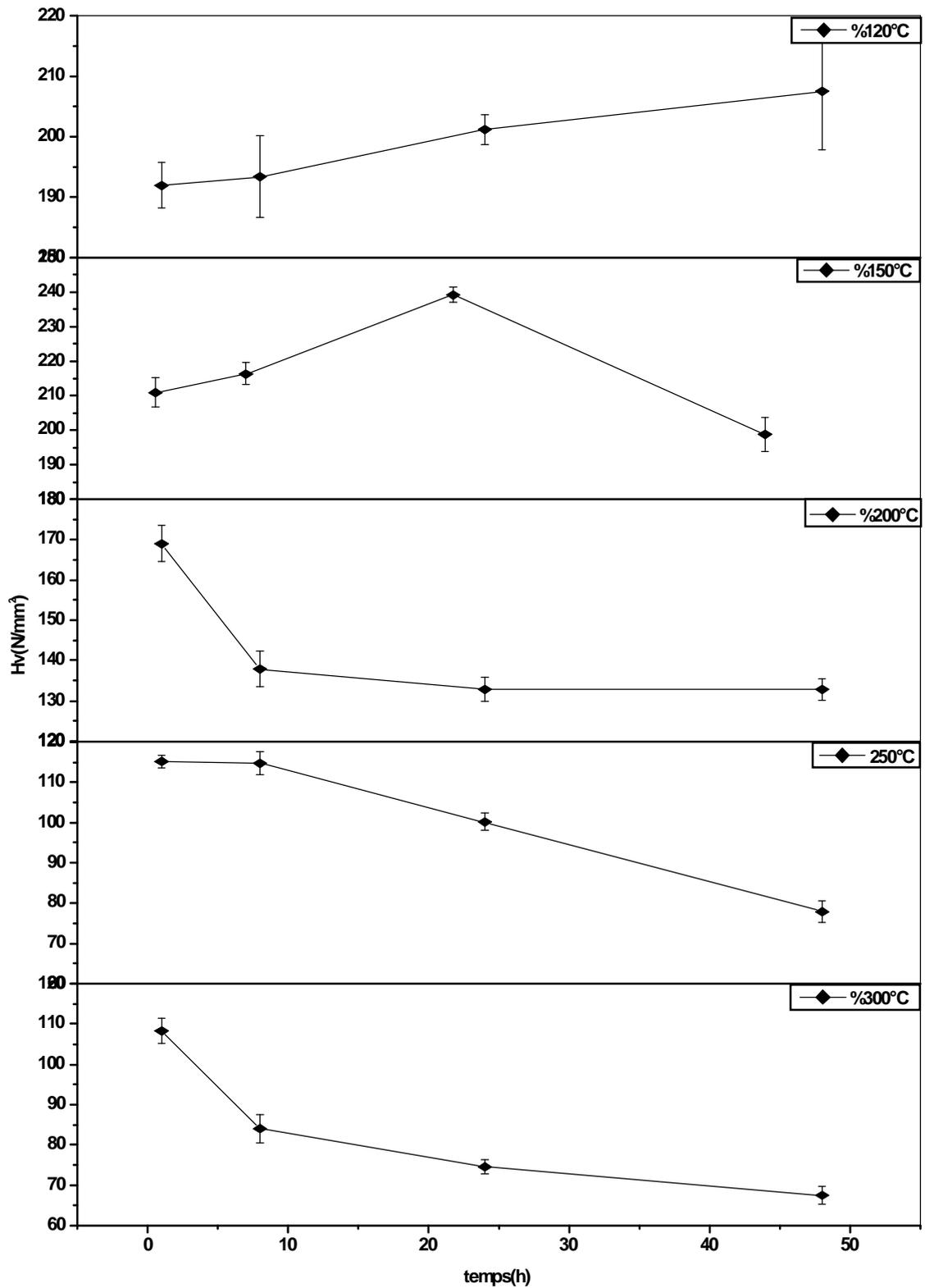


Fig. IV.27. Variation de la microdureté de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu) en fonction du temps de vieillissement aux températures données.

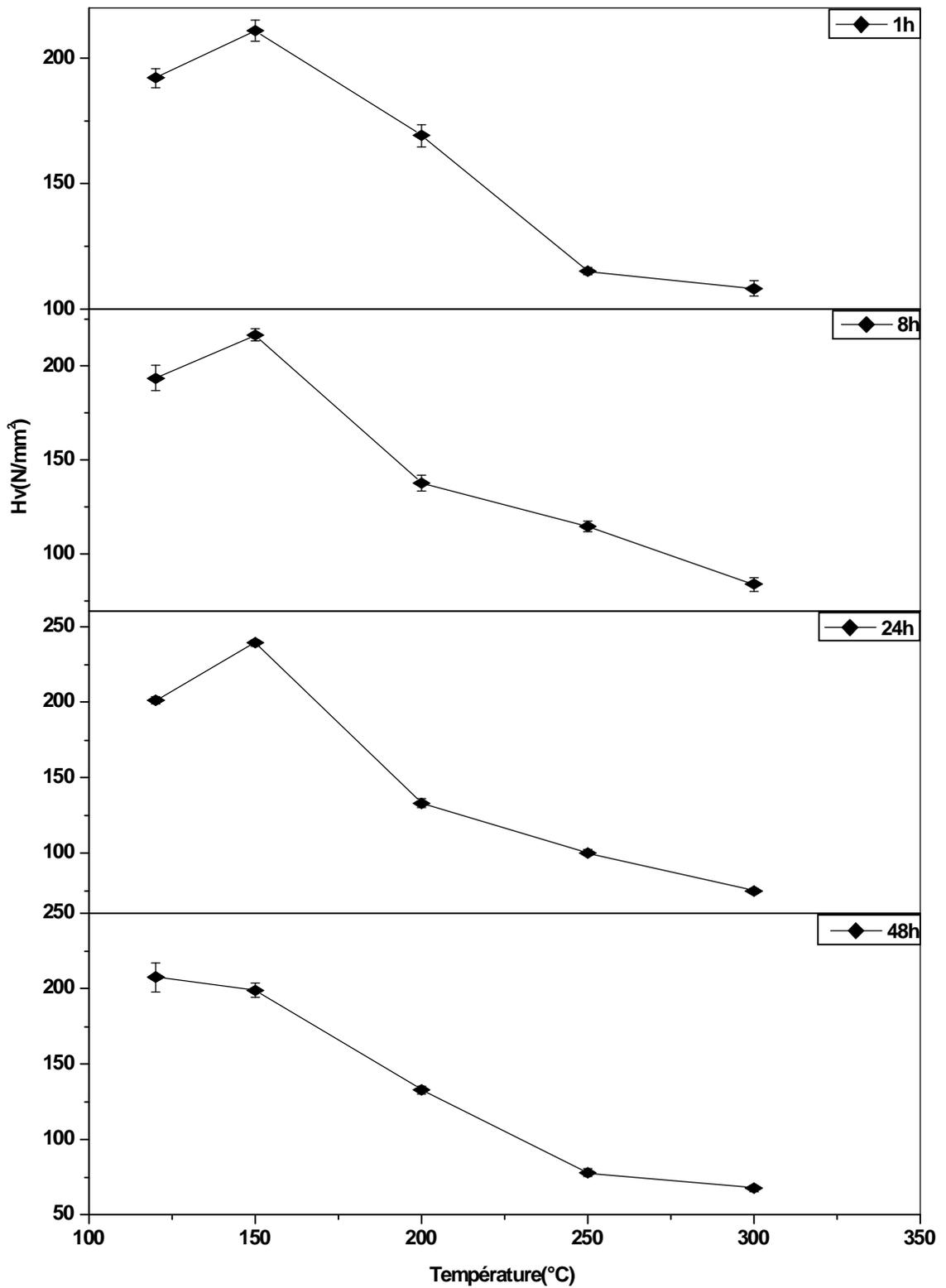


Fig. IV.28. Variation de la miroducté de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu) en fonction de la température de vieillissement aux temps donnés.

