

N° d'ordre : 19/2011-M/PH

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI
BOUMEDIENE

Faculté de Physique USTHB / Alger



Mémoire de Magister

Pour l'obtention du diplôme de Magister en physique

Par : **BOURZAM. SAIDA**

SUJET

Etude de la précipitation dans le système Al-Zn-Mg

Soutenu publiquement le : 19/janvier /2011 devant le jury composé de :

M^r Kadi-Hanifi mouhyddine	Professeur à l'USTHB.....Président
M^r Bouzroua. Nour-eddine	M.C (A) à l'USTHB.....Directeur de mémoire
M^r Afir. Arezki	Professeur à l'USTHB.....Examineur
M^r Abdi. Said	Professeur à l'USTHB.....Examineur
M^r Dahel.Abdelwahab	C.R à l'USTHB.....Invité



Remerciements



J'ai l'honneur de remercier Monsieur Kadi-Kanifi. M qui m'a permis de travailler au sein de laboratoire Solutions Solides.

Je remercie Monsieur Afir Arezki et Monsieur Abdi Said, Monsieur Dahel Abdelwahab, pour avoir bien voulu s'intéresser à cette thèse et pour avoir accepté de faire partie du jury.

Je remercie infiniment Monsieur Bouzroua. Mour-eddine mon directeur de Thèse, pour sa patience, sa confiance et sa disponibilité, qui m'ont fortement aidée à bien mener mon travail.

Je remercie beaucoup Monsieur Raho. Azeddine à son aide dans l'élaboration de mes alliages, ces orientations et ces précieux conseils.

Je remercie aussi l'équipe du laboratoire de Solutions Solides mes amis Seddi Asma, Ould-Mohamed Warda, Chaeib, Senoussi Sabah, Kaibi Amel et Faiza. Sans oublier l'ambiance sympathique qu'ils ont su créer au laboratoire.

Je remercie tout les personnes de Génie mécanique, Génie civil, département de métallurgie de ENP d'El-harrach qui m'ont aidé beaucoup dans le côté matériel.

Je dédie mon travail à ma chère mère qui m'a encouragé pour continuer mes études, à toute ma famille, et à toutes mes amies de l'U S I KB.

SOMMAIRE

Introduction

Chapitre I

I / Généralités Théoriques Sur Les Alliages Métalliques

I .1. L'alliage.....	1
I.1.a. L'alliage homogène.....	1
I.1.b. Alliage hétérogène.....	2
I.2.Solution Solide.....	2
I.2.a.Solution solide de substitution.....	2
I.2.b.Solution solide d'insertion.....	2
I.3. Précipité.....	3
I.3.a. Précipitation continue.....	4
I.3.b. Précipitation discontinue.....	4
I.4. Mécanismes de Précipitation.....	5
I.4.1. Précipitation par germination et croissance	5
I.4.1.1.La germination des précipités.....	5
I.4.1.1.a.Germination homogène des précipités de transition cohérents.....	5
I.4.1.2. La croissance des précipités.....	6
I.4.1.3. Précipitation par coalescence.....	7
I.5. Rôle des grains, joints des grains, les lacunes et leurs effets	7
I.5.1. Les joints de grains.....	7
I.5.2. Effet de grain.....	7
I.5.3. Effet des lacunes.....	7
I.6. Mécanismes de diffusion.....	8
I.7. Diffusion Lacunaire.....	9
I.8.Courts circuits de diffusion.....	9
I.9.Le principe du durcissement.....	10

I.10. Principe du durcissement par précipitation (structural).....	10
I.10.1. Le durcissement structural.....	10
I.10.2. Interaction et Mécanisme de Déformation.....	11
I.10.2.1. Contournement des précipités par les dislocations.....	11
I.10.2.2. Cisaillement des précipités par les dislocations.....	12
I.10.2.2.a. Durcissement par incrément de surface ou durcissement chimique....	13
I.10.2.2.b. Durcissement par effet d'ordre.....	13
I.11. Caractérisation de l'alliage par diffraction des Rayons X.....	15
I.12. Facteur de diffusion.....	16
I.13. Relation entre la fraction volumique et la cinétique de précipitation.....	16

Chapitre II

II / Système Al-Zn-Mg

II. Généralités sur l'alliage ternaire Al-Zn-Mg.....	17
II.1. Propriétés des éléments de base de l'alliage ternaire AL-Zn-Mg	18
II.2. Le Diagramme des phases ternaires.....	20
II.3. Les modes de précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg.....	20
II.3.1. Phase GP.....	21
II.3.2. Phase η	22
II.3.3. Phase η	22
II.3.4. Phase T.....	22

Chapitre III

III / Techniques Expérimentales

III.1. Elaboration des Alliages.....	23
III.2. Les traitements thermiques (mise en solution et revenus).....	23

III.3. Mesure de la dureté.....	26
III.4 .Microscopie métallographique.....	28
III.5. Technique de diffraction des rayons X.....	29

Chapitre IV

IV / Résultats et Interprétations

IV.1. Résultats des traitements thermiques	31
IV.1.A. L'alliage Al -5% Zn- 1% Mg.....	31
IV.1.A.1.Influence du temps de revenu sur la dureté	31
IV.1.A.2.Influence de la température sur la cinétique de croissance des zones GP.....	34
IV.1.A.3.Influence du temps de revenu sur la formation de la Phase η'	39
IV.1.A.4.Influence du temps de revenu sur l'adoucissement.....	40
IV.1.A.5.Influence de la température de revenu sur la précipitation	41
IV.1.B. L'alliage Al -20% Zn -1 %Mg.....	42
IV.1.B.1.Influence du temps de revenu sur la dureté	42
IV.1.B.2.Influence de la température sur la cinétique de croissance des zones GP.....	45
IV.1.B.3 Influence du temps de revenu sur la formation de la Phase η'	50
IV.1.B.4. Influence du temps de revenu sur l'adoucissement	51
IIV.1.B.5.Influence de la température de revenu sur la précipitation	52
IV.2. Micrographie	53
IV.3.Caractérisations par la diffraction des Rayons X	55
Conclusion	60

Introduction

Les alliages d'aluminium présentant un durcissement structural basé sur la précipitation dans les solutions solides sont largement étudiés en métallurgie physique. Ce durcissement structural est d'une grande importance dans l'industrie des alliages d'aluminium. Il permet, par exemple, dans le cas des alliages de la série 7xxx –Al-Zn-Mg d'obtenir des niveaux très élevés de leur résistance mécanique.

La découverte par Wilm [1] en 1906 du phénomène de durcissement structural par vieillissement des alliages légers allait conduire au développement de l'alliage industriel appelé duralumin. Les alliages d'aluminium durcis par précipitation (appelés aussi alliages à traitements thermiques ou alliages trempants) ont pris une grande importance pratique grâce aux améliorations de leurs caractéristiques physiques et mécaniques. Leurs domaines d'application sont l'industrie aéronautique, spatiale, l'armement, l'architecture et le marché des conducteurs électriques. Le mécanisme de vieillissement des alliages trempés a été proposée par Merica [2] qui expliquait le durcissement par la précipitation d'une phase nouvelle à basse température à partir d'une solution solide sursaturée de composition adaptée. En 1938, Guinier [3] et preston [4], sur la base de travaux sur les alliages Al-Cu, et Al-Ag trempés menés indépendamment par diffraction des rayons X, ont présenté le premier modèle structural expliquant la première décomposition de la solution solide, par la formation d'amas planaires d'atomes de même nature appelés zones Guinier-Preston ou zones GP. En 1940 Mott et Nabarro[5], puis Orowan [6] en 1948, ont proposé les premières approches mécaniques du mécanisme de durcissement structural en tenant compte des dislocations. En 1958, un progrès important dans la compréhension des aspects cinétiques de la précipitation et des effets des paramètres du traitement thermique a résulté de la prise en compte par Federighi [7] ; Sorbo et Coll [8] de la sursaturation en lacunes obtenue par les opérations de mise en solution et de trempe. À partir des années 50, nombreux travaux ont porté sur la modélisation du durcissement par l'étude des interactions entre les dislocations et les précipités, ainsi que les mécanismes de précipitation (germination et croissance). Enfin, les possibilités apportées par le calcul sur ordinateur depuis 1970 ont ouvert la voie aux recherches axées sur la simulation des microstructures des phases présentes dans des

alliages durcis par précipitation, sur la base des diagrammes des phases métastables dans certains systèmes binaires et ternaires.

Notre travail scientifique comporte dans un premier temps une introduction où une historique du phénomène de durcissement structural est présentée suivie de quatre chapitres résumés comme suit :

- Le premier traite des généralités théoriques présentes dans la littérature sur les alliages métalliques.
- Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation de système Al-Zn-Mg.
- Le troisième chapitre comporte les différentes techniques expérimentales utilisées.
- Le quatrième et dernier chapitre rassemble l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus par microdureté Vickers, les micrographies et les caractérisations par diffraction des rayons X. Une interprétation de ces résultats est présentée.

Enfin une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats obtenus.

Chapitre I

Généralités Théoriques sur les alliages métalliques

Un métal pur a des caractéristiques mécaniques relativement limitées, par exemple l'aluminium. Le fait d'ajouter d'autres éléments (zinc et magnésium) permet d'y ajouter « durcir » l'alliage en augmentant ses caractéristiques mécaniques. La plus importante partie du mélange est appelée métal de base, et les éléments ajoutés sont dits éléments d'addition. Parmi les matériaux métalliques, l'aluminium et ses alliages sont très utilisés et arrivent en seconde position, après le fer, du point de vue importance industrielle grâce à un ensemble de ses propriétés.

I .1. L'alliage:

C'est une combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments chimiques.

I.1.a. L'alliage homogène:

Il peut être ordonné, si les atomes de différentes espèces suivent une alternance stricte ou désordonné si les atomes occupent des positions aléatoires.

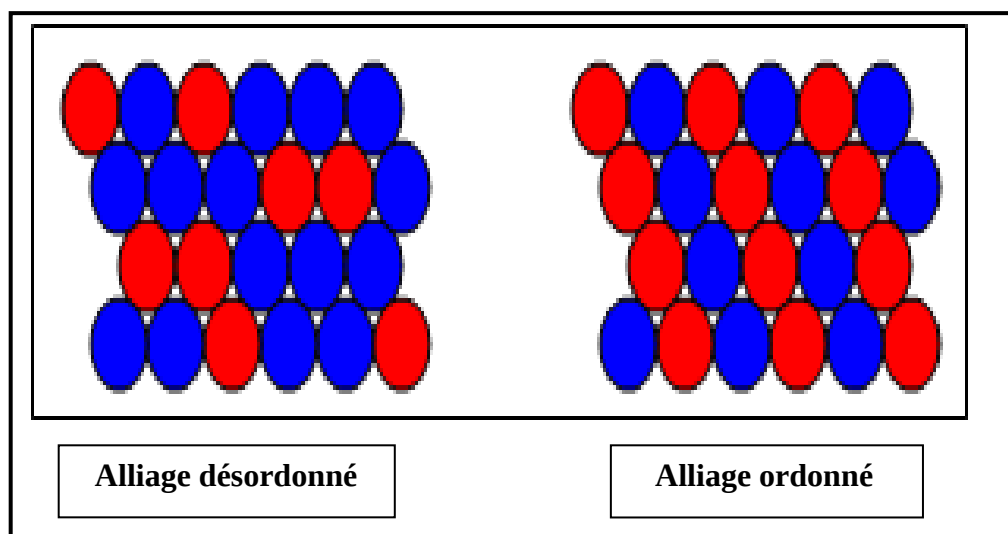


Fig.I.1 : Représentation de la structure d'un alliage homogène.

I.1.b. Alliage hétérogène:

Lorsque la teneur en élément d'alliage augmente, on peut avoir formation de deux phases : une phase contenant peu d'éléments d'alliage, et une phase à forte teneur en éléments d'alliage.

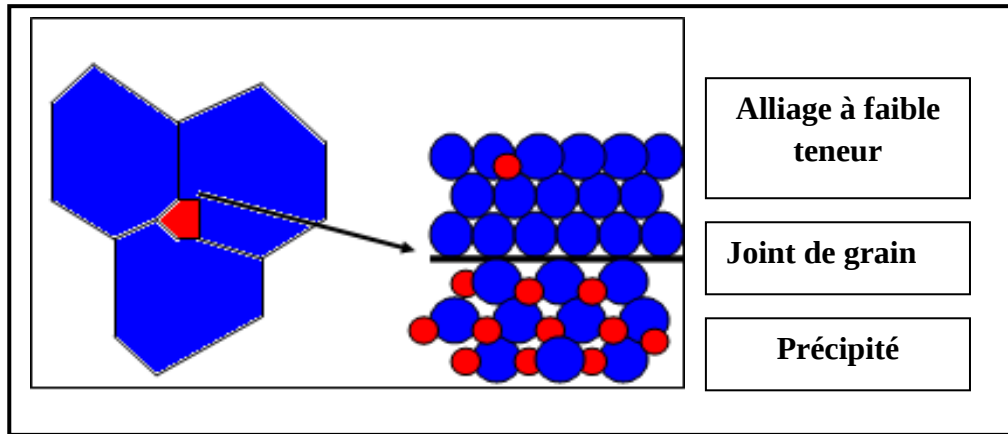


Fig. I.3 : Représentation de la structure d'un alliage hétérogène.

I.2.Solution solide:

C'est un mélange de plusieurs corps intervenants dans la formation de certains alliages qui, après solidification, offre une structure parfaitement homogène.

I.2.a.Solution solide de substitution :

C'est un système où les atomes dissous se substituent aux atomes solvants, le système cristallin de la matière étant conservé. L'alliage est stable aux températures élevées sous la forme d'une solution solide de substitution désordonnée; aux basses températures, il se trouve sous une forme ordonnée qui est alors considérée comme un composé défini.

I.2.b.Solution solide d'insertion :

C'est un système où les atomes dissous occupent les interstices du réseau cristallin du produit de base.

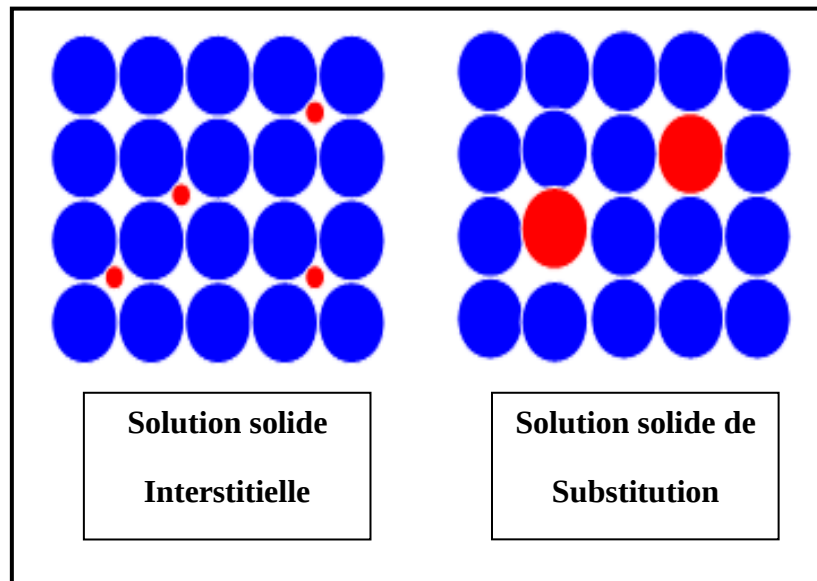


Fig.I.2 : Structures d'une solution solide interstitielle et de substitution.

I.3. Précipité:

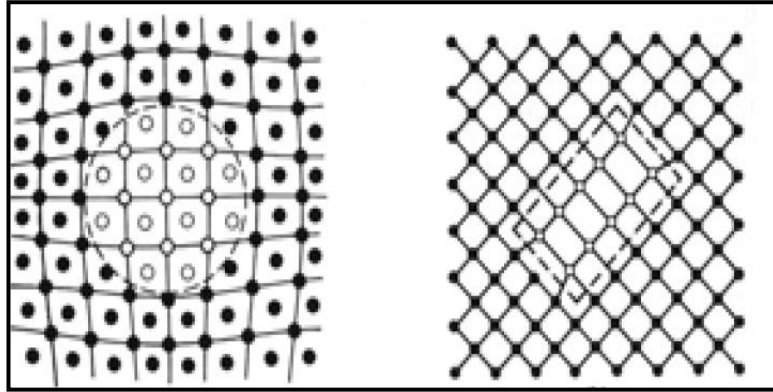
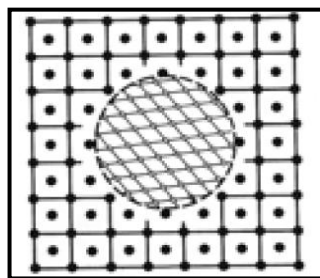
C'est la formation d'une phase dispersée hétérogène dans une phase majoritaire. En général les précipités se localisent aux joints de grains, et au coeur des grains quand ils sont plus nombreux. La formation d'un précipité est dite précipitation.

- Rôle des précipités:

- ✓ Ils créent des distorsions d'autant plus importantes que le précipité est gros.
- ✓ Ils bloquent le glissement des dislocations (obstacles sur le plan de glissement), d'où un durcissement du matériau. [9]

- Types des précipités

- ✓ **Les précipités cohérents** (figure I.4) possèdent les mêmes orientations cristallines que le cristal de base.
- ✓ **Les précipités incohérents** (figure I.5) ne présentent aucune relation d'orientation entre leur réseau et celui du grain dans lequel ils ont germés.

**Fig. I.4: Précipités Cohérents.****Fig. I.5: Précipités Incohérents.**

La précipitation dans les solutions solides qui est basée sur les phénomènes de diffusion est généralement classée en deux catégories principales : précipitation homogène «continue» et hétérogène «discontinue».

I.3.a.Précipitation continue :

C'est la variation continue du paramètre cristallin de la phase mère α_0 durant le vieillissement, et aussi la variation continue de la concentration en atomes de soluté avec une croissance relativement lente de la seconde phase β , appelée «phase fille» ou précipité.

I.3.b.Précipitation discontinue :

Elle représente une réaction à l'état solide dont laquelle une solution solide sursaturée α_0 est remplacée par une structure cellulaire composée de lamelles alternées α et β correspondant à la réaction : $\alpha_0 \rightarrow \alpha + \beta$, où α est la phase

appauvrie en atome de soluté et ayant le même réseau de structure que la phase mère α_0 et β est la phase précipitée riche en atome de soluté.

I.4. Mécanismes de Précipitation :

La Science des Matériaux et en particulier la métallurgie s'intéresse à deux phénomènes:

- ✓ la formation des premiers cristaux lors de la solidification .
- ✓ la formation d'une nouvelle phase solide.

Dans ces deux cas, la formation de la phase hétérogène (précipité) se fait en deux étapes :

- ✓ germination désignée aussi par nucléation.
- ✓ croissance (augmentation de la taille des domaines de la nouvelle phase).

Après la croissance des précipités, les précipités peuvent continuer d'évoluer par coalescence (fusion des petits précipités pour créer de plus gros).

I.4.1. Précipitation par germination et croissance :

I.4.1.1. La germination des précipités :

Selon la théorie classique de Gibbs [10] étendue à la transformation de phases à l'état solide par Turnbull et Fischer [11], la germination est une étape initiale de la précipitation. Les germes peuvent résulter des fluctuations statistiques de composition aléatoire et du taille de l'ordre nanomètre, avec une formation très rapide en présence de lacunes en sursaturation (Précipitation Homogène). La précipitation hétérogène a lieu lorsque les germes se forment préférentiellement sur les défauts du réseau où les interfaces préexistantes entre les différents grains.

I.4.1.1.a. Germination homogène des précipités de transition cohérents :

Embury et Nicholson [12] considèrent que la formation homogène de précipités dans le système Al-Zn-Mg intervient sur des petits amas de lacunes et d'atomes de soluté (zones GP). Ils introduisent une concentration critique en lacune nécessaire à la germination des précipités, susceptible de rendre compte des effets de la vitesse de

trempe, de la maturation et des conditions de montée en température de revenu sur la distribution des précipités dans le grain et au voisinage des joints de grains.

I.4.1.2. La croissance des précipités :

La croissance des précipités fait intervenir le transfert des atomes de soluté et de solvant à travers l'interface précipité /matrice et la redistribution des deux espèces d'atomes dans l'alliage. Le régime de croissance est contrôlé par le phénomène de diffusion à longue distance. L'évolution du rayon moyen des précipités est calculée à partir du gradient de concentration à l'interface précipité/ matrice.

L'hypothèse la plus simple est de considérer le profil de concentration quasi-stationnaire. La vitesse de croissance d'une particule obéit à la (loi de Fick en symétrie sphérique) :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R} \frac{X(t) - X_{eq}(R)}{X_{eq}^{\beta} - X_{eq}(R)} \dots\dots\dots (I.1)$$

Où $X(t)$ est la concentration moyenne dans la matrice loin du précipité, X_{eq}^{β} est la concentration atomique dans le précipité, D le coefficient de diffusion et R le rayon du précipité, V_{β} est le volume atomique de la matrice.

Pendant la croissance du précipité, on considère que la concentration en soluté dans la solution solide à l'interface avec le précipité $X_{eq}(R)$ est égale à la concentration d'équilibre corrigée de l'effet Gibbs- Thomson [13] :

$$X_{eq} = X_{eq}^{\alpha} \exp \left(\frac{2\gamma V_{\beta}}{KT} \frac{1}{R} \right) \dots\dots\dots (I.2)$$

La formation des germes et des précipités est obtenue par la diffusion des atomes de soluté. Dans la solution solide, cette diffusion est thermiquement activée par l'apport calorifique du traitement de revenu.

I.4.1.3 Précipitation par coalescence :

A la fin de la croissance, la force motrice disponible liée à la sursaturation de la matrice pour faire croître les précipités par un apport de soluté de la matrice deviennent très faibles. Les précipités vont coalescer pour minimiser leur énergie de surface. Selon l'équation de Gibbs Thomson (I.2). La solubilité $X_{eq}(R)$ est plus élevée autour des petits précipités qu'autour des grands précipités. Par conséquent, les petits précipités vont se dissoudre alors que les gros précipités vont croître selon l'équation (I.1).

I.5. Rôle des grains, joints des grains, les lacunes et leurs effets :

I.5.1. Les joints de grains :

Ils jouent un rôle important dans l'étude des matériaux : leur interaction avec les dislocations au cours de la déformation plastique met en jeu des mécanismes variés et complexes. [14]

I.5.2. Effet de grain :

En général, plus la taille des grains du matériau polycristallin est petite, plus le métal est résistant. Les polycristaux sont plus résistants que les monocristaux. Un refroidissement lent de l'alliage donne toujours des grains de grande taille par contre un refroidissement rapide donne des grains de taille réduite. Les joints des grains empêchent le déplacement des dislocations dans le matériau polycristallin. [14]

I.5.3 Effet des lacunes:

La présence des lacunes explique la diffusion dans les solides. Si leur nombre est suffisamment grand, elles permettent la migration des atomes. Lors d'une trempe, elles s'éliminent beaucoup plus vite au voisinage des joints des grains (court circuit de diffusion) qu'à l'intérieur des grains. La concentration en lacunes dans un composé quelconque peut varier dans de larges proportions en fonction de la nature du cristal et de la température.

I. 6. Mécanismes de diffusion:

Dans les solutions solides d'insertion, les atomes de soluté (de faible dimension) migrent à travers les sites interstitiels du réseau : on parle alors de mécanisme interstitiel. Dans les solutions solides de substitution, les mécanismes de diffusion mettent en jeu les lacunes présentes dans le matériau: un atome adjacent à une lacune peut venir se loger dans ce site inoccupé, provoquant ainsi le déplacement en sens inverse de la lacune: on parle de mécanisme lacunaire.

Dans le cas des solutions solides de substitutions caractérisées par des mécanismes de diffusion lacunaire, on peut décrire la diffusion des atomes par une fréquence de saut Γ_D d'une position d'équilibre à une autre. La fréquence de saut dépend de la conjonction de deux événements: la proximité d'une lacune et la disponibilité de l'énergie suffisante pour franchir la barrière de potentiel entre le site occupé et la lacune. Dans le cas d'une solution de substitution, la variation de la vitesse de diffusion avec la température résulte de deux phénomènes : la variation du nombre de lacunes et le changement de mobilité des lacunes. Dans le cas d'une diffusion interstitielle, les sites de diffusion sont déjà formés par les interstices du réseau et il ne faut considérer que le passage de la barrière de potentiel caractérisée par ΔH_t , avec ΔH_t enthalpie d'activation de migration de la lacune.

