

**Titre:** Contribution à la caractérisation de l'alliage Mg-5%Al-2%Sr (AJ52x)  
Title: et son comportement à haute température

**Auteur:** Emmanuelle Landriault  
Author:

**Date:** 2004

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Landriault, E. (2004). Contribution à la caractérisation de l'alliage Mg-5%Al-2%Sr (AJ52x) et son comportement à haute température [Master's thesis, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/7316/>  
Citation:

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/7316/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:** Gilles L'Espérance  
Advisors:

**Programme:** Unspecified  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CONTRIBUTION À LA CARACTÉRISATION DE L'ALLIAGE  
Mg-5%Al-2%Sr (AJ52x) ET SON COMPORTEMENT À HAUTE TEMPÉRATURE

EMMANUELLE LANDRIAULT  
PROGRAMME DE GÉNIE DES MATÉRIAUX  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES (M.Sc.A)  
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

AVRIL 2004



National Library  
of Canada

Bibliothèque nationale  
du Canada

Acquisitions and  
Bibliographic Services

Acquisitions et  
services bibliographiques

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file* *Votre référence*

*ISBN: 0-612-90872-0*

*Our file* *Notre référence*

*ISBN: 0-612-90872-0*

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

---

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this dissertation.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de ce manuscrit.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the dissertation.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

**Canada**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CONTRIBUTION À LA CARACTÉRISATION DE L'ALLIAGE  
Mg-5%Al-2%Sr (AJ52x) ET SON COMPORTEMENT À HAUTE TEMPÉRATURE

Présenté par : LANDRIAULT Emmanuelle

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. BAÏLON, Jean-Paul, Ph.D., président

M. L'ESPÉRANCE, Gilles, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. BARIL, Éric, Ph. D., membre

## ***REMERCIEMENTS***

---

Je tiens à remercier tous ceux qui, au Centre de technologie Noranda, ont de près ou de loin collaboré à ce projet. Plus particulièrement, j'aimerais remercier Mihriban Pekguleryuz de m'avoir proposé ce sujet de maîtrise et Éric Baril, dont la présence et le soutien tout au long du projet ont été d'un grand secours. Je me dois aussi de remercier le Centre de technologie Noranda et le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada pour leur support financier. Merci au centre de recherche ORNL (Oak Ridge National Laboratory) pour m'avoir permis l'utilisation de leurs équipements.

De l'école Polytechnique, je souhaite remercier mon directeur de recherche, Gilles L'Espérance, pour avoir partagé avec moi sa grande expertise en microscopie. Je ne peux non plus passer sous silence l'aide précieuse de Carole Massicotte et de Josée Laviolette. Sans vous, bien des étapes auraient été beaucoup plus ardues, merci.

Un gros merci à mes consœurs Isabelle, Marie et Lucie pour leur présence et leurs encouragements. Merci aussi aux deux Philippe pour leur support informatique!

Enfin, je tiens à remercier mes parents, sans qui je ne serais pas la personne confiante que je suis devenue, sans quoi rien de tout cela n'aurait été possible. Merci aussi Stéphane, pour ta patience d'ange.

## RÉSUMÉ

---

Les objectifs de ce projet étaient la caractérisation de l'alliage de magnésium AJ52x (Mg-5%Al-2%Sr), développé par Noranda, et l'étude de son comportement à haute température. Dans un premier temps, des essais de fluage interrompus ont démontré que la résistance au fluage de cet alliage à une température de 150°C pour une contrainte appliquée de 50 MPa était nettement supérieure à celle de l'alliage AZ91D. Alors que l'alliage AZ91D arrivait à rupture après 200 heures avec une déformation de 7%, l'alliage AJ52x était toujours dans le premier stade du fluage après 4000 heures et ne montrait que 0,1% de déformation. Cette résistance supérieure au fluage est attribuable à la présence de phases qui empêchent la formation de la phase  $Mg_{17}Al_{12}$ , connue pour diminuer les propriétés en fluage des alliages de magnésium.

Les résultats de mesures de diffraction des rayons X montrent que deux phases sont présentes dans la matrice de magnésium. Une première, identifiée comme étant du  $Al_4Sr$  et une seconde, n'ayant pu être identifiée. Des observations microscopiques jumelées à des analyses de spectrométrie des rayons X et à de la diffraction électronique ont révélé la présence d'un constituant lamellaire aux joints de grains constitué de lamelles alternatives de  $Al_4Sr$  et d'une phase riche en magnésium dont la composition chimique s'apparente à celle de la matrice. La seconde phase contenant environ 75%at. Mg, 20%at. Al et 5%at. Sr, demeure cependant inconnue, sa structure cristalline n'ayant pu être confirmée par diffraction électronique.

Les mesures de diffraction des rayons X effectuées sur les échantillons de fluage interrompus et sur des échantillons traités thermiquement à 150°C n'ont pu démontrer de variation des paramètres de maille de la matrice de magnésium et des lamelles de  $Al_4Sr$  avec le temps. Par ailleurs, les proportions de  $Al_4Sr$  et de la matrice de magnésium dans

l'alliage ne varient pas significativement avec le temps de traitement. Cependant, la proportion de la phase inconnue diminue entre 45 et 150 heures à 150° C pour se stabiliser par la suite.

Les analyses de spectrométrie des rayons X réalisées sur des lames minces obtenues par polissage électrochimique à partir des échantillons de fluage de l'alliage AJ52x ont démontré une variation de la composition des phases en présence. Ainsi, la teneur en aluminium dans la phase inconnue passe de 19,1% dans l'alliage brut de coulée à 30,9% après 4000 heures de fluage. Nous observons aussi une homogénéisation de la teneur en aluminium aux joints de grains : alors qu'un phénomène de microségrégation de l'aluminium est observé aux joints de grains dans l'alliage brut de coulée, la teneur en aluminium de la matrice augmente légèrement après 4000 heures de fluage et aucune microségrégation n'a été observée. Cette augmentation de la teneur en aluminium dans la phase inconnue et dans la matrice est probablement attribuable à la diminution de la proportion de la phase inconnue dans l'alliage. L'aluminium contenu dans cette phase diffuse alors dans la matrice et dans ce qui reste de phase inconnue. Quant aux lamelles de  $Al_4Sr$ , les analyses démontrent un appauvrissement de cette phase en strontium de même qu'un enrichissement en magnésium. Les spectres de diffraction des rayons X ayant montré un déplacement des raies associées à cette phase, nous pouvons conclure que cette phase est en cours de transformation après 4000 heures de fluage.

L'alliage AJ52x montre non seulement une résistance au fluage supérieure à celle des autres alliages de magnésium, mais aussi de bonnes propriétés mécaniques, une bonne résistance à la corrosion et une bonne coulabilité, ce qui en fait un alliage de choix pour certaines applications dans le domaine de l'industrie automobile. Noranda a d'ailleurs annoncé en décembre dernier avoir conclu une entente avec le groupe allemand BMW pour l'utilisation exclusive de ses alliages du groupe AJ (Mg-Al-Sr) pour la fabrication future de blocs moteurs coulés sous pression.

## ***ABSTRACT***

---

The objectives of this project were the characterisation of the magnesium alloy AJ52x (Mg-5%Al-2%Sr), developed by Noranda, and the study of its behaviour at elevated temperature. Interrupted creep experiments have shown that at 150°C and under a 50 MPa applied stress, the creep resistance of the alloy AJ52x is considerably higher than that of the alloy AZ91D. While the AZ91D test specimens showed 7% deformation prior to failure after 200 hours, the AJ52x alloy was still in the first stage of creep after 4000 hours, showing only 0.1% deformation. This higher creep resistance is due to the presence of phases preventing the formation of the Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase, known to be detrimental to creep resistance in magnesium alloys.

Measurements performed using X-ray diffraction showed the presence of two phases in the magnesium matrix. The first one was identified as Al<sub>4</sub>Sr, and the second could not be identified. Microscopic observations combined with X-ray spectrometry and electron diffraction have revealed the presence of a lamellar constituent located at the grain boundaries formed by alternating plates of Al<sub>4</sub>Sr a magnesium rich phase. The chemical composition of the latter was similar to the composition of the matrix. The second phase containing approximately 75%at. Mg, 20%at. Al and 5%at. Sr, could not be identified, since the electron diffraction measurements did not permit to conclude on its crystal structure.

X-ray diffraction measurements taken on the interrupted creep experiment test specimens and on specimens heat treated at 150°C did not indicate any variation of the lattice parameters with time for the magnesium matrix and the Al<sub>4</sub>Sr lamellae. Also, the duration of the treatment showed no significant influence on the proportions of the Al<sub>4</sub>Sr, or the

matrix of the alloy. However, the proportion of the unknown phase diminished between 45 and 150 hours at 150°C. After 150 hours of testing, no further variation in the proportion of the unknown phase was observed.

X-ray spectrometry analysis on thin foils obtained using electrochemical polishing of the AJ52x creep test specimens revealed variation of the composition of phases in the alloy. The aluminium content of unknown phase changed from 19.1% in the as-cast alloy to 30.9% after 4000 hours of creep testing. Homogenisation of the aluminium content at the grain boundaries was also observed: while a coring phenomenon occurs at the grain boundaries in the as-cast alloy, the aluminium content in the matrix increased slightly after 4000 hours of creep testing and no coring was observed. The aluminium content increase in the unknown phase and in the matrix is probably due to the decrease in the unknown phase proportion in the alloy. The aluminium contained in this phase diffuses into the matrix and in what is left of the unknown phase. As for the  $\text{Al}_4\text{Sr}$  lamellae, analysis showed a depletion of the strontium content of this phase, as well as an enrichment in magnesium. Furthermore, the X-ray diffraction spectra showed a shift in the peaks associated with this phase bringing us to conclude that the phase is undergoing a transformation after 4000 hours of creep testing at 150°C.

The AJ52x alloy shows not only a superior creep resistance when compared to other magnesium alloys, it also possesses good mechanical properties, good corrosion resistance and good castability. These characteristics makes the AJ52x alloy an excellent choice for applications in the automotive industry. As an example, Noranda and the German group BMW signed an agreement in December 2003 giving BMW exclusive use of the Noranda AJ alloys (Mg-Al-Sr) for future manufacture of die cast engine blocks.

## ***TABLE DES MATIÈRES***

---

REMERCIEMENTS.....	iv
RÉSUMÉ .....	v
ABSTRACT .....	vii
TABLE DES MATIÈRES .....	ix
LISTE DES FIGURES .....	xiv
LISTE DES TABLEAUX .....	xx
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1	
REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	3
1.1 Alliages de magnésium.....	3
1.1.1 Constituants intermétalliques .....	3
1.1.2 Solution solide .....	4
1.1.3 Effets des éléments d'alliage .....	5
1.1.3.1 Alliages Mg-Al-Zn .....	5
1.1.3.2 Alliages contenant du zirconium .....	9
1.1.3.3 Alliages Mg-Al-Si.....	11

1.1.3.4 Alliages Mg-Al-RE .....	12
1.1.3.5 Alliages Mg-Zn-Cu .....	13
1.1.3.6 Alliages Mg-Al-Ca .....	13
1.1.3.7 Alliages Mg-Al-Sr .....	14
1.2 Notions théoriques sur le fluage .....	17
1.3 Mécanismes de fluage dans les alliages de magnésium .....	20
1.3.1 Comportement du magnésium à hautes températures .....	20
1.3.1.1 Comportement à basses températures .....	25
1.3.1.2 Comportement à hautes températures et à contraintes élevées. . .	28
1.3.1.3 Comportement à hautes températures et à très basses contraintes	34
1.4 Essais de relaxation de la contrainte .....	36
1.4.1 Essais de relaxation de la contrainte pour l'alliage AJ52x .....	39
<b>CHAPITRE 2</b>	
<b>PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES .....</b>	<b>40</b>
2.1 Essais de fluage .....	40
2.2 Traitements thermiques .....	40
2.3 Préparation d'échantillons .....	41
2.3.1 Échantillons pour microscopie optique et à balayage .....	41

2.3.2 Lames minces pour microscopie électronique en transmission . . . . .	41
2.3.2.1 Polissage électrochimique. . . . .	41
2.3.2.2 Faisceau ionique focalisé (FIB) . . . . .	42
2.4 Diffraction des rayons X (XRD). . . . .	43
2.4.1 Calculs d'erreurs. . . . .	45
2.5 Techniques de microscopie en transmission. . . . .	45
2.5.1 Imagerie . . . . .	45
2.5.1.1 Théorie cinématique . . . . .	47
2.5.1.2 Théorie dynamique . . . . .	50
2.5.2 Diffraction électronique . . . . .	54
2.5.2.1 Confirmation ou identification d'une structure cristalline . . . . .	55
2.5.3 Spectrométrie des rayons X (EDS). . . . .	56
2.5.3.1 Critère de la lame mince . . . . .	57
2.5.3.2 Facteurs de Cliff-Lorimer . . . . .	58
2.5.3.3 Erreurs relatives et absolues . . . . .	62
2.5.4 Détermination de l'épaisseur par illumination convergente. . . . .	64

## CHAPITRE 3

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION .....	66
3.1 Résultats des essais de fluage .....	66
3.1.1 Alliage AZ91D .....	67
3.1.2 Alliage AJ52x .....	70
3.2 Diffraction des rayons X (XRD) .....	73
3.2.1 Variation des paramètres de maille de la matrice de magnésium .....	78
3.2.2 Variation des paramètres de maille de la phase $Al_4Sr$ .....	85
3.3 Microscopie optique .....	89
3.4 Microscopie électronique à balayage .....	92
3.5 Microscopie électronique en transmission .....	95
3.5.1 Spectrométrie des rayons X (EDS) .....	97
3.5.2 Diffraction électronique .....	104
3.5.2.1 Phase du constituant lamellaire .....	104
3.5.2.2 Phase inconnue .....	110
CONCLUSION .....	120
RÉFÉRENCES .....	123

## ANNEXE A

MÉCANISMES DE FLUAGE .....	130
----------------------------	-----

## ANNEXE B

INTENSITÉS NETTES MESURÉES LORS DES MESURES DE SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X .....	154
--	-----

## ***LISTE DES FIGURES***

---

Figure 1.1	Variation des paramètres de maille du $Al_4Sr$ avec le pourcentage de Mg en solution (Makhmudov et al., 1981).....	17
Figure 1.2	Courbe de fluage à trois stades (Dickson, 1998) .....	18
Figure 1.3	Vitesse de déformation vs déformation pour différentes contraintes (Vagarali et Langdon, 1981) .....	21
Figure 1.4	Vitesse de déformation à l'état stationnaire vs contrainte à différentes températures (Vagarali et Langdon, 1981) .....	22
Figure 1.5	Énergie d'activation moyenne en fonction de la température moyenne lors d'essais de cyclage de la température (Vagarali et Langdon, 1981) ..	24
Figure 1.6	Vitesse de déformation normalisée vs l'inverse de la température homologue (Vagarali et Langdon, 1981).....	25
Figure 1.7	Vitesse de déformation normalisée vs contrainte normalisée (Vagarali et Langdon, 1981).....	26
Figure 1.8	Volume d'activation vs la déformation lors de deux essais différents (Vagarali et Langdon, 1981).....	29
Figure 1.9	Volume d'activation vs contrainte (Vagarali et Langdon, 1981).....	30
Figure 1.10	Corrélation entre les points expérimentaux et les relations empiriques développées par Friedel (Vagarali et Langdon, 1981).....	34