IV.5.Résultats des RX

Les spectres de diffraction des rayons X des deux alliages Al-Zn-Mg(Cu) , homogénéisés, trempés et ayant subi un chauffage anisotherme de 30 °C à 270 °C avec une vitesse de 10 °C/min sont présentés respectivement sur les figures IV 29-30. D'après ces différents spectres, les raies qui apparaissent sont : (111), (200), (311) et (400), ces raies sont liées à la solution solide, on note qu'au cours du chauffage continu à 270 °C, les pics (311) et (400) se trouvent décaler vers les grands angles par rapport à ceux de l'état homogène de trempe dans les deux types d'alliage, donc on peut dire que le chauffage jusqu'à cette température permet la précipitation de la phase d'équilibre η , qui s'accompagne d'un appauvrissement de la matrice en atomes de solutés (Zn, Mg, Cu) ; et comme le rayon atomique du soluté Zn est presque identique à celui du solvant (Al), le rayon de Cu est inférieur au rayon de Al et le rayon de Mg est supérieur au rayon de Al, alors la sortie du soluté de la matrice au cours du chauffage mène à une contraction de la maille de la solution solide c'est-à-dire diminution du paramètre de la maille, et d'après la loi de Bragg, $2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda$, θ va augmenter , ce qui explique le décalage des pics vers les grands angles, ce qui confirme bien que les contractions et les expansions apparaissant dans les courbes dérivées dilatométriques sont dû aux phénomènes de précipitation et de dissolution respectivement.

On note en plus l'apparition de quelques raies supplémentaires : (101), (102) et (112), la comparaison de ces raies à celles données par les fiches ASTM mène à les lier vraisemblablement aux raies de la phase d'équilibre $MgZn_2$ qui précipite dans ces alliages et qui a été observée à cette température (270 °C) sur les courbes de DSC et dilatométriques.

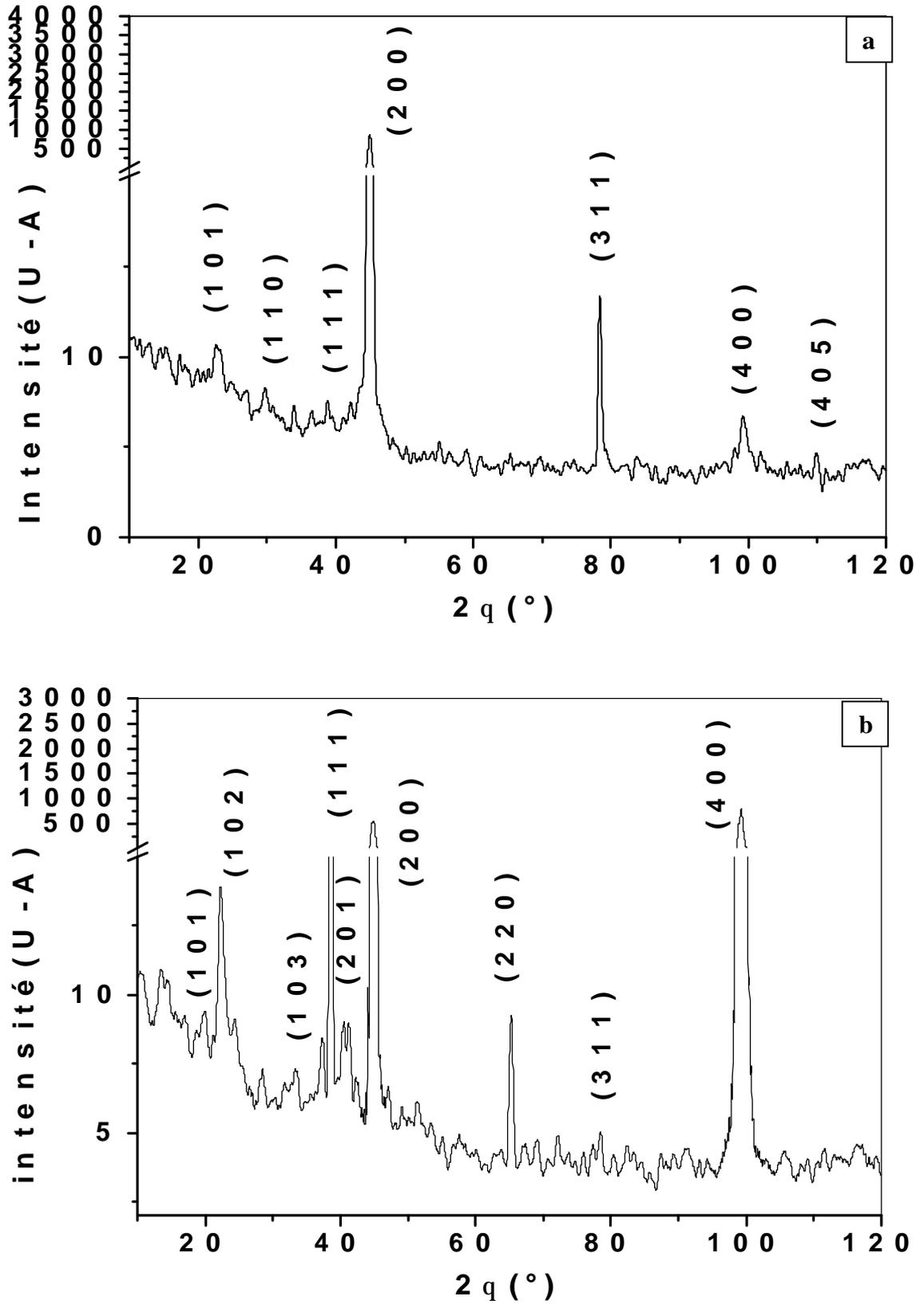


Fig. IV.29. Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-7.8% mass. Zn-1.07% mass. Mg homogénéisé 1.5 h à 475 °C, trempé (a) et vieilli à 270°C (b).

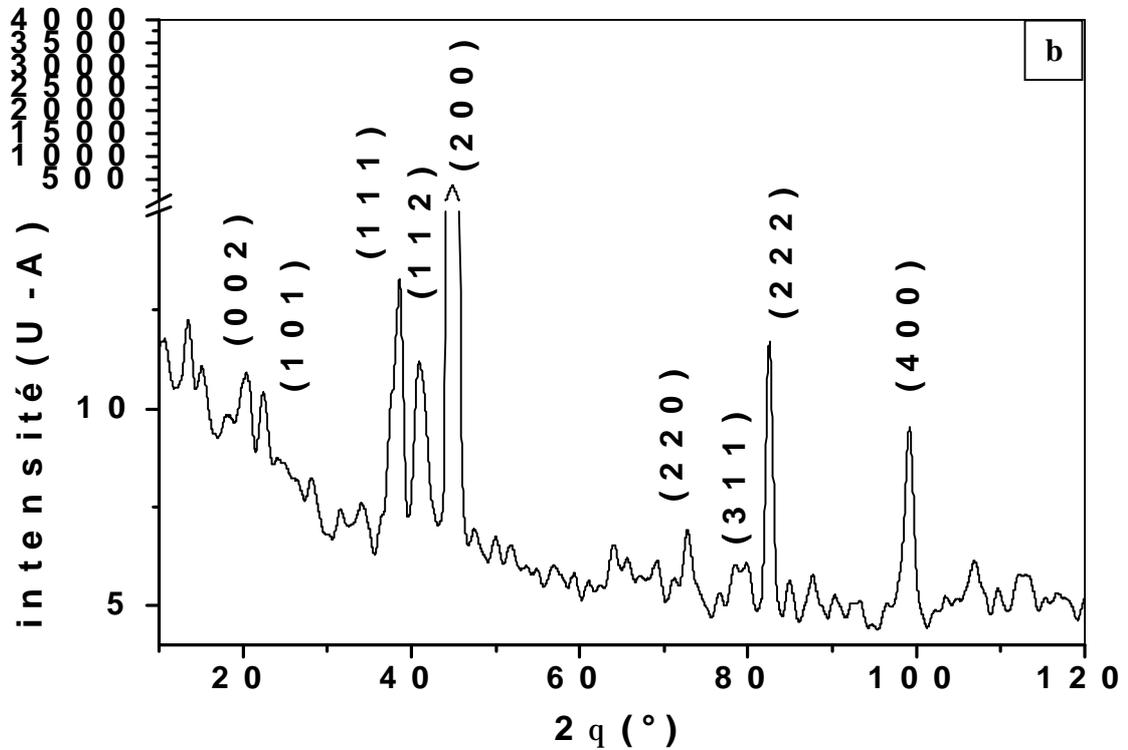
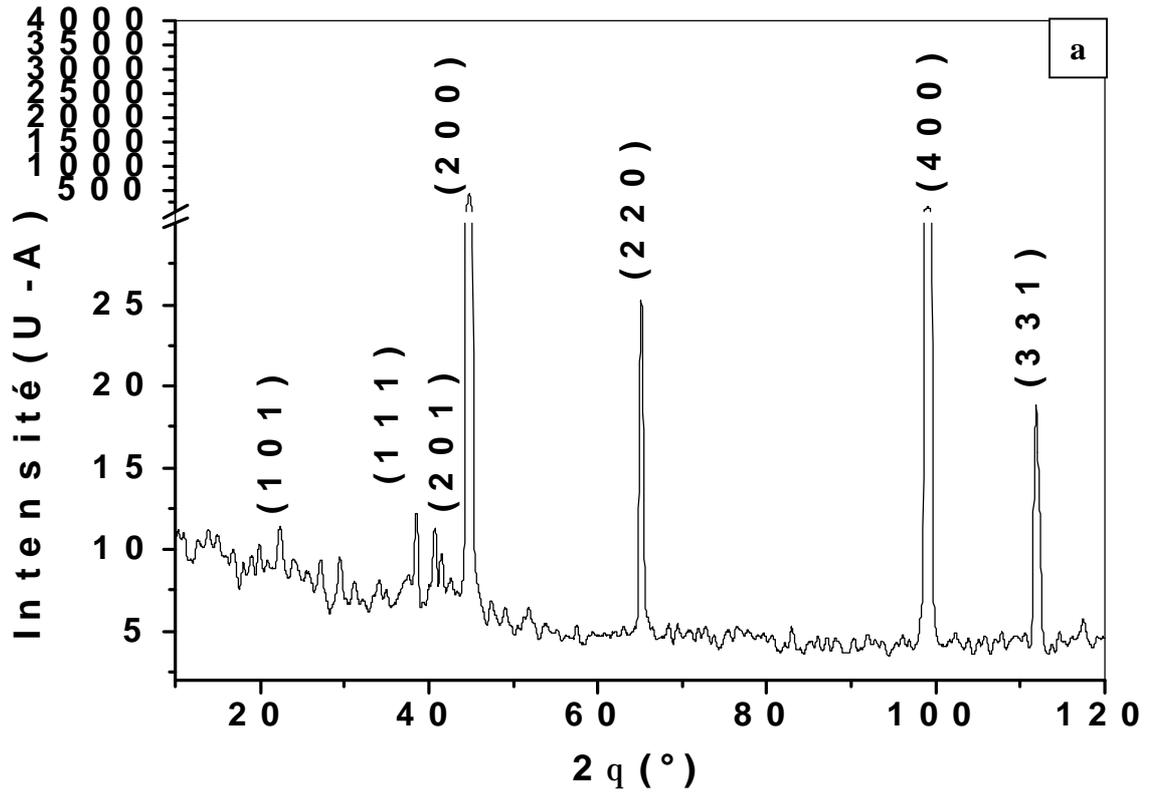