Le schéma ci-dessous montre les mécanismes simples de migration d'un atome dans le réseau cristallin:

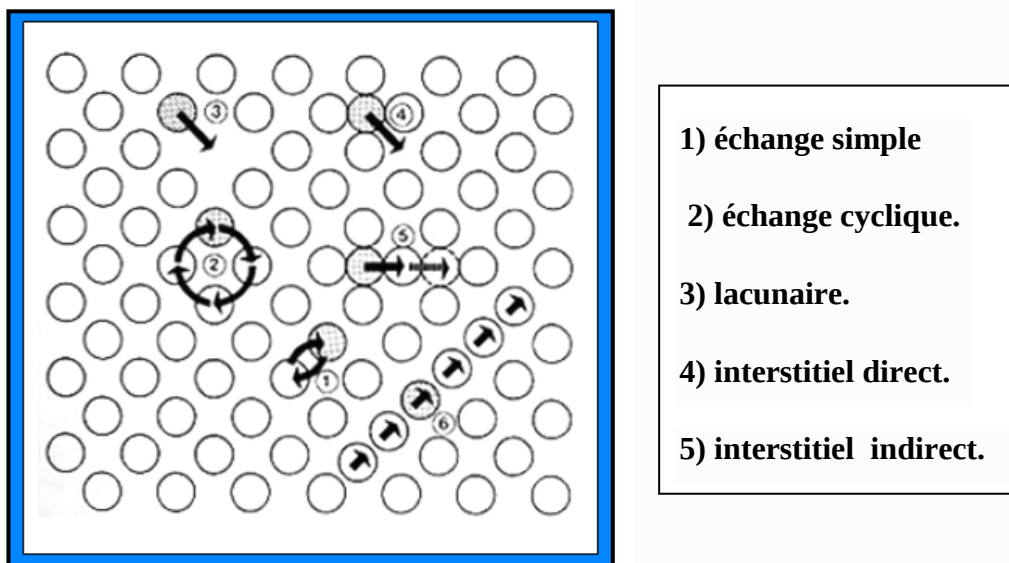


Fig.I.6 : Schéma des principaux mécanismes de diffusion.

I.7. Diffusion Lacunaire:

Un atome peut prendre la place de lacune, la lacune a donc progressé d'une position ; c'est l'atome qui a fait le mouvement, mais c'est comme si la lacune se déplaçait. Une lacune se déplace dans un cristal, c'est comme si un atome s'était déplacé en sens inverse ; on parle alors de diffusion lacunaire. L'atome qui diffuse est un atome du cristal, mais on peut aussi avoir de la diffusion lacunaire d'atomes étrangers.

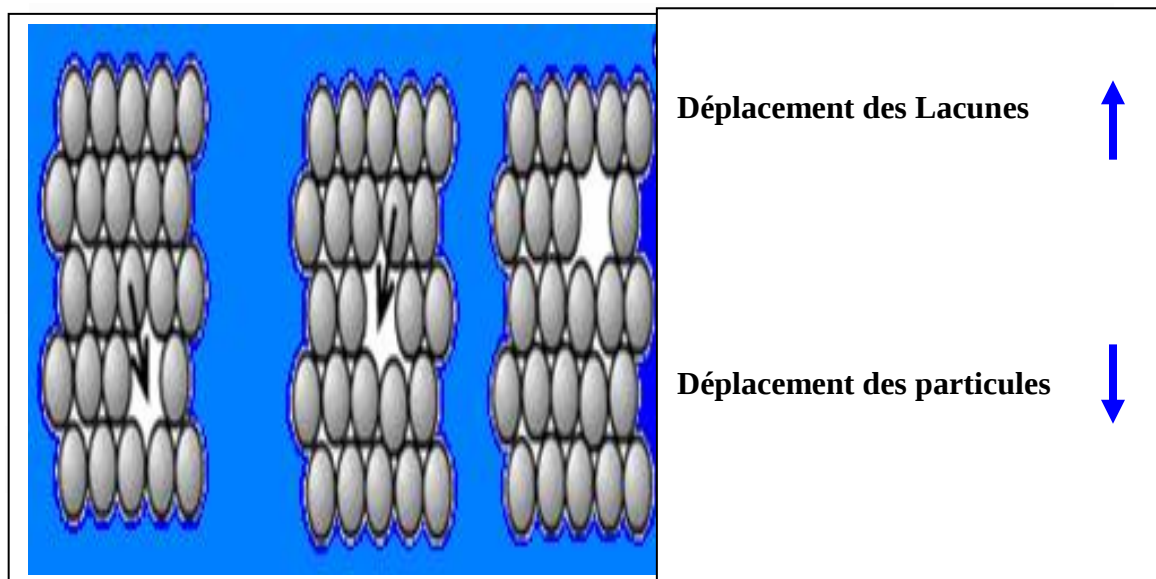


Fig.I.7 : Diffusion lacunaire.

I.8.Courts circuits de diffusion:

Des parties du cristal peuvent constituer des voies de diffusion plus facile que le réseau cristallin, ces voies s'appellent «courts circuits» de diffusion. Leurs rôles sont d'accélérer la diffusion, ils sont caractérisés par une énergie d'activation Q' inférieure à l'énergie d'activation Q de la diffusion normale (ou en volume). Ces courts circuits peuvent être tous les défauts linéaires et bidimensionnelles : dislocation, joints de grains, surface. [15]

I.9. Le principe du durcissement:

Tout ce qui empêche le mouvement des dislocations se traduit par une diminution de la déformation plastique et donc un effet durcissant:

Accumuler les obstacles: diminuer la mobilité des dislocations, il existe plusieurs types de durcissement :

- ✓ durcissement de joints de grains
- ✓ durcissement de solution solide
- ✓ durcissement structural
- ✓ durcissement d'écrouissage

I.10.Principe du durcissement par précipitation (structural)

Le durcissement structural est obtenu suite à l'application successive de la trempe après une mise en solution à haute température (légèrement inférieure au liquidus) et d'un traitement thermique de revenu. La solubilité des éléments d'addition, selon le diagramme d'équilibre des phases, décroît pour une faible valeur de la température. L'alliage est alors susceptible de présenter un durcissement par précipitation en cours de vieillissement. [16]

I.10.1.Le durcissement structural:

Le durcissement structural est un procédé permettant de durcir un alliage de métaux. Il nécessite un alliage métastable, dont la forme stable, à température ambiante, est un composé intermétallique constitué de deux phases différentes. Un recuit entraîne la germination de précipités de différentes nouvelles phases plus ou moins stables. Ces précipités, qu'ils soient cohérents ou incohérents avec la phase principale, constituent des obstacles sur le chemin des dislocations, ce qui augmente la dureté du matériau [16]. On obtient le durcissement structural grâce à une série de chauffages et de refroidissements contrôlés:

- ✓ Traitements thermiques dont le but final est l'obtention d'une répartition optimale des précipités dans la matrice. Les propriétés mécaniques dépendront de la répartition des précipités, de leur taille et de leur distance moyenne.
- ✓ Précipités petits et nombreux : obstacles aux déplacements des dislocations.

I.10.2. Interaction et Mécanisme de Déformation:

Les précipités forment un obstacle à la déformation plastique. Le franchissement des précipités peut se faire de deux manières :

I.10.2.1. Contournement des précipités par les dislocations:

La dislocation contourne le précipité et laisse derrière elle une boucle de dislocation autour du précipité. Ce mécanisme est dit contournement d'Orowan (ou primaire). Il a lieu sans déviation, la dislocation évite par ce contournement le précipité tout en restant dans son même plan de glissement.

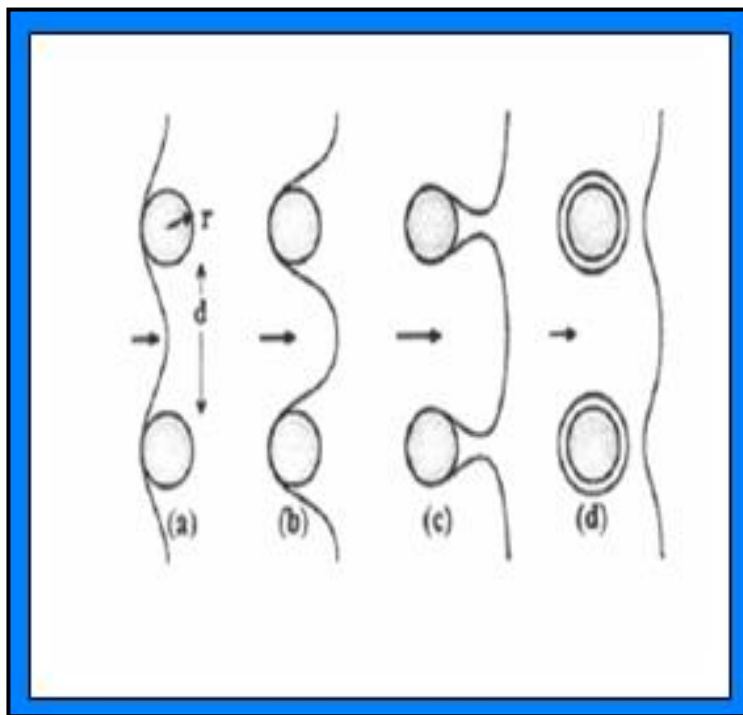


Fig.I.8:Interaction d'une dislocation avec les précipités
(Contournement).

La contribution au durcissement du contournement d'Orwan par glissement est du type:

$$\Delta\sigma = K_6 / L = K'_6 f_v^{1/2} . r^{-1} \dots\dots\dots(I.3)$$

Avec K_6 et K_6' constantes, L : distance effective entre les obstacles dans le plan de glissement.

Ces expressions sont indépendantes de la nature chimique et cristallographique des précipités, et donnent une décroissance de la limite d'élasticité avec l'accroissement en taille des précipités.

I.10.2.2. Cisaillement des précipités par les dislocations:

Si le précipité est cohérent, la dislocation peut franchir l'interface et se propager dans le précipité; le durcissement provient de la difficulté à franchir les interfaces entre les deux réseaux de dislocation – précipités

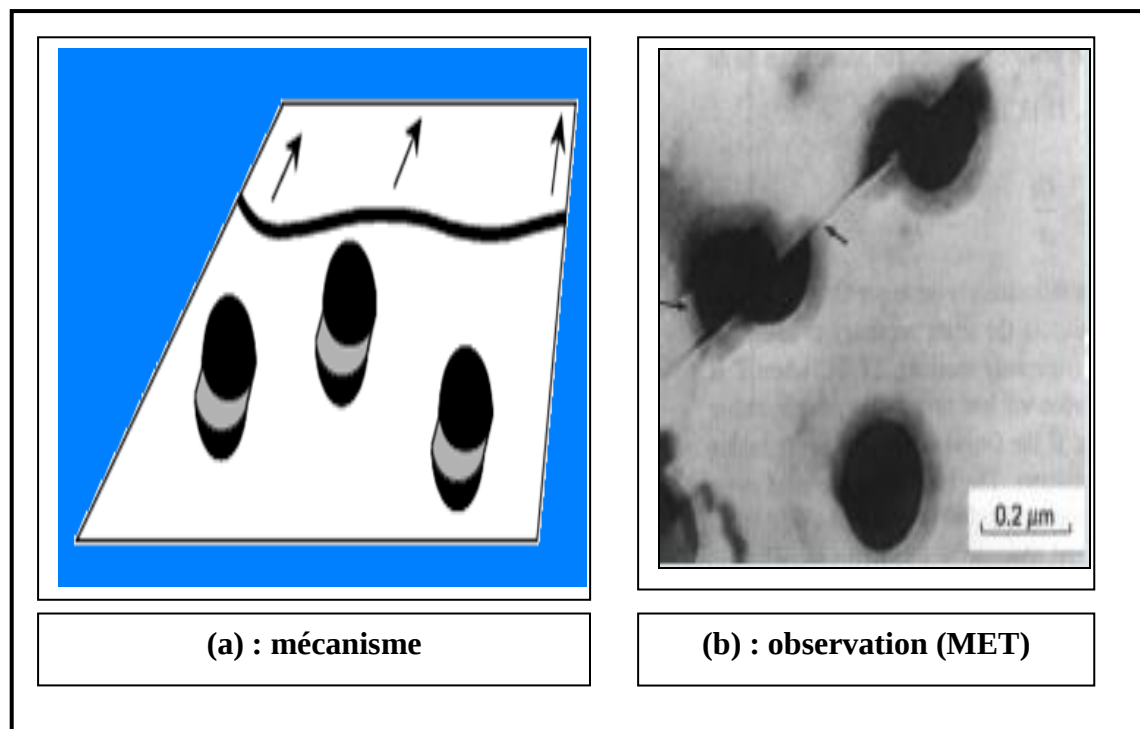


Fig.I.9: Interaction d'une dislocation avec des précipités cohérents
(Cisaillement).

I.10.2.2.a. Durcissement par incrément de surface ou durcissement chimique :

La création d'une interface précipité/ matrice supplémentaire dS apparaissant au cisaillement nécessite l'apport d'énergie $\gamma_s dS$ où γ_s est l'énergie superficielle de l'interface du précipité qui s'oppose à sa création et contribue à freiner le mouvement des dislocations [17], [18], [19]. L'accroissement de la limite d'élasticité qui en résulte est donné par:

$$\Delta\sigma = K_3 \cdot \gamma_s^{1/2} \cdot f_v^{1/2} \cdot r^{-1} \dots\dots\dots(I.4)$$

Avec K_3 constante.

L'augmentation de la limite d'élasticité d'alliage Al-Zn- et Al-Zn Mg en cours de revenu a été attribuée au durcissement chimique, mais sur la base d'un autre modèle [20], [21], [22], aboutissant à la formule suivante:

$$\Delta\sigma = K_3 \cdot \gamma_s^{3/2} \cdot (f_v \cdot r)^{1/2} \dots\dots\dots(I.5)$$

Cette interprétation, proposée pour des alliages Al-Zn-Mg, décomposés par précipitation des zones GP ou des phases η [23], permet d'évaluer l'énergie superficielle d'interface nécessaire au cisaillement de η (600 m J/ m²) et celle des zones GP (340 m J/ m²).

I.10.2.2.b. Durcissement par effet d'ordre:

Ce durcissement suppose la présence de précipités de structure ordonnée. Leur franchissement par une dislocation de la matrice conduit à la formation d'une paroi d'antiphase, où l'ordre chimique entre les atomes voisins n'est plus respecté figure I.8.

Ce mécanisme se caractérise microscopiquement par des empilements de dislocations appariées (super dislocations). La première dislocation de la paire cisaille et crée les parois d'antiphase dans les précipités, la deuxième dislocation, de même vecteur de Burgers et glissant dans le même plan que la première, efface le défaut. En ne prenant en compte que le l'effet de la première dislocation [24] on trouve

$$\Delta\sigma = K_5 \Delta\gamma_p^{3/2} \cdot (f_v \cdot r)^{1/2} \dots\dots\dots(I.6)$$

Avec K_5 : est constante. $\Delta\gamma_p$: énergie de la paroi d'antiphase.

La deuxième dislocation diminue l'énergie du cisaillement en effaçant les parois d'antiphase créées par la première dislocation [17].

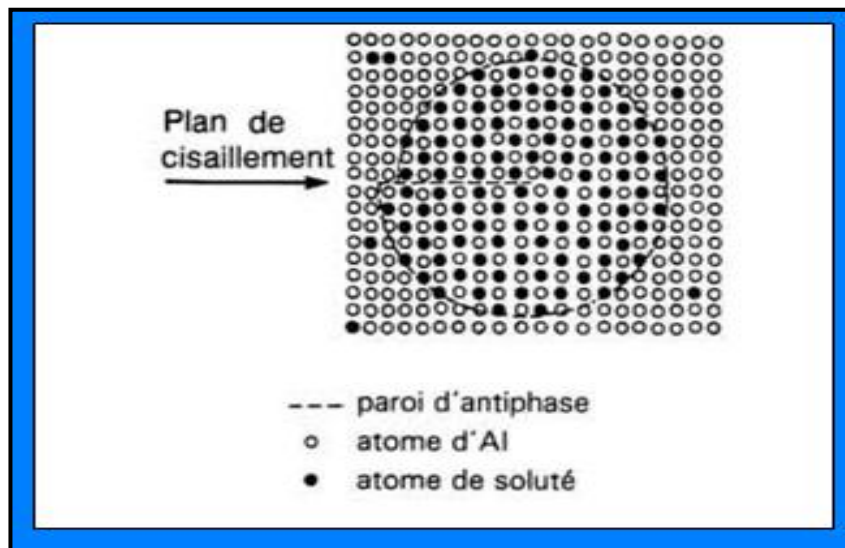


Fig. I.10:Création d'une paroi d'antiphase par une dislocation coin dans un précipité.

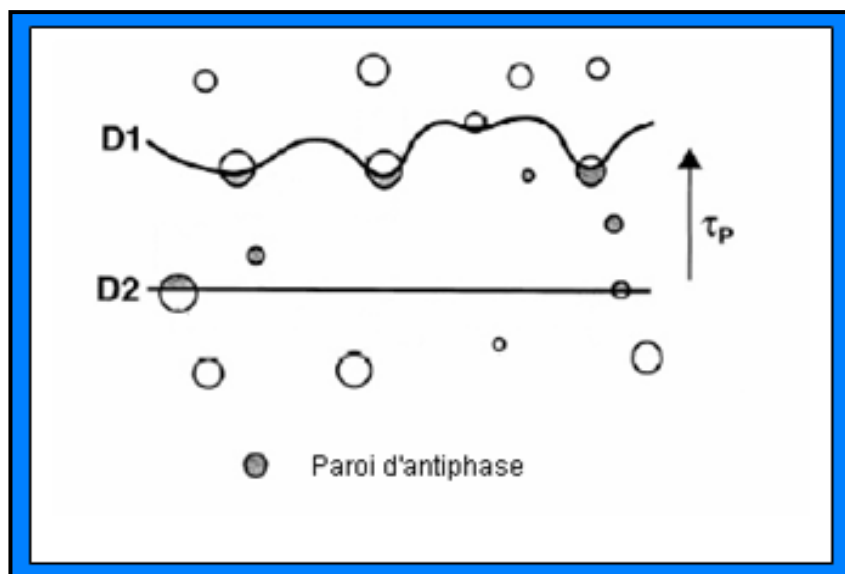


Fig. I.11 : Mouvement d'une paire de dislocations.

I.11.Caractérisation de l'alliage par diffraction des Rayons X:

La technique de diffractométrie des rayons X permet la caractérisation des échantillons préalablement élaborés et traités thermiquement. L'analyse porte sur des échantillons en forme de pastilles obtenues par compression à partir de l'état de poudre présentant une orientation aléatoire et un grand nombre de famille de plans (hkl).

Cette méthode permet de déterminer les angles et les intensités des réflexions de Bragg sélectives à partir des enregistrements obtenus.

Loi de Bragg: $2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} = n\lambda$ (I.7)

La distance réticulaire d_{hkl} des éléments de base de l'alliage (Zn – Mg), de structure hexagonale compacte, est mesuré par :

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\vec{G}|} \quad \text{Où } |\vec{G}| : \text{est le module de réseau réciproque de l'hexagonal compact.}$$

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*|} = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + h.k) + l^2 \cdot \left(\frac{a}{c}\right)^2}}$$

$$\sin \theta_{hkl} = \frac{\lambda}{2.d_{hkl}} = \frac{\lambda}{2a} \cdot \sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + h.k) + l^2 \left(\frac{a}{c}\right)^2}$$

Le calcul de $\sin \theta_{hkl}$ pour chaque plan hkl pour chaque élément (Al, Zn, Mg) permet d'indexer les raies de chaque élément sur le spectre obtenu par (DFRX).

I.12.Facteur de diffusion :

Les intensités des raies de diffraction sont proportionnelles à F^2 pour la matrice et à $\bar{F}^2$ pour la solution solide.

$$\bar{F} \text{ est donné par : } \bar{F} = 4(C_{AL} f_{AL} + C_{Zn} f_{Zn} + C_{Mg} f_{Mg}).$$

C_{AL}, C_{Zn}, C_{Mg} : les concentrations atomiques de l'aluminium, Zinc, Magnésium respectivement.

f_{AL} : facteur de diffusion atomique de Al.

f_{Zn} : facteur de diffusion atomique de Zn.

f_{Mg} : facteur de diffusion atomique de Mg.

I.13. Relation entre la fraction volumique et la cinétique de précipitation :

La fraction volumique f est déterminée à partir des courbes isothermes par l'expression

suivante [25]:

$$f = \left[\frac{H_v(t) - H_v(o)}{H_v(\max) - H_v(0)} \right]^3$$

$H_v(t)$: dureté de Vickers à chaque instant du temps de revenu.

$H_v(0)$: la dureté de Vickers de l'échantillon non traité thermiquement (à $t = 0$).

$H_v(\max)$: la valeur maximal de dureté de Vickers.

La cinétique de précipitation (ou de croissance) des zones GP obéit à la loi de **Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK)**:

$$F(t) = 1 - \exp [-(k t)^n]$$

n : est le paramètre de croissance.

k : est une constante de vitesse qui ne dépend que de la température.

t : est le temps de maintien à la température.

Chapitre II

Système Al-Zn-Mg

II.Généralités sur l'alliage ternaire Al-Zn-Mg:

Les alliages d'aluminium présentant un durcissement structural basé sur la précipitation. Ce sont des solutions solides très étudiées en métallurgie physique. Ce durcissement revêt une grande importance dans le domaine industriel. Pour les alliages d'Al – Zn – Mg, il permet d'obtenir des niveaux plus élevés de leur résistance mécanique à travers la décomposition complexe des phases stables et métastables.

Aux premières parties du développement des alliages d'aluminium, le système Al-Zn a été cru à être prometteur. La solubilité de zinc en aluminium est grande à température élevée et diminue à la température ambiante, cependant le durcissement était relativement petit parce que les précipités étaient essentiellement formés en atomes de zinc pur, et ayant pour résultat un durcissement limité de l'alliage [26].

En termes d'âge durcissant, l'avantage d'une petite addition de magnésium a été clairement établi par Polmear [26]. Les additions de magnésium modifient notamment le durcissement et les phases. Une interaction entre les petits atomes de zinc et les grands atomes de magnésium a un rôle important dans des processus de décomposition pendant le revenu. Les alliages de la série 7000 présentent, après traitements thermiques, les propriétés mécaniques les meilleures. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium de 1 à 3 %. Leur durcissement structural est dû principalement à la précipitation de formes transitoires (zones GP) du composé $MgZn_2$. Le principal inconvénient des alliages de cette série est leur faible résistance à chaud, dès que la température dépasse $120^{\circ}C$.