Figure 1.11	Corrélation avec le fluage de type Nabarro-Herring (Vagarali et Langdon, 1981).....	35
Figure 1.12	Essai de relaxation multiple (Lemaitre et Chaboche, 1994).....	37
Figure 1.13	Illustration de la méthode relaxation - fluage : (a) essais de relaxation (b) trajectoire de fluage (c) courbe de fluage obtenue (Lemaitre et Chaboche, 1994) .....	38
Figure 1.14	Pourcentage de la charge conservée (Labelle et al., 2002).....	39
Figure 2.1	Condition 2F-1g entre deux axes de zone .....	47
Figure 2.2	Intensité calculée pour le faisceau transmis et pour le faisceau diffracté pour un cristal dont l'épaisseur augmente.....	48
Figure 2.3	Courbes démontrant l'importance du choix du paramètre d'absorption. ...	53
Figure 2.4	Détermination du facteur $k_{MgAl}$ à partir d'une poudre $MgAl_2O_4$ .....	62
Figure 2.5	Image d'un cliché de diffraction obtenu par illumination convergente pour de l'aluminium à une tension d'accélération de 120 kV (Loretto, 1994).....	65
Figure 3.1	Schéma des éprouvettes de traction utilisées (coulées sous pression).....	67
Figure 3.2	Courbes de fluage de l'alliage AZ91D (150C, 50 MPa) .....	68
Figure 3.3	Vitesse de déformation en fonction du temps normalisé pour l'alliage AZ91D (150C, 50 MPa).....	69
Figure 3.4	Résultats d'essais de fluage obtenus par Regev et al. (1997) à 150C pour l'alliage AZ91D .....	69

Figure 3.5	Résultats bruts des essais de fluage interrompus sur l'alliage AJ52x (150C, 50 MPa).....	71
Figure 3.6	Modélisations logarithmiques des résultats de fluage pour l'alliage AJ52x.....	72
Figure 3.7	Vitesse de déformation en fonction du temps normalisé pour l'alliage AJ52x.....	72
Figure 3.8	Spectres XRD de tous les échantillons .....	73
Figure 3.9	Évolution de l'importance relative des phases lors des traitements thermiques (AJ52x) .....	77
Figure 3.10	Évolution de l'importance relative des phases lors des essais de fluage (AJ52x).....	77
Figure 3.11	Variation du paramètre $a$ (nm) de la maille hexagonale de magnésium pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	80
Figure 3.12	Variation du paramètre $c$ (nm) de la maille hexagonale de magnésium pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	81
Figure 3.13	Variation du paramètre $a$ (nm) de la maille hexagonale de magnésium calculée à l'aide de Chekcell pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	83
Figure 3.14	Variation du paramètre $c$ (nm) de la maille hexagonale de magnésium calculée à l'aide de Chekcell pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	84

Figure 3.15	Variation du paramètre $a$ (nm) de la maille quadratique du $Al_4Sr$ pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	86
Figure 3.16	Variation du paramètre $c$ (nm) de la maille quadratique du $Al_4Sr$ pour différents essais de fluage et traitements thermiques .....	87
Figure 3.17	Variation du paramètre $c$ (nm) de la maille quadratique du $Al_4Sr$ (Chekcell) pour différents essais de fluage et traitements thermiques.....	88
Figure 3.18	Micrographies optiques des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après traitement thermique 500 heures (150C) (c) après traitement thermique 4000 heures (150C) .....	90
Figure 3.19	Micrographies optiques des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après essai de fluage 500 heures (150C, 50MPa) (c) après essai de fluage 4000 heures (150C, 50MPa).....	91
Figure 3.20	Images en électrons rétrodiffusés (10keV) des échantillons de AJ52x a) brut de coulée (b) après traitement thermique 500 heures (150C) (c) après traitement thermique 4000 heures (150C) .....	93
Figure 3.21	Images en électrons rétrodiffusés (10keV) des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après essai de fluage 500 heures (150C, 50MPa) (c) après essai de fluage 4000 heures (150C, 50MPa).....	94
Figure 3.22	(a) Image générale en microscopie électronique en transmission de l'alliage AJ52x après 500 heures de fluage (b) Image de la phase inconnue .....	95
Figure 3.23	Composition atomique normalisée des phases présentes dans l'alliage AJ52x en cours de fluage.....	98

Figure 3.24	Évolution du ratio $I_{Al}/I_{Sr}$ en cours de fluage .....	99
Figure 3.25	Images STEM (a) échantillon 500 fluage 500 h (b) échantillon 500 fluage 4000 h .....	101
Figure 3.26	Teneur en Al dans la région d'un joint de grains après 500h de fluage pour l'alliage AJ52x.....	101
Figure 3.27	Teneur en Al dans la région d'un joint de grains après 4000h de fluage pour l'alliage AJ52x.....	102
Figure 3.28	Résultats de simulations de solidification (Baril, 2003) .....	103
Figure 3.29	Lamelle sur le bord du trou utilisée pour la détermination de la structure cristalline.....	104
Figure 3.30	Axes de zone provenant d'une lamelle riche en aluminium du constituant lamellaire (échantillon ayant subi un essai de fluage de 500 heures).....	105
Figure 3.31	Axes de zone calculés par le logiciel EMS.....	107
Figure 3.32	Particule de la phase inconnue sur le bord du trou utilisée pour la détermination de la structure cristalline.....	110
Figure 3.33	Inclinaison contrôlée sur la phase inconnue .....	111
Figure 3.34	Vecteurs de diffraction utilisés pour indexer les taches de faible intensité de la phase inconnue .....	113
Figure 3.35	Vecteurs de diffraction utilisés pour indexer les taches de forte intensité de la phase inconnue .....	116

**Figure 3.36** Représentation schématique résumant les transformations de phase observées lors du fluage de l'alliage AJ52x ..... 119

## ***LISTE DES TABLEAUX***

---

Tableau 1.1	Composition chimique nominale de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990).....	5
Tableau 1.2	Composition chimique nominale de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990).....	7
Tableau 1.3	Allongement après rupture en fluage de l'alliage AZ91D (Regev et al., 1997).....	9
Tableau 1.4	Effet de la température sur la résistance à la traction (MPa) d'alliages de magnésium coulés en moule de sable (ASM, 1990) .....	10
Tableau 1.5	Propriétés mécaniques à température ambiante de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990; Aune et Ewtengen, 1992; Aune et Ruden, 1992) .....	10
Tableau 1.6	Propriétés en traction d'alliages de magnésium coulés sous pression (Pekguleryuz et Baril, 2001).....	14
Tableau 1.7	Propriétés en fluage et de corrosion d'alliages coulés sous pression (Pekguleryuz et Baril, 2001).....	15
Tableau 2.1	Paramètres sélectionnés pour les mesures de XRD .....	44
Tableau 2.2	Tableau type pour l'indexation de clichés de diffraction .....	56
Tableau 3.1	Valeurs des constantes utilisées pour la modélisation des courbes de fluage.....	70

Tableau 3.2	Exemple de différence entre les ratios des intensités .....	74
Tableau 3.3	Positions 2 (degrés) des pics utilisés pour les calculs des fractions relatives .....	76
Tableau 3.4	Comparaison des compositions pour un échantillon brut de coulée .....	98
Tableau 3.5	Résultats de l'inclinaison contrôlée sur une lamelle riche en aluminium .....	106
Tableau 3.6	Angles d'inclinaison des goniomètres pour chacun des axes de zone.....	108
Tableau 3.7	Comparaison entre les angles expérimentaux et calculés entre les axes de zone .....	108
Tableau 3.8	Paramètres de maille du $Al_4Sr$ .....	109
Tableau 3.10	Angles mesurés sur les clichés obtenus .....	114
Tableau 3.9	Longueur des vecteurs de diffraction pour les taches de faible intensité de la figure 3.34.....	114
Tableau 3.11	Mesures prises sur les clichés de diffraction de la figure 3.35 .....	117
Tableau B.1	Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.23 .....	154
Tableau B.2	Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.26 .....	155
Tableau B.3	Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.27 .....	156

## *INTRODUCTION*

---

L'utilisation des alliages de magnésium dans l'industrie automobile est en croissance depuis quelques années, leur principal atout étant la réduction de masse qu'ils permettent. En effet, le remplacement de l'aluminium par le magnésium permet de réduire la masse d'une pièce donnée jusqu'à 30%. On désire utiliser les alliages de magnésium dans les systèmes de transmission et dans les pièces coulées du groupe motopropulseur, où les matériaux peuvent atteindre des températures autour de 150-170°C. Noranda a d'ailleurs annoncé en décembre dernier avoir conclu une entente avec le groupe allemand BMW pour l'utilisation exclusive de ses alliages du groupe AJ (Mg-Al-Sr) pour la fabrication future de blocs moteurs coulés sous pression.

Le principal problème des alliages de magnésium quant à leur utilisation dans le domaine de l'industrie automobile est la détérioration de leurs propriétés mécaniques à partir d'environ 150°C. Or, les alliages du groupe AJ développés par Noranda ont non seulement des propriétés mécaniques supérieures à celles de la plupart des alliages de magnésium, mais ils ont aussi une bonne résistance à la corrosion, une bonne coulabilité et surtout, leur résistance au fluage est supérieure à celle des autres alliages de magnésium.

L'objectif initial de ce projet était d'étudier l'évolution des mécanismes de fluage de l'alliage AJ52x (Mg-5Al-1,8Sr) dans des conditions similaires à celles rencontrées en service, c'est-à-dire à une température de 150°C sous une contrainte appliquée de 50MPa. Or, cet alliage ayant une très bonne résistance au fluage dans de telles conditions, l'évolution très lente de l'alliage n'a pas permis l'étude de l'évolution des mécanismes de fluage.

L'objectif de ce projet est donc devenu la caractérisation de l'alliage AJ52x et l'étude de son comportement à haute température. Pour ce faire, des échantillons soumis à des essais de fluage interrompus et à des traitements thermiques ont été comparés en utilisant différentes techniques d'imagerie (microscopies optique, électronique à balayage et électronique en transmission), à l'aide de mesures de diffraction des rayons X, par spectrométrie des rayons X et finalement par diffraction électronique.

Le premier chapitre de cet ouvrage est consacré à une revue de la littérature traitant des alliages de magnésium et de leur comportement en fluage afin de bien situer les assises de ce projet. Le second chapitre présentera ensuite les différentes techniques expérimentales utilisées, de la préparation des différents types d'échantillons aux calculs d'erreurs pour permettre l'interprétation des résultats. Les résultats expérimentaux de même que leur interprétation suivront au chapitre trois pour enfin terminer par la présentation des conclusions de ce projet.

# **CHAPITRE 1**

## **REVUE DE LA LITTÉRATURE**

---

### **1.1 ALLIAGES DE MAGNÉSIUM**

Deux des caractéristiques clés du magnésium sont certainement sa structure hexagonale à l'état solide ( $c/a=1,624$ ) et le fait que le diamètre d'un atome de magnésium (0,320 nm) permette à une vaste gamme d'éléments de s'y insérer en solution solide (ASM, 1999).

#### **1.1.1 Constituants intermétalliques**

Les trois types les plus communs d'intermétalliques formés dans les alliages de magnésium sont AB, AB<sub>2</sub> et CaF<sub>2</sub>.

Les constituants AB ont une structure cubique simple de type CsCl. Des exemples de ce type d'intermétalliques sont MgRETi (ASM, 1999) (RE: éléments des terres rares incorporés aux alliages sous forme de mischmetal contenant environ 50 % de cérium et pour le reste du lanthane, du néodyme et des éléments de la même série), CeMg et SnMg, ce qui montre que le Mg peut aussi bien être électropositif qu'électronégatif.

Les intermétalliques de types AB<sub>2</sub> incluent en fait trois sous-catégories de constituants ayant tous pour ratio de rayons atomiques  $R_A/R_B=1,23$ .(ASM, 1999)

- MgCu<sub>2</sub> : structure cubique à faces centrées avec une séquence d'empilement abcabc ;
- MgZn<sub>2</sub> : structure hexagonale avec une séquence d'empilement ababab ;

- $\text{MgNi}_2$  : structure hexagonale avec une séquence d'empilement abacabac.

Le troisième type d'intermétalliques rencontrés dans les alliages de magnésium, de type  $\text{CaF}_2$ , a une structure cristalline cubique à faces centrées et regroupe les éléments de la colonne 14 du tableau périodique. Les composés  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  font partie de ce groupe. (ASM, 1999)

### 1.1.2 Solution solide

Certains alliages de magnésium sont sensibles au durcissement par précipitation, bien que ce phénomène ne soit pas aussi important que pour certains alliages d'aluminium. Les différents processus de précipitation incluent pour la plupart la formation d'un précipité de structure hexagonale de type  $\text{D0}_{19}$  (p.ex.  $\text{Mg}_3\text{Cd}$ ) cohérent avec la matrice de magnésium. Leur structure est semblable à celle observée pour les précipités  $\theta''$  dans les alliages Al-Cu et ils semblent toujours présents lorsque l'alliage répond de façon optimale au vieillissement (ASM, 1999). La maille élémentaire des précipités  $\text{D0}_{19}$  présente un paramètre  $a$  deux fois plus long que celui du magnésium alors que leur paramètre  $c$  sont égaux. Ces précipités sont présents sous forme de plaques ou de disques parallèles à la direction  $\langle 0001 \rangle_{\text{Mg}}$  contenue dans les plans  $(1010)_{\text{Mg}}$  et  $(1120)_{\text{Mg}}$ . Il est à noter qu'une alternance de plans  $(1010)_{\text{Mg}}$  et  $(1120)_{\text{Mg}}$  dans une structure de composition  $\text{Mg}_3\text{X}$  n'est constituée que d'atomes de Mg. On s'attend donc à ce qu'une interface de basse énergie puisse se former le long de ces plans, car seule la liaison avec le second voisin le plus proche doit être modifiée. Cette caractéristique des précipités  $\text{D0}_{19}$  joue certainement un rôle dans le fait que ceux-ci soient stables pour une gamme de températures assez vaste et que les alliages dans lesquels ils se forment (p.ex. alliages Mg-RE et Mg-Y-Nd) montrent une bonne résistance au fluage (ASM, 1999).

### 1.1.3 Effets des éléments d'alliage

Cette section porte sur l'effet des différents éléments d'alliage sur les propriétés des alliages de magnésium. Les informations qui figurent dans les sections 1.1.3.1 à 1.1.3.5 sont principalement tirés d'un article de Luo et Pekguleryuz, 1994. Le tableau 1.1 résume les compositions chimiques des différents alliages de magnésium.