Fig. IV.30. Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu homogénéisé 1.5 h à 475 °C, trempé (a) et vieilli à 270 °C (b).

En plus l'intervalle d'existence du deuxième pic endothermique dû à la dissolution totale des précipités formés pour l'alliage quaternaire est plus large que celui de l'alliage ternaire.

Les expansions avec les deux maximums observés sur les courbes dérivées dilatométriques à la température de 300 °C pendant 24 h pour les deux alliages peut s'expliquer soit par le fait qu'on ait deux différents types de précipités d'équilibre avec des structures différentes, soit par le fait que les deux types de précipités de η sont de même structure, mais dont les paramètres de maille (a et c) sont différents, et les mécanismes de leur formation sont aussi différents.

La coalescence des précipités formés dans l'alliage quaternaire est probablement plus lente que celle dans l'alliage ternaire puisque on a une diminution continue de la valeur de H_v à 300 °C. Cette coalescence plus lente est liée à l'augmentation du taux de germination et au ralentissement de la croissance des précipités comme il a été rapporté dans la littérature [13, 14]. De même, cet effet a été observé sur les courbes de DSC et de dilatométrie pour les traitements de vieillissement aux températures 120 °C et 150 °C, et en plus la valeur de H_v à 300 °C après 48 h (67.45 N/mm²) pour l'alliage quaternaire est presque identique à celle correspondant au traitement de 300 °C pendant 1 h (69.13 N/mm²) pour l'alliage ternaire, ceci confirme le ralentissement de la croissance des précipités formés dans l'alliage quaternaire par rapport à celle qui se produit dans l'alliage ternaire.

IV.4. Mesures de microdureté

◆ *Cas de l'alliage Al-Zn-Mg*

Le durcissement structural de l'alliage Al-7,8%mass Zn-1.07%mass Mg a été suivi par des mesures de la microdureté Vickers (H_v) au cours du vieillissement après trempe de l'alliage pour différents temps et températures utilisés : 1h, 8h, 24h et 48h ; 120°C, 150°C, 200°C, 250°C et 300°C .

■ *L'évolution en fonction du temps*

La variation de la microdureté pour l'échantillon Al-7,8% mass. Zn-1.07% mass. Mg vieilli à 120°C pendant différents temps (1, 8, 24 et 48h) (fig.IV25.) montre que la microdureté H_v augmente à partir de la valeur (131N/mm^2) obtenue à l'état de trempe jusqu'à la valeur 150N/mm^2 obtenue pour un vieillissement pendant 48h à 120°C, le vieillissement pendant 1h ne provoque pas de durcissement notable (133N/mm^2) mais le prolongement du maintien jusqu'à 8h à la même température mène à une augmentation notable de la microdureté (H_v (141N/mm^2)) ce qui se traduit par la formation des zones GP (au cours de ce maintien) et qui présentent une interface cohérente avec la matrice, ou bien par la formation des interfaces de semi-cohérence due à la précipitation de la phase η

Si le temps de maintien est prolongé à 24h on garde pratiquement la même valeur (142N/mm^2), cet effet est observé sur les courbes obtenues lors du chauffage continu en DSC.

Après un vieillissement de 48h on remarque une nette augmentation de H_v (150N/mm^2) cette augmentation peut être expliquée par la formation des précipités cohérents ou semi-cohérents puisque ces derniers épinglent les dislocations et gênent leur déplacement. Cependant Werenskiold et al [67] montrent que la taille des précipités formés pour les deux températures 100°C et 120°C ne dépasse pas la taille critique de la germination où l'augmentation du temps de vieillissement à ces deux températures n'a aucune influence sur la taille des précipités, donc on peut dire que les précipités formés à 120°C sont cohérents et l'augmentation de H_v à cette température est due à l'augmentation de la quantité des précipités formés sans perte de concordance avec la matrice

Pour l'échantillon vieilli à 150°C pendant les mêmes temps de maintien (fig.IV.26.) on remarque une augmentation considérable de la microdureté jusqu'à la valeur de 168 N/mm² après un vieillissement de 24h, puis celle-ci décroît jusqu'à la valeur de (162N/mm²) après un maintien de 48h à la même température. L'augmentation de H_v est expliquée comme suit :

- ✓ La formation de fins précipités de la phase η qui sont totalement cohérents ou partiellement cohérents. Cette cohérence partielle crée un champs de contraintes qui gêne le déplacement des dislocations ce qui entraîne une augmentation de la microdureté .
- ✓ La formation des interfaces entre la matrice et les précipités formés (η).
- ✓ Les précipités majoritaires à cette température sont η , même si probablement les précipités η sont déjà formés, mais leur rôle dans la diminution de H_v est négligeable jusqu'au maintien de 24h. Werenskiold et al [67] avec une étude en MET montrent une distribution uniforme des précipités η et un peu de η_1 après un vieillissement de 7h à 150°C.

La diminution de la microdureté pour le traitement de 48h à 150°C est expliquée soit par la formation de la phase d'équilibre η en quantité suffisante, soit par la croissance et la coalescence des précipités déjà formés η et η . Ce qui produit la perte de concordance (écart paramétrique) entre les précipités formés et la matrice donc le champs crée ici et l'épinglage des dislocations sont peu importants.

La variation de H_v en fonction du temps de vieillissement pour l'alliage ternaire Al-Zn-Mg à 150°C pour les mêmes conditions (trempe à l'eau) ressemble à celle obtenue par Deschamps et Brechet [69] à 160°C, mais la valeur maximal est différente (H_v = 155 N/mm²) ou par Macchi et al [70] qui obtient la même allure que celle de Deschamps et Brechet [68] avec une valeur maximal de (H_v=149 N/mm²) pour un traitement de 150°C, cette différence de H_v maximal est due à la différence de la concentration des solutés dans la matrice d'aluminium pour chaque étude , donc la fraction volumique des précipités formés est différente, comme l'a montré Adachi et al [71] pour un alliage ternaire Al-Zn-Mg.