II.1. Propriétés des éléments de base de l'alliage ternaire AL-Zn-Mg:

Propriétés	Al	Zn	Mg
Température de fusion (° C)	660,32	419,5	650
Température d'ébullition (° C)	2519	907	1090
Rayon de Covalence (Å°)	1.18	1.31	1.30
Rayon atomique (Å°)	1.18 (1.25)	1.35 (1.42)	1.599
Structure cristalline	cubique à face centrée	Hexagonal compact $a = b = 2,667 \text{ Å}^0$ $c = 4,9469 \text{ Å}^0$ $c/a = 1,854$	Hexagonal compact $a = 3.2094 \text{ Å}^0$ $c = 5.2103 \text{ Å}^0$
Conductivité électrique $\underline{S/m}$	$37,7 \times 10^6$	$16,6 \times 10^6$	22.6×10^6
Conductibilité Thermique W/ (m·K)	237	116	156

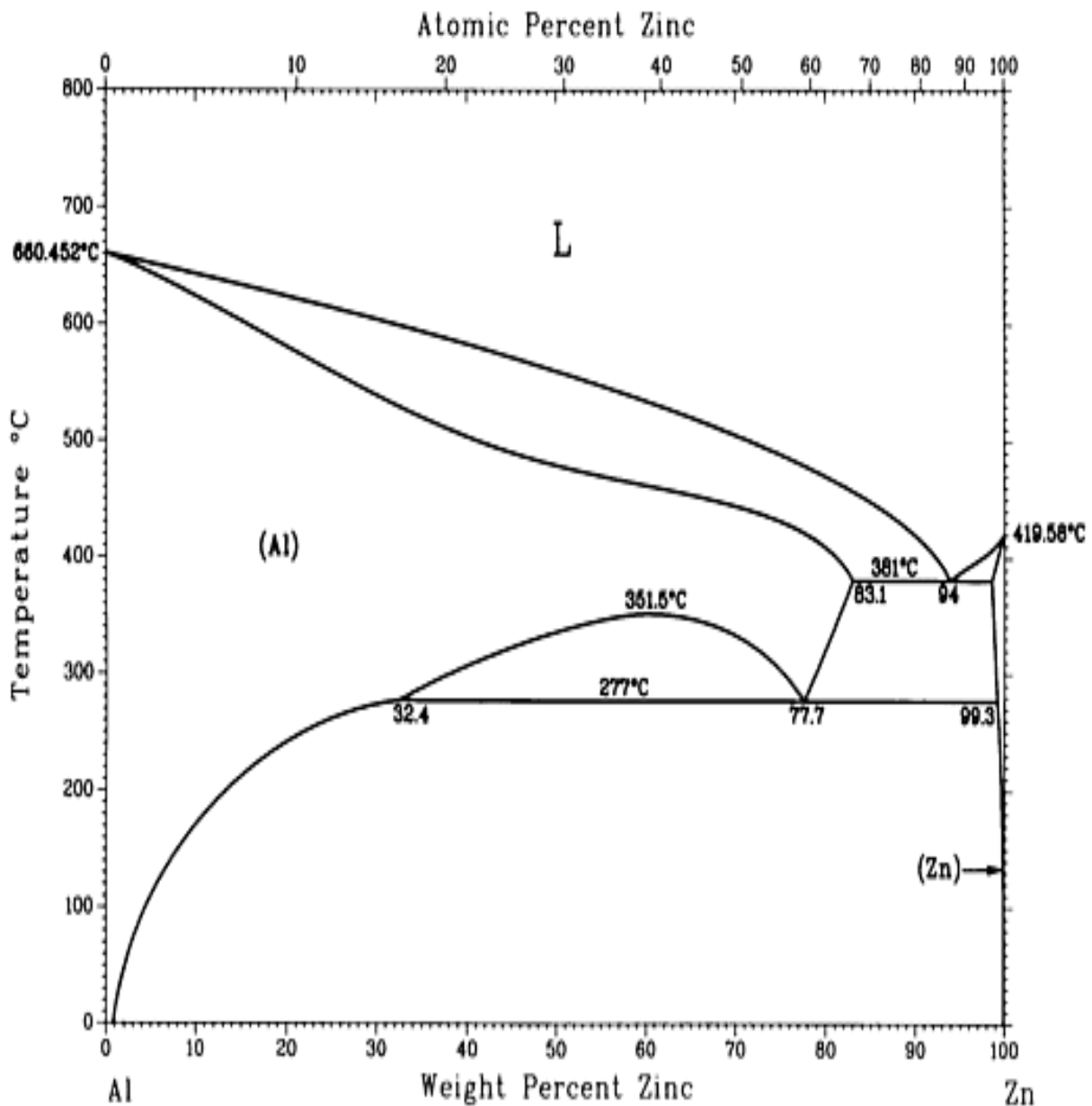
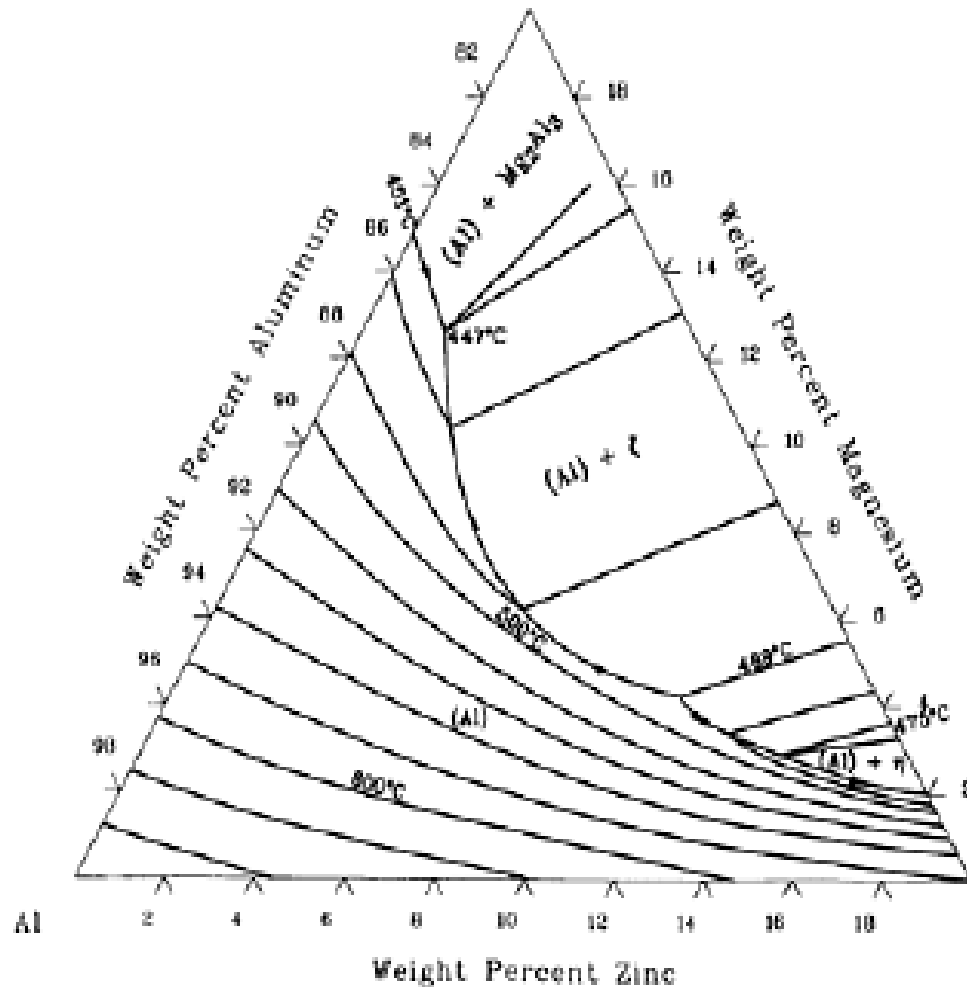


Fig.II.1: Diagramme binaire des phases pour Al-Zn. [27]

Le diagramme du système Al-Zn montre la solubilité de 20% en poids de zinc dans l'aluminium pour l'alliage Al-20%Zn-1%Mg qui correspond à 9.35% en atome et une solubilité de 5% en poids de zinc dans l'aluminium pour l'alliage Al-5%Zn-1%Mg qui correspond à 2.14 % en atome, la limite de solubilité de zinc dans l'aluminium est de 31.6% en poids qui correspond à 16% en atome.

II.2. Le Diagramme des phases ternaires :



Al-Mg-Zn solidus projection [73Wil 34].

Fig. II.2: Diagramme de phase ternaire pour Al-Zn-Mg à l'état solide. [27]

II.3. Les modes de précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg :

D'après [28-33] la séquence de précipitation de cet alliage est la suivante :

Solution Solide Sursaturé (α) $\rightarrow$ (α +zones GP) $\rightarrow$ ($\alpha + \eta'$) $\rightarrow$ ($\alpha + \eta$) (équilibre)

II.3.1. Phase GP :

Les zones GP sont sphériques et s'ordonnent en couches alternées d'atomes de magnésium et de zinc suivant les plans $\{100\}$, après un revenu prolongé à basse température ces zones GP sont les premières phases métastables qui se forment [34].

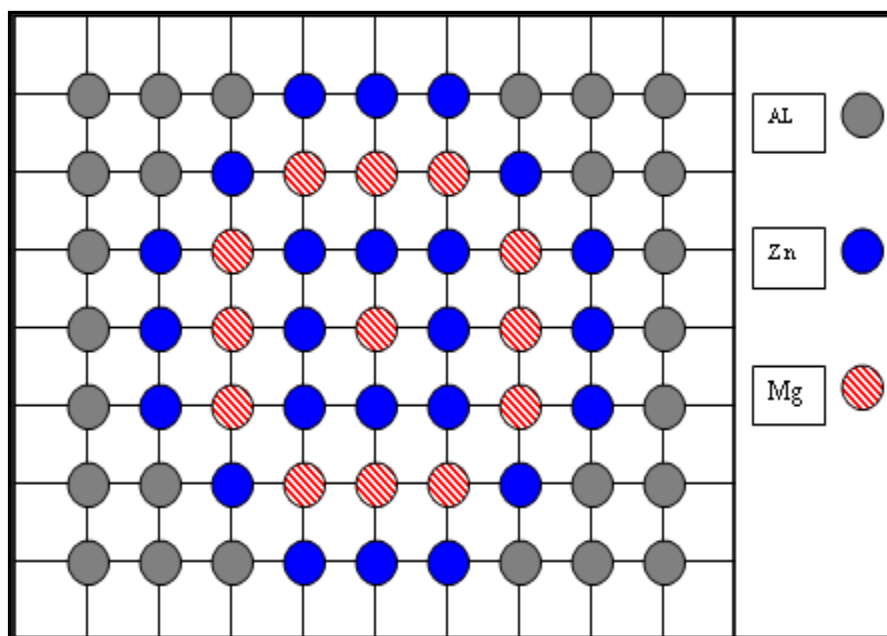


Fig. II.2.Schéma des Zones GP sphériques dans Al-Zn-Mg.

La réversion des zones GP, ce phénomène appelé aussi rétrogression des zones Guinier-Preston. D'après Lorimer et Nicholson [35], il y'a un rayon critique r_c pour les zones GP au-delà du quel les zones ne seront pas dissoutes et deviennent des sites de germination pour la phase métastable η' .

Si le rayon des amas est supérieur à r_c pour certaines zones et inférieur à r_c , pour d'autres on serait en présence d'une réversion partielle, ainsi la phase métastable η' existera encore avec les zones ; par contre, si le rayon des zones est généralement supérieur à r_c , on aura une dissolution totale des zones et les atomes dissous contribuent à la formation de la phase métastable η' .

II.3.2. Phase η' :

La phase métastable η' a une structure hexagonale avec les paramètres de maille $a = 0.496 \text{ nm}$, $c = 1.403 \text{ nm}$. Elle a une épitaxie en plaquettes avec :

$$(001)_{\eta'} // (111)_{\text{Al}}, [100]_{\eta'} // [\bar{1} \bar{1} 0]_{\text{Al}}$$

et de composition possible $\text{Mg}_3\text{Zn}_{11}\text{Al}$. Elle est responsable d'un durcissement après revenu à basse température (entre 120 et 135 °C). Selon [30-31] cette phase est semi cohérente avec la matrice même après une trempe lente.

II.3.3. Phase η :

La phase η stable a une structure hexagonale semblable à celle de la phase d'équilibre MgZn_2 avec des paramètres $a = 5.15 \text{ à } 5.22 \text{ \AA}$, $c = 8.48 \text{ \AA}$ et présente une épitaxie en plaquettes avec :

$$(001)_{\eta} // (111)_{\text{Al}}, [100]_{\eta} // [\bar{1} \bar{1} 2]_{\text{Al}},$$

Ces précipités peuvent exister avec des épitaxies différentes (en plaquettes ou sous forme de globules).[30-31]

Selon [32,33] les températures limites de la stabilisation des trois phases sont : $\sim 100^\circ\text{C}$ pour les GP zones, $\sim 150^\circ\text{C}$ pour η' et $\sim 200^\circ\text{C}$ pour η .

II.3.4. Phase T :

La phase ternaire $\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$ est désignée par T. La composition de cette phase varie entre les limites de concentrations de Mg relativement larges (entre 20 à 35%) et entre (22 à 65%) de Zn [36, 37, 38]. Elle est caractérisée par la structure chimique de type $(\text{AlZn})_{49}\text{Mg}_{32}$ (dans certains cas $\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$.) [39]. La phase T est cubique; formée d'un rassemblement de 162 atomes dans sa cellule unitaire. Le paramètre de réseau augmente de 1,429 à 1,471 nanomètre avec l'augmentation de la concentration de zinc contenu [38,39]. Les particules de la phase T sont incohérentes avec la matrice en aluminium et les rapports d'orientation sont tels que:

$$(100)_T // (1 \bar{1} 2)_{\text{Al}}; (001)_T // (\bar{1} \bar{1} 0)_{\text{Al}}.$$

Cette phase est totalement absente dans le cas de notre alliage étudié.

Chapitre III

Techniques Expérimentales

III.1. Elaboration des Alliages :

Deux alliages (AL-5%Zn -1% Mg) et (AL-20%Zn -1% Mg) en poids ont été élaborés par fusion dans un creuset en graphite de haute pureté. Les éléments d'alliages utilisés sont d'une grande pureté (99,99%) pour l'aluminium, le zinc et le magnésium.

La température de fusion du four électrique tubulaire (Adamel) est réglée à 900°C à l'aide d'un régulateur digital de température de type PID couplé à un thermocouple de type K. Cette valeur de température, supérieure à la température de fusion des trois éléments, permet leur fusion simultanée tout en évitant toute éventuelle évaporation. Cette fusion a été réalisée pendant un temps de deux heures estimé suffisant pour une fusion totale. Pour éviter toute oxydation par l'air à haute température, une protection avec un bain de sel (KCL) a été utilisé. Les échantillons sont par la suite refroidis lentement jusqu'à la température ambiante.

III.2. Les traitements thermiques : (mise en solution et revenus)

Chaque alliage élaboré est obtenu sous une forme cylindrique. Ce bloc subit une opération de traitement thermique de mise en solution à 460°C. (Appelé aussi traitement d'homogénéisation) dans un dispositif expérimental. Les traitements se font dans un four TCR ALCATEL monté verticalement. A l'intérieur du four a été placé un tube d'alumine contenant un creuset portant l'échantillon. Ce creuset est suspendu par un fil de tungstène pouvant être détaché à tout moment par incandescence obtenue par le passage d'un courant électrique. La régulation du four est assurée par un deuxième dispositif de même type (P.I.D) relié à un thermocouple de type K permettant la lecture de la température avec une précision de $\pm 1^\circ\text{C}$. L'ensemble du tube et des échantillons est soumis à un vide primaire couplé à un dispositif de flux d'argon. Les échantillons, homogénéisés sous flux d'argon, sont trempés directement dans l'eau (fig. III.1).

Ce traitement d'homogénéisation, qui dure dix jours, a pour but de conduire à une totale uniformisation de la teneur en éléments d'addition (Zn et Mg) dans la matrice d'Al. Cette opération est nécessaire pour l'obtention du phénomène de précipitation dans l'alliage. À la fin de ce traitement le bloc d'alliage est trempé directement dans l'eau permettant ainsi un refroidissement brusque de l'alliage.

Cette opération de trempe empêche la décomposition de la solution solide et évite la formation de précipités d'équilibre grossiers.

Elle permet de conserver, à température ambiante de 20°C, la structure du matériau obtenu à l'état de mise en solution à haute température, c'est-à-dire un état monophasé avec dissolution totale de tous les éléments d'addition en accord avec le diagramme d'équilibre des phases de l'alliage Al-Zn-Mg. A ce stade métastable, l'alliage présente au niveau microstructural, une forte densité de lacunes. Son état évoluera vers un nouvel état d'équilibre final par une série de transformations caractérisées par des précipitations de nouvelles phases intermédiaires formant ainsi le processus du durcissement structural.

Une série de coupes est alors réalisée moyennant une micro-scie mécanique qui permet l'obtention d'une série d'échantillons en forme de pastilles d'environ 1 cm de diamètre et 0,3 cm d'épaisseur. Ces nouveaux échantillons subiront dans une étuve à affichage digital de type TETHYS (fig. III.2) un nouveau type de traitement thermique dit de revenu (ou de vieillissement) pour des températures allant de 50°C à 200°C.

Les échantillons sont alors plongés dans un bain d'huile préalablement chauffé à la même température permettant ainsi d'éviter toute oxydation même pour des temps de revenus suffisamment longs. À la fin de chaque traitement de revenu, chaque échantillon est de nouveau trempé directement dans l'eau à 15°C, où l'échantillon sera maintenu pendant environ cinq minutes. Il sera, après, directement caractérisé par la technique de microdureté Vickers pour déterminer sa dureté mécanique, par microscopie métallographique et par diffraction des rayons X.

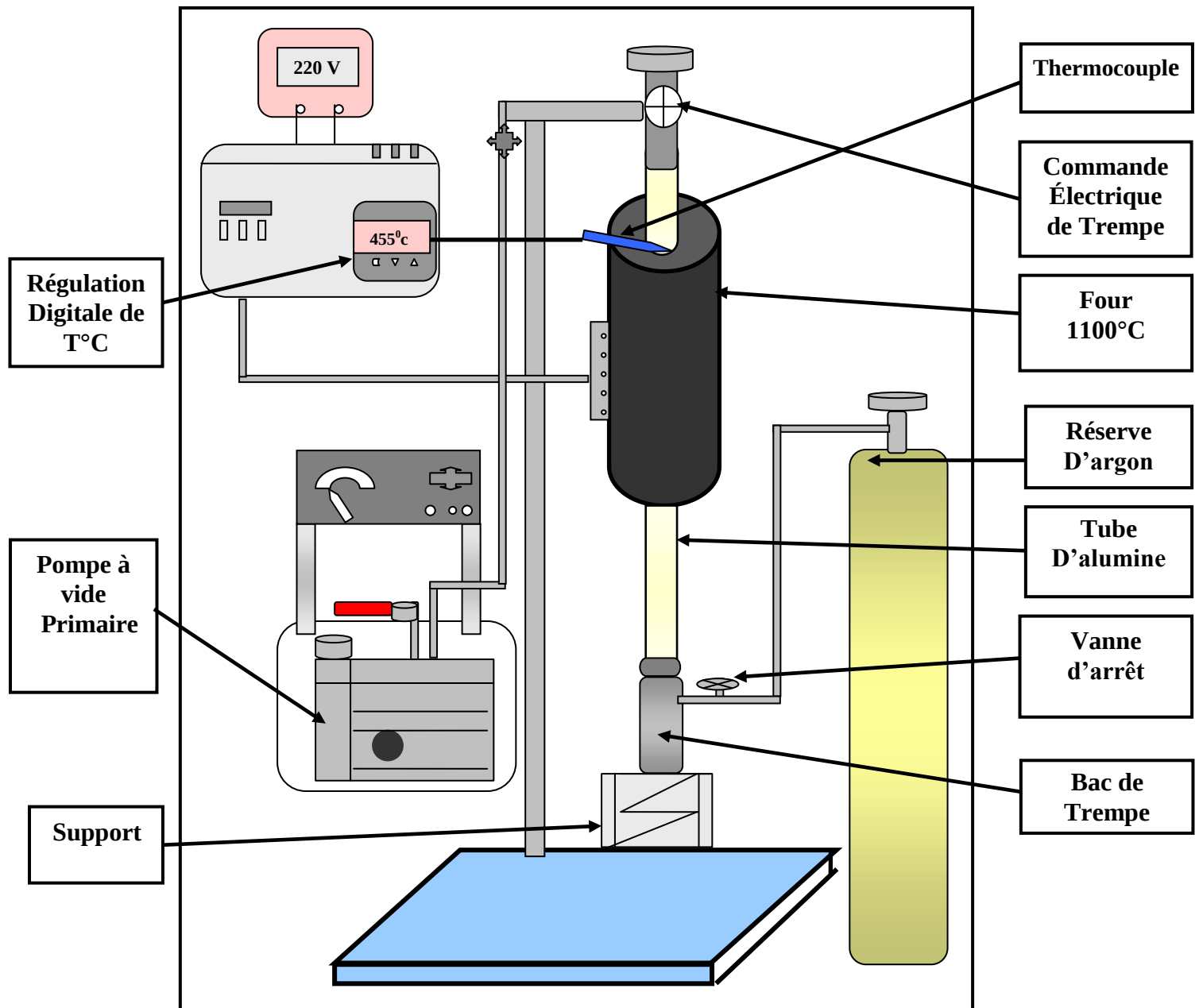


Fig. III.1 : Schéma de dispositif d'homogénéisation et de trempe.



Fig. III.2 : Etuve des traitements de revenu.

III.3. Mesure de la dureté :

La dureté est la résistance mécanique qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Elle est du point de vue dimensions homogène à une contrainte ($ML^{-1}T^{-2}$). Cette dureté est déterminée à l'aide d'appareil appelé microduromètre. Il existe plusieurs types de microduromètres qui sont caractérisés par la forme de leur pénétrateur. La mesure de dureté Vickers est avantageuse à cause de son caractère non destructif. Notre mesure se fait avec un pénétrateur pyramidal normalisé en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre les faces égal à 136° . L'empreinte aura donc une forme carrée. d est la valeur moyenne des deux diagonales d_1 et d_2 . Elle permet la mesure de la dureté. La charge appliquée au matériau et la durée de l'indentation sont normalisées en fonction de l'état de sa dureté. La dureté de l'échantillon est alors donnée par l'expression :

$$H_V = \text{Constante} \cdot \frac{(\text{charge de l'essai})}{(\text{Aire de l'empreinte})} = 1.8544 \frac{P}{d^2}.$$

Chaque point représenté dans les courbes isothermes est la moyenne de huit essais.

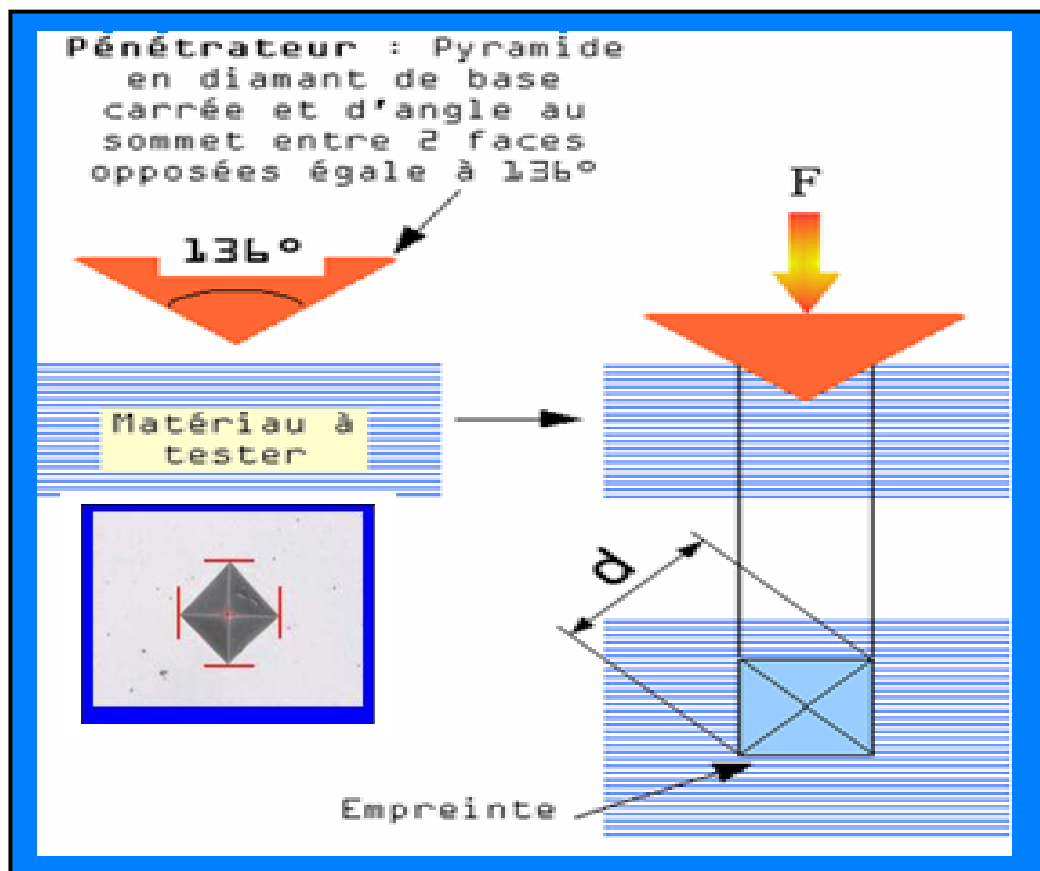


Fig.III.3: Microduromètre Vickers et schéma de l'empreinte.

III.4. Microscopie métallographique

Il est utilisé, en pratique, pour la visualisation et la caractérisation de la microstructure des alliages étudiés. Il permet de voir la taille des grains et les joints de grains et permet aussi de déceler des précipités uniquement de taille micrométrique. Les échantillons sont préalablement polis mécaniquement (fig. III.5) sous refroidissement à l'eau avec des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (de 120 à 2000). Les échantillons ainsi polis présentent des stries de plus en plus fines. Un deuxième polissage sur un feutre contenant de la pâte diamantée permet un polissage très fin. Une attaque chimique par un réactif chimique approprié [5% HF- 8% HCL -12% NHO_3 - 75% H_2O] permet de révéler la microstructure de notre alliage (Al-Zn-Mg).