Tableau 1.1 Composition chimique nominale de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990)

Système	Alliage	Méthode de coulée <sup>a</sup>	Al (%)	Zn (%)	Mn <sup>b</sup> (%)	Zr (%)	RE (%)	Autre (%)
Mg-Al-Zn	AZ91	S, P, D	9,0	0,7	0,13	-	-	-
	AM60	D	6,0	-	0,13	-	-	-
	ZA102	D	2,0	10,0	0,7	-	-	0,3 Ca
Alliages contenant du Zr	EZ33	S, P	-	2,7	-	0,6	3,3	-
	ZE41	S, P	-	4,2	-	0,7	1,2	-
	HK31	S, P	-	-	-	0,7	-	3,3 Th
	HZ32	S, P	-	2,1	-	0,7	-	3,3 Th
	QE22	S, P	-	-	-	0,7	2,1	2,5 Ag
	WE54	S, P	-	-	-	0,7	3,0	5,2 Y
	WE43	S, P	-	-	-	0,7	3,4	4,0 Y
Mg-Al-Si	AS41	D, S	4,3	-	0,35	-	-	1,0 Si
	AS21	D	1,7	-	0,4	-	-	1,1 Si
Mg-Al-RE	AE41	D	4,0	-	-	-	1,0	-
	AE42	D	4,0	-	-	-	2,0	-
Mg-Zn-Cu	ZC63	S, P	-	5,5-6,5	0,25	-	-	2,4-3,0 Cu
	ZC62	D	-	6,0	0,35	-	-	1,5 Cu
<sup>a</sup> D, moulage sous-pression (pressure diecasting); P, moulage en moule permanent (gravité); S, moulage en sable <sup>b</sup> Minimum								

#### 1.1.3.1 Alliages Mg-Al-Zn

Les premiers éléments d'alliage utilisés dans les alliages de magnésium ont été l'aluminium et le zinc (Luo et Pekguleryuz, 1994). Ces alliages souffraient toutefois d'un sérieux problème de corrosion. Dans les années 1920, ce problème a pu être réglé par l'ajout de petites quantités de manganèse (Wei, 1990). Les alliages de Mg-Al-Mn avec ou

sans zinc tels le AZ91 (Mg-9% Al-0,7% Zn-0,2% Mn) et le AM60 (Mg-6% Al-0,2% Mn) sont demeurés les alliages les plus utilisés pour des applications à température ambiante. Ils constituent à eux seuls près de 90% des applications structurales des alliages de magnésium (Luo et Pekguleryuz, 1994). Ces alliages ne peuvent cependant pas être utilisés pour des températures supérieures à 100°C et même à cette température, une perte importante des propriétés mécaniques est observée (Emley, 1966). Une publication russe (Filippov, 1960) a par la suite rapporté qu'une addition de calcium aux alliages Mg-Al-Zn coulés en moule de sable amélioreraient les résistances à la traction et au fluage à des températures élevées. On a par la suite démontré que des additions de calcium aux alliages Mg-Zn-Al coulés sous pression amélioreraient effectivement la résistance au fluage, et ce, sans pour autant diminuer la résistance à la corrosion (Foerster, 1975). L'aluminium améliore aussi la coulabilité de l'alliage en élargissant la zone de solidification.

L'alliage de magnésium AZ91D (Mg-9% Al-0,7% Zn-0,2% Mn) en est un de haute pureté qui présente une très bonne résistance à la corrosion. C'est en fait l'alliage moulé sous pression le plus utilisé. Cependant, sa principale lacune est sa faible résistance au fluage. Sa teneur en aluminium élevée (entre 8,5 et 9,5%, ASTM, 1990) fait en sorte que lors du moulage, le taux de refroidissement de l'alliage est tel que la matrice de magnésium demeure sursaturée en aluminium. Finkel et al. (1996) ont démontré que la microstructure de l'alliage est instable et qu'une précipitation secondaire de  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> avait lieu à température élevée.

Tableau 1.2 Composition chimique nominale de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990)

Système	Alliage	Méthode de coulée <sup>a</sup>	Al (%)	Zn (%)	Mn <sup>b</sup> (%)	Zr (%)	RE (%)	Autre (%)
Mg-Al-Zn	AZ91	S, P, D	9,0	0,7	0,13	-	-	-
	AM60	D	6,0	-	0,13	-	-	-
	ZA102	D	2,0	10,0	0,7	-	-	0,3 Ca
Alliages contenant du Zr	EZ33	S, P	-	2,7	-	0,6	3,3	-
	ZE41	S, P	-	4,2	-	0,7	1,2	-
	HK31	S, P	-	-	-	0,7	-	3,3 Th
	HZ32	S, P	-	2,1	-	0,7	-	3,3 Th
	QE22	S, P	-	-	-	0,7	2,1	2,5 Ag
	WE54	S, P	-	-	-	0,7	3,0	5,2 Y
	WE43	S, P	-	-	-	0,7	3,4	4,0 Y
Mg-Al-Si	AS41	D, S	4,3	-	0,35	-	-	1,0 Si
	AS21	D	1,7	-	0,4	-	-	1,1 Si
Mg-Al-RE	AE41	D	4,0	-	-	-	1,0	-
	AE42	D	4,0	-	-	-	2,0	-
Mg-Zn-Cu	ZC63	S, P	-	5,5-6,5	0,25	-	-	2,4-3,0 Cu
	ZC62	D	-	6,0	0,35	-	-	1,5 Cu
<sup>a</sup> D, moulage sous-pression (pressure diecasting); P, moulage en moule permanent (gravité); S, moulage en sable <sup>b</sup> Minimum								

Dargusch et al. (1996) ont pour leur part mené des essais de fluage sur des éprouvettes de AZ91D de différentes dimensions. Leurs résultats montrent que les éprouvettes moulées sous pression de section réduite plus petite ont une meilleure résistance au fluage que les éprouvettes de section réduite plus importante (pour une même largeur d'éprouvette, les plus petites avaient une épaisseur de 1 mm dans la section réduite alors que les autres avaient une épaisseur de 6 mm). Or, comme les éprouvettes de section réduite plus petite présentent une fraction volumique de particules  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> plus importante, ils concluent que plus l'alliage contient de particules de  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, plus il est résistant au fluage à 150°C. Fukuchi et Watanabe (1975 et 1980) ont d'ailleurs montré qu'une diminution appréciable de la dureté de la phase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> n'apparaît qu'à des

températures supérieures à 260°C. Fukuchi et Watanabe expliquent plutôt la faible résistance au fluage de l'alliage AZ91D par un phénomène de cavitation. La majorité des porosités viendraient du moulage alors que d'autres se développeraient à l'interface entre les grains de  $\alpha$ -Mg et les particules  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>.

Lors d'essais de fluage de l'alliage AZ91D à 150 et 180°C sous une contrainte de 30 et de 100 MPa, Regev et al. (1997) ont étudié le rôle des dislocations au cours du fluage. Au moins deux vecteurs de Burgers différents ont été répertoriés pour les dislocations observées :  $\vec{b}_1 = \langle 0001 \rangle$  (ne peut être contenu sur le plan basal) et  $\vec{b}_2 = \langle 0\bar{1}10 \rangle$  (typique de dislocations partielles  $a/3\langle 0\bar{1}10 \rangle$  sur le plan basal (Raynor, 1959)). Les auteurs concluent que les grandes déformations observées au cours du fluage pour cet alliage (tableau 1.3) peuvent être en partie attribuable au mouvement de dislocations non seulement sur les plans de base, comme c'est le cas pour le Mg pur (Vagarali et Langdon, 1981), mais aussi sur d'autres plans. Ce glissement dévié des dislocations vers d'autres plans que le plan basal s'explique par le fait que la précipitation secondaire de particules de  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> a lieu préférentiellement sur les plans de base, bloquant le mouvement des dislocations (Regev et al., 2000). À l'aide d'essais de fluage menés sur des échantillons polis et attaqués, Regev et al. (1998) ont aussi noté la formation et la croissance subséquente de séparations intergranulaires aux interfaces entre la matrice et les particules  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. Cependant, Regev et al. (2001) ont par la suite expliqué que cette cavitation ne jouait aucun rôle direct dans la déformation observée, mais qu'elle gênait plutôt le mouvement des dislocations empêchant ainsi un phénomène de relaxation de contraintes.

**Tableau 1.3 Allongement après rupture en fluage de l'alliage AZ91D (Regev et al., 1997)**

Contrainte (MPa)	Température (°C)	Allongement (%)
60	150	8,08
70	150	8,38
80	150	9,31
90	150	7,66
100	150	10,72

### 1.1.3.2 Alliages contenant du zirconium

À la fin des années 1930, il a été démontré que des additions de zirconium aux alliages de magnésium contenant Zn, terres rares, Ag, Th, etc., avaient un effet remarquable sur l'affinement de la taille de grain, ce qui a mené au développement d'une nouvelle série d'alliages pour le moulage en sable et en moules permanents pour des applications à température élevée. Les meilleures propriétés à température élevée ont été rencontrées pour des alliages ayant pour élément d'alliage principal des terres rares, du Th et plus récemment de l'Y. (Luo et Pekguleryuz, 1994) Le tableau 1.4 recense les valeurs de résistance à la traction de différents alliages de magnésium après exposition à haute température.

Une addition de zinc jusqu'à une teneur de 3% améliore de façon significative les propriétés en traction à température ambiante des alliages Mg-RE-Zr. Pour cette raison, les alliages Mg-RE-Zr ont cédé leur place aux alliages quaternaires contenant du zinc. Les alliages EZ33 (Mg-3,3% RE-2,7% Zn-0,6% Zr) et ZE41 (Mg-4,2% Zn-1,2% RE-0,7% Zr) offrent une combinaison optimale des propriétés mécaniques (tableau 1.5)

Tableau 1.4 Effet de la température sur la résistance à la traction (MPa) d'alliages de magnésium coulés en moule de sable (ASM, 1990)

Alliages	Testés à la température d'exposition					Testés à la température ambiante après 1000 h exposés à:	
	Exposés 10 min. à:			Exposés 1000 h. à:		205°C	315°C
	20°C	150°C	315°C	205°C	315°C		
EZ33-T5	160	145	83	130	70	170	180
ZE41-T5	218	167	77	-	-	-	-
HK31-T6	215	195	125	180	62	240	180
HZ32-T5	200	145	83	115	76	220	235
QE22-T6	266	208	80	-	-	-	-
WE54-T6	280	255	184	235	-	272	217
WE43-T6	265	243	163	-	-	250	-
ZC63-T6	242	179	-	-	-	-	-

Tableau 1.5 Propriétés mécaniques à température ambiante de certains alliages de magnésium (Unsworth, 1998; Foerster, 1975; ASM, 1990; Aune et Ewtengen, 1992; Aune et Ruden, 1992)

Alliages	Condition*	Limite élastique (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	Allongement (%)	Résistance à la torsion (MPa)	Résistance à l'impact (J)
AZ91	D, F	150	230	3	140	1,5
AM60	D, F	115	205	6	-	-
ZA102	D, F	172	221	3	-	-
EZ33	S, T5	110	160	2	145	-
ZE41	S, T5	140	205	3,5	160	-
HK31	S, T6	105	220	8	145	-
HZ32	S, T5	90	185	4	140	-
QE22	S, T6	195	260	3	-	-
WE54	S, T6	172	250	2	-	-
WE43	S, T6	165	250	2	-	-
AS41	D, F	150	220	4	-	2,8
AS21	D, F	130	240	9	-	-
AE41	D, F	103	234	15	-	4,3
AE42	D, F	110	244	17	-	4,5
ZC63	S, T6	125	210	4	-	-
ZC62	D, F	119	226	11	-	-

\* D, moulage sous-pression (diecast); F, tel que fabriqué; T5, vieillissement artificiellement seulement; T6, traitement thermique de mise en solution et vieillissement artificiel.

Payne et Bailey (1959-60) ont montré qu'un ajout d'argent avait pour effet d'augmenter la résistance des alliages de magnésium contenant du zirconium à température ambiante. De plus, si cet ajout se fait en présence de terres rares et de thorium, la résistance à haute température augmente aussi. Les applications de ce type d'alliages sont toutefois limitées à cause de leur coût élevé.

Des ajouts d'yttrium aux alliages Mg-Zr offrent de bonnes propriétés à température élevée (Duffy, 1991; Foerster et Clarck, 1968; Morgan et Mordike, 1981). Ceci est dû au fait que l'yttrium a une solubilité élevée dans le magnésium (12%) et la diminution de celle-ci avec une diminution de la température permet un durcissement de l'alliage par précipitation. Encore une fois, le coût élevé de ces alliages en limite les applications (ASM, 1990). Duffy (1991) a cependant démontré qu'une exposition à long terme (1000-2000 heures) à 200°C entraîne une diminution de la ductilité (moins que 2% d'allongement) pour l'alliage WE54 (Mg-5,2% Y-3% RE-0,7% Zr), diminution causée par un phénomène de précipitation secondaire.

Les alliages de magnésium contenant du zirconium présentent de meilleures propriétés que les alliages Mg-Al-Zn (Unsworth, 1986 et 1988). Cependant, ils sont plus coûteux que les alliages Mg-Al-Zn et leurs applications sont limitées au moulage par gravité dans les industries aéronautique et militaire, ce qui constitue moins que 1% des applications structurales des alliages de magnésium. (Luo et Pekguleryuz, 1994)

### *1.1.3.3 Alliages Mg-Al-Si*

L'utilisation de ce type d'alliage est limitée aux composants fabriqués par moulage sous pression. En effet, la résistance à haute température de ce type d'alliage est attribuable au durcissement par précipitation de fines particules de  $Mg_2Si$  dispersées aux joints de grains lors du refroidissement rapide de l'alliage (Luo et Pekguleryuz, 1994). Cet alliage n'est donc pas utilisé pour des applications en moulage en sable, car sous des conditions de

refroidissement lent, la phase  $Mg_2Si$  adopte une morphologie grossière et fragile en "Chinese Script", ce qui réduit significativement la ductilité et la résistance de l'alliage. Des microadditions de Ca à cet alliage moulé en sable réalisées à l'ITM (Institut de technologie du Magnésium de Québec) ont eu pour résultat une augmentation de la ductilité et de la résistance de l'alliage, le rendant par conséquent moulable en sable (Pekguleryuz et al., 1993).

Les alliages du système Mg-Al-Si sont plus compétitifs au niveau monétaire que les alliages contenant du Zr. Ils offrent de plus de meilleures propriétés à hautes températures que les alliages Mg-Al-Zn. Le silicium a par contre pour effet d'augmenter la température du liquidus de l'alliage nécessitant une température de moulage plus élevée. (Luo et Pekguleryuz, 1994)

#### *1.1.3.4 Alliages Mg-Al-RE*

Les effets bénéfiques des terres rares sur la résistance du magnésium ont été découverts dès les années 1930. Au début des années 1970, Foerster (1972, 1973) a rapporté qu'une addition de 1% de terres rares était suffisante à l'amélioration de la résistance au fluage des alliages Mg-Al. Bien qu'étant plus efficace que le silicium pour améliorer les propriétés en fluage des alliages de magnésium (surtout pour de basses teneurs en Al), le coût élevé des terres rares de même que les problèmes de coulabilité qu'elles entraînent jouent en la défaveur de ce type d'alliages.

De plus, des études récentes (Powell, 2001) ont rapporté qu'à des températures supérieures à  $150^\circ C$ , le composé  $Al_{11}(RE)_3$  (ou  $Al_4RE$ ) se décompose pour former du  $Al_2(RE)$  et de l'Al, lequel forme du  $Mg_{17}Al_{12}$ , un composé à bas point de fusion responsable de la faible résistance au fluage de l'alliage AZ91.

#### 1.1.3.5 Alliages Mg-Zn-Cu

Certains chercheurs ont montré que des additions de cuivre aux alliages du système binaire Mg-Zn amélioreraient de façon significative la ductilité et permettaient un vieillissement bénéfique de l'alliage suite à un traitement thermique (Lorimer, 1987 et Unsworth, 1987). Cependant, il est accepté de longue date que l'ajout de cuivre aux alliages du système Mg-Al-Zn a un effet néfaste sur la résistance à la corrosion de ces alliages. De plus, durant le développement de l'alliage de haute pureté AZ91 des relations quantitatives entre la résistance à la corrosion et la présence de cuivre ou d'autres métaux lourds ont été établies (Hillis, 1983). Bien que certains prétendent que l'effet d'un ajout de cuivre au système Mg-Zn ait un effet moins dommageable sur la résistance à la corrosion que celui observé pour le système Mg-Al-Zn, il est évident que la résistance à la corrosion des alliages Mg-Zn-Cu décroît avec une augmentation du pourcentage de cuivre (Unsworth, 1988).