Pour l'échantillons vieilli à 200°C et 250°C pendant les mêmes temps de maintien précédents, on observe une nette diminution de la microdureté au cours du temps.

La diminution de H_v à partir de 200°C est expliquée d'une part par le fait qu'à partir de cette température les phénomènes de précipitation de η se terminent, et/ou d'autre part par la croissance des précipités formés, Yamamoto et al [22], ont montré que la taille des précipités formés pendant 24h à 120°C est entre 5 et 10 nm, et que la taille des précipités formés après 1,5h à 200°C varie entre 10 et 30 nm, d'autre part les précipités existants à partir de 200°C sont probablement de la phase η puisque Werenskiold et al [67] ont montré uniquement la présence de η avec ses diverses orientations après 7h à 170°C.

Après un vieillissement à 300°C pendant les mêmes temps de maintien on remarque une diminution de H_v de la valeur 69 N / mm² à la valeur 50 N /mm² puis la microdureté reste presque constante au cours du temps, ceci peut être expliqué par le fait qu'à cette température la coalescence des précipités formés se termine au premier temps de vieillissement à cette température .

■ *L'évolution en fonction de la température*

La variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement pour les différents temps 1h,8h,24h et 48h est présentée sur la figure(IV.26.), elle montre pratiquement les mêmes allures des courbes : une augmentation jusqu'à une valeur maximale correspondant au vieillissement à 150°C puis une diminution considérable jusqu'à une valeur plus basse pour les vieillissements effectués à 300°C .

L'augmentation de H_v peut être expliquée comme suit : le vieillissement à 120°C provoque soit la formation des zones GP qui ne provoquent pas de durcissement important, soit la formation de quantités peu importantes des phases intermédiaire η et d'équilibre η mais la quantité de η est relativement plus importante que η , ce qui a été observé en MET par plusieurs auteurs tel que :

- ✓ Hancen et al [71] qui montrent la formation des zones GPI et un peu de zones GPII après un vieillissement de 1 h à 100°C où à 130°C .
- ✓ Huang et al [24] qui montrent la formation des zones GP avec une taille de 2 – 2.5 nm avec une distribution homogène après un vieillissement de 1h à 120°C.
- ✓ Werenskiold et al [67] qui montrent la formation des zones GPII après un vieillissement de 7h à 120°C .
- ✓ Yamamoto et al [22] qui observent la formation des précipités de diamètre de 5 à 10 nm après 24h à 120°C.

- ✓ Huang et al [24] qui montrent la présence des zones GP, et des précipités η ensemble avec des précipités de η ($MgZn_2$) après un vieillissement de 44h à $120^\circ C$.

La valeur maximale de la microdureté correspondant au vieillissement à $150^\circ C$ est probablement due à la formation de la phase η en quantité suffisante. Dumont et al [63] ont montré qu'à $160^\circ C$ les précipités η obtenus ont une taille optimale (diamètre de 6 nm) et ils sont remplacés progressivement par la phase d'équilibre η . Donc à cette température ($150^\circ C$) le champs de contraintes crée est plus important, pour que les dislocations évitent ce champs elles sont obligées de se courber pour se déplacer dans le matériau, en plus lorsqu'une dislocation traverse un précipité, elle se trouve freinée en particulier par l'interface précipité – matrice, et le freinage est plus important lorsque le précipité est peu cohérent car la dislocation devra croiser les dislocations de l'interface.

La diminution de H_v aux températures au dessus de $150^\circ C$ est expliquée comme précédemment par la perte de cohérence entre la matrice et les précipités formés à partir de $150^\circ C$ et/ou par la croissance et la coalescence des précipités formés, au cours de ceci le champs de contrainte crée et l'épinglage des dislocations sont peu importants.

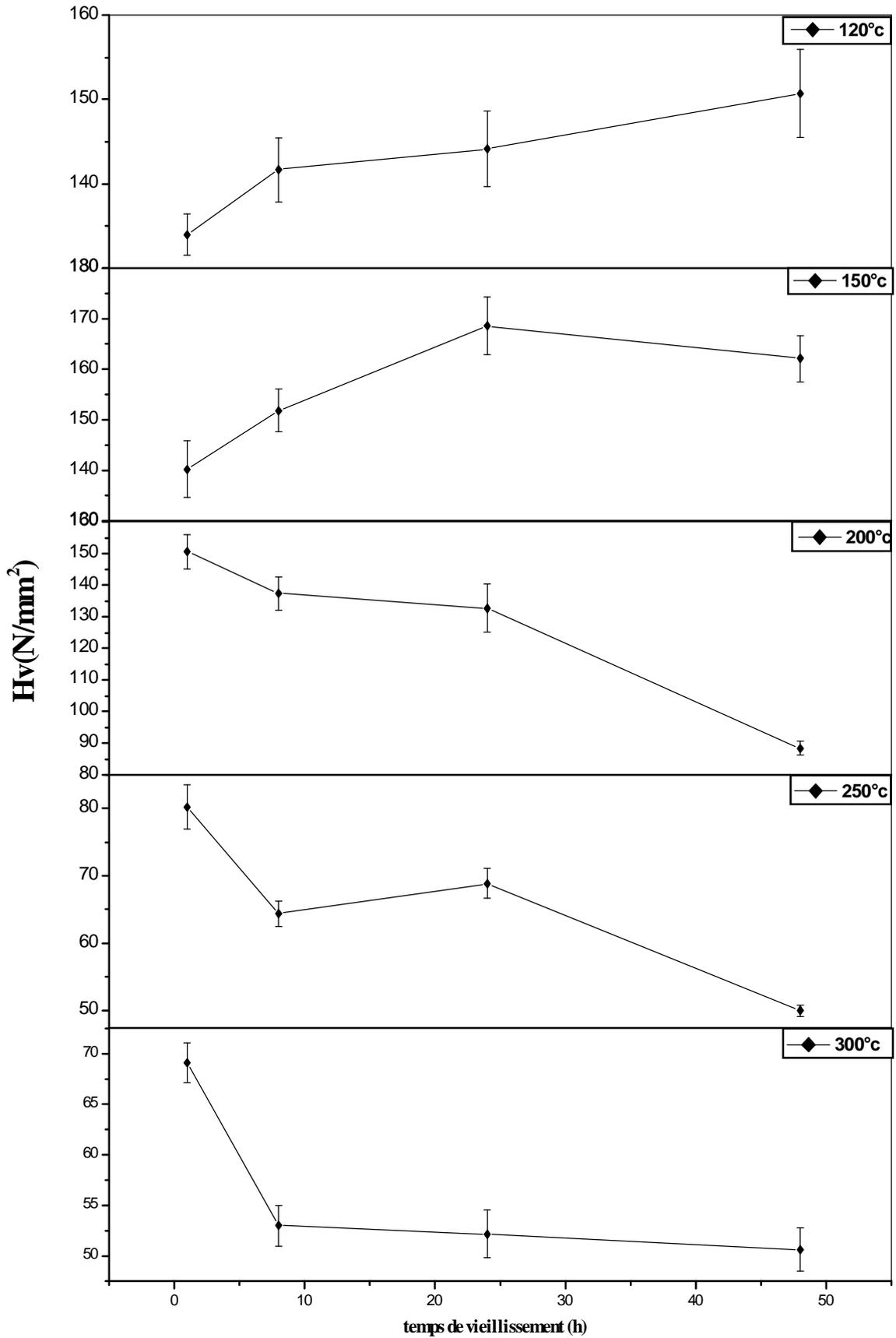


Fig.IV.25.Variation de la microdureté de l'alliage Al-Zn-Mg en fonction du temps de vieillissement aux températures données.