Fig. III.4 : Microscope métallographique.

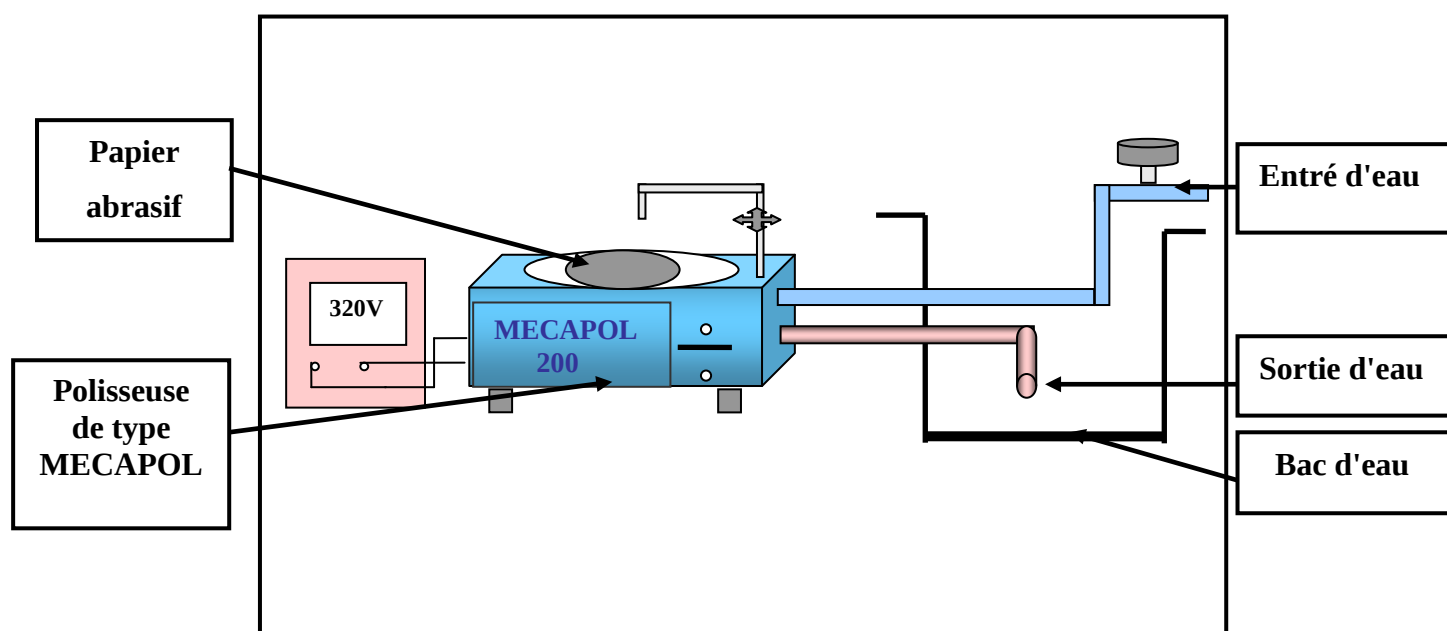


Fig. III.5 : Schéma de dispositif expérimental de polissage.

III.5. Technique de diffraction des rayons X :

La caractérisation des échantillons a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre DFRX de type BRUKER, à goniomètre vertical. Les rayons diffractés sont enregistrés à l'aide d'un compteur qui tourne autour du cercle goniométrique centré sur l'échantillon. L'échantillon est déposé sur une plaque tangente à un cercle passant par la source de rayons X et le compteur dit cercle de focalisation.

La porte-échantillon tourne avec une vitesse moitié de celle du compteur de manière à ce que la plaque porte-échantillon reste toujours bissectrice aux rayons incidents et diffractés (figure III.6). La tension accélératrice du tube est de 40Kv et l'intensité utilisée du courant du filament est de 20mA.

La raie sélectionnée par un monochromateur est la raie $K_{\alpha 1} = 1,5406 \text{ \AA}$ du tube dont l'anode est en cuivre.

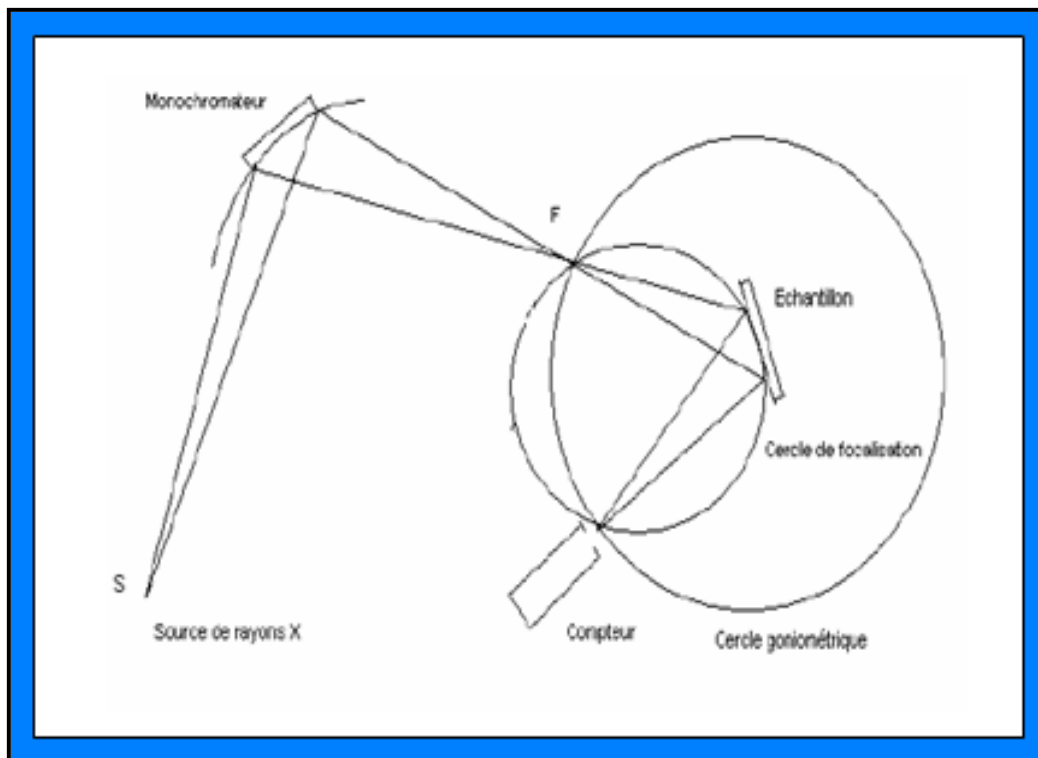


Fig. III.6:Schéma de la technique du diffractomètre.

Chapitre IV

Résultats et Interprétations

IV.1. Résultats des traitements thermiques :

Les alliages Al-5%Zn-1%Mg et Al-20%Zn-1%Mg subissent des traitements d'homogénéisation à 460°C pendant dix jours, trempés dans l'eau à 15°C. Les traitements de revenu sont réalisés à des températures comprises entre 50°C et 200°C.

IV.1.A. L'alliage Al - 5 % Zn - 1 % Mg:

IV.1.A.1. Influence du temps de revenu sur la dureté:

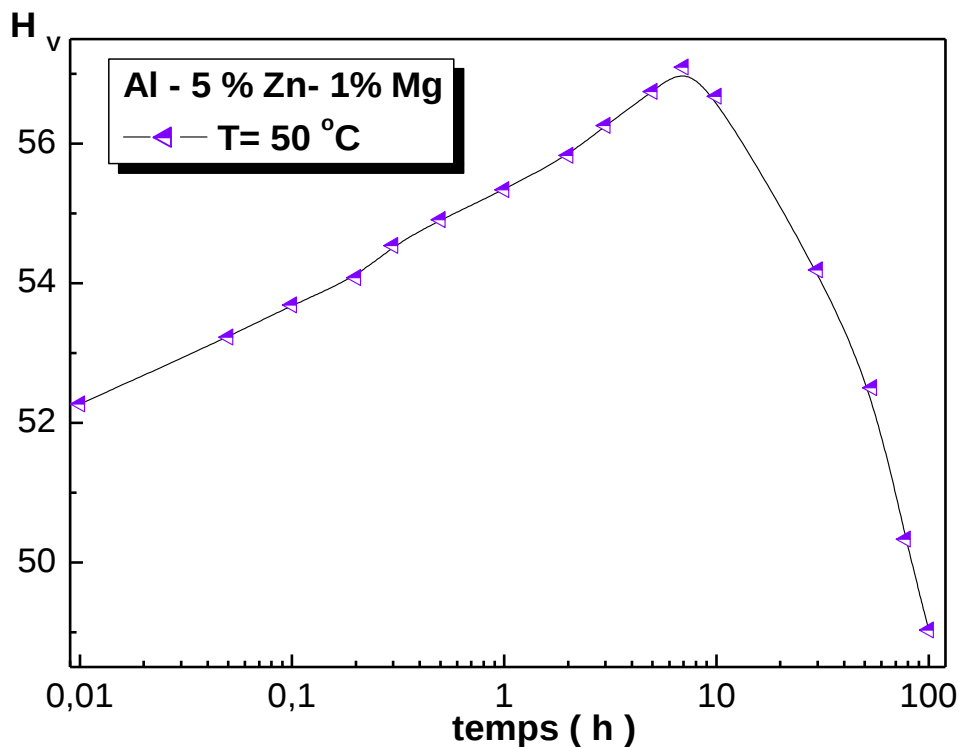


Fig. IV.1.Courbe isotherme de dureté de Vickers à T = 50 °C.

L'isotherme de dureté (fig.IV.1) montre, à 50° C un accroissement progressif de la dureté à partir de l'état trempé ($H_v = 51$). Le maximum est atteint après un revenu de sept heures pour une valeur de dureté ($H_v = 58$). Au-delà de cette valeur apparaît une diminution progressive de la dureté allant même jusqu'à 100 heures. Après un revenu pour des temps supérieurs à 10 heures, l'alliage devient moins dur qu'à l'état juste trempé.

L'augmentation de dureté serait due à la formation des germes de pré-précipitation, par la diffusion des atomes de solutés (Zn-Mg). Cette diffusion est liée à la sursaturation concentration élevée en lacunes.

Le durcissement à 50° C serait dû au début de formation des zones GP. La diminution de la dureté serait due à la coalescence de ces précipités.

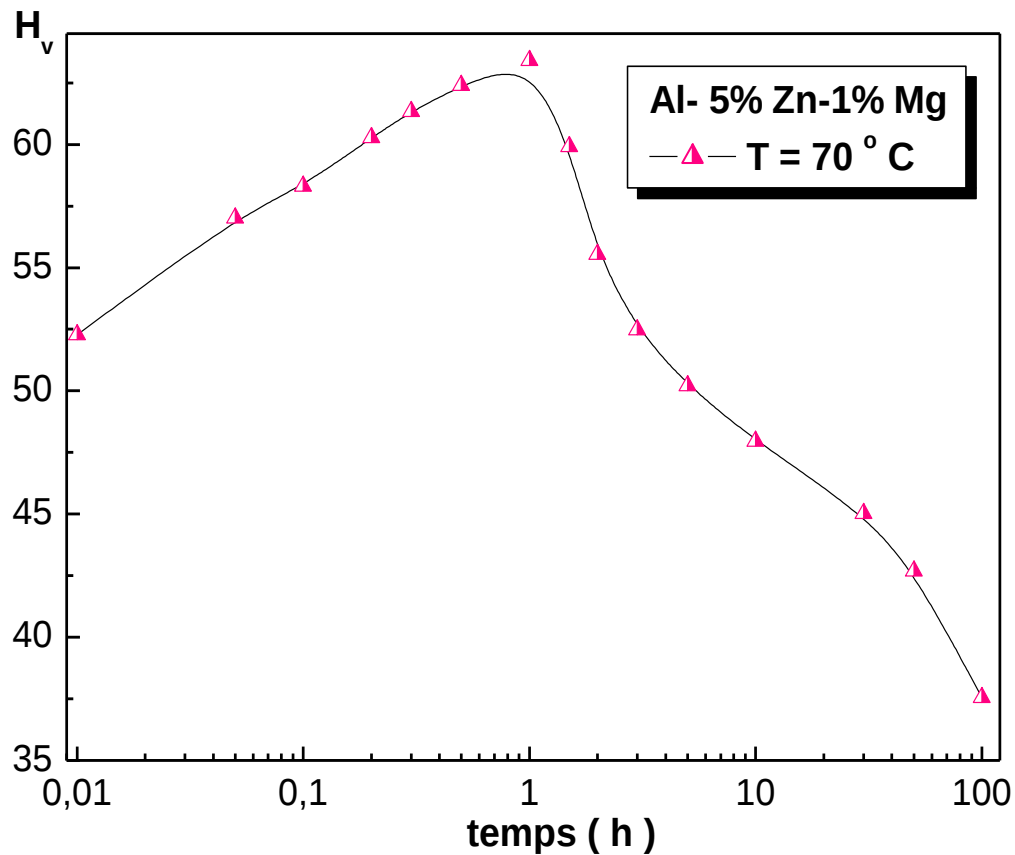


Fig. IV.2. Courbe isotherme de dureté de Vickers à $T = 70^\circ \text{C}$.

L'isotherme de dureté (fig. IV.2) montre, à 70°C , un durcissement croissant qui évolue vers un maximum obtenu après un revenu de 1 heure. La dureté diminue par la suite progressivement même pour des temps allant jusqu'à 100 heures.

L'augmentation de la dureté serait due à la formation et la croissance des zones Guinier – Preston (GP). Leur formation maximale, à la température de 70°C , donnerait une dureté maximale ($H_v = 64$). La diminution de cette dureté serait due à la coalescence de ces précipités GP au profit de la seconde phase η' .

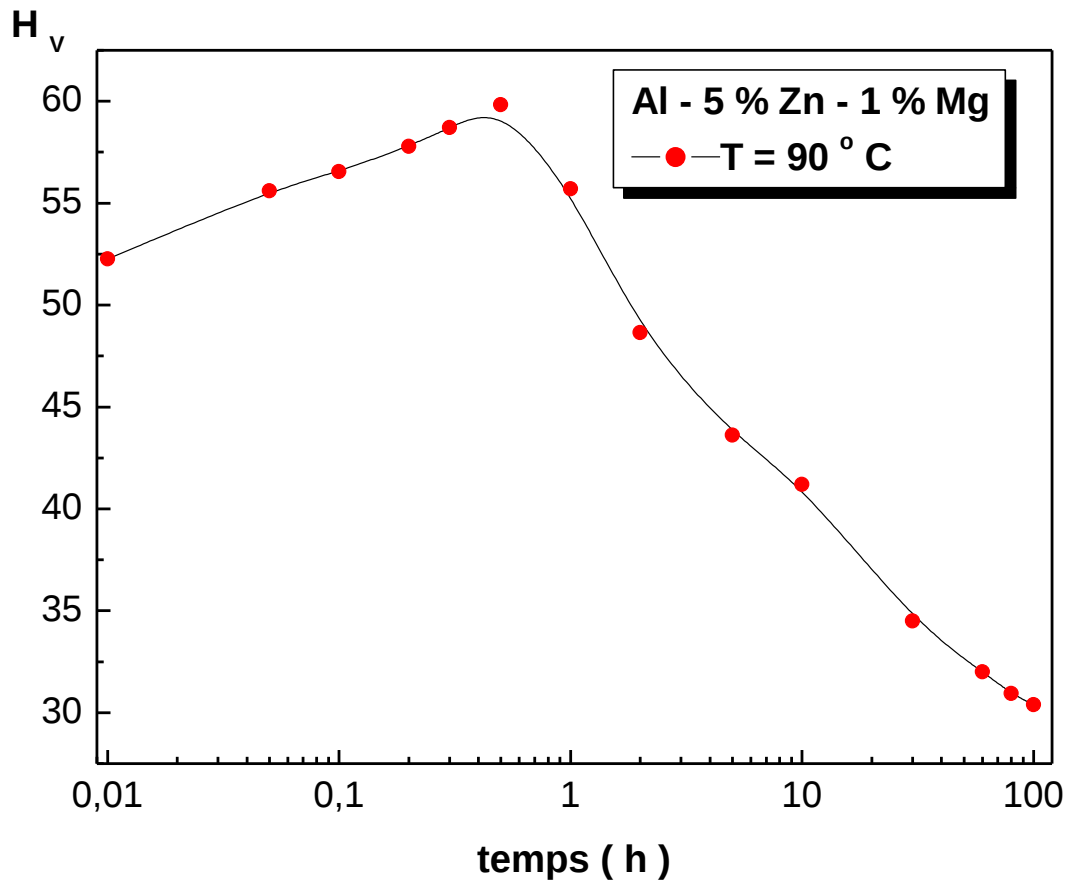


Fig. IV.3. Courbe isotherme de dureté de Vickers à $T = 90^{\circ}\text{C}$.

L'isotherme de dureté (fig.IV.3) montre, à 90°C une augmentation rapide de dureté jusqu'à 30 minutes, pour une valeur maximale de dureté ($H_v = 60$), la dureté diminue pouvant atteindre ($H_v = 32$) pour 100h.

L'augmentation de la dureté serait aussi due à la formation et la croissance des zones Guinier –Preston (GP). Leur formation maximale, à 90°C , est plus rapide en raison de l'apport énergétique sous forme calorifique plus important à 90°C qu'à 50°C . La diminution de la dureté serait due à la coalescence de ces zones dans le profit de la phase second η' .

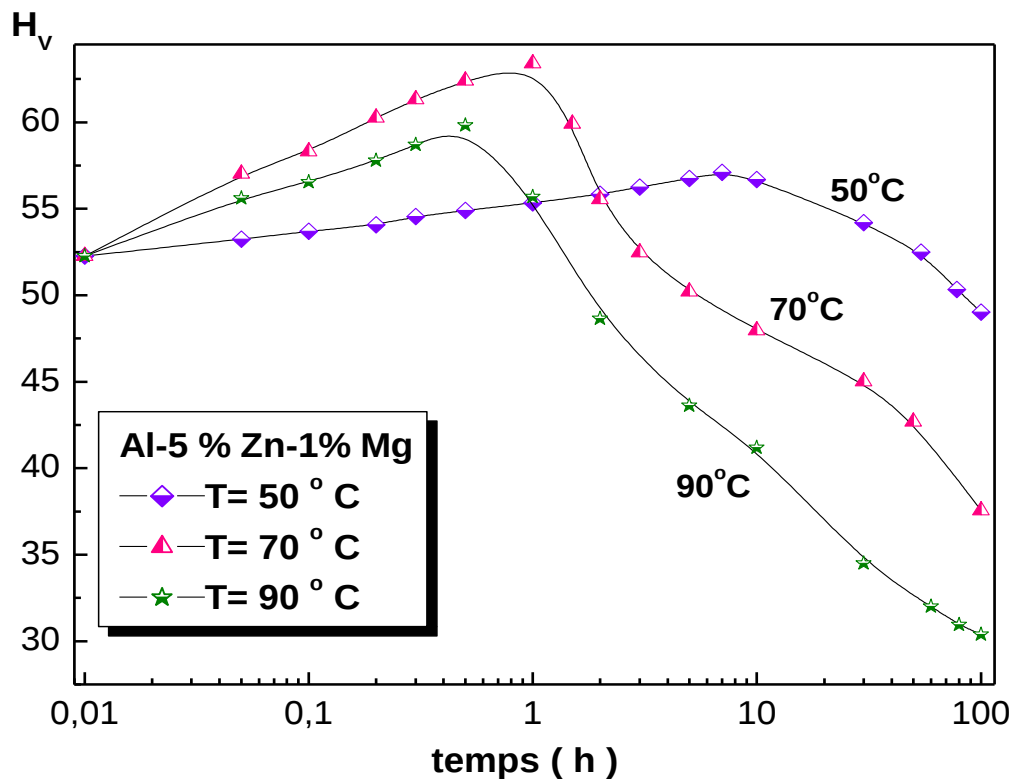


Fig.IV.4.Courbes isothermes de dureté de Vickers.

Les courbes d'isothermes (fig.IV.4) montrent un maximum de durcissement pour un traitement de revenu à $T = 70^{\circ}\text{C}$. Les traitements à $T = 50^{\circ}\text{C}$ donnent un durcissement moins avec une cinétique de précipitation très lente.

Les alliages ayant subi des traitements à $T = 90^{\circ}\text{C}$ présentent une valeur de durcissement inférieur à ceux traités à $T = 70^{\circ}\text{C}$. Leur cinétique de précipitation est aussi plus rapide.

L'augmentation de la température de revenu favorise la diffusion des atomes de soluté qui accélère les mécanismes de précipitation des zones GP.

IV.1.A.2.Influence de la température sur la cinétique de croissance des zones Guinier-Preston :

La fraction volumique f est déterminée à partir des courbes isothermes par l'expression

suivante [25]:

$$f = \left[\frac{H_v(t) - H_v(o)}{H_v(\text{max}) - H_v(0)} \right]^3$$

La cinétique de précipitation (ou de croissance) des zones GP obéit à la loi de **Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov** :

$$F(t) = 1 - \exp [-(k t)^n]$$

Avec : n est le paramètre de croissance et k une constante.

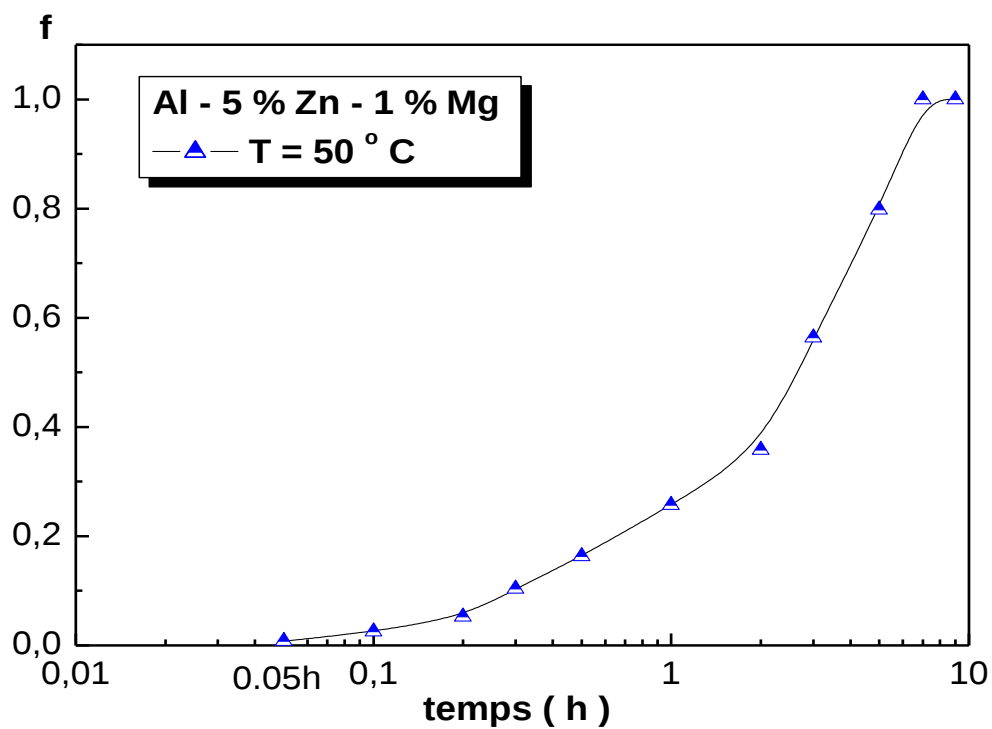


Fig.IV.5.Evolution, en fonction de temps de la fraction volumique à 50°C .