#### 1.1.3.6 Alliages Mg-Al-Ca

Le coût élevé des alliages Mg-Al-RE a mené à l'utilisation d'éléments alcalino-terreux tels le calcium et le strontium en remplacement des terres rares (Pekguleryuz et Avedesian, 1992). Pekguleryuz et Baril (2001) ont rapporté que la résistance au fluage de deux alliages de ce système (Mg-5Al-0,6Ca et Mg-5Al-0,8Ca) est équivalente voire même supérieure à celle de l'alliage AE42 (Mg-Al-RE). L'allongement en fluage était de 0,26-0,33% pour les alliages contenant du Ca comparativement à des allongements de 2,5% pour l'alliage AZ91D et de 0,33% pour le AE42. Ce qui explique la bonne résistance au fluage de ces alliages, est la présence de précipités de  $Al_2Ca$  (Pekguleryuz et Luo, 1996; Pekguleryuz et Renaud, 2000) stables à hautes températures (température de fusion de  $1079^\circ C$ ), ce qui empêche la formation de précipités de  $Mg_{17}Al_{12}$ , responsables des mauvaises propriétés en fluage de l'alliage AZ91. Ces alliages contenant du calcium ont

de plus une bonne résistance à la traction et une bonne ductilité à haute température (150°C). Ils sont aussi plus résistants à la corrosion que le sont le AZ91 (Mg-Al-Zn) et le AE42, mais montrent toutefois des problèmes de coulabilité.

### 1.1.3.7 Alliages Mg-Al-Sr

Pekguleryuz et Baril (2001) ont étudié deux alliages de ce système : le AJ52 (Mg-5Al-1,8Sr) et le AJ51 (Mg-5Al-1,2Sr). De façon similaire aux alliages contenant du Ca, le AJ51 et le AJ52 coulés en moule permanent ont des propriétés mécaniques supérieures à celles de l'alliage AE42 et résistent bien à la corrosion (tableau 1.6). Les propriétés en traction à 175°C de pièces moulées sous pression des alliages AJ51 et AJ52 sont cependant supérieures à celles des autres alliages de magnésium étudiés lors de la même étude, le AS41 (Mg-Al-Si) et le AE42. La résistance au fluage à 150°C et 175°C sous une contrainte de 35 et de 50 MPa des alliages contenant du Sr étudiés est supérieure à celle des alliages AS41 et AE42 et de l'alliage d'aluminium A380 (tableau 1.7). De plus, ces alliages ont une excellente coulabilité.

**Tableau 1.6 Propriétés en traction d'alliages de magnésium coulés sous pression (Pekguleryuz et Baril, 2001)**

Alliages	Résistance à la traction (MPa)			Limite élastique (MPa)			Allongement (%)		
	T.A.	150°C	175°C	T.A.	150°C	175°C	T.A.	150°C	175°C
AZ91D	239	170	138	157	105	89	4,7	18,0	20,5
AE42	226	142	121	135	87	81	9,2	22,5	23,1
AS41	249	153	127	132	94	85	8,9	16,8	18,0
AJ52	202	164	148	145	108	103	4,0	13,3	14,8
AJ51	233	149	133	138	102	97	8,8	16,4	21,4
A380	290	255	248	155	149	154	3,2	6,4	7,1

Tableau 1.7 Propriétés en fluage et de corrosion d'alliages coulés sous pression (Pekguleryuz et Baril, 2001)

Alliages	35 MPa, 200 h		50 MPa, 150°C		Taux de corrosion (mg/cm <sup>2</sup> /jour)
	150°C	175°C	200 h	500 h	
AZ91D	1,21	1,84	2,7	6,35	0,10
0,21	0,07	0,14	0,06	0,084	0,21
AS41	0,13	0,50	0,45	0,735	0,16
AJ52	0,03	0,09	0,03	0,033	0,09
AJ51	0,07	0,05	0,07	0,092	0,14
A380	0,18	0,15	0,08	0,099	0,34

Tout comme le Ca, le Sr permet une précipitation de composés Al-Sr aux joints de grains, ce qui empêche la formation de particules de Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. La nature cristallographique exacte de ces précipités n'est pas connue à ce jour. L'augmentation de la proportion de strontium dans les alliages coulés sous pression influence le type de particules de seconde phase formées. Dans l'alliage AJ52, deux types de particules sont présentes : le premier riche en Al dit de type A (constituant de Al-Sr avec un peu de Mg sous forme d'un eutectique divorcé) et le second dit de type B (constituant Mg-Sr-Al non lamellaire). Dans cet alliage, la proportion de particules de type B semble plus élevée que la proportion de particules de type A. L'alliage AJ51 ne contient qu'un seul type de particules dit de type C (composé Mg-Al-Sr lamellaire) (Pekguleryuz et Baril, 2001). La composition chimique de ces trois types de particules est connue à ce jour mais pas leur structure cristallographique. Certaines compositions chimiques ont été avancées avec prudence, à titre d'exemple les particules de types C dans le AJ51 pourraient être un composé ternaire Al<sub>10</sub>Mg<sub>13</sub>Sr ou encore un composé binaire Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> avec des atomes de Sr se substituant à ceux d'Al et de Mg (Pekguleryuz et Baril, 2001). Aucun composé ternaire n'est répertorié pour le système Mg-Al-Sr (Villars, 1997).

La présence de composés complexes dans la microstructure brut de coulée pourrait cependant s'expliquer par la solidification rapide caractéristique du moulage sous pression, permettant la formation de phases métastables dans la microstructure finale. En contrepartie, les bonnes propriétés en fluage de ces alliages laissent croire que la

microstructure soit relativement stable à haute température. De plus, la basse teneur en Al de la matrice entourant les particules de seconde phase indique une faible saturation de la phase  $\alpha$ -Mg, rendant ainsi ces alliages moins sensibles à la précipitation discontinue de  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  (Pekguleryuz et Baril, 2001).

Baril et al. (2003) ont étudié les quatre alliages suivants : AJ51x (Mg-5Al-1,4Sr), AJ52x (Mg-5Al-1,95Sr), AJ62x (Mg-6Al-2,4Sr) et AJ62Lx (Mg-6,15Al-1,9Sr). En comparant les alliages AJ62x et AJ62Lx, ces auteurs concluent que la meilleure ductilité et la résistance à la traction accrue du AJ62Lx sont attribuables à une plus faible fraction volumique de l'eutectique  $Al_4Sr-\alpha(Mg)$ . Une réduction de la teneur en strontium résultant en une augmentation de l'aluminium en solution dans la matrice, ceci résulte en une augmentation de l'effet de durcissement par solution solide. Inversement, la faible teneur en aluminium de l'alliage AJ52x et la présence de la phase  $Al_3Mg_{13}Sr$  ont pour effet de diminuer sa résistance à la traction et sa ductilité. La résistance au fluage est aussi influencée par ces aspects microstructuraux. L'alliage AJ62Lx montre une faible résistance au fluage à cause de sa sursaturation en aluminium et de la présence de  $Mg_{17}Al_{12}$  alors que les alliages AJ52x et AJ62x ont une meilleure résistance au fluage à cause de leur plus faible sursaturation en aluminium. Les résultats de fluage obtenus par ces auteurs montrent par ailleurs une résistance au fluage similaire pour les alliages AJ52x et AJ62x à 150°C. Le fait que la phase  $Al_3Mg_{13}Sr$  soit présente dans l'alliage AJ52x alors qu'elle est absente de l'alliage AJ62x semble indiquer que la bonne résistance au fluage de l'alliage AJ52x n'est pas seulement attribuable à la présence de cette phase mais aussi à la présence de l'eutectique  $Al_4Sr-\alpha(Mg)$ .

Certains auteurs ont étudié la stabilité de certaines phases présentes dans les alliages Mg-Al-Sr, dont le  $\text{Al}_4\text{Sr}$  (Makhmudov et al., 1981). Ils ont déterminé que la solubilité du magnésium dans le composé  $\text{Al}_4\text{Sr}$  est de 25% et que cette solubilité du magnésium modifie les paramètres de la maille quadratique de façon linéaire (pour une teneur en strontium constante) comme le montre la figure 1.1.

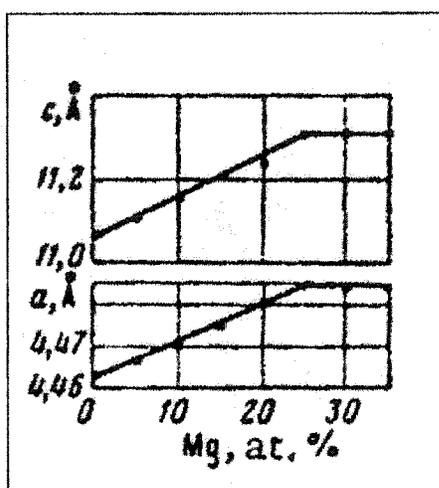


Figure 1.1 Variation des paramètres de maille du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  avec le pourcentage de Mg en solution (Makhmudov et al., 1981)

## 1.2 NOTIONS THÉORIQUES SUR LE FLUAGE

Selon la contrainte appliquée et la température, trois types de fluage peuvent se produire, soient le fluage logarithmique, le fluage restauration et le fluage visqueux. En pratique, on retrouve souvent le fluage restauration, qui se produit lorsque la contrainte appliquée se trouve dans la gamme  $10^{-4} < \sigma/\mu < 10^{-2}$ , où  $\sigma$  est la contrainte appliquée et  $\mu$  est le module de cisaillement. Dans ce cas, le fluage se produit surtout par glissement des dislocations et par diffusion de lacunes lorsque nécessaire pour surmonter un obstacle. Un

concept proposé par Orowan veut qu'il s'établisse un équilibre dans le matériau entre le taux de consolidation et celui de restauration. L'augmentation globale de la contrainte est donc donnée par :

$$d\sigma = \left( \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_{t, \sigma} d\varepsilon + \left( \frac{\partial \sigma}{\partial t} \right)_{\sigma, \varepsilon} dt \quad (1.1)$$

où le premier terme est le taux de consolidation et le second celui de restauration (Meyers et Chawla, 1984).

Le fluage restauration a lieu à des températures assez élevées pour permettre aux mécanismes de restauration de se produire ( $T > 0,5T_f$ ). Ces mécanismes de restauration étant actifs, le fluage est plus important et sa vitesse est très sensible à la température et à la contrainte appliquée. On décrit généralement le fluage restauration par une courbe à trois stades telle qu'illustrée à la figure 1.2.

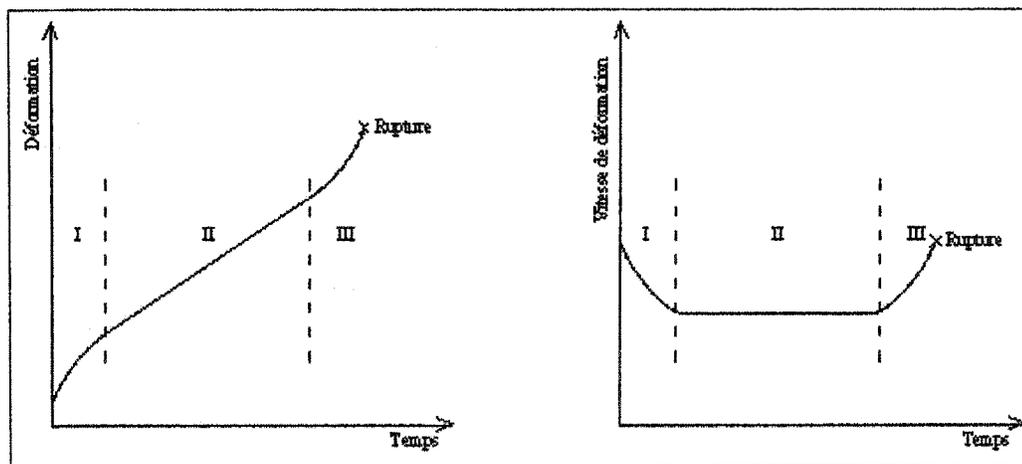


Figure 1.2 Courbe de fluage à trois stades (Dickson, 1998)

Au cours du premier stade de fluage appelé fluage transitoire, la vitesse de fluage diminue continuellement pour atteindre une valeur constante au début du deuxième stade. Ce changement de la vitesse de déformation est attribuable au fait que la densité et l'arrangement des dislocations tendent vers une structure d'équilibre pour une température et une contrainte appliquée données. Dans le cas d'un métal recuit, la vitesse de fluage ira en diminuant puisque le taux de consolidation est plus important que le taux de restauration (stade I dit normal) (Dickson, 1998).

Lors d'un essai à contrainte constante, le deuxième stade résulte en une évolution linéaire de la déformation totale en fonction du temps. Ce stade est donc appelé fluage à l'état stationnaire. La vitesse de fluage est donc constante, cette valeur étant la vitesse de fluage minimale. Lors du stade II, la vitesse de déformation suit une loi de puissance du type :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (1.2)$$

où A et n sont des constantes et Q est l'énergie d'activation pour le fluage ( $Q = f(T)$ ).

Le troisième stade de fluage, voit la vitesse de fluage accélérer dû à l'apparition de certains changements structuraux tels la formation de cavités ou de microfissures ou encore de la striction. L'apparition de tels phénomènes mènent alors à la rupture (Dickson, 1998).

Des notions complémentaires sur les mécanismes de fluage sont aussi présentées à l'annexe A.

### 1.3 MÉCANISMES DE FLUAGE DANS LES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM

L'utilisation des alliages de magnésium dans l'industrie automobile connaît depuis quelques années un taux de croissance. On désire les utiliser dans les systèmes de transmission et dans le moteur où les matériaux peuvent atteindre des températures autour de 150-170°C. Il devient donc essentiel d'identifier et de bien comprendre les mécanismes de fluage opérant dans ces alliages, ce qui nous permettra par la suite d'en développer de nouveaux, plus résistants au fluage.

Cette section présente les comportements en fluage du magnésium polycristallin et de l'alliage Mg-0,8%Al.

#### 1.3.1 Comportement du magnésium à hautes températures

De façon générale, les expériences menées sur des métaux de structure hexagonale ont montré deux tendances générales :

- l'énergie d'activation pour le fluage augmente d'une valeur semblable à celle pour l'auto-diffusion pour des températures autour de  $0,5$  à  $0,6T_f$  à une valeur beaucoup plus grande à des températures de  $0,7$  à  $0,8T_f$  (Tegart et Sherby, 1958; Tegart, 1961; Flinn et Munson, 1964; Flinn et Duran, 1966) ;
- la valeur de l'exposant de la contrainte (le paramètre  $n$  de l'équation 1.2), subit une diminution pour la même gamme de températures chutant de  $5,5$  à  $4,0$  dans le magnésium (Tegart, 1961) et de  $4,3$  à  $3,9$  dans le cadmium (Flinn et Duran, 1966).

La température de fusion du magnésium étant autour de 650°C, la température ambiante est autour de  $0,03T_f$ .

Cette section résume les expériences de fluage menées par Vagarali et Langdon (1981) sur le magnésium polycristallin.

Les courbes de fluage obtenues pour le magnésium polycristallin présentent un stade transitoire normal assez étendu avec la présence d'une déformation instantanée et un stade II bien défini. Ces observations concordent avec celles relevées par Shi et Northwood (1994). Les essais ont aussi montré que la déformation associée au stade I est moins importante pour des contraintes appliquées plus faibles et à hautes températures. De plus, pour une contrainte appliquée très faible (environ 2 MPa) à 773 K, le fluage transitoire était pratiquement absent précédant le fluage à l'état stationnaire.