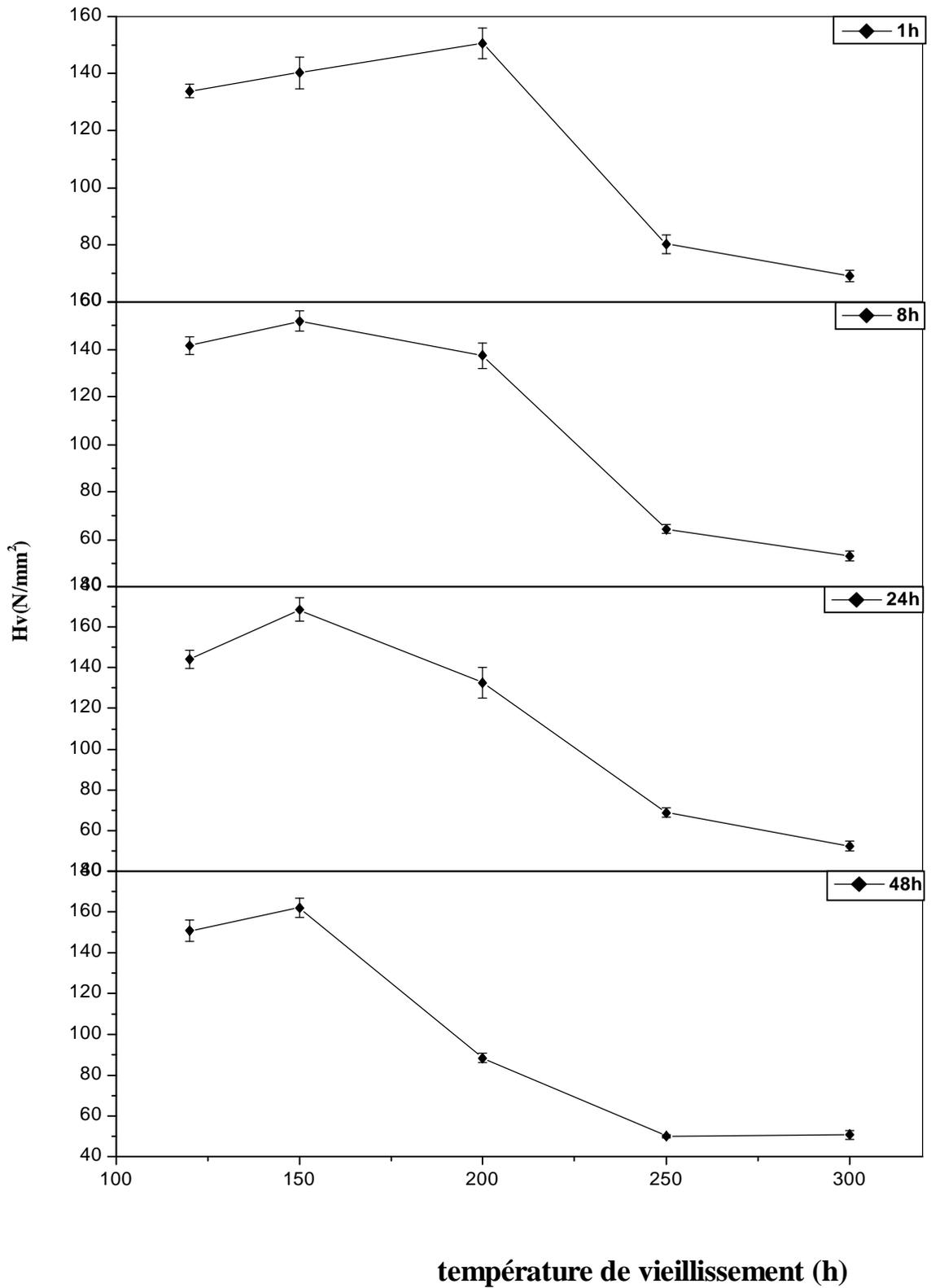


Fig.IV.26.Variation de la microdureté de l'alliage Al-Zn-Mg en fonction des températures de vieillissement aux temps donnés.

◆ **Cas de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu)**

La variation de la microdureté de l'échantillon Al-8% mass. Zn- 2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu en fonction du temps et de la température de vieillissement montrent pratiquement les mêmes allures que celles des courbes de l'alliage ternaire, mais les valeurs de Hv pour l'alliage quaternaire sont plus élevées que celles de l'alliage ternaire ceci est dû à plusieurs facteurs tels que :

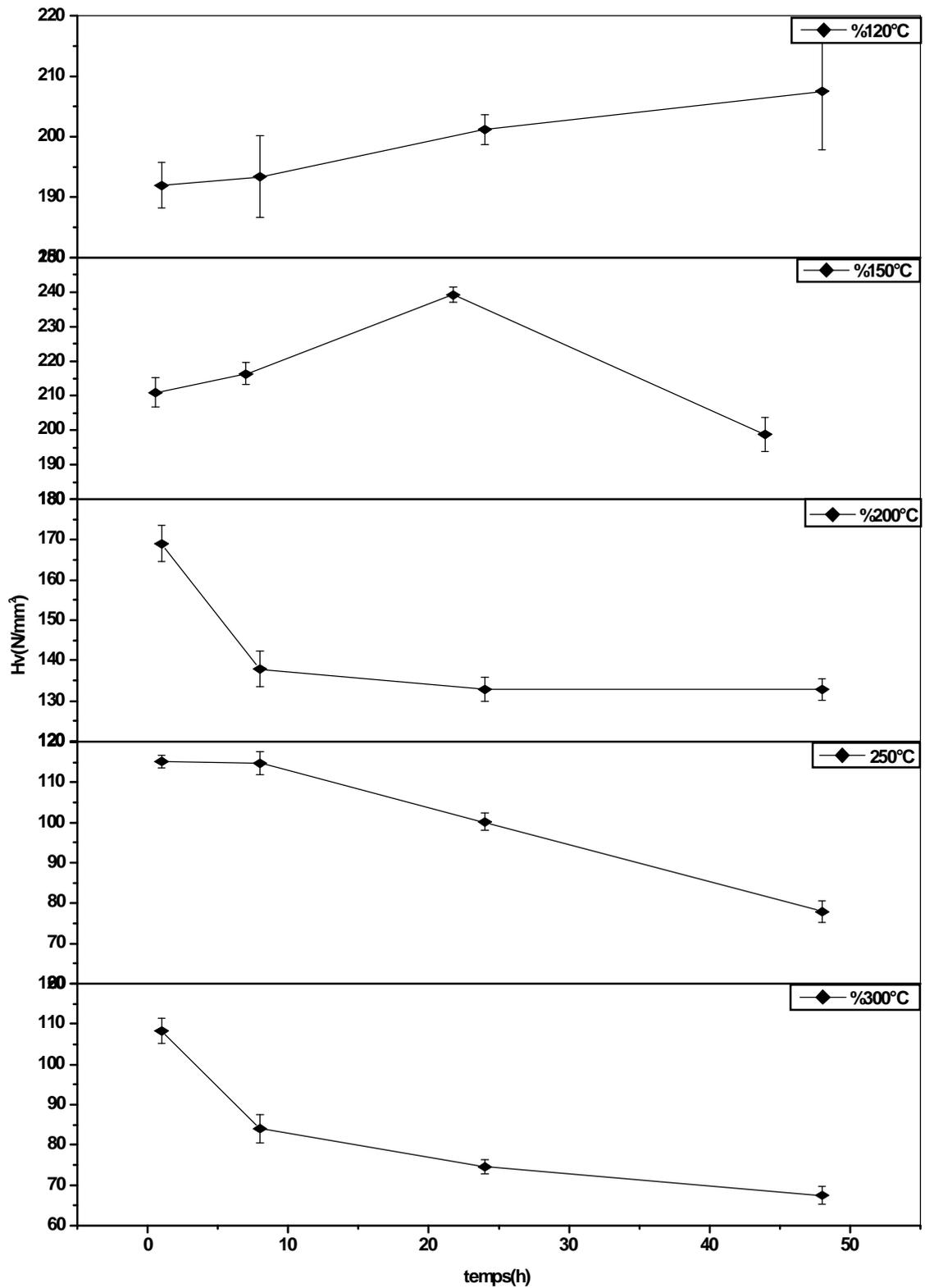
La présence du Cu et la variation de la somme totale des solutés en présences. L'addition du Cuivre diminue la taille des grains (résultats de microstructure) donc on a plus de joints de grains dans le quaternaire ce qui cause une augmentation de Hv , d'une part , d'autre part Adachi et al [72] avec une étude de la densité électronique de deux types d'alliage l'un ternaire et l'autre quaternaire avec un rapport Zn :Mg = 1.22 et 1.19 (%at) respectivement, ils montrent que la présence du Cu change le type de la phase métastable de T' à η respectivement , donc la microdureté change en conséquence.