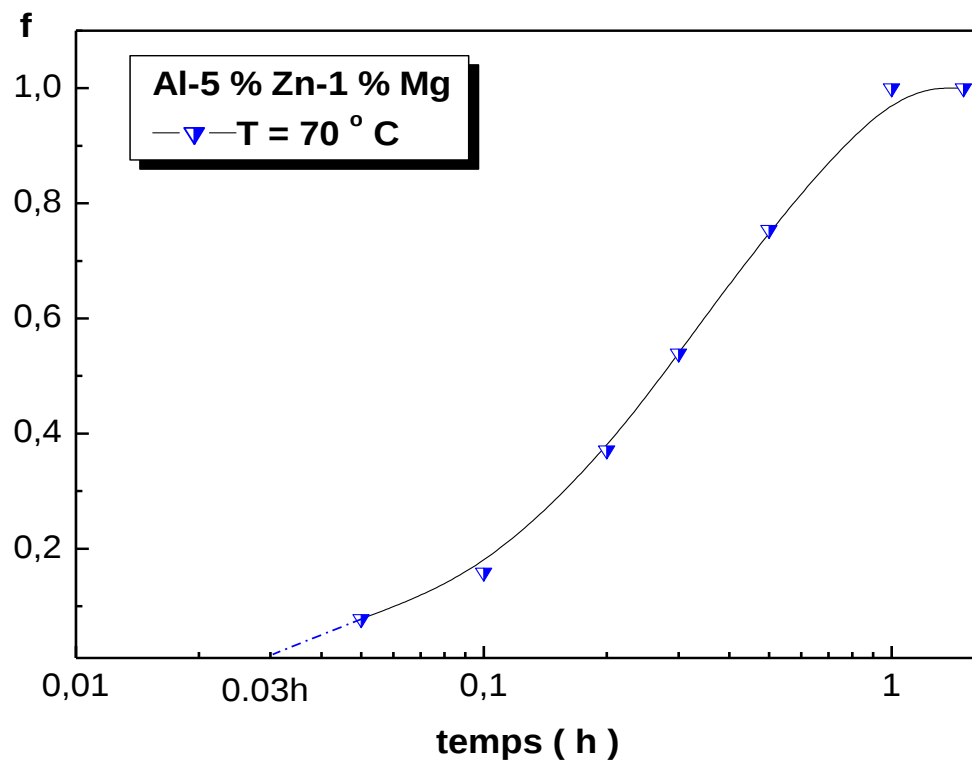


Fig. IV.6. Evolution, en fonction de temps de la fraction volumique à 70°C .

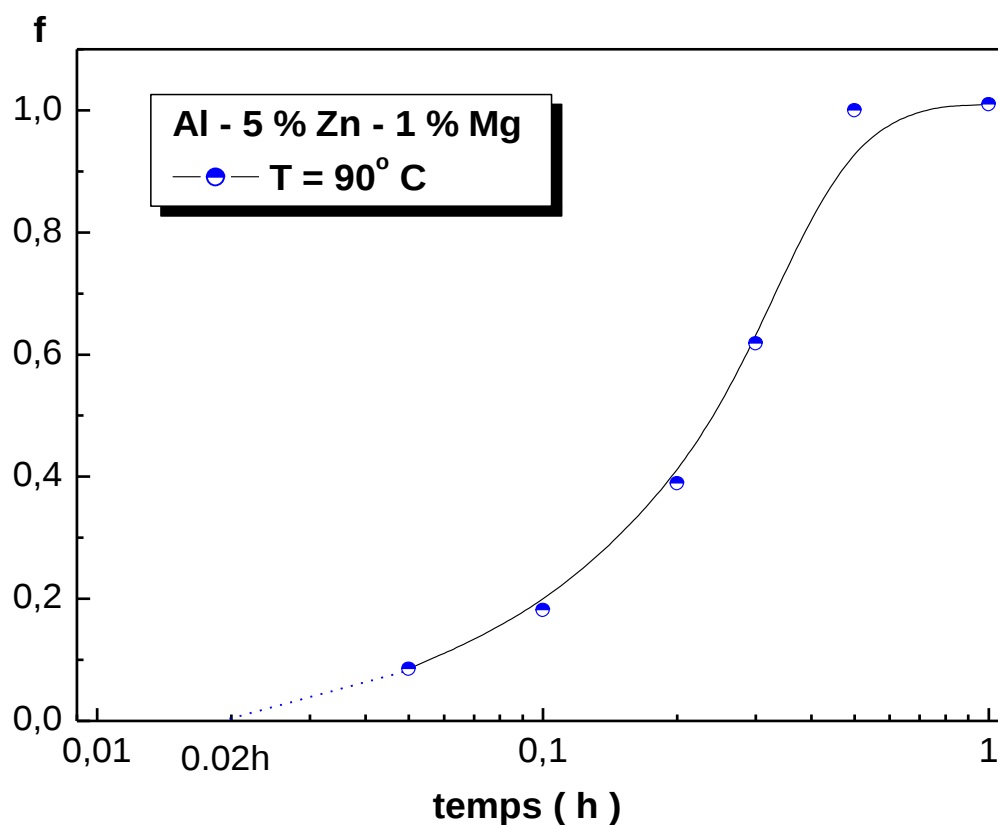


Fig. IV.7. Evolution, en fonction de temps de la fraction volumique à 90°C .

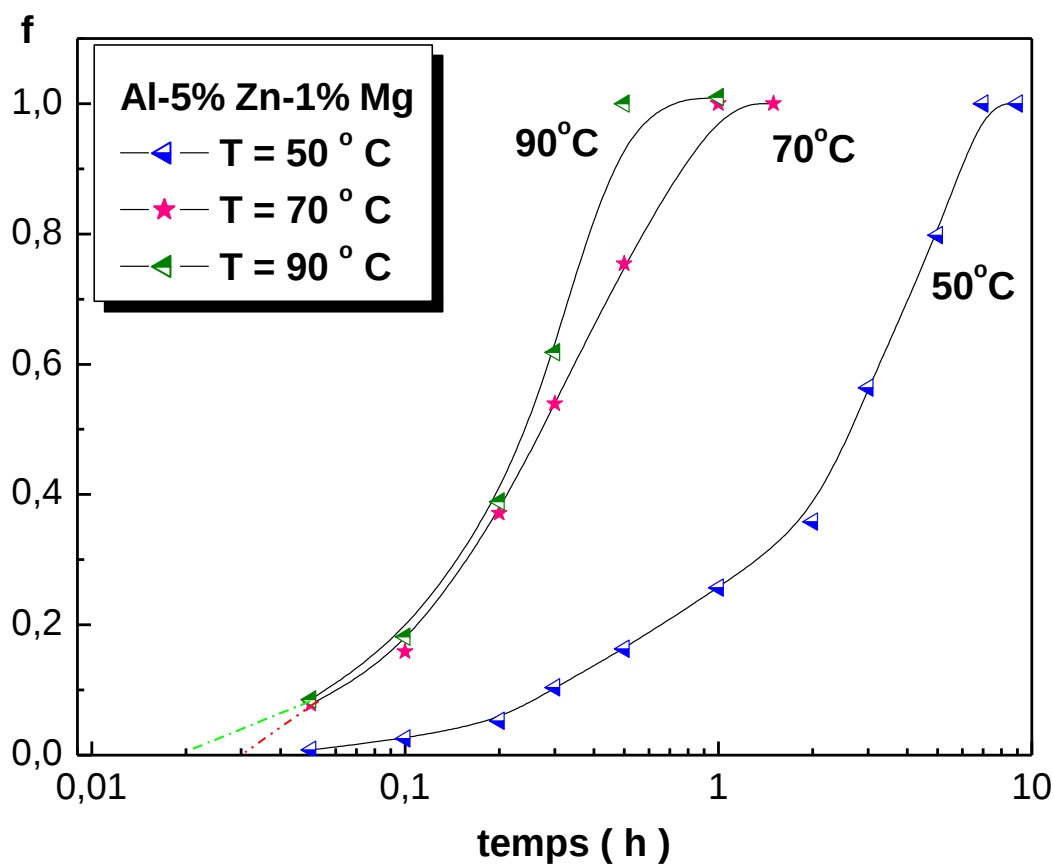


Fig.IV.8. Evolution en fonction des temps de la Fraction volumique.

- La cinétique de croissance des zones GP est rapide à $T = 70^{\circ}\text{C}$ avec un temps d'incubation est de quelque centaines de secondes, elle est plus rapide à $T = 90^{\circ}\text{C}$ pour un temps d'incubation de quelque dizaines de secondes, La croissance est très lente pour les traitements de revenu à $T = 50^{\circ}\text{C}$ pour un temps d'incubation vaut 3 minutes.
- L'augmentation de la température favorise la diffusion des atomes de solutés qui donne une accélération de la cinétique de précipitation des zones GP dans cet alliage.

Le calcul de $\text{Log Log } (1 / 1-F) = n \text{ Log } t + n \text{ Log } k$ permet de déterminer le paramètre de croissance **n** : **pen**te, **k** constante.

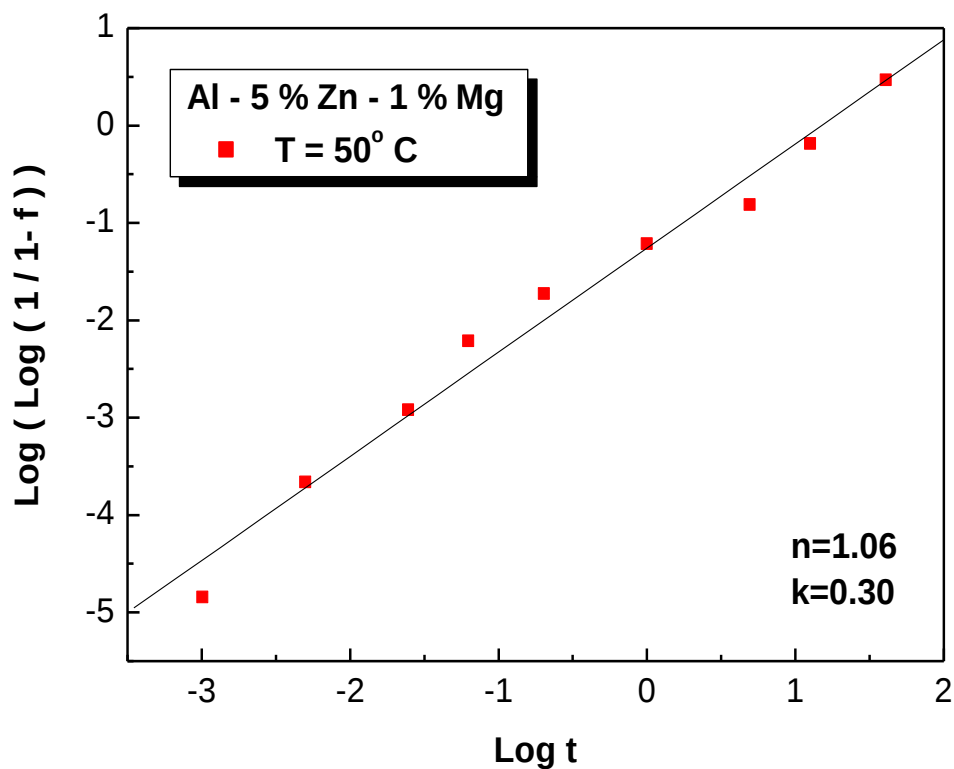


Fig.IV.9.Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 50^{\circ}\text{C}$.

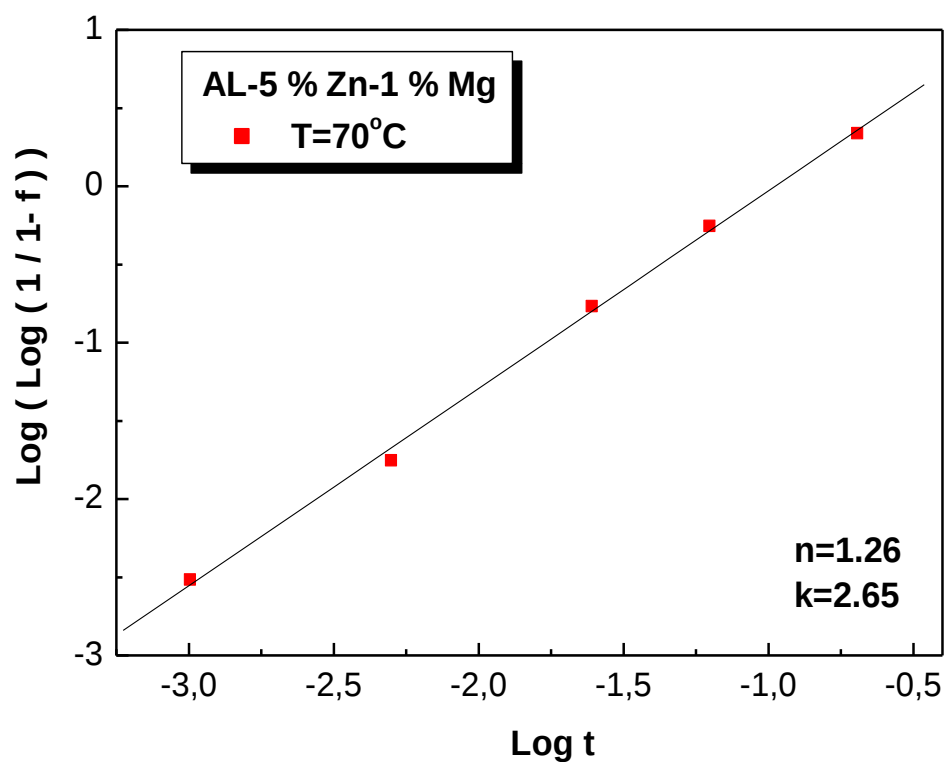


Fig.IV.10.Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 70^\circ\text{C}$.

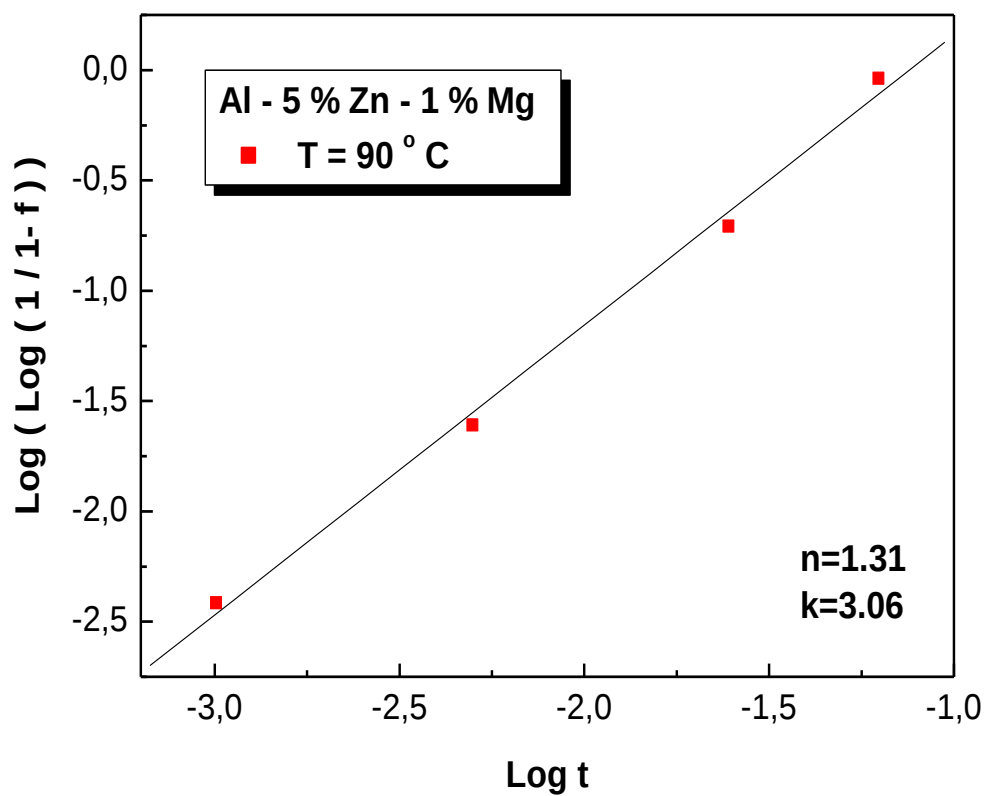


Fig.IV.11.Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 90^\circ\text{C}$.

- Tableau récapitulatif donne les valeurs de n et K.

T° C	n	K
50	1,06 ± 0,05	0.30
70	1,26 ± 0,03	2.65
90	1,31 ± 0,06	3.06

On peut conclure :

- L'élévation de la température de revenu favorise la formation et la croissance des zones GP par la diffusion des atomes de soluté.
- Cette croissance des zones GP est plus rapide au cours d'un revenu à T= 90 ° C.
- pour l'alliage Al-5% Zn 1%Mg, les courbes qui déterminent le paramètre de croissance n ($0.5 < n < 2.5$) sont des droites donc la loi de Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov est vérifiée pour les traitements de revenu à T = 50°C ,70°C et 90° C.

IV.1.A.3.Influence du temps de revenu sur la formation de la Phase η' :

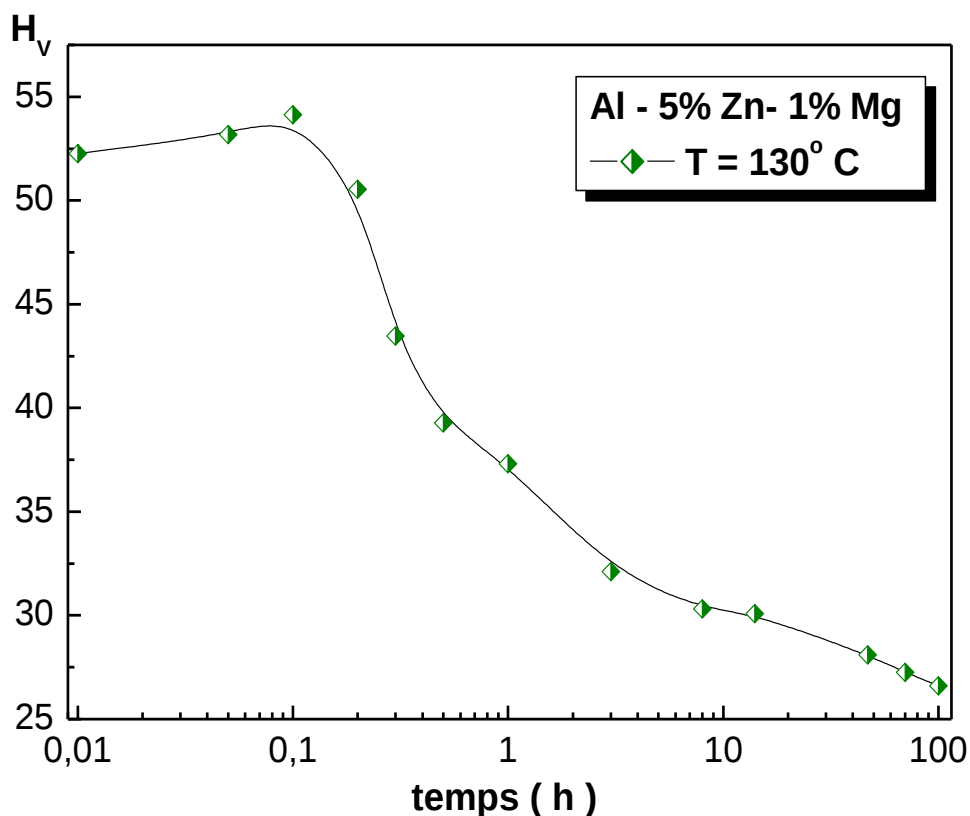


Fig. IV.12.Courbe isotherme de dureté de Vickers à T = 130 °C.

L'isotherme (fig. IV.12) montre, à 130°C, un durcissement allant jusqu'à 6 minutes de revenu. La dureté diminue jusqu'à 100 heures. Le durcissement serait dû à la formation et la croissance des précipités métastables η' . La diminution de la dureté serait due à la coalescence de ces précipités semi cohérents qui seraient contournés par les dislocations lors de la mesure de la dureté.

IV.1.A.4. Influence du temps de revenu sur l'adoucissement :

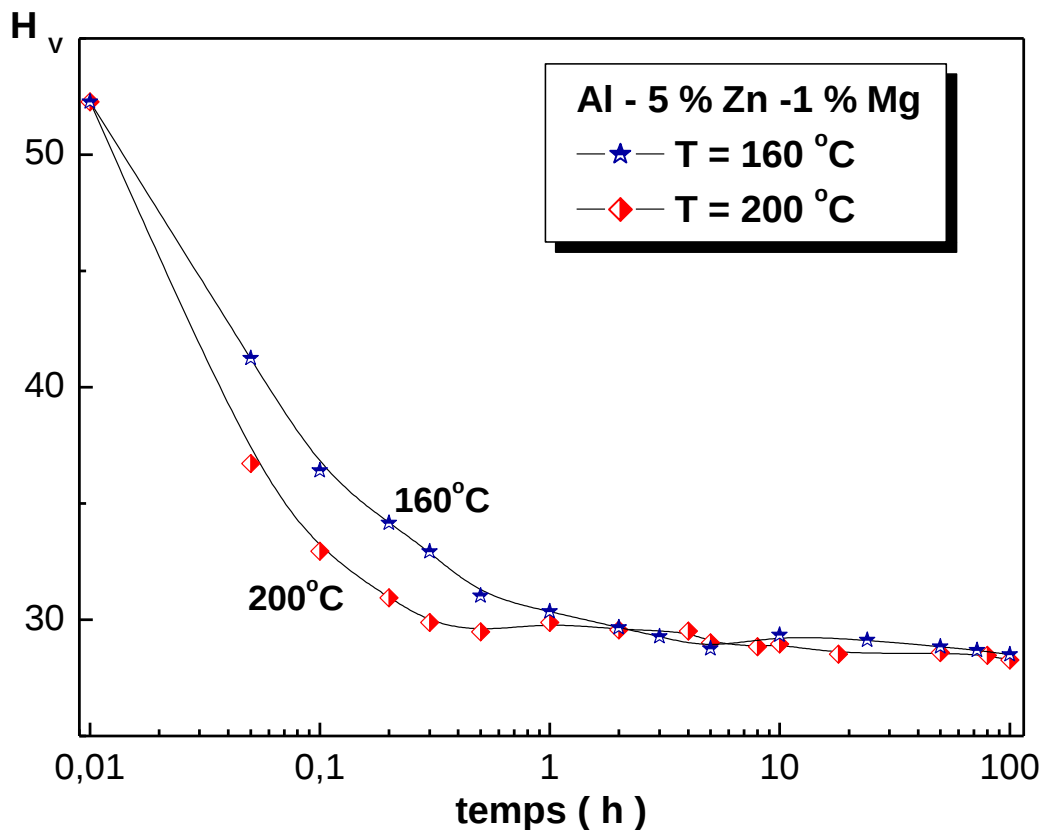


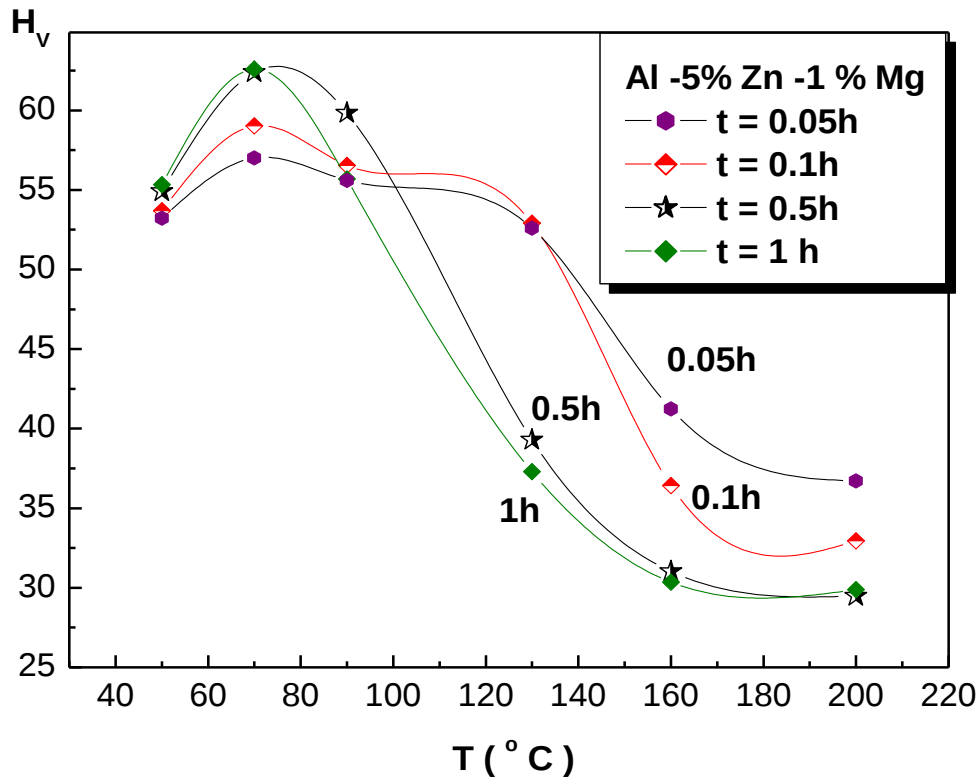
Fig. IV.13. Courbes isothermes de dureté de Vickers.