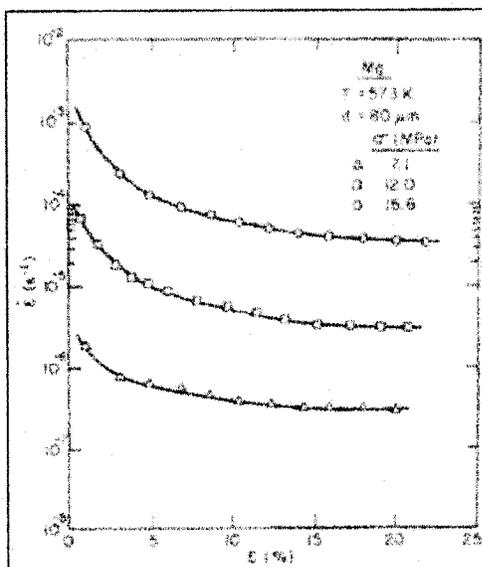
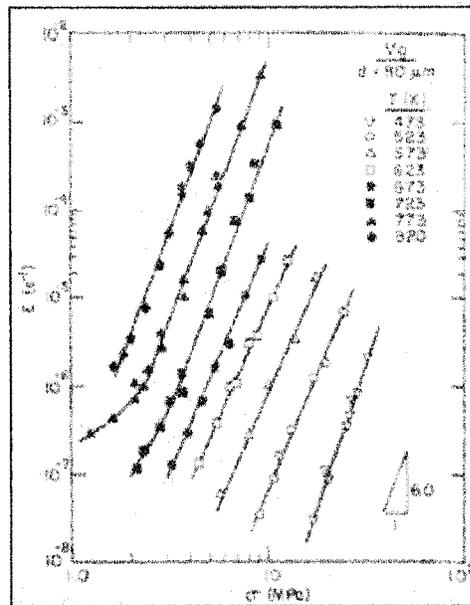


Figure 1.3 Vitesse de déformation vs déformation pour différentes contraintes (Vagarali et Langdon, 1981)

La figure 1.4 montre les résultats obtenus à partir d'essais de fluage à contrainte constante. On note que l'exposant de la contrainte,  $n$  (équation 1.2), varie en fonction de la température et de la contrainte.



**Figure 1.4** Vitesse de déformation à l'état stationnaire vs contrainte à différentes températures (Vagarali et Langdon, 1981)

À températures élevées, la vitesse de fluage à l'état stationnaire est donnée par une expression de la forme : (Vagarali et Langdon, 1981)

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.3)$$

où A est une constante adimensionnelle, G est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, k est la constante de Boltzmann,  $D_0$  est un facteur de fréquence, Q est l'énergie d'activation pour le mécanisme de déformation, R est la constante des gaz et n et p sont des constantes.

Lors d'un essai à contrainte constante, il devient alors possible de calculer l'énergie d'activation avec la relation :

$$Q \cong \frac{R \ln((\dot{\epsilon}_2 G_2^{n-1} T_2) / (\dot{\epsilon}_1 G_1^{n-1} T_1))}{(T_2 - T_1) / T_1 T_2} \quad (1.4)$$

où  $\dot{\epsilon}_1$  et  $\dot{\epsilon}_2$  sont les vitesses de déformation tout juste avant et après un léger changement de température  $\Delta T$  de  $T_1$  à  $T_2$  et  $G_1$  et  $G_2$  sont les modules de cisaillement à  $T_1$  et à  $T_2$  respectivement (pour le magnésium :  $\mu = (1,92 \times 10^{-4} - 8,6T) \text{MPa}$ ).

Une série d'expériences en cyclant la température a montré que l'énergie d'activation pour le fluage est indépendante de la déformation totale lors du fluage. Pour des températures entre 480 et 600 K, l'énergie d'activation est d'environ  $135 \pm 10$  kJ/mole et cette valeur est indépendante de la contrainte (figure 1.5). Par contre, les températures supérieures à 600 K voient une augmentation de l'énergie d'activation avec la température pour atteindre une valeur d'environ  $225 \pm 10$  kJ/mole à 810 K. Aux températures élevées (750-810 K) il semble de plus y avoir une augmentation de l'énergie d'activation pour le fluage avec une diminution de la contrainte. On note aussi que le comportement est différent à hautes températures pour les très faibles contraintes.

Les observations montrant que l'énergie d'activation pour le fluage augmente avec une augmentation de la température sont en accord avec le comportement typique démontré dans la littérature pour les métaux hexagonaux (Vagarali et Langdon, 1981).

La figure 1.6, illustrant cet effet de façon plus évidente, montre que le comportement en fluage du magnésium est contrôlé par deux mécanismes indépendants (du moins pour les gammes de températures et de contraintes dont il est question ici) (Langdon et Mahamed, 1977). La transition entre ces deux mécanismes de déformation se fait entre 600 et 750° K,

la température de transition augmentant lorsque la contrainte diminue. Pour des températures inférieures à 600-750K, le glissement basal est le mécanisme qui contrôle le comportement en fluage, alors que pour des températures supérieures à 600-750° K, c'est plutôt le glissement prismatique.

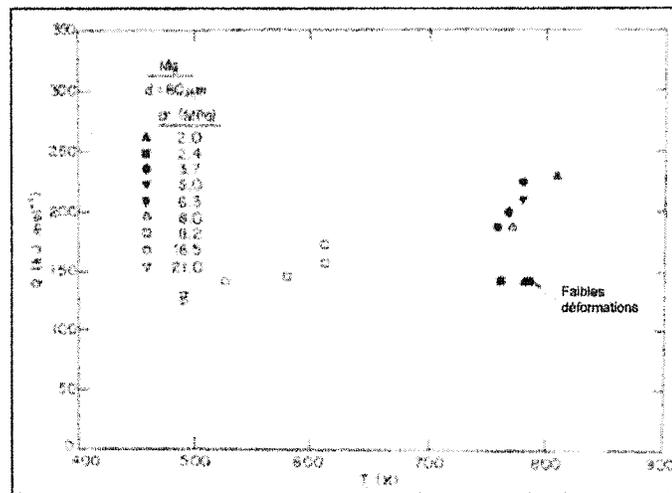


Figure 1.5 Énergie d'activation moyenne en fonction de la température moyenne lors d'essais de cyclage de la température (Vagarali et Langdon, 1981)

Comme nous l'avions mentionné précédemment, l'énergie d'activation pour les températures supérieures à 700 K est plus élevée. De plus, dans cette gamme de températures, l'énergie d'activation pour le fluage semble dépendre légèrement de la contrainte, ce qui est illustré sur la figure 1.6 par le fait que les droites dans cette région ne sont pas tout à fait parallèles. On peut donc séparer le comportement en fluage du magnésium polycristallin en trois régions :

- à basses températures :  $600 < T < 750$  K ;
- à températures et contraintes élevées :  $T > 600-750$  K et  $\sigma > 2,5$  MPa ;
- à températures élevées et à contraintes faibles :  $T > 600-750$  K et  $\sigma < 2,5$  MPa.

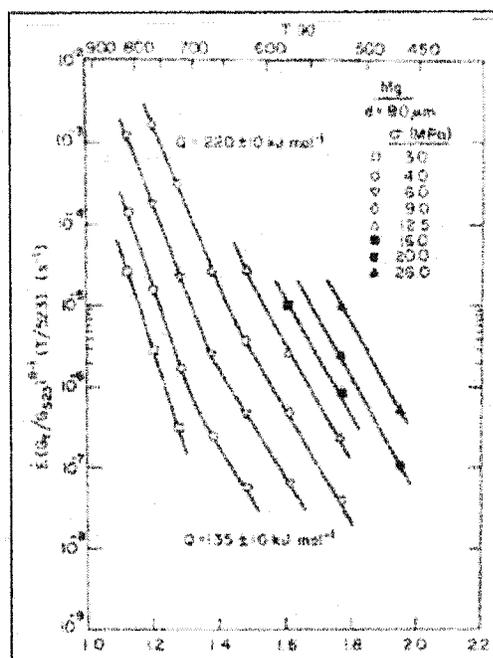


Figure 1.6 Vitesse de déformation normalisée vs l'inverse de la température homologue (Vagarali et Langdon, 1981)

### 1.3.1.1 Comportement à basses températures

Tout dépendant du niveau de contrainte, ce type de comportement s'étend à des températures allant typiquement de 473 à 700 K. Les figures 1.5 et 1.6 concordent et montrent toutes deux que l'énergie d'activation pour le fluage dans cette gamme de températures est indépendante de la contrainte et vaut aux alentours de 135 kJ/mole. Cette valeur est très semblable à l'énergie d'activation pour l'auto-diffusion du magnésium. Le comportement en fluage dans cette gamme de températures serait donc contrôlé par la diffusion dans le réseau. Notons ici que les résultats d'expériences similaires menées sur le magnésium avaient montré des énergies d'activation pour le fluage légèrement inférieures (entre 92 (Crossland et Jones, 1972) et 117 kJ/mole (Tegart, 1962)).

La valeur de l'exposant de la contrainte pour ces températures est de 5,2 (figure 1.7), ce qui suggère que le mécanisme de déformation qui contrôle la vitesse de fluage est la montée des dislocations, mais il faut tout de même expliquer l'augmentation de cet

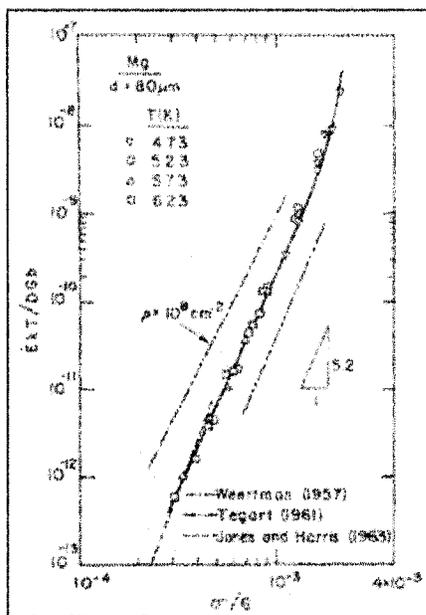


Figure 1.7 Vitesse de déformation normalisée vs contrainte normalisée (Vagarali et Langdon, 1981)

exposant pour une température aussi basse que 473 K. Sur la figure 1.7, on note que les points expérimentaux sont alignés sur une droite de pente 5,2 pour des contraintes normalisées allant de  $3 \times 10^{-4}$  à  $10^{-3}$  mais que pour des valeurs de  $\sigma/G > 10^{-3}$ , les points dévient de cette tendance linéaire. Cette déviation est typique pour un grand nombre de métaux et elle correspond au point de brisure de la loi de puissance du fluage à l'état stationnaire qui se produit à contraintes élevées (Weertman, 1968). Mais comme la plupart des points expérimentaux obtenus à 473 K sont presque tous situés dans une région où la contrainte normalisée est supérieure à ce point de brisure, cela explique l'observation selon laquelle l'exposant de la contrainte augmente jusqu'à une valeur de 6,5 pour cette température.

Pour s'assurer de la conclusion voulant qu'à basses températures, le fluage soit contrôlé par la montée des dislocations, étudions plus en détail la vitesse de fluage théorique. La vitesse de fluage à l'état stationnaire est donnée par (Weertman, 1955) :

$$\dot{\epsilon} = \alpha \left( \frac{D}{b^{3,5} M^{0,5}} \right) \left( \frac{G\Omega}{kT} \right) \left( \frac{\sigma}{G} \right)^{4,5} \quad (1.5)$$

où D est le coefficient de diffusion pour l'auto-diffusion dans le réseau, M est le nombre de sources par unité de volume ( $M = 0,27\rho^{1,5}$  où  $\rho$  est la densité de dislocations),  $\Omega$  est le volume atomique et  $\alpha$  est une constante ( $0,015 < \alpha < 0,33$ ).

Typiquement,  $M = 2,8 \times 10^{17} \text{ m}^{-3}$  (avec  $\rho = 10^8 \text{ cm/cm}^3$ ),  $\alpha = 0,1$ , ce qui résulte en une vitesse de fluage représentée par la ligne brisée supérieure sur la figure 1.7. Compte tenu des incertitudes sur  $\rho$  et sur  $\alpha$ , cette relation théorique pour la montée des dislocations en tenant compte des dipôles prédit des vitesses de fluage qui excèdent celles mesurées par un ordre de grandeur. La ligne brisée inférieure sur la figure 1.7, représente les résultats expérimentaux obtenus par Tegart (1961), utilisant des échantillons dont la taille de grains était de  $635 \mu\text{m}$ , comparativement à  $80 \mu\text{m}$  pour les points expérimentaux de cette figure. Cela explique donc le fait que les vitesses de fluage mesurées par Tegart (1961) soient inférieures. On note par contre une bonne corrélation entre les points expérimentaux de cette figure et la ligne pointillée tracée à partir des résultats obtenus par Jones et Harris (1963) avec une taille de grains allant de  $60$  à  $100 \mu\text{m}$ .

De plus, des observations métallographiques ont montré des lignes de glissement sur le plan basal.

Notons par contre que Crossland et Jones (1977) attribuent plutôt le fluage du magnésium dans une gamme de températures allant de 423 à 598 K à du fluage visqueux de Coble avec une légère contribution du fluage Nabarro-Herring aux températures les plus élevées et ce, pour de faibles contraintes. Cette conclusion est basée sur leurs observations montrant une dépendance de la vitesse de fluage à la température et à la taille de grains. Ils expliquent par ailleurs le fait qu'un stade de fluage transitoire soit tout de même observé par la déformation initiale de l'échantillon avant le début de l'essai.

### *1.3.1.2 Comportement à hautes températures et à contraintes élevées*

Ce type de comportement est présent typiquement pour des températures supérieures à 700 K, la température de transition dépendant de la contrainte. Lorsque ces conditions de températures et de contraintes élevées sont rencontrées, l'énergie d'activation pour le fluage est de beaucoup supérieure à celle pour l'auto-diffusion et cette valeur dépend fortement de la contrainte, l'exposant  $n$  étant aux alentours de 6. Dans ces gammes de températures et de contraintes, on note aussi des variations dans la contrainte d'écoulement du magnésium et dans le volume apparent d'activation pour le fluage.

Pour déterminer le volume d'activation pour le fluage, il s'agit d'effectuer des essais de fluage à température constante au cours desquels on fait varier la contrainte. Le volume apparent d'activation est ensuite calculé à l'aide de la relation suivante :

$$V^* = kT \left( \frac{\partial \ln \dot{\gamma}}{\partial \tau} \right)_T \quad (1.6)$$

où  $\dot{\gamma}$  est la vitesse de déformation par cisaillement et  $\tau$  est la contrainte de cisaillement (en prenant  $\tau = 0,5\sigma$ ).

La figure 1.8 montre les résultats obtenus lors de deux essais différents. On remarque que  $V^*$  est presque indépendant de la déformation à basses contraintes alors qu'il diminue légèrement à contraintes plus élevées lors du fluage à l'état stationnaire. La figure 1.9, montrant la relation entre le volume d'activation apparent et la contrainte pour une gamme de températures allant de 723 à 810 K, indique sans équivoque que  $V^*$  est indépendant de la température (pour cette gamme de températures) mais qu'il dépend fortement de la contrainte, diminuant d'une valeur supérieure à  $2000b^3$  pour les contraintes inférieures à 4MPa à environ  $500b^3$  pour une contrainte de 10MPa (pour le magnésium,  $b=3,2 \times 10^{-10}m$ ).

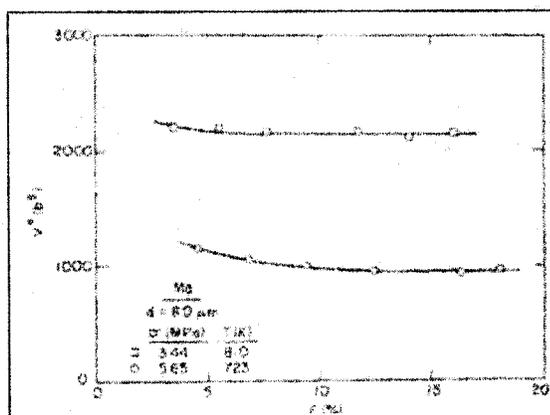


Figure 1.8 Volume d'activation vs la déformation lors de deux essais différents (Vagarali et Langdon, 1981)

Le fait que la contrainte d'écoulement varie rapidement avec la température et que le volume apparent d'activation soit une fonction de la contrainte suggère que le comportement dans cette région soit activable thermiquement.