Par fois la somme totale des solutés joue un rôle plus important que l'effet d'adition du Cu dans le durcissement de ces alliages comme l'a rapporté Adachi et al [72] au cours de leur étude de deux types d'alliage Al-Zn-Mg(Cu) dont les sommes des solutés sont 8.61% at et 8.21% at respectivement, ici la quantité de soluté est plus gronde 1.05 fois pour le ternaire ; dans leur étude ils trouvent que la microdureté de l'alliage ternaire est plus grande que celle de l'alliage quaternaire ; ils expliquent ceci par l'augmentation de la fraction volumique des précipités dans l'alliage ternaire (une augmentation de la fraction volumique de 1.4 fois) , et le changement de la quantité de soluté n'est pas comparable au changement de la quantité de la fraction volumique, donc l'augmentation de la fraction volumique est considérée causée aussi par l'augmentation des solutés, et ils concluent que la fraction volumique change malgré quelques changements des quantités des atomes de solutés. Dans notre cas les sommes des solutés des deux alliages sont 4.6 (%at) et 7.13 (%at) respectivement, la quantité des solutés du quaternaire augment 1.55 fois que celle du ternaire ce qui pourrait expliquer que Hv de l'alliage quaternaire et plus élevée que celle de l'alliage ternaire.

En plus on peut expliquer l'augmentation de Hv pour Al-Zn-Mg(Cu) par rapport à celle de Al-Zn-Mg à partir des résultats de DSC de l'état vieilli à 120°C.

En effet, l'existence du pic exothermique p_1 (figure IV.14) dans l'intervalle de température [140-200°C] pour l'alliage quaternaire pour un traitement de 30 min à cette température qui pour l'alliage ternaire devient un pic endothermique prouve que la quantité des précipités durcissant formés dans l'alliage quaternaire est plus élevée que celle formée dans l'alliage ternaire.

L'existence d'un pic endothermique dédoublé dans l'alliage ternaire pour les temps 1h, 8h et 24h à 120°C (figure IV.2.), contrairement à l'alliage quaternaire où on a toujours un seul pic endothermique, peut aussi expliquer que dans le premier cas on a les zones GP et η (la formation de η sur ou à partir des zones GP est lente), mais dans le deuxième cas on a seulement la phase η (formation rapide de η sur les zones GP). Et d'autre part, Lim et al [51] ont rapporté que le Cu participe à la précipitation dans les alliages quaternaires, donc la taille des précipités formés et surtout les précipités η dans l'alliage quaternaire est plus petite par rapport à celle des précipités formés dans l'alliage ternaire, mais la stabilité des premiers est plus élevée que celle des seconds.



FigIV.27.Variation de la microdureté de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu) en fonction du temps de vieillissement aux températures données.

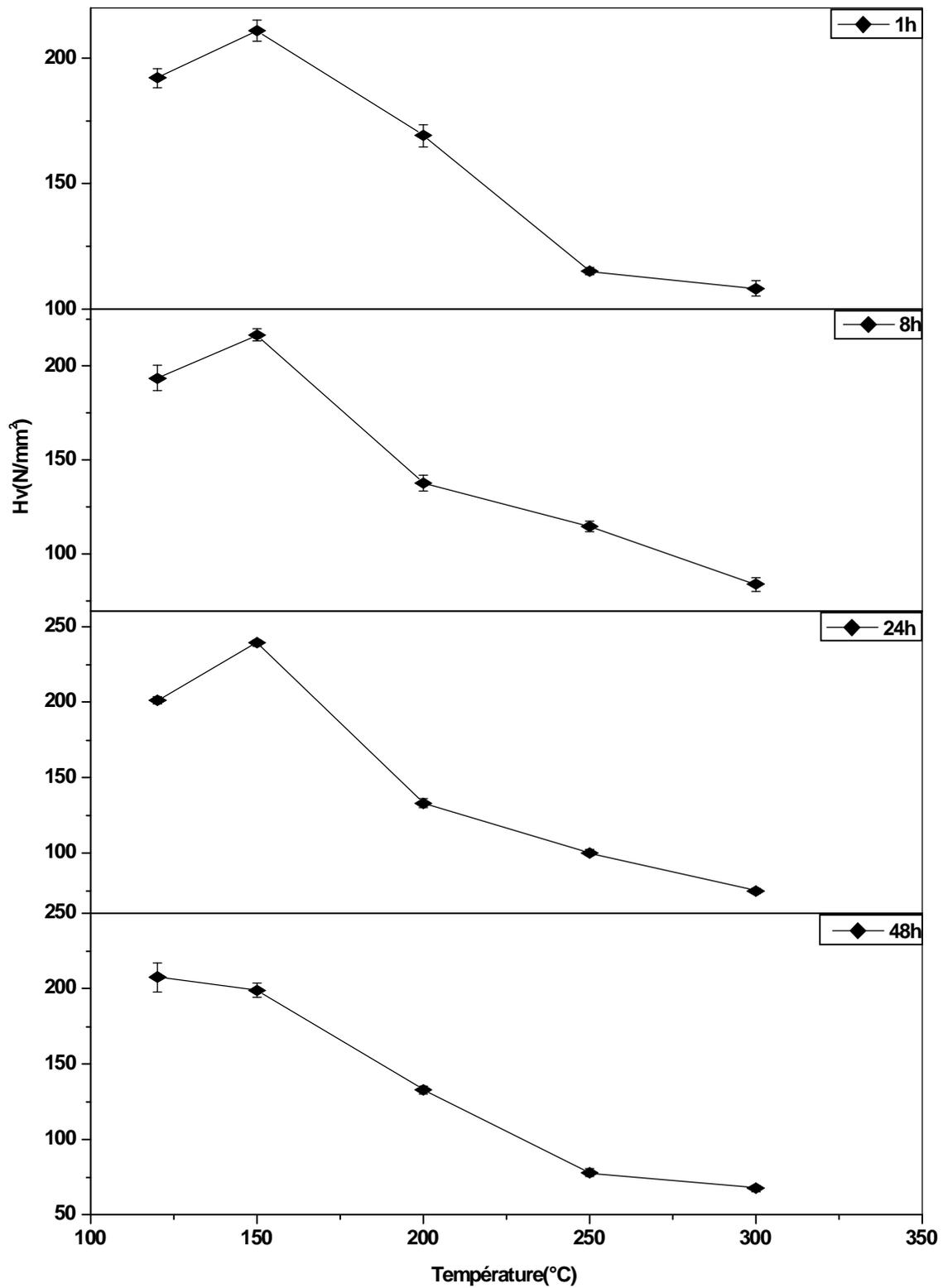


Fig.IV.28.Variation de la miroducté de l'alliage Al-Zn-Mg(Cu) en fonction de la température de vieillissement aux temps donnés.

Conclusion

Conclusion générale

Ce travail a permis d'étudier qualitativement la cinétique de précipitation lors de vieillissements après trempe à l'eau de deux types d'alliages Al-Zn-Mg-(Cu) (sans ou avec le cuivre) dont les concentrations en solutés sont (7.8-8%) pour le Zn et (1.07- 2.45%) pour le Mg et 1.54% pour le Cu (% mass) respectivement et de voir l'effet de l'addition du Cu. En outre, cette étude a permis de montrer l'utilité de la dilatométrie dans l'étude et la compréhension des phénomènes de précipitation et de transformations de phases dans les alliages du système Al-Zn-Mg-(Cu).

Plusieurs méthodes expérimentales ont été utilisées pour suivre ces phénomènes de précipitation: microscopie optique, analyse calorimétrique différentielle, analyse dilatométrique, mesure de microdureté et diffraction des rayons X.

L'utilisation de toutes ces méthodes a permis de tirer les conclusions suivantes :

- ∅ on a pu montrer que la dilatométrie est une technique très adaptée pour l'étude des phénomènes de transformations de phases et de précipitation dans ces alliages,
- ∅ la précipitation d'une quelconque phase au cours du chauffage dans le dilatomètre apparaît sur les courbes dérivées dilatométriques sous forme d'une contraction par contre sa dissolution apparaît comme une expansion (dilatation) sur ces mêmes courbes dilatométriques,
- ∅ les phases qui peuvent précipiter dans ces alliages dépendent apparemment de la présence ou non du cuivre et probablement du rapport des solutés Zn :Mg ou de la somme des concentrations des solutés en présence dans chaque alliage,
- ∅ ces phases sont les zones GPI et/ou VRC et GPII, la phase intermédiaire η' et la phase d'équilibre η avec un soupçon concernant l'existence de la phase T,
- ∅ l'étude montre aussi que la phase η' proviendrait des zones GPI pour les alliages homogènes de trempe mais pour des traitements dépassant les 120°C elle semble apparaître indépendamment de ces zones GP,
- ∅ la phase d'équilibre η (l'un de ses types) semble aussi croître à partir de la phase qui la précède (c'est à dire η'). Les autres types de η se formeraient indépendamment de η' , probablement sur les défauts (joints de grains).