L'isotherme de dureté (fig. IV.13) montre, à 160°C, une diminution rapide de la dureté à partir de 3 minutes allant jusqu'à 3 heures de revenu. Au-delà la dureté se stabilise jusqu'à 100 h.

L'isotherme de dureté (fig. IV.13) montre, à 200°C, une diminution plus rapide de dureté jusqu'à 1 heure de revenu. Au-delà la dureté se stabilise jusqu'à 100 h. Cette stabilité serait due à la précipitation de la phase d'équilibre finale η .

Ces courbes montrent que le phénomène d'adoucissement est accéléré à 200°C. Ce phénomène serait dû aussi à la précipitation de la phase d'équilibre η .

IV.1.A.5. Influence de la température de revenu sur la précipitation :

Fig. IV.14. Courbes isochrones de dureté H_V .

Les courbes isochrones ($t=0.05h$, et $0.1h$, $t=0.5h$, et $1h$) montrent une augmentation de dureté de Vickers dans le maximum est atteint pour $T_G = 70^\circ C$. Cette valeur de température correspond à la formation totale de la phase pré- précipitation (Zones GP).

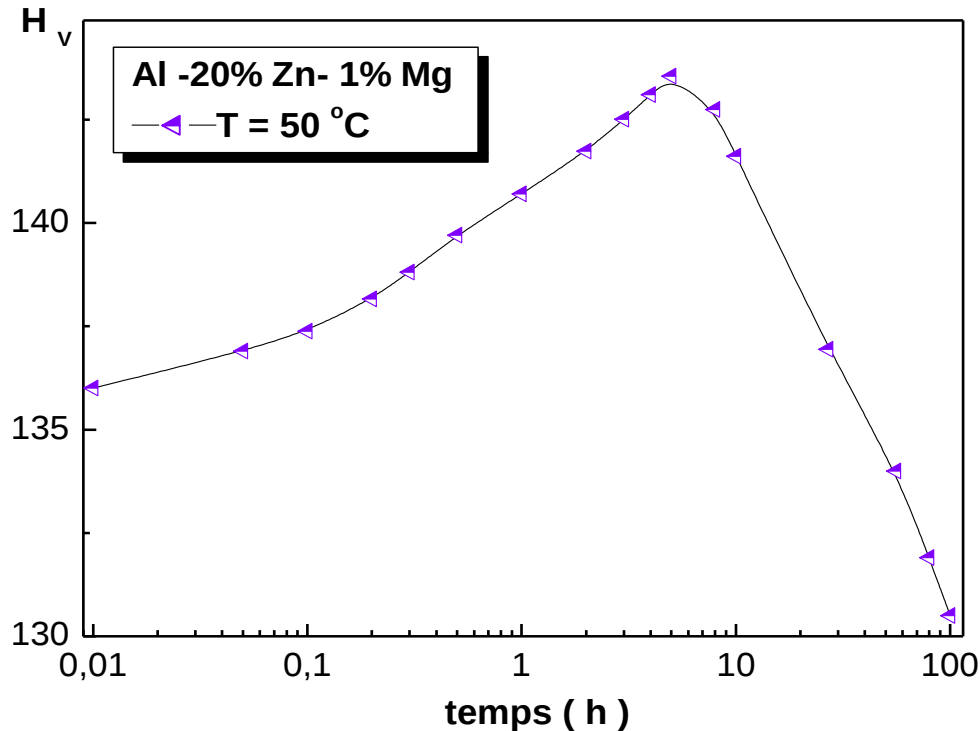
Pour les temps de revenu de ($0.05h$ et $0.1h$) il y a une réversion des zones GP à la température de $90^\circ C$ (dissolution de ces zones), les atomes dissous contribuent à la formation de la phase seconde η' . On note un léger durcissement qui passe par une valeur de dureté ($H_V = 53$) aux environs de la température $130^\circ C$. Celui-ci n'est pas aussi important que celui obtenu par la formation des (zones GP). Ce durcissement serait dû à la formation de la phase métastable η' .

La dureté diminue à partir de la température de $160^\circ C$ jusqu'à $200^\circ C$, cet adoucissement serait dû à la précipitation de la phase d'équilibre η .

Les courbes pour les temps de revenu compris entre $0.5h$ et $1h$ montrent une diminution de dureté à partir de la température de $90^\circ C$ jusqu'à $200^\circ C$. On observe alors un adoucissement qui serait dû à la précipitation de la phase d'équilibre η .

IV.1.B.L'alliage Al - 20% Zn- 1% Mg :

IV.1.B.1 Influence du temps de revenu sur la dureté :

Fig. IV.15.Courbe isotherme de dureté Vickers à $T = 50^{\circ}\text{C}$.

L'isotherme de dureté (fig.IV.15) montre, à 50°C , un accroissement progressif de la dureté à partir de l'état trempé ($H_v = 136$). Le maximum est atteint après un revenu de 5 heures à 50°C . Au-delà de cette valeur apparaît une diminution progressive de la dureté allant même jusqu'à 100 heures. Après un revenu pour des temps supérieurs à 20 heures, l'alliage redevient moins dur qu'à l'état juste trempé.

Le durcissement serait dû au début de la formation des zones GP, la diminution de dureté serait due à la coalescence de ces zones.

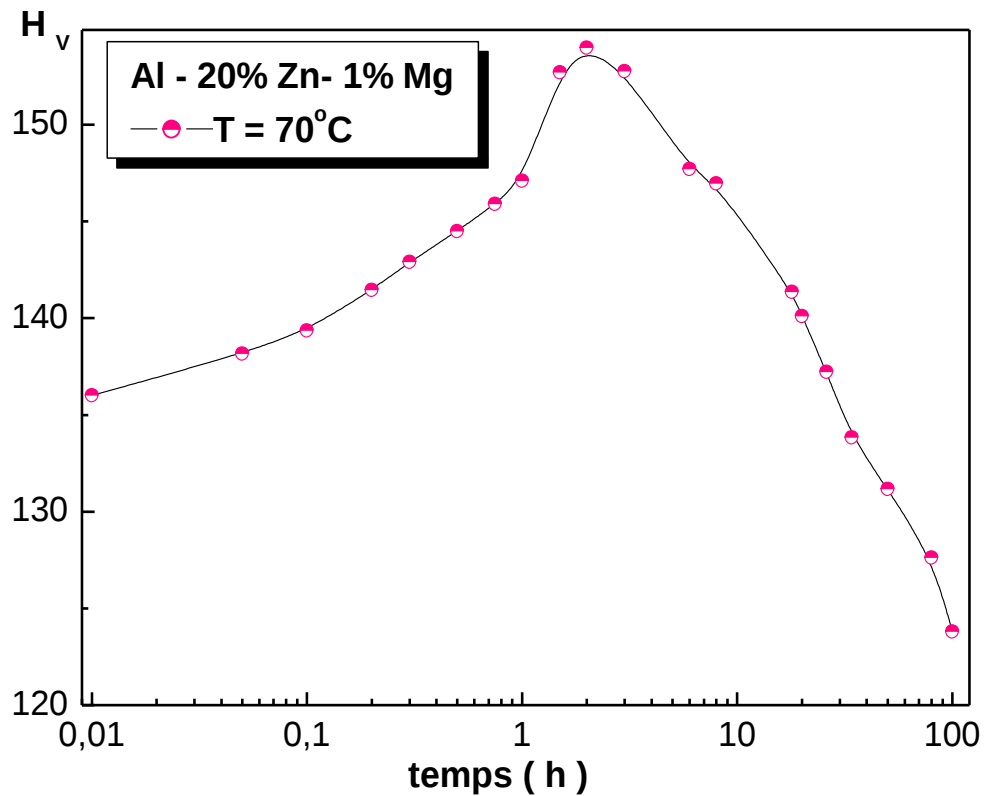


Fig. IV.16. Courbe isotherme de dureté de Vickers à $T = 70^\circ\text{C}$.

L'isotherme de dureté (fig. IV.16) montre, à 70°C , aussi un durcissement progressif mais plus rapide qu'à 50°C . Le maximum de dureté est obtenu après environ 2 heures de revenu. Par la suite, la dureté rediminue jusqu'aux 100 h pour une valeur de dureté ($H_v = 124$).

L'augmentation de la dureté serait due à la formation et la croissance des zones Guinier – Preston (GP) qui sont cohérentes avec la matrice. La formation maximale de ces zones, à la température 70°C , donnerait une dureté maximale ($H_{v\text{ max}} = 154$). La diminution de la dureté serait due à la coalescence de ces précipités GP.

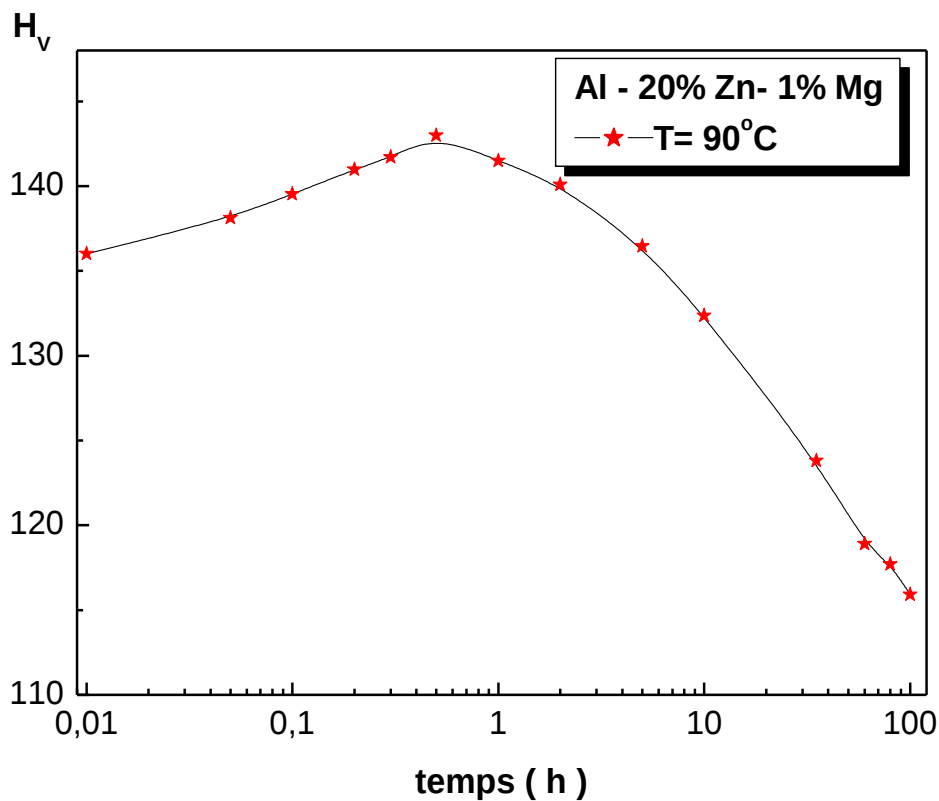


Fig.IV.17.Courbe isotherme de dureté de Vickers à $T = 90^\circ\text{C}$.

L'isotherme de dureté, (fig.IV.17) montre, à 90°C , une augmentation très rapide à partir 0.1h (6mn) de revenu. Le maximum de dureté est très rapidement atteint (après 30 minutes de maintien à 90°C). Au-delà, la dureté diminue pour atteindre une valeur de ($H_v = 116$) à $t = 100\text{h}$.

L'augmentation de la dureté serait aussi due à la formation et la croissance des zones Guinier –Preston (GP). Leur formation maximale, à 90°C est plus rapide, en raison de l'apport énergétique sous forme calorifique, plus important à 90°C qu'à 50°C .

La valeur maximale de la dureté ($H_{v \text{ MAX}} = 143$) se traduirait par une cinétique de précipitation des zones GP très rapide en raison de l'accélération du phénomène de diffusion, à la sursaturation en lacunes, des atomes de solutés de Zn dans la matrice d'Al.

La diminution de la dureté serait due à la coalescence de ces mêmes précipités GP au profit de la seconde phase η' .

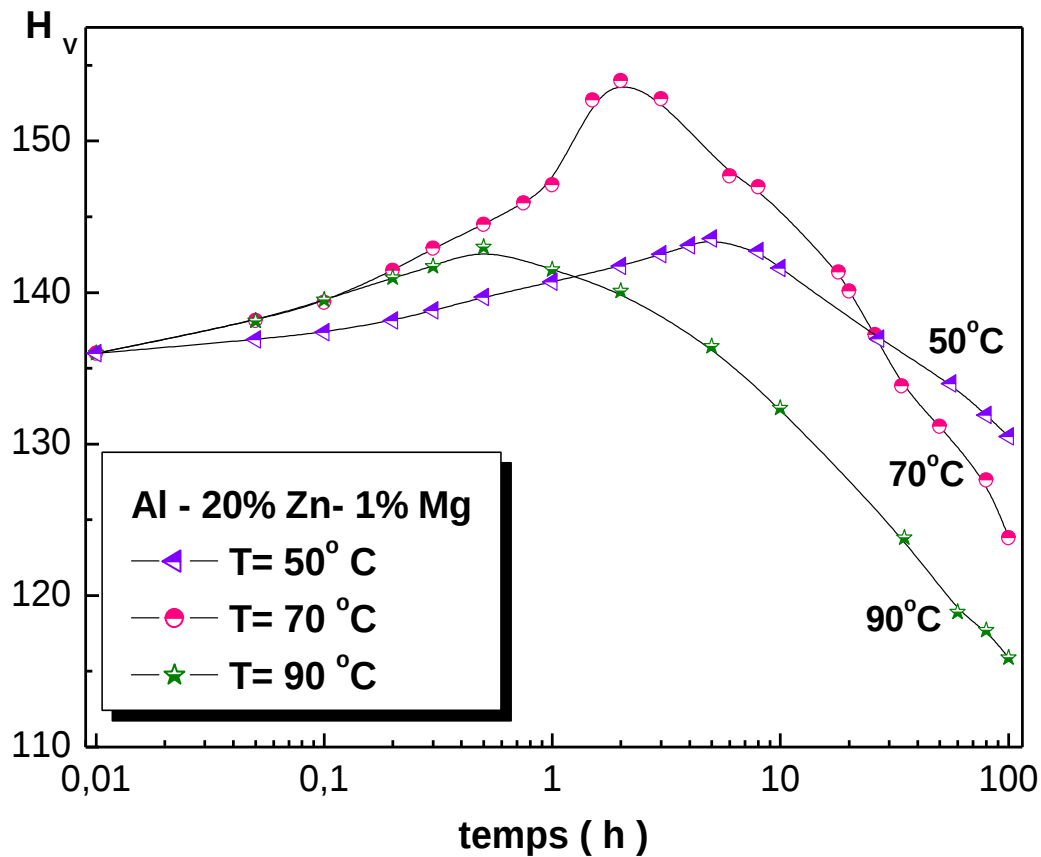


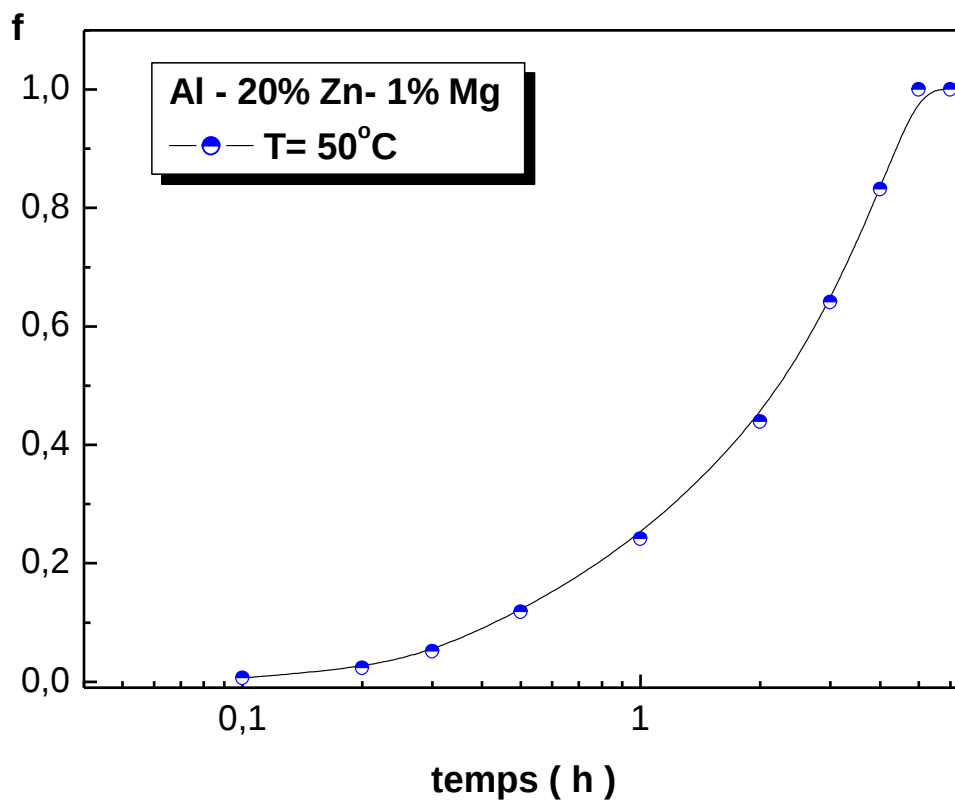
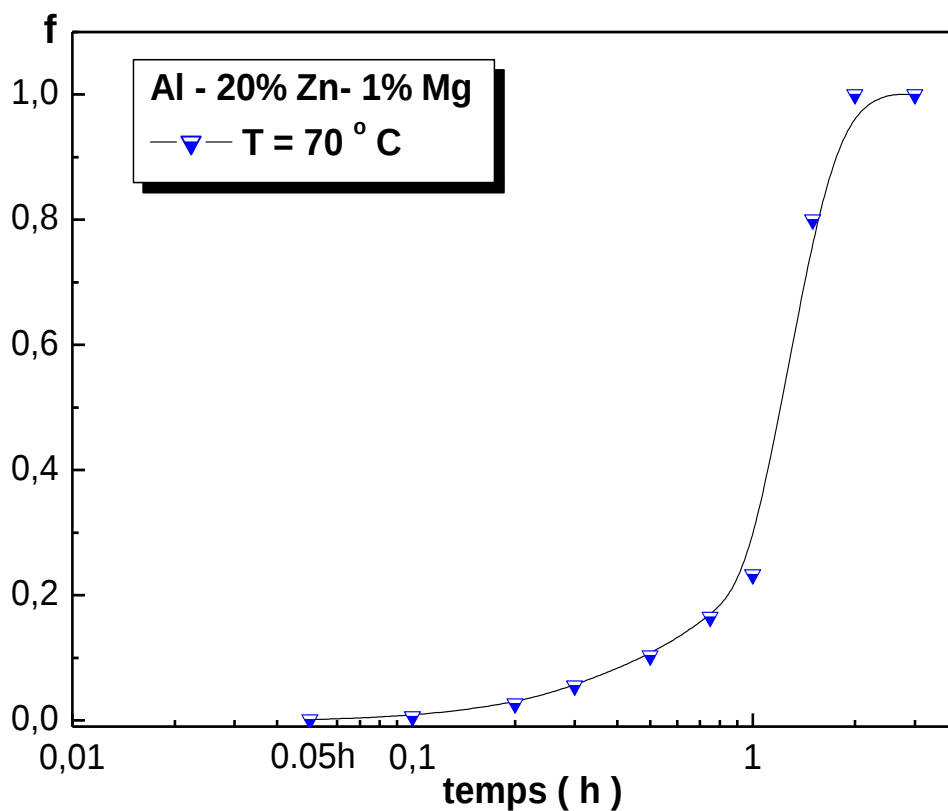
Fig. IV.18. Courbes isothermes de dureté de Vickers.

Les courbes d'isothermes (fig.IV.18) montrent un maximum de durcissement pour un traitement de revenu à $T = 70^\circ\text{C}$. Les traitements à $T = 50^\circ\text{C}$, donnent un durcissement moins important avec une cinétique de précipitation plus lente.

Les traitements à $T = 90^\circ\text{C}$ donnent un durcissement moindre qu'à 70°C mais avec une cinétique de précipitation plus rapide.

L'augmentation de la température favorise la diffusion des atomes de solutés qui donne lieu à une accélération de la cinétique de précipitation des zones GP.

IV.1.B.2. Influence de la température sur la cinétique de croissance des zones Guinier-Preston :

Fig.IV.19.Evolution en fonction de temps de la fraction volumique à 50°C .Fig.IV.20. Evolution en fonction de temps de la fraction volumique à 70°C .

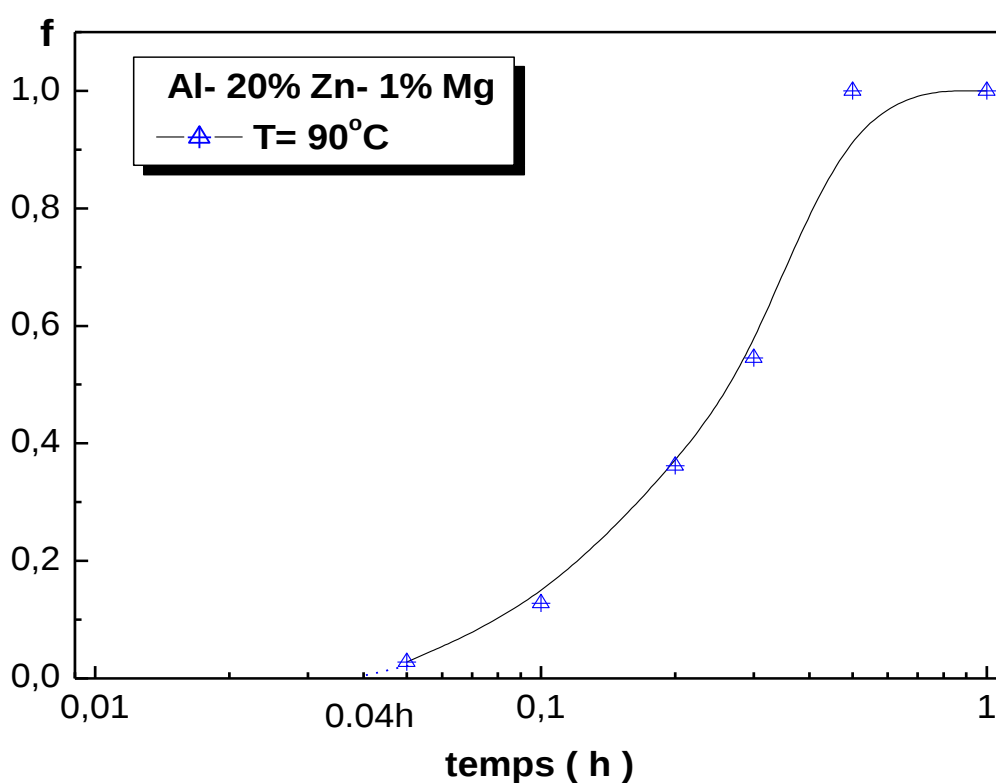


Fig.IV.21. Evolution en fonction de temps de la fraction volumique à 90°C .

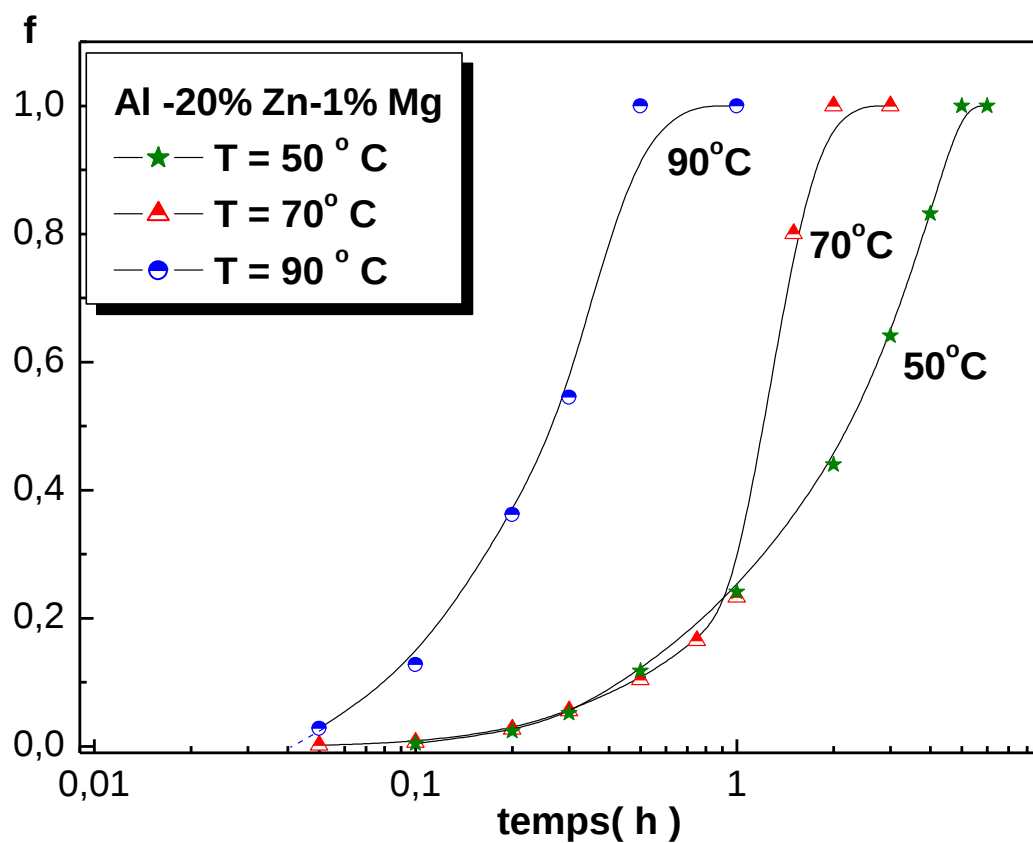


Fig.IV.22. Evolution en fonction de temps de la fraction volumique.