Des observations métallographiques ont montré des traces de glissement importantes sur des plans prismatiques, confirmant l'idée déjà documentée selon laquelle l'énergie d'activation beaucoup plus élevée dans cette région soit attribuable à du glissement sur les

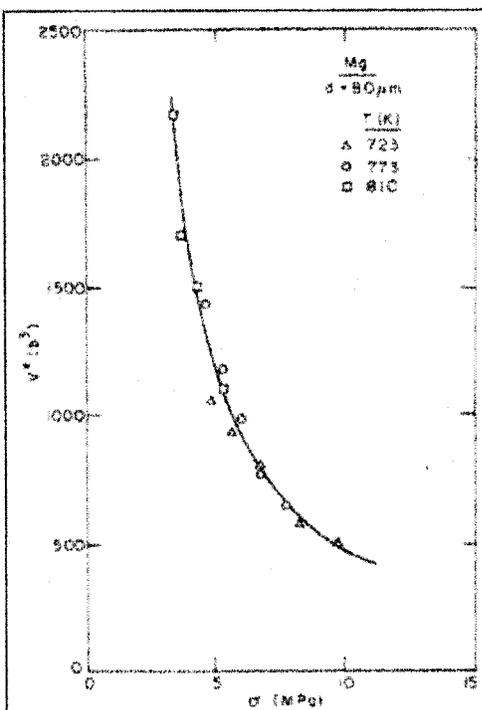


Figure 1.9 Volume d'activation vs contrainte (Vagarali et Langdon, 1981)

plans prismatiques (Tagert, 1961; Jones et Harris, 1963; Crossland et Jones, 1972). Les mécanismes pour expliquer ce phénomène se divisent en deux catégories, tout dépendant qu'ils soient contrôlés par le glissement des dislocations ou par le glissement dévié.

Il existe principalement deux modèles pour les mécanismes contrôlés par le glissement des dislocations. Le premier développé par Gilman (1965), veut que le déplacement des dislocations soit limité par le frottement du réseau sur les plans prismatiques. Lorsque la température est suffisamment élevée ( $T > 0,7T_f$ ), la diffusion est assez rapide pour que la vitesse des dislocations vis ne soit plus limitée par le déplacement des crans mais plutôt

par la vitesse de déplacement des segments ne présentant pas de crans. La vitesse de ces segments est alors contrôlée par la germination et le déplacement des plis. La vitesse de fluage à l'état stationnaire est alors donnée par :

$$\dot{\epsilon} = (\beta \rho_m b) \exp\left[-\frac{Q_k + \eta / \sigma}{kT}\right] \quad (1.7)$$

où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles,  $Q_k$  est l'énergie de formation d'un pli et  $\beta$  et  $\eta$  sont des constantes.

Le deuxième modèle basé sur le glissement des dislocations a été développé par Weertman (1957). Ce modèle dit que la vitesse des dislocations est contrôlée par la vitesse de germination des doubles plis. La différence entre ce modèle et le précédent est que celui-ci fait l'hypothèse que les plis sont en équilibre thermique. Ce n'est donc par leur germination mais bien leur déplacement qui contrôle la vitesse de déplacement des dislocations. Ce modèle s'appuie sur le concept que l'orientation cristallographique d'une dislocation est forcée si la contrainte de Peierls est élevée et que la dislocation doit donc surpasser cette contrainte pour pouvoir se déplacer d'une distance atomique. Ceci est rendu possible par la germination de doubles plis et par le déplacement subséquent de ces plis sous l'action de la contrainte appliquée. À faibles contraintes, la contrainte de cisaillement à l'état stationnaire est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \frac{\zeta \tau^{2,5} v b'}{G^{2,5} b^{2,5} M^{0,5}} \exp\left(-\frac{Q_0}{kT}\right) \exp\left(\frac{\pi \tau Q_0}{2 \tau_p kT}\right) \quad (1.8)$$

où  $\tau$  est la contrainte de cisaillement,  $\nu$  est la fréquence de Debye,  $b'$  est la distance entre les collines de Peierls,  $\tau_p$  est la contrainte de Peierls,  $\zeta$  est une constante environ égale à

$$12 \text{ et } Q_0 = \frac{4bb'}{\pi} \left( \frac{2G\tau_p bb'}{5\pi} \right) \text{ est l'énergie d'activation.}$$

Deux modèles pour expliquer les mécanismes contrôlés par le glissement dévié ont été élaborés par Friedel (1959) et par Poirier (1976). Ces modèles veulent qu'une dislocation vis sur le plan basal puisse subir du pincement sur un segment assez long pour que celle-ci puisse glisser du plan basal vers le plan prismatique. Lorsque ce processus contrôle la vitesse de déformation, Friedel (1959) a montré que la vitesse de déformation en cisaillement est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \frac{N_s L_s A^* b^4 \nu \tau^2}{8\Gamma R} \exp\left(-\frac{U_c}{kT} + \frac{2(2\Gamma R^3)^{0,5}}{\tau b kT}\right) \quad (1.9)$$

où  $N_s$  est le nombre de dislocations partielles sur le plan basal par unité de volume,  $L_s$  est la longueur totale de chaque partielle,  $A^*$  est la surface balayée par unité d'activation,  $\Gamma$  est l'énergie par unité de longueur d'une dislocation non dissociée,  $R$  est l'énergie de pincement par unité de longueur et  $U_c$  est l'énergie de formation d'un pincement.

Poirier (1976) en est plutôt arrivé à la conclusion que la vitesse de fluage dû au glissement contrôlé par le glissement dévié peut s'exprimer comme suit :

$$\dot{\epsilon} = \psi \left( \frac{\sigma}{G} \right)^2 \exp\left(-\frac{Q_{cs}(\gamma_{SF}\sigma)}{kT}\right) \quad (1.10)$$

où  $Q_{cs}$  est l'énergie d'activation pour le glissement dévié,  $\gamma_{SF}$  est l'énergie de faute d'empilement,  $\psi$  est une constante et  $Q_{cs}$  est fonction de  $\gamma_{SF}$  et de la contrainte.

Ce modèle n'a par contre pas été développé de façon quantitative, ce qui rend la comparaison avec les résultats expérimentaux impossible.

Il existe donc trois modèles (équations 1.7, 1.8 et 1.9) pouvant expliquer les phénomènes observés. Ces équations prédisent d'ailleurs une diminution de l'énergie d'activation pour le fluage avec une augmentation de la contrainte, ce qui est observé expérimentalement.

Le modèle de Gilman (1965) doit être rejeté, car celui-ci prédit une énergie de formation pour les plis très supérieure à celle associée habituellement pour leur formation dans les métaux. Le modèle de Weertman (1957) est quant à lui rejeté puisque le volume d'activation apparent pour la formation des doubles plis qu'il prédit est largement supérieur à celui que l'on associe généralement à leur formation. Le fluage à hautes températures et à contraintes élevées n'est donc probablement pas contrôlé par le glissement des dislocations.

Les graphiques de la figure 1.10 montrent la correspondance entre les résultats expérimentaux et le modèle de Friedel. Avec ce modèle, on peut aussi prédire l'énergie d'activation pour ces gammes de températures et de contraintes. Celle-ci varie avec la contrainte par la relation :

$$Q = (140 \pm 10) + (295 / \sigma) \text{ kJ/mole} \quad (1.11)$$

où  $\sigma$  est en MPa.

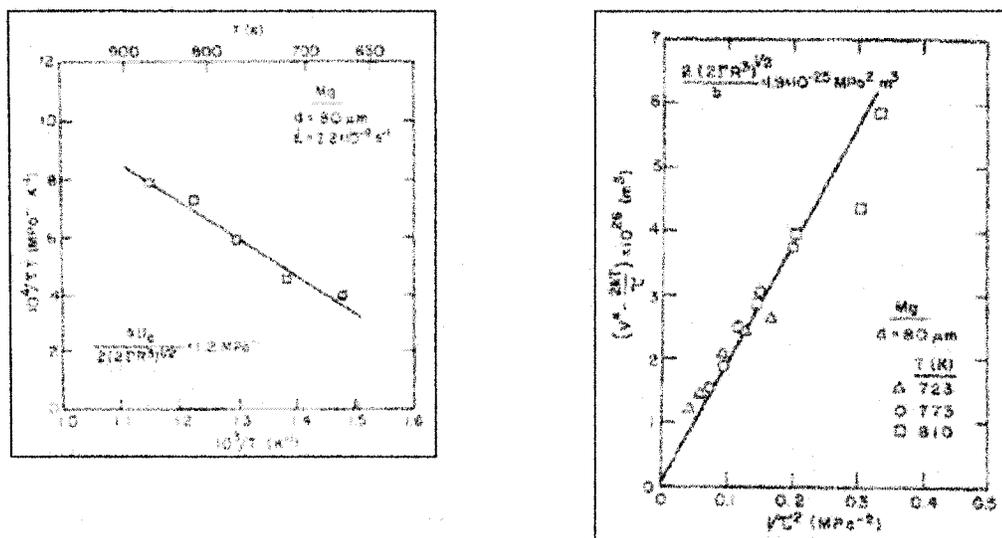


Figure 1.10 Corrélation entre les points expérimentaux et les relations empiriques développées par Friedel (Vagarali et Langdon, 1981)

De plus, les points expérimentaux du graphique de la figure 1.10 montrant le volume d'activation apparent en fonction de la température se trouvent tous dans une gamme allant de 1 à  $6 \times 10^{-26} \text{ m}^3$ , ce qui correspond assez bien aux valeurs prévues pour le mécanisme de glissement dévié. On peut donc en conclure que le comportement en fluage du magnésium polycristallin à hautes températures et à contraintes supérieures à 2,5 MPa est contrôlé par la vitesse de glissement dévié des dislocations du plan basal au plan prismatique.

Notons que certains chercheurs ont contredit cette conclusion en argumentant le fait que la plus grande facilité avec laquelle se produit le glissement dévié à hautes températures a pour effet d'augmenter la vitesse de fluage par un facteur d'environ 2 (Sherby et al., 1979).

### 1.3.1.3 Comportement à hautes températures et à très basses contraintes

Pour des contraintes inférieures à 2,5 MPa, la figure 1.4 montre une transition pour la valeur de l'exposant  $n$  pour les deux températures les plus élevées (surtout évident à 773K). De plus, l'énergie d'activation dans cette région a été calculée à environ 139kJ/mole, ce qui est comparable à l'énergie d'activation de l'auto-diffusion pour le

magnésium. Cette valeur est par contre très inférieure à celle obtenue à plus fortes contraintes. Ceci suggère qu'il existe une transition vers un mécanisme de fluage différent pour ces faibles contraintes et pour une taille de grain relativement fine ( $80 \mu m$ ). On suggère le fluage visqueux Nabarro-Herring pour expliquer ce phénomène (Vagarali et Langdon, 1981).

La figure 1.11 montre la corrélation entre les résultats expérimentaux et la relation pour le fluage de Nabarro-Herring. On note que la plupart des points expérimentaux concordent très bien avec le comportement prévu par ce type de fluage à l'exception des points pour 773 K. Le fait que la vitesse de fluage mesurée soit inférieure à celle prévue est probablement dû à un effet de grossissement de grains lors des essais de fluage, ce qui a par ailleurs été observé.

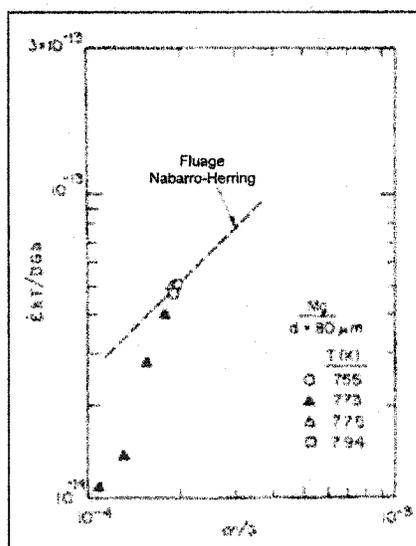


Figure 1.11 Corrélation avec le fluage de type Nabarro-Herring (Vagarali et Langdon, 1981)

On peut donc conclure qu'à températures élevées et pour des contraintes inférieures à 2,5MPa, le comportement en fluage du magnésium polycristallin est attribuable à du fluage Nabarro-Herring. Cette conclusion est par ailleurs supportée par le fait que les observations microscopiques n'ont dévoilé aucune trace de glissement et par l'absence d'un stade de fluage transitoire.

#### **1.4 ESSAIS DE RELAXATION DE LA CONTRAINTE**

La plupart des essais de fluage sont réalisés en utilisant une charge ou une contrainte constante et en mesurant la déformation de l'éprouvette en fonction du temps, à une température donnée. Cependant, un matériau peut aussi, sous l'effet d'une contrainte, subir du fluage avec peu ou pas de changement dimensionnel. Un essai plus approprié dans ces cas serait donc un essai à déformation constante. Que la mise en charge du matériau entraîne ou non une déformation plastique, la déformation élastique, dans les matériaux élastiques linéaires, est proportionnelle à la contrainte via le module d'élasticité à la température de l'essai. Si la température et la contrainte sont suffisamment élevées, le matériau subira du fluage mais puisque la déformation totale est maintenue constante, la déformation élastique diminuant entraîne une diminution de la contrainte. Le fluage à déformation constante résulte donc en une relaxation de la contrainte qui dépend du temps. À titre d'exemple, ce phénomène se produit en pratique dans les assemblages boulonnés pour des applications à température élevées (ASM, 2000). À la suite du serrage du joint à un couple donné, la contrainte dans le boulon diminue progressivement à un taux qui dépend de la résistance au fluage du matériau. La rétention boulonnaire est donc une caractéristique d'un matériau qui s'apparente à sa résistance au fluage. Il est à noter que les résultats d'essais de rétention boulonnaire sont plus consistant avec les résultats d'essais de fluage en compression qu'en tension (Sohn et al., 2000 et Labelle et al. 2001).

Il peut être assez compliqué d'obtenir la relation entre les résultats d'essais de relaxation et ceux d'essais de fluage, plusieurs approches ayant des taux de succès variables (ASM, 2000). Cependant, si le matériau répond à une loi viscoplastique avec un durcissement isotropique du type :

$$\sigma = f(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p) \quad (1.12)$$

en tension, il est alors possible d'obtenir, à l'aide d'essais de relaxation de la contrainte à court terme, les taux de déformation correspondants à ceux obtenus lors d'essais de fluage (Lemaitre et Chaboche, 1994).

Soit  $\varepsilon(t)$  la courbe de fluage à obtenir pour une contrainte  $\sigma^*$  et une température  $T^*$ . Il s'agit de réaliser un essai de relaxation multiple de sorte que chacune des relaxation atteigne une contrainte  $\sigma^*$  (voir figure 1.12).

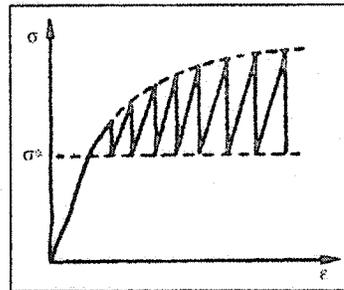


Figure 1.12 Essai de relaxation multiple (Lemaitre et Chaboche, 1994)

À tous les points de la courbe de relaxation pour lesquels  $\sigma = \sigma^*$  :

$$\varepsilon_p = \varepsilon - (\sigma^*)/E \quad (1.13)$$

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\sigma}(\sigma^*)/E \quad (1.14)$$

Les équations 1.13 et 1.14 étant aussi valides pour un essai de fluage à contrainte constante  $\sigma = \sigma^*$ , il est alors possible de tracer la trajectoire de l'essai de fluage  $\dot{\varepsilon}_p = g(\varepsilon_p)$ . On obtient donc la courbe de fluage  $\varepsilon_p(t)$  où :

$$t = \int_{\varepsilon_{p0}}^{\varepsilon_p} \frac{1}{g(\varepsilon_p)} d\varepsilon_p \quad (1.15)$$

avec la condition initiale  $\varepsilon_p(t=0) = \varepsilon_{p0}$ . La figure 1.13 résume les différentes étapes de ce procédé.