∅ Quant au cuivre il semble favoriser l'apparition de plus d'un type de la phase d'équilibre d'une part et stabiliser relativement les zones GPI d'autre part,

∅ Les séquences de précipitations qu'on peut proposer d'après cette étude sont :

pour le ternaire on a

sss → zone GPI → η → $\eta(\eta_1, \eta_2 \text{ ou } \eta_4)$

sss → zone GPII → η → $\eta(\eta_1, \eta_2 \text{ ou } \eta_4)$

pour le quaternaire on a

sss → zone GPI → η → $\eta(\eta_1, \eta_2, \eta_4)$

sss → zone GPI → η → $\eta(\eta_1, \eta_2 \text{ ou } \eta_4)$ → T

∅ les pics exothermiques et endothermiques observés sur les courbes de DSC et les contractions avec les deux minimums et les expansions avec les deux maximums dans les courbes dilatométriques pour les alliages Al-Zn-Mg-(Cu) aux températures de vieillissement (120 °C, 150 °C et même à 200 °C pendant 4 h) confirment que les phases précipitées au cours du chauffage dans ces alliages se forment à peu près et globalement en même temps et se dissolvent aussi en même temps,

∅ les meilleurs propriétés mécaniques des alliages ternaire et quaternaire (microdureté) sont obtenues pour des traitements de vieillissement à des températures supérieures à 120 °C et inférieures à 200 °C selon le temps de maintien avec un maximum de durcissement obtenu pour le traitement à 150 °C,

∅ l'addition du cuivre a deux effets notables, l'un sur l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage ternaire et l'autre effet apparaît sur les phénomènes de précipitation, ce dernier effet se résume dans les trois points suivants :

- l'augmentation du nombre de phases précipitées.

- l'apparition de trois types de précipités de la phase d'équilibre η (ou éventuellement de deux types de η et de T).

- et la confirmation de l'augmentation du taux de germination et le ralentissement de la croissance.

∅ les phénomènes de précipitation sont bien évidemment influencés par la température et par le temps de vieillissement, mais l'influence de la température semble être plus importante que celle du temps.

∅ les deux principales méthodes utilisées (DSC et la dilatométrie) dans notre étude sont très indiquées pour l'étude qualitative et éventuellement quantitative des

phénomènes de précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg mais néanmoins restent limitées quant à la détermination et la confirmation de certaines conclusions déduites de cette étude, notamment la différenciation entre les deux types de zones GP et les différents types de la phase d'équilibre η .

- ∅ la séquence de précipitation dans ces alliages Al-Zn-Mg(Cu) reste un problème posé, puisque et d'après notre étude elle semble changer d'un alliage à un autre comme l'a montré l'étude bibliographique où la séquence de précipitation reste la plus complexe et la plus controversée dans ces alliages Al-Zn-Mg-(Cu) et laisse la porte grande ouverte pour de nouvelles perspectives de recherche susceptibles d'améliorer notre compréhension des phénomènes de précipitation qui s'y produisent. L'utilisation d'autres traitements thermiques et d'autres techniques (éventuellement et principalement le MET) serait plus qu'utile et bénéfique pour résoudre (du moins partiellement) quelques épineux problèmes non élucidés encore concernant les phénomènes de transformations de phases dans ce système d'alliages (les types de phases, l'effet de chaque facteurs : temps, température, rapport des solutés et somme totale des solutés ...etc.).

References

Références

- [1] : Merica, Waltrenberg, scatt- trans.A.I.M.E., 64,41.(1920).
- [2] : A. Guinier –C.R. 1937, 1938 ; Nature (1938).
- [3] : Preston – Nature (1938).
- [4] : A. Deschamps thèse de docteur de l' INPG (1997).
- [5] : D. Dumont thèse de docteur de l' INPG (2001).
- [6].: R.M. Allen and J.B. Vander sande , Acte Metall, 28, 1185, (1980a)
- [7] : R.M. Allen and J.B. Vander sande , Acte Metall, 28, 1197, (1980b)
- [8] : P. Gomiero, A. Reeves, A. Pierre, F.Bley, F.livet, and H.Vichery, in proc of the 4
th ICAA, Atlanta, Ga , 1994, Georgia Institute of Technology ,644, (1994)
- [9] : N.Ryum .Z.Metall Kinde , 66,H.6.338. (1975)
- [10] : E. Hornbogen, Nucleation , M. Decker Inc, New-York 309 (1969)
- [11] : A. Par, M.F. Lank et A .Noudon J.Appl. cryst , 10-151-155 (1977)
- [12].: R.J.Livak and J.M. Papazian, Scripta Metall. 18. 483, (1984)
- [13] : P.Nagy , E.Kovacs-casetenyi, T. Turmezey, G.Honyek, I.Kovacs and J.
Lendvai, Aluminium , 84, 368 (1984)
- [14] : W.F.Smith and J.Grant , Metall Trans- 2, 1333 (1971)
- [15] : N.Q. Chinh , G.Y. Horvath , Z.S. Kovacs , J. Lendvai , Materials Science and
Engineering A. 324 – 219-224 (2002)
- [16] : W.Koster, Metall Kunde , p. 309, (1936)
- [17] : W.L. Fink. trans. A.I.M.E., 78, p. 124. (1937)
- [18] : L.F.Mondolfo, Aluminium Alloys : Structure and properties , Butterworths
,London (1976)
- [19] : E. Nes, Acta Metall. 20, 499 (1972)
- [20] : N.Ryum, Acta Metall.17. 269 (1969)
- [21] : I.J. Polmear, Light Alloys: Metallurgy of the Light Alloys, 3rd Edition, Arnold
London (1995)
- [22] : A.Yamamoto, K.Minami, U. Ishihara and T. Subakino, Materials Transactions
JIM, Vol. 39, No.1 ,pp. 69 to 74 (1998)
- [23] : G.W. Lorimer , precipitation processes in solids ,ed .K.C.Russel and H.I.
Aaronson, chapter 3 ,Met.soc.AIME, new York (1978).

- [24] : Z.W.Huang, M.H. Laretto, R.E.Smallman and J.White, Acta Metall. Mater, Vol.42,No.2,pp.549-559,(1994).
- [25] : L.F. Mondolfo , Metals and Materials, 5, 95 (1971)
- [26] : J.D. Embury and Nicholson: Acta Met ,vol. 13,p. 403, (1965)
- [27] : G.W., Lorimer, Proceedings of the conference on the precipitation process in solids edited by K.C. Russell and H.I. Aaronson (Warrendale, Pennsylvania : Metallurgical Society of AIME) , p.87 , (1985)
- [28] : L.K.Berg, J.G. Jonne, V.Hansen, X.Z.Li, M.K.Nutson-Wedel, G.Waterloo, D.Schryers and L.R.Wallenberg, Acta Mater, 49, 3443-3451 (2001)
- [29] : R.Graf, J.Inst ; Metals, 86.p.535 (1957).
- [30] : G.W.Lorimer , R.B.Nicholson , Acta Metallurgica , Vol. 14 (1966).
- [31] : G.Tomas, J.Nutting. I.nst.Metals p.81.88 (1959-60).
- [32] : A.K.Mukhopadhyay, Philosophical Magazine Letters, vol.70,no.3,135-140,(1994).
- [33] : F.R. Fickett, Cryogenics ,11,349,(1971).
- [34] : T.Ungar, J.lendvai, I.Kovacs, G.Grama, E.Kovacs, J.Csetenyi, Met,Sc.14,671 (1979a).
- [35] : T.Ungar, J.lendvai, I.Kovacs, Aluminium 55,665 (1979b)
- [36] : O.Blaschko, G.Ernst, P.Fratezl, M.Bernole and P.Auger, Acta Metall.30,547 (1982).
- [37] : G.Dlubek, Mat Sc.Forum 13.14,11 (1987).
- [38] : G.Grama and Z.S.Zentir may, Scripta Metall. 12,991 (1978).
- [39] : G.Grama, E.Kovacs-Csetenyi, I.Kovacs and T.Ungar, Phi Mag . A 40, 653 (1979).
- [40] : K.Hono, N.Sano and T.Sakurai, Surface Science 266,350 (1992).
- [41] : S.K.Malony, K.Hono, I.J. Polmear and S.P.Ringer , Scripta Materialia, vol.41, no.10, pp.1031-1038 (1999)
- [42] : B.Dulost and P.Sainfort, Techniques de l'ingénieur (1991).
- [43] : P. Auger, M.Raynal , M.Bernole and R.Graf, Men, et El.Sc.Rev de Metall . .71.557 (1974).
- [44] : C.Regner , these de l'INPG .Grenoble (1981).
- [45] : J.I. Park and A.J , Ardell, Metall. Trans, 14,1957 (1983).
- [46] : J.H.Auld and S.M. Cousland , Scripta Metall, 5,765 (1971).
- [47] : A.C.Chou Scripta Metall , 12-421 (1978).