La cinétique de croissance des zones GP est très lente pour les traitements de revenu à $T = 50^{\circ}\text{C}$ avec un temps d'incubation de 6 minutes, est rapide à $T = 70^{\circ}\text{C}$; avec un temps d'incubation de 3 minutes. Cette croissance est plus rapide à $T = 90^{\circ}\text{C}$ pour un temps d'incubation de l'ordre de quelques centaines de secondes.

Le calcul de $\text{Log Log } (1 / 1-F) = n \text{ Log } t + n \text{ Log } k$ permet de déterminer le paramètre de croissance n par la déduction de la pente de la courbe et $n \log k$ sa valeur à l'origine.

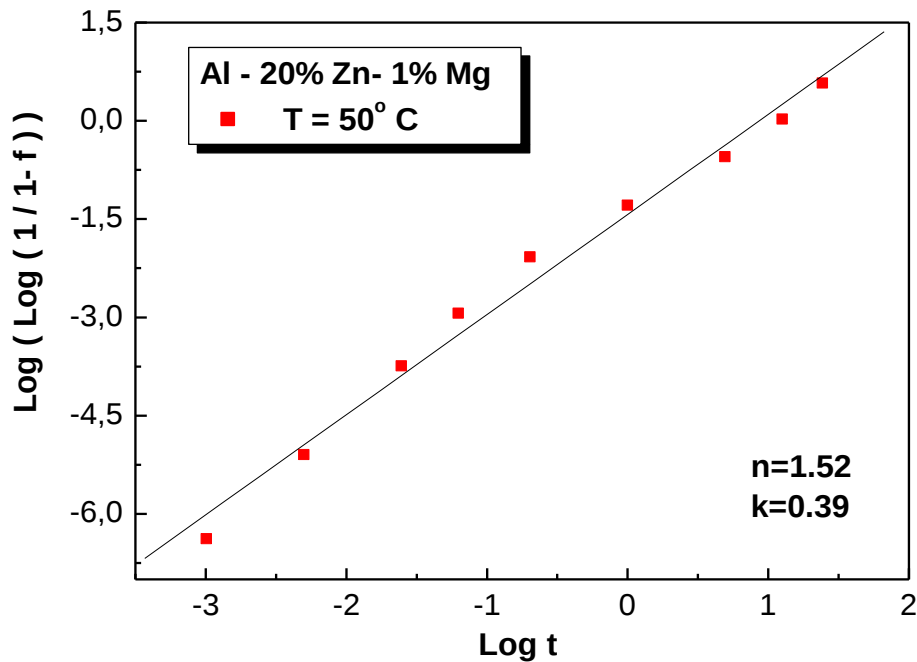


Fig. IV.23. Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 50^{\circ}\text{C}$.

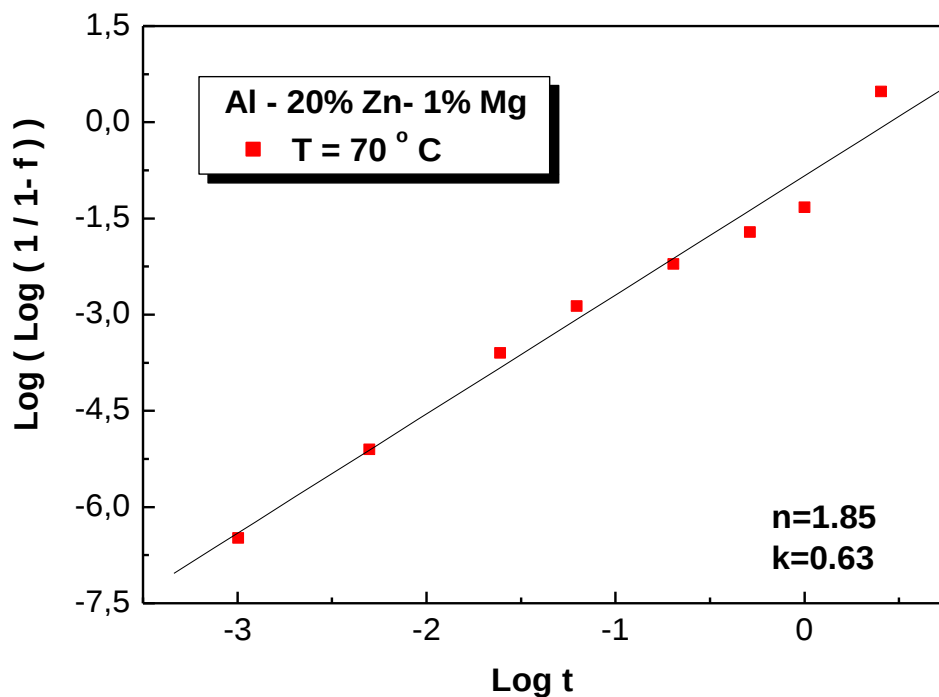


Fig. IV.24. Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 70^{\circ}\text{C}$.

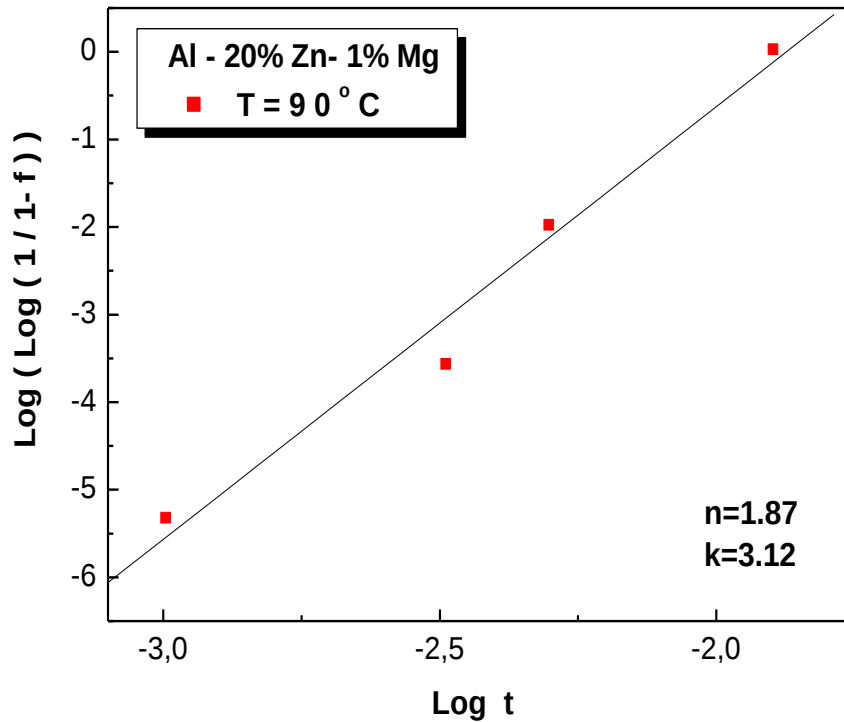


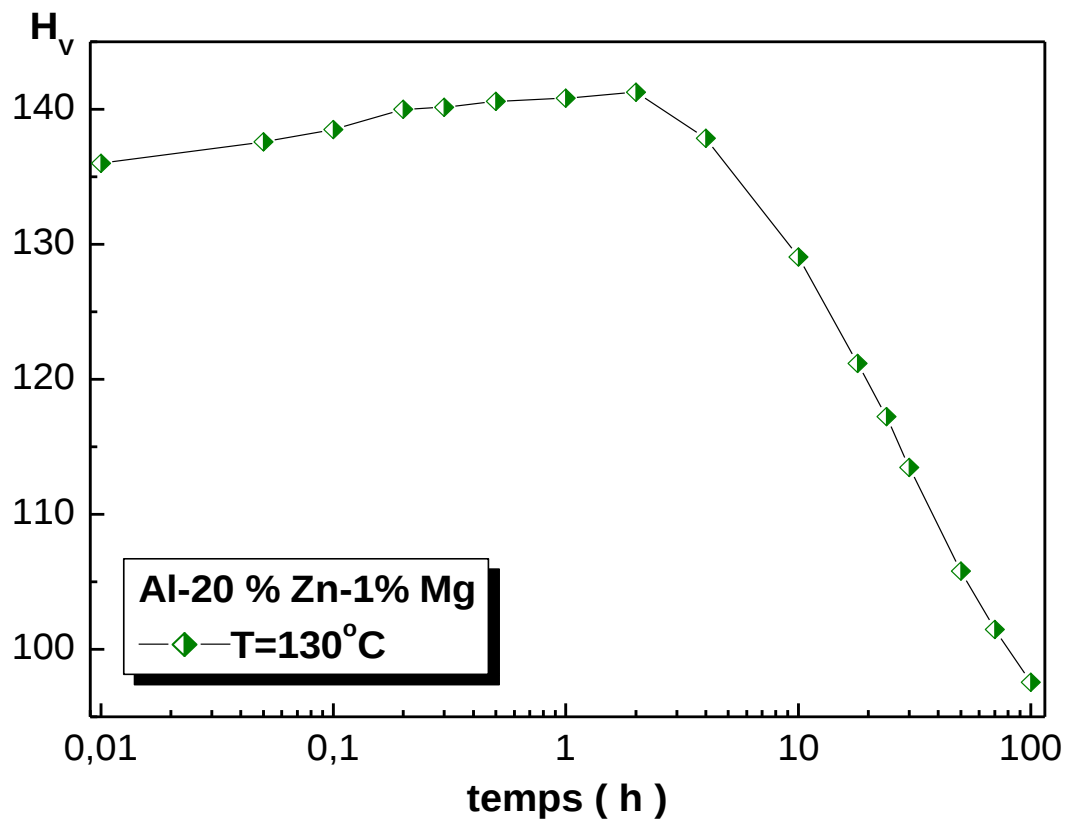
Fig.IV.25.Courbe déterminant le paramètre de croissance n à $T = 90^{\circ} \text{C}$.

- Tableau récapitulatif donne les valeurs de n et K .

T° C	n	K
50	1,52 ± 0,06	0.39
70	1,85 ± 0,11	0.63
90	1,87 ± 0,12	3.12

On peut conclure :

- L'augmentation de température de revenu favorise la diffusion des atomes de soluté qui accélère la formation des zones GP.
- À $T = 90^{\circ} \text{C}$, la croissance des zones GP est plus rapide.
- Pour l'alliage Al-20%Zn-1%Mg, les courbes qui déterminent le paramètre de croissance n ($0.5 < n < 2.5$) sont des droites donc la loi de Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov est vérifiée pour les traitements de revenu à $T = 50^{\circ}\text{C}$, 70°C et 90°C .

IV.1.B.3. Influence du temps de revenu sur la formation de la Phase η' :Fig.IV.26.Courbe isotherme de dureté de Vickers à $T = 130^\circ\text{C}$.

L'isotherme de dureté (fig.IV.26) montre, à 130°C un durcissement dont le maximum est atteint après 2 heures de maintien ($H_{V \text{ MAX}} = 142$). Au-delà la dureté diminue jusqu'à 100 heures.

L'augmentation de la dureté est due à la formation de la phase η' et la diminution serait due à la coalescence de ces précipité semi cohérents qui sont contournés par les dislocations.

IV.1.B.4. Influence du temps de revenu sur l'adoucissement :

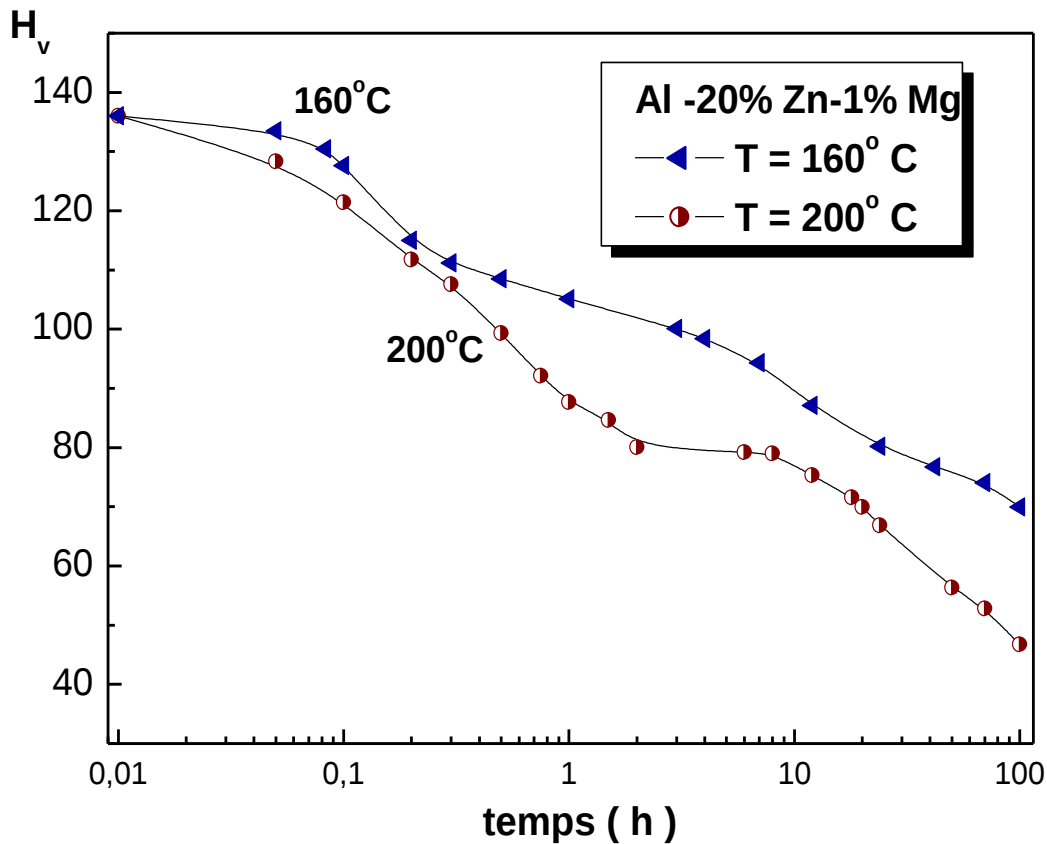


Fig. IV.27. Courbes isothermes de dureté de Vickers.

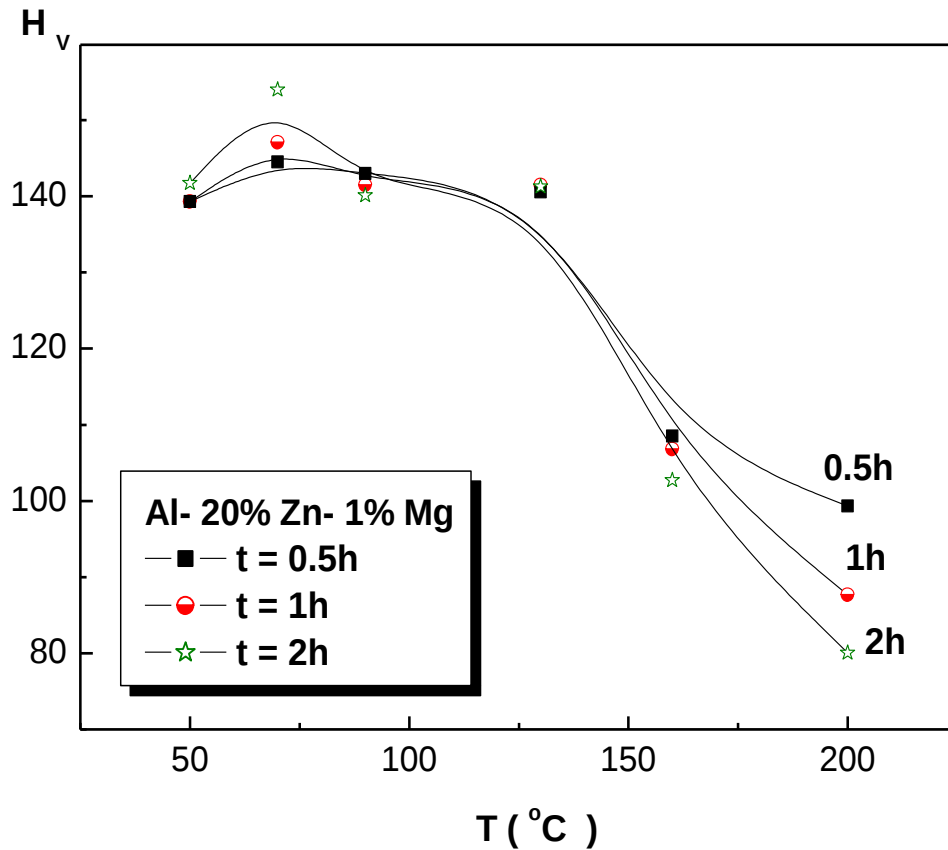
L'isotherme de dureté (fig.IV.27) montre, à 160°C, une diminution rapide de la dureté jusqu'à 100h de revenu, pour une valeur minimum de dureté ($H_V \text{ min} = 70$).

L'isotherme de dureté (fig.IV.27) montre, à 200°C, une diminution plus rapide de dureté jusqu'à 100h de revenu pour une valeur minimum de dureté ($H_V \text{ min} = 47$).

La diminution de la dureté serait due au début de la formation des précipités d'équilibre η à partir des traitements de revenu à 160°C. Cette phase d'équilibre est responsable du phénomène d'adoucissement dans cet alliage (phase adoucissante).

Pour les traitements de 200°C la diminution rapide de la dureté serait due à l'accélération de phénomène d'adoucissement par l'élévation de la température, cette élévation accélère la formation de la phase d'équilibre η , par la diffusion des atomes de soluté.

IV.1.B.5. Influence de la température de revenu sur la précipitation :

Fig.IV.28.Courbes isochrones de dureté H_v .

Les courbes isochrones (fig.IV.28) montrent une augmentation progressive de la dureté de Vickers dont le maximum est atteint pour $T_G = 70^{\circ}\text{C}$ pour les trois courbes. Cette température correspondant à la formation maximale de la phase de pré-précipitation (Zones GP).

Pour les trois temps de revenu (0.5h, 1h et 2h), la dureté diminue à la température 90°C , cette diminution serait due à la réversion des zones GP (dissolution des zones GP, et les atomes dissous contribuent à la formation de la phase η'). Un petit durcissement passe par une valeur de dureté ($H_v = 142$) aux environs de la température 130°C . Il n'est pas aussi important que celui obtenu par la formation des zones GP. Ce durcissement serait dû à la formation de la phase métastable η' .

La dureté rediminue à partir de la température 160°C jusqu'à 200°C , correspondant à l'adoucissement qui serait dû à la précipitation de la phase d'équilibre η .

IV.2. Micrographies :



**Micrographie1 pour Al-20% Zn -1%Mg
traité à 200°C pour 0.5h ; G=100.**



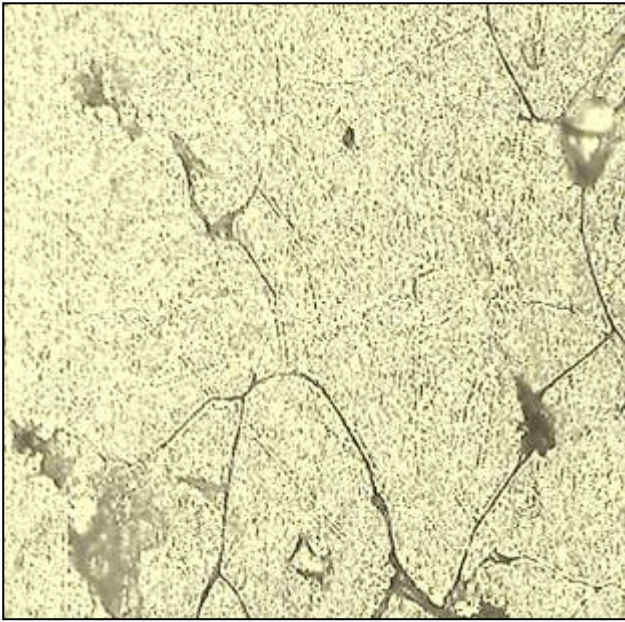
**Micrographie 2 pour Al-20% Zn -1%Mg
traité à 200°C pour 0.5h ; G=200.**



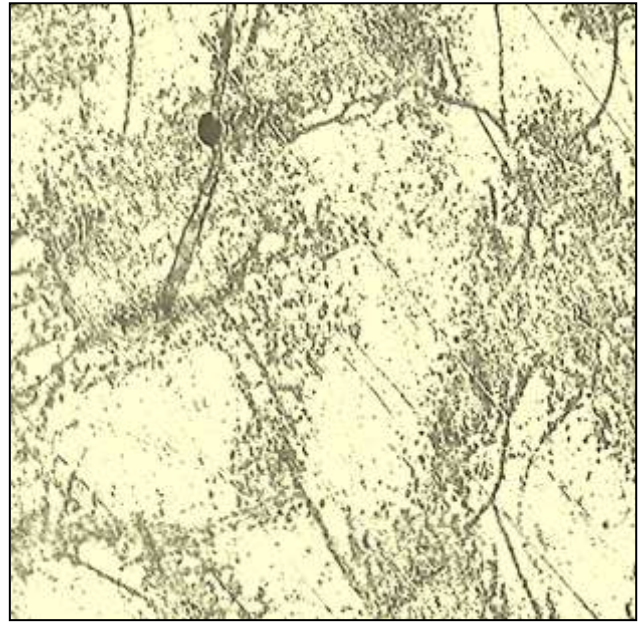
**Micrographie 3 pour Al-20% Zn -1%Mg
traité à 70°C pour 70h ; G=50.**



**Micrographie 4 pour Al-20% Zn -1%Mg
traité à 70°C pour 100h ; G=100.**



**Micrographie 5 pour Al-5% Zn 1%Mg
traité à 50°C pour 72h ; G=100.**



**Micrographie 6 Pour Al-20% Zn 1%Mg
traité à 50°C pour 100h ; G=100.**

La micrographie 1 montre des grains de différentes tailles. A ce stade, on a un début de coalescence des précipitées. On note aussi la présence de précipités d'équilibre finaux η dans ces grains.

La micrographie 2, montre que la précipitation semble homogène dans les échantillons analysés.

La micrographie 3 montre aussi des grains de différentes tailles. Les joints de grains sont nettement visibles. On pense que cet état correspond à un état de coalescence des zones GP, phénomène qui tend, après 70 heures à 70°C vers l'équilibre final stable.

Les micrographies 5 et 6 montrent des grains de tailles différentes (état de coalescence des zones GP).

IV.3.Caractérisations par diffraction aux rayons X :

L'intensité des raies de diffraction obtenue lors de l'exposition d'un échantillon à un rayonnement X est proportionnelle à la valeur du facteur de diffusion qui caractérise l'interaction entre les électrons de l'échantillon analysé et le faisceau de rayons x incidents. La figure 29 représente les variations de ce facteur diffusion en fonction de $\sin(\theta / \lambda)$ pour la matrice d'Al pur, pour les atomes de soluté Zn et pour les alliages Al-5% Zn 1%Mg et Al-20% Zn 1%Mg.