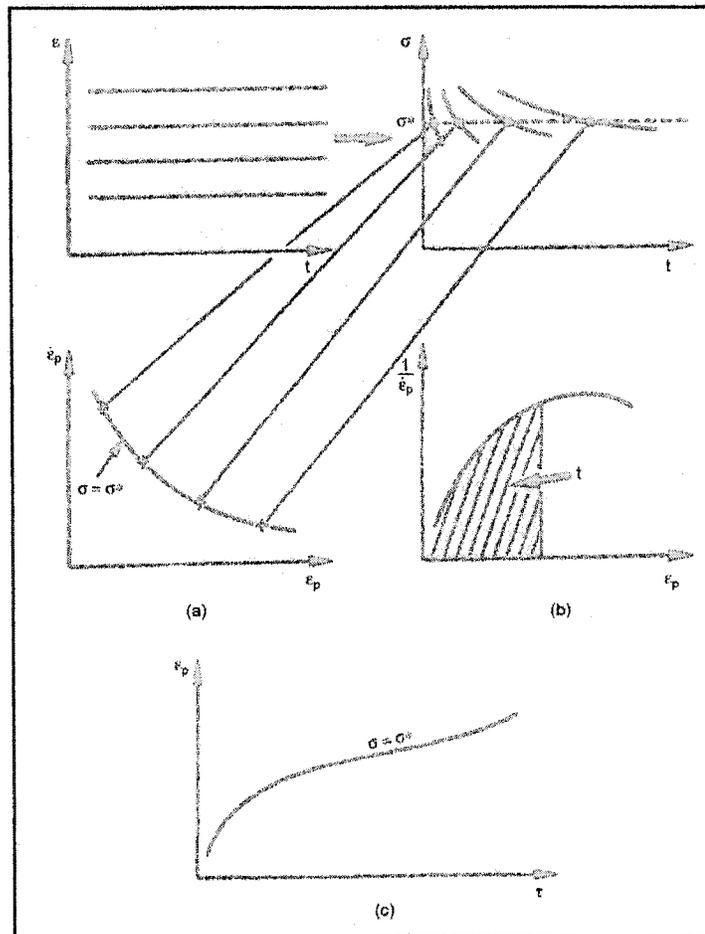


Figure 1.13 Illustration de la méthode relaxation - fluage : (a) essais de relaxation (b) trajectoire de fluage (c) courbe de fluage obtenue (Lemaitre et Chaboche, 1994)

### 1.4.1 Essais de relaxation de la contrainte pour l'alliage AJ52x

La figure 1.14 illustre le comportement de l'alliage AJ52x (Mg-Al-Sr) comparativement à ceux de l'alliage AZ91D (Mg-Al-Zn) et de l'alliage d'aluminium A380. On remarque que l'alliage AJ52x, à 175°C, conserve proportionnellement le même pourcentage de force de serrage que l'alliage AZ91D à 125°C. De plus, le pourcentage de la force de serrage conservée pour l'alliage AJ52x étant indépendant de la force initiale appliquée, l'application d'une force initiale plus élevée permet le maintien d'une force de serrage plus élevée pour des applications à hautes températures (Labelle et al., 2002).

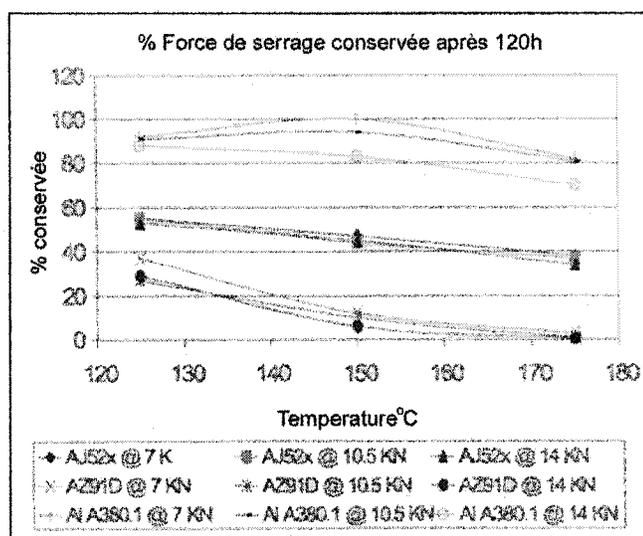


Figure 1.14 Pourcentage de la charge conservée (Labelle et al., 2002)

## **CHAPITRE 2**

### **PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES**

---

#### **2.1 ESSAIS DE FLUAGE**

Des éprouvettes de traction élaborées par coulée sous pression ont été utilisées pour les essais de fluage. Les dimensions sélectionnées pour ces éprouvettes sont de 6,35 mm (1/4 po.) de diamètre et de 25,4 mm (1 po.) de longueur de calibrage. Les essais de fluage ont été menés au laboratoire national américain ORNL (Oak Ridge National Laboratory) à Oak Ridge au Tennessee. Les appareils de traction utilisés, ATS Series 2350 à poids morts, étaient munis d'un four à résistance et d'un extensomètre de conception maison (Liu et Ding, 1993).

Les conditions expérimentales étaient les mêmes pour tous les essais, c'est-à-dire une température de 150°C et une contrainte appliquée de 50MPa. Une fois les essais complétés, les échantillons ont été refroidis jusqu'à la température ambiante à l'aide d'un jet d'azote liquide dirigé manuellement sur l'échantillon après avoir ouvert l'enceinte.

#### **2.2 TRAITEMENTS THERMIQUES**

Le même type d'éprouvettes a été utilisé pour les traitements thermiques que pour les essais de fluage. Les éprouvettes ont été traitées thermiquement au centre de technologie Noranda dans un four à convection Isotemp Oven de Fisher Scientific. Une température de 150°C a été imposée et les traitements avaient des durées égales aux essais de fluage.

## **2.3 PRÉPARATION D'ÉCHANTILLONS**

### **2.3.1 Échantillons pour microscopie optique et à balayage**

Des coupes transversales ont été prélevées près d'un des congés des éprouvettes de fluage et traitées thermiquement à l'aide d'une scie au diamant. Ces coupes ont ensuite été enrobées dans de l'époxy à froid pour ne pas altérer la microstructure et les structures de dislocations pouvant être présentes dans l'alliage. Les échantillons étaient par la suite polis et attaqués à l'aide de Nital lorsque nécessaire.

### **2.3.2 Lames minces pour microscopie électronique en transmission**

Plusieurs techniques de préparation de lames minces sont désormais à notre disposition. Pour le cas de l'étude des structures de dislocations dans les alliages de magnésium, la technique de préparation ne doit pas altérer les structures de dislocations. La préparation de la lame mince ne doit donc pas nécessiter une élévation de température trop importante, ce qui pourrait initier des mécanismes de restauration au sein de l'alliage, ni une préparation mécanique qui induirait un écrouissage du matériau.

#### *2.3.2.1 Polissage électrochimique*

La technique la plus utilisée pour ce genre de travaux est le polissage électrochimique. Le choix de l'électrolyte et des conditions de polissage sont critiques à l'obtention d'une bonne lame mince. Plusieurs solutions sont répertoriées dans la littérature et celle utilisée pour ce projet est la suivante : 17,5 g NaSCN, 100 ml éthanol, 15 ml 2-n-butoxyéthanol, 3 ml acide acétique. Le polissage est effectué à 0°C avec une tension appliquée autour de 30 V. Les étapes pour la préparation des lames minces sont les suivantes :

1. trancher l'échantillon de fluage à l'aide d'une scie à diamant pour l'obtention de disques d'environ 0,4 mm d'épaisseur ;

2. forer la tranche pour obtenir un disque de 3 mm de diamètre ;
3. amincir le disque par polissage électrochimique jusqu'à ce qu'un trou apparaisse. Cet amincissage ce fait à l'aide de l'appareil TenuPol de Struers. Les deux jets d'électrolyte produits de part et d'autre du disque de 3 mm par cet appareil aide à l'obtention du profil de la lame.

Les lames ainsi obtenues présentent peu de zones très minces rendant plus difficiles les observations au microscope électronique en transmission (MET). Ceci est attribuable à la méthode d'élaboration des échantillons de fluage. Ces derniers étant produit par coulée sous pression, de nombreuses porosités sont présentes dans les pièces. Lors du polissage électrochimique, la lame perce donc souvent en bordure de ces porosités, ce qui produit des trous bordés par des zones assez épaisses plutôt que d'une zone amincie uniformément jusqu'au trou. L'obtention d'une belle lame mince permettant des observations en microscopie électronique en transmission nécessite donc l'élaboration de plusieurs disques.

#### 2.3.2.2 *Faisceau ionique focalisé (FIB)*

Un microscope à faisceau ionique focalisé (FIB) est semblable à un microscope électronique à balayage, à l'exception qu'il utilise un faisceau d'ions (Ga) plutôt qu'un faisceau électronique pour balayer l'échantillon. Le faisceau ionique est éjecté d'une source ionique de métal liquide ce qui permet d'atteindre une taille de faisceau inférieure à 10 nm. Sur certains appareils, il est possible d'imager à l'aide des électrons secondaires, ce qui permet d'obtenir une résolution comparable à celle obtenue avec un microscope électronique à balayage. L'usage principal d'un tel système est cependant attribuable au fait qu'il soit possible d'imager à l'aide des ions secondaires et qu'il permette de réaliser de la microfabrication, de préparer des lames minces pour des observations au microscope électronique en transmission et ce, à partir d'une région bien précise d'un échantillon massif. Le système utilisé au cours de ces travaux est le FB-2000A de Hitachi.

Les étapes pour la préparation des lames minces sont les suivantes :

1. trancher l'échantillon de fluage à l'aide d'une scie à diamant pour l'obtention de disques d'environ 0,4 mm d'épaisseur ;
2. forer la tranche pour obtenir un demi-disque de 3 mm de diamètre ;
3. amincir le demi-disque jusqu'à une épaisseur près de 50  $\mu\text{m}$  à l'aide du «disc grinder» de Gatan (pour ne pas chauffer la lame, il faut utiliser de la *Crazy Glue* pour coller l'échantillon et le faire tremper dans de l'acétone à température ambiante pour le décoller) ;
4. amincissage ionique au FIB.

#### **2.4 DIFFRACTION DES RAYONS X (XRD)**

Des sections longitudinales rectangulaires d'environ 10 mm par 6,35 mm ont été prélevées des éprouvettes de fluage et traitées thermiquement dans la section réduite très près d'un des congés. Le prélèvement s'effectue à l'aide d'une scie à diamant. Dans un premier temps, il s'agit de couper un cylindre d'environ 10 mm de long dans la section réduite, tout juste à côté du rayon de courbure. Ce cylindre est par la suite sectionné dans le but d'obtenir en son centre un échantillon rectangulaire d'environ 2 mm d'épaisseur. Cet échantillon rectangulaire doit par la suite être poli à l'aide d'un papier abrasif (800 grit) pour obtenir un bon fini de surface tout en minimisant l'épaisseur de la couche écrouie en surface. Ceci pourrait affecter les résultats en créant un effet de texture dans la couche écrouie. Or, les résultats de diffraction des rayons X obtenus ici seront utilisés seulement pour l'identification des phases présentes dans l'alliage. Puisque tous les échantillons ont été préparés avec la même méthode, cette couche écrouie n'influencera pas les résultats.

Un appareil Philips X'Pert muni d'une source de cuivre ( $\lambda = 1,54056\text{\AA}$ ) a été utilisé pour la réalisation de ces mesures. Le tableau 2.1 contient les paramètres sélectionnés sur l'appareil pour l'exécution de la routine. Afin de déterminer la contribution de la manipulation des échantillons aux résultats, les mesures sur l'échantillon brut de coulée et sur un échantillon de Mg pur ont été répétées trois fois.

**Tableau 2.1 Paramètres sélectionnés pour les mesures de XRD**

Type of scan: CONTINUOUS
Scan mode: Normal Theta/2Theta
Step size (Degree2Theta): 0.010
Start angle (Degree2Theta): 5
End angle (Degree2Theta): 80
Scan time (h:m:s): 4:10:00
Number of step (s): 2
Scan speed (degree2theta/s): 0.005
<b>DIFFRACTION SETTINGS</b>
Diffractometer settings: NTC
Diffractometer type: PW3050/0-0
Tension (kV): 50                      Anode: Cu
Current (mA): 40
Sample Stage: Spinner
Spinner: ON
Primary optics:
Beta filter: NONE
Soller slit (rad): 0.04
Divergence slit (degree): 1
Beam mask (mm): 15
Secondary optics:
Collimator: NO
Anti scatter slit (degree): 1
Beta filter: NONE
Receiving slit (mm): 0.20
Soller slit (rad): 0.04
Detector type: PROPORTIONAL Xe FILLED
PHD Lower level (%): 35
PHD Upper level (%): 70

### 2.4.1 Calculs d'erreurs

Une des principales sources d'erreur est la position de l'échantillon dans l'appareil. Pour pouvoir mesurer l'influence de ceci, trois spectres distincts ont été obtenus pour un échantillon de AJ52x brut de coulée et pour un échantillon de magnésium pur. Entre chaque acquisition, l'échantillon était retiré de l'appareil et inséré de nouveau en réajustant sa hauteur. Les variations de l'importance relative des phases de l'alliage AJ52x brut de coulée résultant des manipulations des échantillons sont en fait une mesure de la variation expérimentale de l'importance relative des phases pour tous les autres échantillons de cet alliage. L'erreur sur l'importance relative d'une phase donnée est donc calculée par :

$$\text{erreur} = \frac{\text{Max} - \text{min}}{\text{moyenne}} \times \text{importance relative} \quad (2.1)$$

où *Max* et *Min* sont respectivement les valeurs maximale et minimale des trois répétitions pour l'échantillon brut de coulée et *moyenne* est la valeur moyenne des trois répétitions.

## 2.5 TECHNIQUES DE MICROSCOPIE EN TRANSMISSION

### 2.5.1 Imagerie

La microscopie électronique en transmission permet d'imager des échantillons à des échelles aussi petites que l'échelle atomique, la résolution d'un microscope électronique à transmission (MET) pouvant aller jusqu'à 0,2 nm dans des conditions optimales. Cet outil permet donc l'observation des structures de dislocations présentes dans un cristal, de telles observations étant nécessaires pour la compréhension de certains mécanismes de déformation plastique tel le fluage. Au cours de ces travaux, le microscope CM30 de

Philips permettant une tension d'accélération de 300keV a été utilisé. L'analyse des images obtenues requiert cependant une compréhension de l'origine du contraste observé au MET.

En microscopie électronique en transmission, les images obtenues sont grandement influencées par les conditions de diffraction. En effet, les phénomènes de diffraction sont responsables du contraste que l'on observe sur des échantillons cristallins. Il est donc primordial de comprendre les mécanismes responsables de l'apparition de ce contraste pour pouvoir analyser les images obtenues.

Il existe deux théories pour expliquer les contrastes, soient la théorie cinématique et la théorie dynamique. Pour ces deux théories, deux hypothèses simplificatrices sont posées :

- l'intensité du faisceau électronique sur la surface inférieure du cristal peut être obtenue en divisant le cristal en colonnes indépendantes de 2,0 nm de diamètre et en sommant les intensités aux surfaces inférieures de chacune de ces colonnes ;
- il n'y a qu'une famille de plans aux conditions de Bragg (condition 2F-1g).