- [48] : X.Z.Li., V. Hansen, J.Gonnes and L.R.Wallenberg , Acta Mater vol .47, no.9,pp. 2651-2659 (1999)
- [49] : : A. Deschamps and Bréchet , Scripta, Materialia. Vol .50. no 11. pp 1517-1522 (1998).
- [50] : H.P.Degischer, W.Lacom , A. Zahra, and C.Y.Zahra, Zeit, Metallk, 71,231 (1980).
- [51] : Seong Taek Lim, I.L. Sang Eun and Soo Woo Nan Materials Transactions, vol. 44, No.1, pp. 181- 187 (2003).
- [52] : A.J.Cornish and M.K.B.Day, J.Inst, Metals 97,44 (1969).
- [53] : B.Gueffroy and H.Loffler, Cryst. Res and Techn.16.1079 (1981).
- [54] : N.Ryum, Aluminium 51,595 (1975).
- [55] : H.G. Fabian, and R.Wolter, Cryst. Res and Techn. 26.93 (1991).
- [56] : G.Grama, and E. Kovacs-Csetenyi, phil. Mag 869 (1975).
- [57] : I.Kovacs ,J.Lendvai, T.Ungar , K.Banizs and J.Lakner, Aluminium 53, 497 (1977).
- [58] : J.Lendvai , G.Honyek and I.Kovacs ,Scripta Metall. Vol 13, pp593-594 (1979).
- [59] : G.W.Loriner and R.B.Nicholson, Acta Metall, 14.1009 (1966).
- [60] : P.Guyot and L.Cttignies, Acta Metall. 44 (10) , 4161 (1996).
- [61] : T.Ungar and G.Honyek, , Cryst. Res and Techn, 20, 527 (1979).
- [62] P.Auger , J.M.Raynal, M.Bernole and R.Graf, Mén, et. Sc.Rev ,de Metall . 71, 557 (1974)
- [63] : D.Dumont, A. Deschamps, Y. Brechet, Materials Science and Engineering A 356, 326-336 (2003).
- [64] : S.P. Ringer , K. Hono . Mater Character ; 44 : 101-31 (2000).
- [65] : M. Nicolas these docteur de LINPG (2002).
- [66] : M. Nicolas, A. Deschamps , Acta Materialia 51, 6077-6094 (2003).
- [67] : J.C. Werenskiold, A. Deschamps, Y. Brechet, Materials Science and Engineering A 293, 267-274 (2000).
- [68] : A. Deschamps, A. Bigot, F.Livet, P.Auger, Y.Brechet, and D.Blavette, Philosophical Magazine A, Vol 81, N, 10, pp 2391-2414 (2001).
- [69] : A. Deschamps, Y. Brechet, Materials Science and Engineering A 251, 200-207 (1998).
- [70] : C.E.Macchi, A.Somaza, A.Dupasquier , I.J. Polmear Acta Materialia 51, 5151-5158 (2003).

Références

- [71] : V. Hancen, L. Brechet , J.Gonnes, Internal report, University of Oslo (2000).
- [72] : H. Adachi, J.I.Sogai, K. Ozamura , Department of Materials Science and Engineering, Kyolo University, Kyolo , 606-8501 Japan 15A/ G 204.2000.

دراسة ظواهر الترسيب في سبائك Al-Zn-Mg بواسطة جهازي التمدد الحراري الطولي و التحليل الحراري التفاضلي

ملخص

رغم الدراسة الجيدة لظاهرة الترسيب و تأثير زيادة النحاس في السبائك Al-Zn-Mg تبقى هناك عدة ظواهر لم يتم تفسيرها .

استعملت لهذه الدراسة عدة طرق تجريبية ،المجهر الضوئي،انعكاس الأشعة السينية، و خاصة جهاز التمدد الحراري و التحليل الحراري التفاضلي و قياس الصلادة.

إن استعمال كل هذه الطرق التجريبية المتكاملة بينت أن منحنيات التمدد الحراري و التحليل الحراري التفاضلي متعلقة بظهور طور جديد أو تحوله إلى طور آخر من جهة و من جهة أخرى هذه المنحنيات متعلقة أيضا بإضافة النحاس و تؤكد أن تأثير هذا الأخير معتبر في ظواهر الترسيب و الخصائص الميكانيكية.

أظهرت الدراسة أن جهاز التمدد الحراري جد فعال لدراسة ظواهر التحولات الطورية في هذه السبائك Al-Zn-Mg.

من خلال نتائج هذا العمل يمكننا استنتاج أن حركية الترسيب في سبائك Al-Zn-Mg خلال تسخينها يبقى سؤال مطروح لان النتائج التجريبية أظهرت أن عملية الترسيب معقدة و تتعلق بعدة مؤثرات (المكونات و نوعيتها، عمليات التسخين...الخ... و هذا ما أظهرته كذلك الدراسة النظرية للدراسات السابقة خاصة نوعية و عدد الأطوار المترسبة و هذا ما جعل مخطط التوازن لحد الآن غير دقيق.

الكلمات المفتاحية:

الترسيب، سبائك Al-Zn-Mg ، التمدد الحراري، التحليل التفاضلي و قياس الصلادة.

Résumé

Bien qu'ils aient fait l'objet d'intenses études les processus de précipitation et l'effet d'addition du cuivre aux alliages ternaires Al-Zn-Mg, restent encore des sujets d'actualité à cause des nombreux phénomènes non encore étudiés ou non encore bien éclaircis.

Plusieurs méthodes expérimentales ont été utilisées pour cette étude : la microscopie optique, la diffraction des rayons X, et essentiellement la dilatométrie, l'analyse calorimétrique différentielle et la micro dureté.

L'utilisation de toutes ces méthodes complémentaires a montré que les courbes dilatométriques et calorimétriques sont affectées par l'apparition d'une phase ou plus et/ou de leur transformation à d'autres phases, et que le Cu a un effet notable sur les phénomènes de précipitation et sur les propriétés mécaniques de ces alliages.

L'étude a montré en outre que la dilatométrie est une méthode très indiquée pour suivre l'évolution des phénomènes de transformation de phases dans ces alliages Al-Zn-Mg-(Cu).

A partir de ce travail on peut conclure que la détermination de la cinétique de précipitation dans les alliages de la série 7000 reste un problème posé. puisque ces phénomènes dépendent de plusieurs paramètres (la composition de l'alliage, la quantité et le type de soluté, les traitements thermiques...etc..) et l'étude bibliographique a montré une grande complexité des phénomènes de précipitation dans ces alliages notamment la séquence de précipitation qui est toujours controversée, par conséquent les diagrammes de phases ne sont pas bien établis.

Mots clés : alliages Al-Zn-Mg-(Cu), précipitation, dilatométrie, analyse calorimétrique différentielle, durcissement.

*Study of precipitation phenomena in Al-Zn-Mg alloys
by Dilatometry and Differential Scanning Calometric
(DSC)*

Abstract

Although the precipitation processes and addition of copper in Al-Zn-Mg alloys, are well studied, they remain an actual subject of numerous phenomena not yet elucidated.

Several experimental methods have been used in this study: optical microscopy, X-rays diffraction and essentially differential calorimetric analyses, dilatometric analyses and measure of micro hardening.

The use of all these methods very complementary show that curves of dilatometric and calorimetric are affected by phase apparition and their transformation to other phase, on the other hand those curves are also affected by addition of copper that confirm that the effect of the latter is notable on precipitation phenomena and on the mechanic proprieties.

From this work it may be concluded that determination of precipitation kinetic in 7000 alloys, during heating or when they are aging rest an actuality problem, since these phenomena are influenced by several parameters (the composition of alloy, quantity and the type of solute, heat treatments... etc.) and the bibliographical study shown a great complexity of the phenomena of precipitation in these alloys in particular the sequence of precipitation which is always discussed, consequently the diagrams of phases are not quite established.

Key words : Al-Zn-Mg-(Cu) alloys, precipitation, dilatometer, differential scanning calorimetric and micro Hardening.