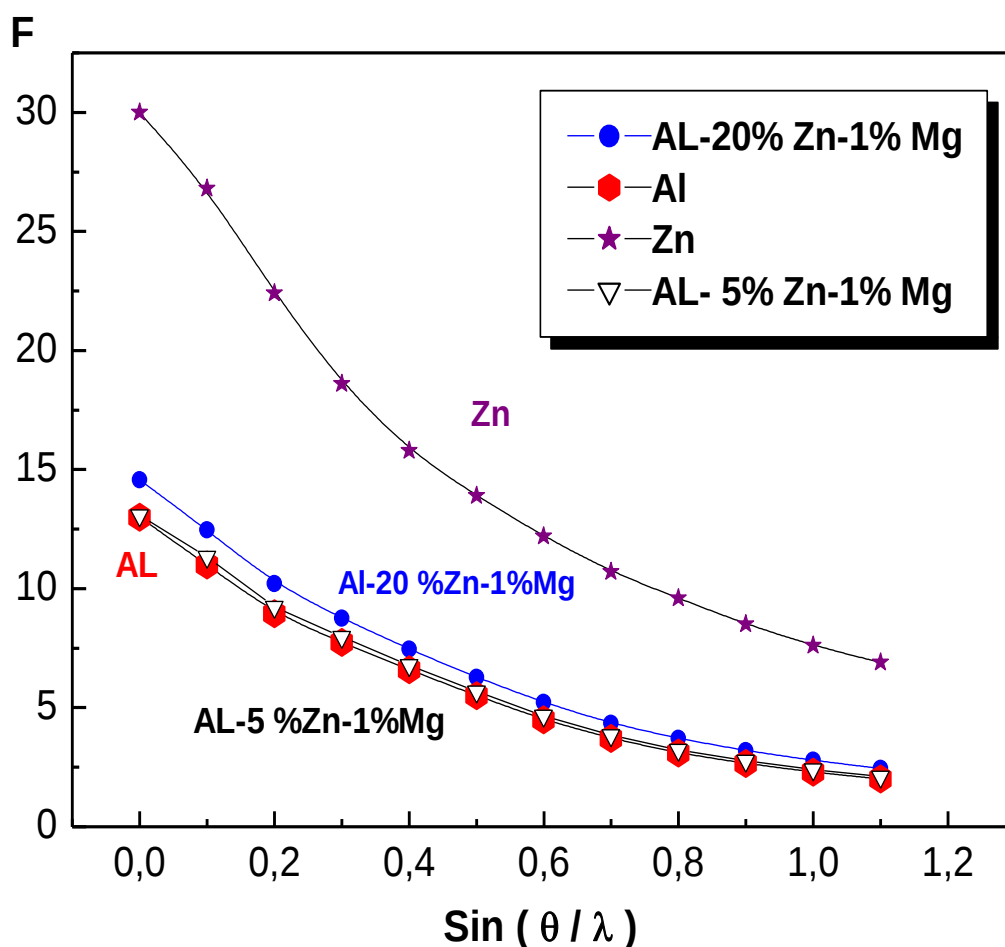


Fig.IV.29. Variations du facteur de diffusion du Zn, d'Al et des alliages Al-5% Zn 1%Mg et Al-20% Zn 1%Mg en fonction de $\sin(\theta / \lambda)$.

Les atomes de zinc ont un facteur de diffusion plus élevé par rapport aux atomes de l'aluminium. L'alliage Al-20% Zn 1%Mg a un facteur de diffusion plus élevé par rapport à l'alliage Al-5% Zn 1%Mg en raison du pourcentage atomique plus élevé en atomes de Zinc.

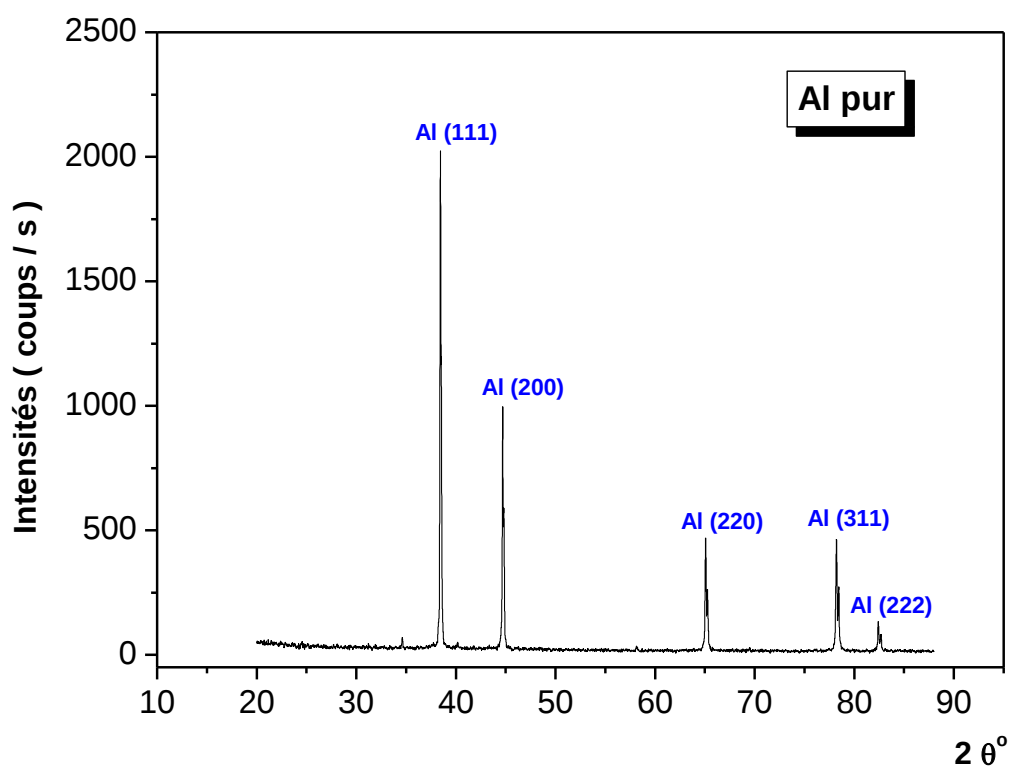


Fig. IV.30. Spectre de diffraction pour l'aluminium utilisé de pureté 99.99 %.

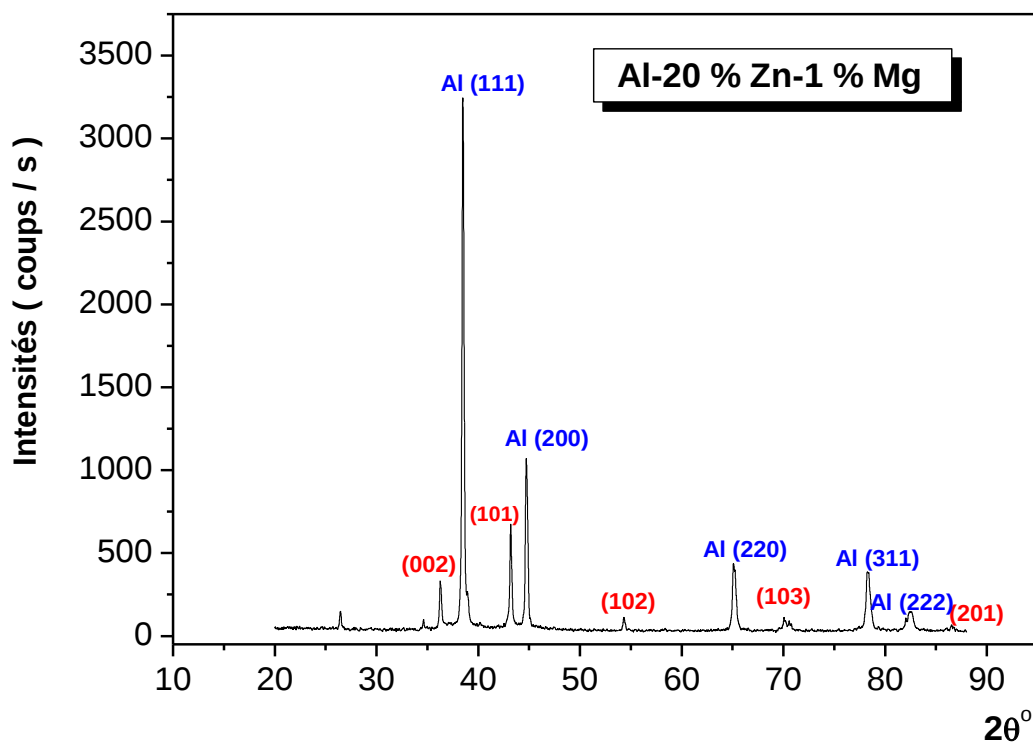


Fig.IV.31. Spectre de diffraction pour Al-20% Zn- 1%Mg non homogène.

Le spectre des rayons X (fig.IV.31) pour l'alliage Al-20%Zn-1%Mg ,après un refroidissement lent, montre des pics d'aluminium pour les cinq premières raies,(111),(200),(220),(311),(222). L'apparition des pics de zinc (002), (101), (102), (103), (201) serait dûe à la présence d'atomes de Zn qui évoluent, par diffusion dans la matrice.

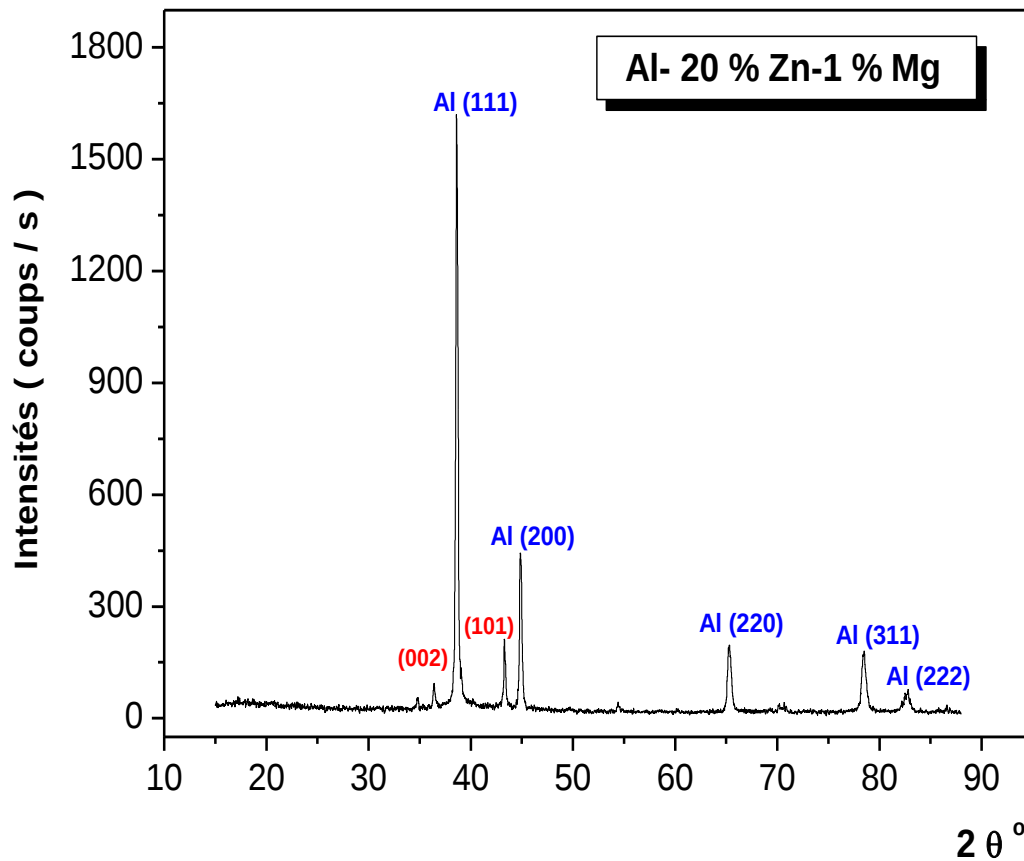


Fig.IV.32.Spectre de diffraction pour Al-20% Zn -1%Mg homogène.

Le spectre des rayons X pour l'alliage Al- 20 %Zn-1%Mg homogénéisé pendant dix jours (fig.IV.32) montre des pics d'aluminium pour les cinq premières raies. On note aussi la présence dans le diffractogramme de seulement deux pics correspondant aux deux premières raies du zinc (002) et (101). Ceci serait dû à l'évolution et à la substitution rapide par diffusion, après trempe, des atomes de zinc dans la matrice.

La variation élevée de la concentration de zinc ($\Delta X = 19\%$) entre l'état d'équilibre $X_{\alpha_{eq}}$ et l'état initial X_{α_0} à l'ambiante après la trempe donne un degré de sursaturation plus élevé en atomes du zinc.

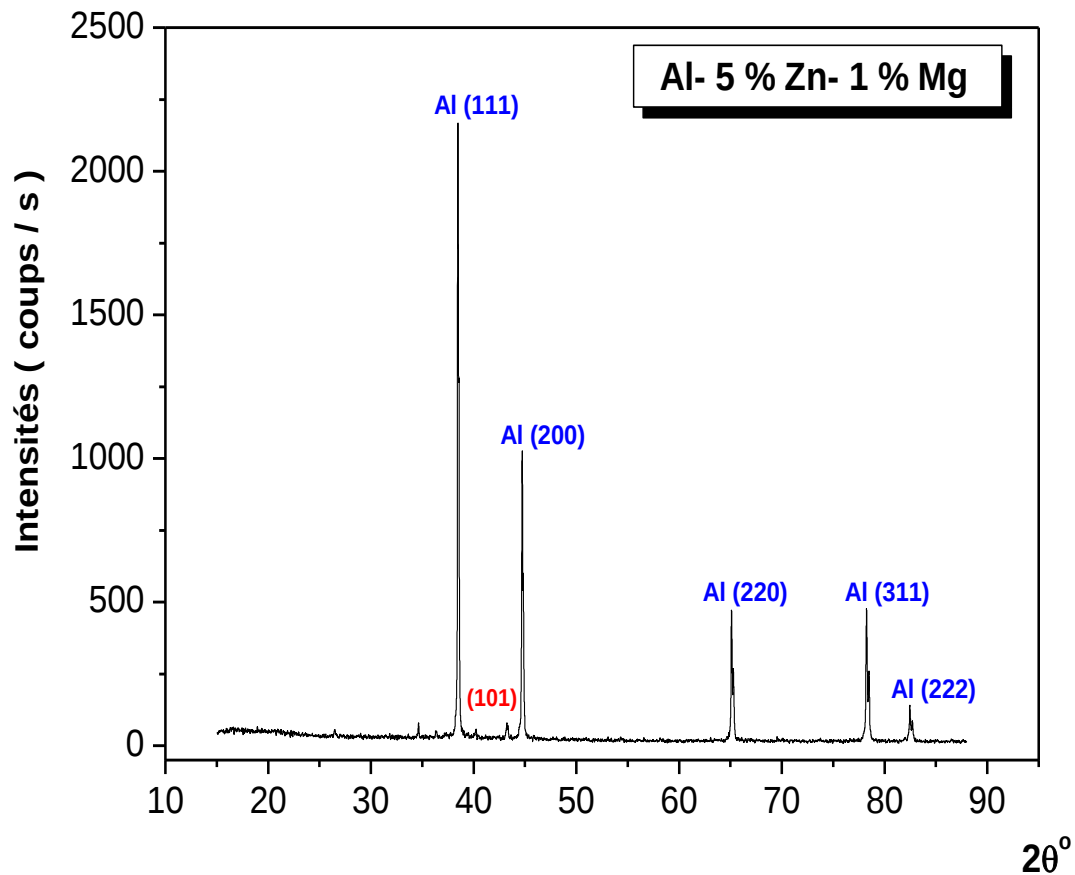


Fig.IV.33.spectre de diffraction pour Al-5% Zn- 1%Mg non homogène.

Le spectre des rayons X pour l'alliage Al-5%Zn-1%Mg, (fig.IV.33) après un refroidissement lent, montre les cinq premières raies,(111),(200),(220),(311),(222),de l'aluminium,et un seulement pic de zinc correspondant à la raie (101) .On pense que ceci serait dû au faible pourcentage (5%)du zinc qui n'est pas assez élevé .

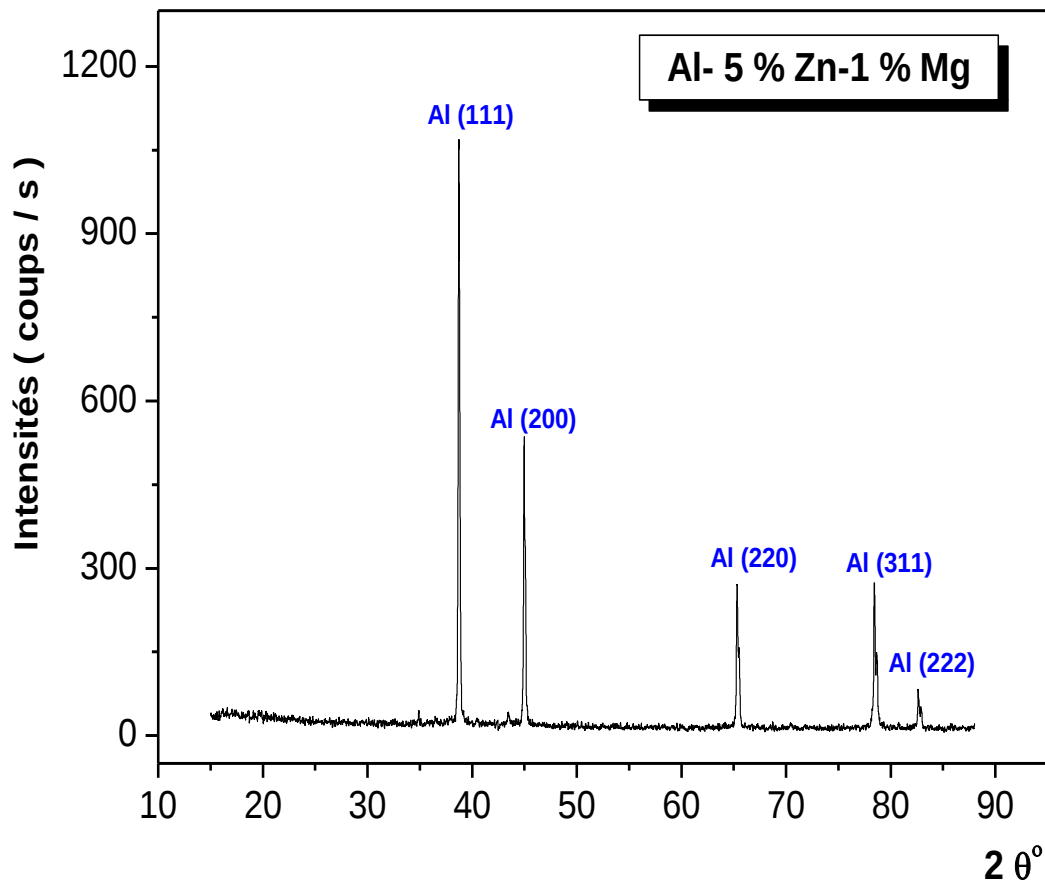


Fig.IV.34.Spectre de diffraction pour Al-5 % Zn-1 %Mg homogène.

Le spectre des rayons X pour l'alliage Al-5%Zn-1%Mg (fig.IV.34), homogénéisé pendant dix jours, montre l'apparition des cinq premières pics correspondants aux cinq premières raies d'aluminium (matrice). On note l'absence totale des raies correspondantes aux atomes de zinc. Cette absence serait due au faible degré de sursaturation de zinc dans cet alliage.

Conclusion:

- Pour des traitements thermiques entre 50°C et 90°C, les alliages Al-5Zn-1%Mg et Al-20%Zn-1%Mg présentent un durcissement structural. Les courbes isothermes de microdureté Vickers présentent une augmentation progressive de dureté jusqu'à l'obtention d'un maximum.
- Les échantillons élaborés présentent une bonne homogénéité microstructurale.
- La formation par pré-précipitation des zones GP est responsable du maximum de dureté dans ces deux alliages.
- L'augmentation de la température de revenu favorise la précipitation des zones GP, par la diffusion des atomes de solutés.
- L'adoucissement dans ces alliages a lieu pour des traitements de revenu à des valeurs de température plus élevées. Ce phénomène serait dû à la précipitation de la phase d'équilibre η .
- La composition en zinc dans l'alliage favorise la formation par diffusion à l'état solide, des précipités tels que les zones GP et améliore le comportement mécanique de Al-Zn-Mg.

References:

- [1] WILM (A)-Recherches sur la métallurgie physique des alliages aluminium-magnésium.métallurgie 8, p.225-7(1911).
- [2] MERICA (P.D.), WATTENBURG (R.G) et SCOTT(R)- Heat Treatment of Duralumin.Sci. Paper Us Bureau of Standards, 15, p.271 (1919).
- [3]GUINIER (A).-Un nouveau type de diagramme de rayons X.CR Acad. Sci. 226, p.1641-3 (1938)
- [4] PRESTON (G.D).-The Diffraction of X-Rays by Age-Hardened Al-Cu Alloys.Proc.Royal Soc.,A 167,p.526-38 (1938)
- [5] MOTT (N.F) et NABARRO (F.R.N).- Proc.Phy.Soc., 52, p.86 (1940).
- [6] OROWAN (E.). Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys Session III Discussion. Institute of Metals.London, p.451 (1948).
- [7] FEDERIGHI (T.).- Acta Metall., 6, p.379 (1958).
- [8] DESORBO (W.), TREATTIS (H.N.) et TURNBULL (D.).-Acta Metall., 6, p.401 (1934).
- [9] Des matériaux : Jean-Paul Bâillon et Jean-Marie Dorlot.
- [10] GIBBS (J.W)-Collected Works.Vol.1, Yale University Press (1948).
- [11] TURNBULL (D) et FICHER (J.C)-J. Chem .Phys, 17, p.71 (1949)
- [12] EMBURY (J.D) et NICHOLSON (R.B) –The Nucleation of Precipitation of AL-Zn-Mg. Acta Metall., 13, p.403-417 (1985)
- [13] IM.LIFSHITZ, VV.SLYOZOV.the kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions.phy.chem.Solids, Vol 19(1961)
- [14] CHARLES KITTEL 1 (trad. Nathalie Bardou, Évelyne Kolb), Physique de l'état solide [« Solid state physics »], (1998)
- [15] J. Binard Métallurgie Générale (1979).

- [16] [http://fr.wikipedia.org/wiki/ Durcissement_structural](http://fr.wikipedia.org/wiki/Durcissement_structural).
- [17] BROWN (L.M.) et HAM (R.K.) –strengthening Methods in Crystals. KELLY (A.) et NICHOLSON (R.B.) eds Halsted Press Division et John Wiley and Sons, New York, p.9 (1971).
- [18] KELLY (A.) et FINE (M.E.).-Acta Metall., 5,365 (1957).
- [19] FRIEDEL (J.).- Dislocations. Pergamon Press, Oxford (1964).
- [20] PRICE (R.J) et KELLY (A) –Deformation of Age-Hardening Aluminium Alloys crystals,Acta Metall,12,159 (1964)
- [21] HARKNESS (S.D) et HREN (J.J) –Met.Trans1, 43 (1970).
- [22] GEROLD (V)-Dislocation in Solids.FR Nabarro Ed North Holland the Netherlands (1979).
- [23] UNGAR (T.), LENDVAL (J.), KOVACS (I.), GROMA (G.) et KOVACS-CSETENYI (E.) –Quantitative Investigation of the Reversion Process of GP Zones in an Al-Zn-Mg Alloy .Z. Metallkunde ,67,683 (1976).
- [24] GUYOT (P.) Phil.Mag. 24, 1414 (1971).
- [25]H.GLEITER and E.HORBOGEN, Mat.Sci .Eng.2.285 (1967-1968).
- [26] Polmear ,1957-1958.
- [27] L.A.Willey, Metallography, Structures and PhaseDiagrams, Vol 3, Metals Handbook, American Society for Metals, Metals Park, 1973
- [28] Deshamps A, Brechet Y (2000).
- [29] Arne Melander, Perake Persson (1977)
- [30] Bruno Dubost : Ingénieur des Arts et Manufactures (1985).
- [31] Pierre Sainfort : Ingénieur des Arts et Manufacture -(1985).
- [32] Nicolas Myriam, Deschamps Alexis (2002)
- [33] Grong: Métallurgical Modelling of Welding (edited by Bhadeshia HKDH, 2nd edition) (1991).

[34] Roger Develay: Ingénieur de l'école nationale d'électrometallurgie de Grenoble (1995).

[35] LORIMER AND NICHOLSON. *Acta Metall.* 14p1009, 1013 (1966)

[36] W. K OSTER and W. WOLF, *Z. Metallkd.* 28 (1936) 155.

[37] W. KOSTER and W. DULLENKOPF, *ibid.* 28 (1936) 309,363.

[38] K. RIEDERER, *Z. Metallkd.* 28 (1936) 312.

[39] G. BERGMANN, J. L. T.WAUGH and L. PAULING, *Acta Cryst.* 10 (1957) 254