Une condition 2F-1g est réalisée en n'ayant que le faisceau transmis et un seul faisceau diffracté dans le cliché de diffraction. Cette condition permet de pouvoir interpréter l'image puisque seule une famille de plans diffracte et que celle-ci est connue en indexant le cliché. Expérimentalement, on obtient une image 2F-1g en suivant une paire de lignes de Kikuchi en s'éloignant d'un axe de zone, comme illustré à la figure 2.1.

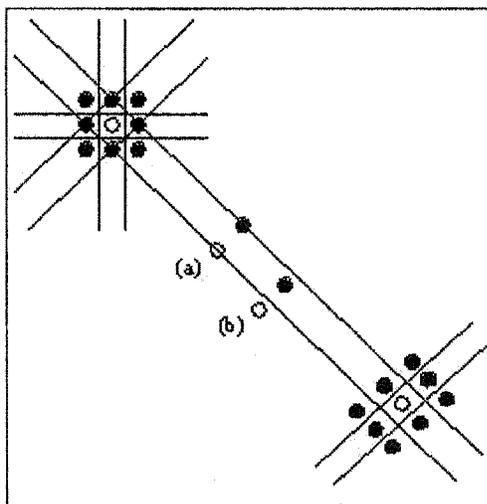


Figure 2.1 Condition 2F-1g entre deux axes de zone (a)  $s_g = 0$  (b)  $s_g > 0$  (par définition)

### 2.5.1.1 Théorie cinématique

Une troisième hypothèse vient s'ajouter aux deux autres dans le cas de la théorie cinématique :

- il n'y a pas de rediffusion.

Pour déterminer l'intensité à la base de chaque colonne de 2,0 nm de diamètre, il s'agit de diviser ces colonnes en tranches perpendiculaires au faisceau diffracté agissant comme des zones de Fresnel. L'intensité sera donc transmise de tranche en tranche vers le bas du cristal. On peut alors faire la somme de l'intensité au bas de chaque tranche en ne tenant compte que de la différence de phase puisque l'intensité du faisceau incident à chaque tranche est inchangée. L'amplitude du faisceau diffracté est donc :

$$\phi_g = \frac{\pi i}{s_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz \quad (2.2)$$

où  $s_g$  est le paramètre de la déviation de la loi de Bragg et  $x_g$ , la distance d'extinction pour le vecteur de diffraction  $g$ , est donnée par l'expression :

$$\xi_{s_g} = \pi V_c (\cos\theta) / (\lambda F_g) \quad (2.3)$$

dans laquelle  $V_c$  est le volume d'une maille élémentaire,  $\lambda$  est la longueur d'onde des électrons et  $F_g$  est le facteur de structure de la réflexion  $g$ .

Si  $s_g$  est indépendant de l'épaisseur  $z$ , c'est-à-dire en négligeant les phénomènes de diffusion inélastique :

$$\phi_g = \left( \frac{\pi i}{\xi_{s_g}} \right) \left( \sin \frac{\pi t s_g}{\pi s_g} \right) \exp(-i\pi t s_g) \quad (2.4)$$

et l'intensité devient :

$$I_g = \phi_g^2 = \left( \frac{\pi}{\xi_{s_g}} \right)^2 \left( \frac{\sin(\pi t s_g)}{\pi s_g} \right)^2 \quad (2.5)$$

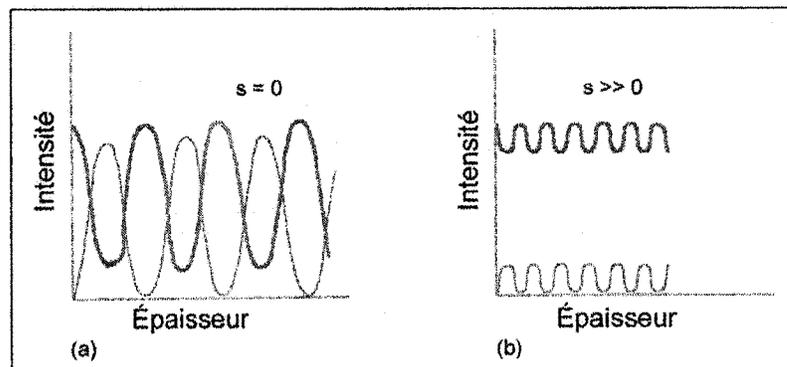


Figure 2.2 Intensité calculée pour le faisceau transmis (ligne foncée) et pour le faisceau diffracté pour un cristal dont l'épaisseur augmente (a)  $s = 0$  (b)  $s \gg 0$

La figure 2.2 illustre l'équation 2.5 pour  $s_g = 0$  et  $s_g \gg 0$  pour un cristal dont l'épaisseur varie et  $s_g$  est constant. La figure 2.2(a) montre clairement que la théorie cinématique ne peut être appliquée dans le cas où  $s_g = 0$ , car l'hypothèse voulant que l'intensité du faisceau diffracté soit négligeable n'est pas respectée. Pour que cette hypothèse soit respectée lorsque la condition de Bragg est satisfaite, la figure 2.2(a) montre que le cristal doit être très mince. Par contre, l'équation 2.5 et l'hypothèse de départ ne se contredisent pas dans le cas où  $s_g \gg 0$ , comme c'est le cas en faisceau faible.

Les oscillations présentes sur les courbes de la figure 2.2 sont connues sous le nom de contours d'égalité épaisseur. En pratique, contrairement à ce que prédit la théorie, on observe que ces franges s'estompent avec une augmentation de l'épaisseur du cristal. Ce phénomène est dû à l'occurrence de collisions inélastiques dans le cristal, ce qui n'est pas pris en compte dans cette théorie.

L'intérêt principal pour le développement de théories qui permettent de quantifier les informations contenues dans une image est de calculer le contraste prévu pour la présence d'un défaut dans un cristal. Il est nécessaire de calculer le changement de phase supplémentaire induit à chaque tranche de chaque colonne dû au champ de déformation causé par le défaut. Ce changement de phase est associé à un déplacement  $R$  d'une maille et l'amplitude du faisceau diffracté devient :

$$\phi_g = \int_0^t \exp[-2\pi i(s_g z + \vec{g} \cdot \vec{R})] dz \quad (2.6)$$

Le problème pour résoudre cette équation et donc pour obtenir les intensités est évidemment la détermination de l'expression de  $\vec{R}$ . Certains cas simples peuvent toutefois être résolus assez facilement.

Prenons par exemple le cas d'une dislocation vis dans un matériau élastique isotrope. Les seuls déplacements causés par la présence de cette dislocation dans le cristal sont selon la direction de son vecteur de Burger  $\vec{b}$  et seule l'amplitude de ce déplacement varie d'une colonne à l'autre. Si dans l'équation 2.6,  $\vec{g} \cdot \vec{B} = 0$ , celle-ci se ramène à l'équation 2.3 pour un cristal parfait et la dislocation est invisible, car elle n'induit aucun contraste. Pour toute autre valeur de  $\vec{g} \cdot \vec{B}$  non nulle, l'intensité des faisceaux sera différente près de la dislocation vis et celle-ci sera visible.

Dans le cas d'une dislocation coin avec une ligne directrice  $\vec{u}$  dans un matériau élastique isotrope, les déplacements sont plus complexes et il faut, pour qu'elle soit invisible, que  $\vec{g} \cdot \vec{B} = 0$  et que  $\vec{g} \cdot \vec{B} \times \vec{u} = 0$ . Physiquement, ces relations indiquent que la dislocation n'induit aucun contraste si la famille de plans qui diffractent pour une orientation particulière du faisceau incident demeurent plats en sa présence.

Ces deux exemples illustrent très bien le fait que dans des conditions 2F-1g, l'image obtenue contient des informations sur les seuls plans qui diffractent. Ces conditions d'observation permettent donc de déterminer la nature des défauts présents dans un cristal. On peut entre autres déterminer le vecteur de Burger d'une dislocation à l'aide des conditions d'invisibilité décrites plus haut. Si deux familles de plans de vecteurs de diffraction  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  sont indexés pour lesquels la dislocation est invisible, le vecteur de Burger de celle-ci est donc obtenu par le produit vectoriel de  $\vec{g}_1$  et de  $\vec{g}_2$ .

### 2.5.1.2 Théorie dynamique

Cette théorie, contrairement à la théorie cinématique, accepte le fait que le faisceau diffracté puisse être rediffracté, c'est-à-dire que les faisceaux sont couplés. Nous devons donc tenir compte de la rediffraction dans le développement de la théorie dynamique en plus de permettre l'absorption.

Les amplitudes des faisceaux transmis et diffracté doivent donc être couplées, car l'amplitude de l'un dépend de l'amplitude de l'autre. Les relations pour la variation de  $\phi_0$  et de  $\phi_g$  sont donc :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{\pi i \phi_0}{\xi_0} + \left( \frac{\pi i \phi_g}{\xi_g} \right) \exp(2\pi i s_g z) \quad (2.7)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \frac{\pi i \phi_g}{\xi_0} + \left( \frac{\pi i \phi_0}{\xi_g} \right) \exp(2\pi i s_g z) \quad (2.8)$$

où  $\xi_0$  est proportionnel à l'amplitude de diffusion atomique pour un angle d'incidence de  $0^\circ$  et est une mesure de l'indice de réfraction.

La résolution de l'équation 2.7 dans le cas où  $s_g$  est indépendant de  $z$  donne :

$$I = (\phi_g)^2 = \left( \frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \left( \frac{\sin(\pi \bar{s})}{\pi \bar{s}} \right)^2 \quad (2.9)$$

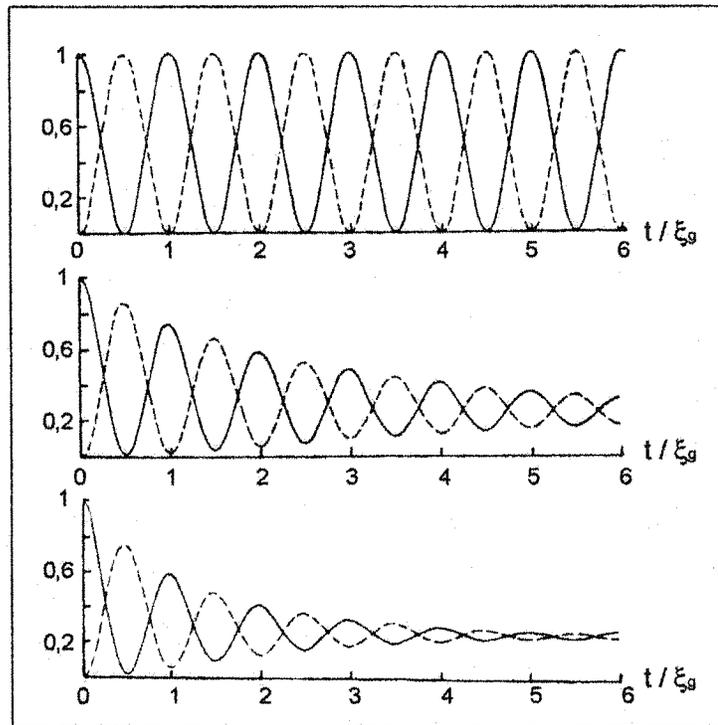
où

$$\bar{s} = \sqrt{\left( s_g^2 + \frac{1}{\xi_g^2} \right)} \quad (2.10)$$

Il y aura donc périodicité de l'amplitude du faisceau diffracté pour une augmentation de l'épaisseur donnée par  $1/t = \sqrt{s_g^2 + (1/\xi_g^2)}$  de telle sorte que la périodicité soit égale à  $\xi_g$  lorsque  $s_g = 0$ . La distance effective d'extinction est :

$$\xi_g^{eff} = \frac{\xi_g}{\sqrt{[s_g^2 + (1/\xi_g^2)]}} \quad (2.11)$$

En comparant les équations précédentes aux images obtenues, on a montré expérimentalement qu'il était nécessaire, pour qu'il y ait corrélation, que les expressions contenant la distance d'extinction soient remplacées par des expressions complexes pour tenir compte de l'absorption. Ainsi,  $(1/\xi_g)$  devient  $\{(1/\xi_g) + (i/\xi'_g)\}$  et  $(1/\xi_0)$  devient  $\{(1/\xi_0) + (i/\xi'_0)\}$ . En pratique, on trouve que  $\xi_g/\xi'_g$  et  $\xi_0/\xi'_0$  doivent être entre 0,05 et 0,15. La figure 2.3 illustre les équations 2.7 et 2.8. On note que dans le cas où l'absorption est négligée  $\xi_g/\xi'_g = 0$ , la courbe s'apparente au résultat obtenu avec la théorie cinématique. L'introduction d'un facteur pour tenir compte de l'absorption s'approche de plus des images obtenues en pratique, les franges d'égale épaisseur s'estompant avec une augmentation de l'épaisseur du cristal.



**Figure 2.3** Courbes démontrant l'importance du choix du paramètre d'absorption. À partir du haut : pas d'absorption,  $\xi_g/\xi'_g = 0,05$ ,  $\xi_g/\xi'_g = 0,1$

Pour les cristaux imparfaits, on corrige les expressions pour l'amplitude des faisceaux en y ajoutant un facteur de déphasage  $2\pi(\tilde{g} \cdot \vec{R})$  dû à la présence d'un défaut :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{-\pi\phi_0}{\xi'_0} + \pi\phi_g \left( \frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) \quad (2.12)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \pi\phi_0 \left( \frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) + \left[ \frac{-\pi}{\xi'_0} + 2\pi i \left( s_g + \tilde{g} \cdot \frac{d\vec{R}}{dz} \right) \right] \phi_g \quad (2.13)$$

On note que lorsque  $\vec{g} \cdot \frac{d\vec{R}}{dz} = 0$ , le défaut sera invisible et que pour de grandes valeurs de  $s_g$ , le terme  $\vec{g} \cdot \frac{d\vec{R}}{dz}$  doit être assez élevé pour résulter en un contraste suffisant pour qu'il soit visible.

Dans le cas d'un défaut planaire caractérisé par une discontinuité  $R_F$ , ces équations deviennent :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \pi\phi_0\left(\frac{i}{\xi_{s_0}} - \frac{1}{\xi'_{s_0}}\right) + \pi\phi_g\left(\frac{i}{\xi_{s_g}} - \frac{1}{\xi'_{s_g}}\right) \exp[2\pi i(s_g + \vec{g} \cdot \vec{R}_F)] \quad (2.14)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \pi\phi_g\left(\frac{i}{\xi_{s_0}} - \frac{1}{\xi'_{s_0}}\right) + \pi\phi_0\left(\frac{i}{\xi_{s_g}} - \frac{1}{\xi'_{s_g}}\right) \exp[-2\pi i(s_g + \vec{g} \cdot \vec{R}_F)] \quad (2.15)$$

Dans ce cas, le défaut sera invisible pour des valeurs de  $\vec{g} \cdot \vec{R}_F$  nulle ou entières.

### 2.5.2 Diffraction électronique

Contrairement à une image qui contient de l'information positionnelle et aucune information directionnelle, un cliché de diffraction contient de l'information directionnelle et non positionnelle. Un cliché de diffraction est en fait constitué des variations angulaires des collisions élastiques et inélastiques des électrons dans le cristal (Loretto, 1994).

### 2.5.2.1 Confirmation ou identification d'une structure cristalline

L'équation à la base de la méthode utilisée est celle reliant les distances mesurées sur un cliché de diffraction à celles du microscope :

$$gd = \lambda L \quad (2.16)$$

où  $g$  est la longueur d'un vecteur de diffraction pour un plan (hkl) mesuré sur la photo,  $d$  est la distance interplanaire pour ce plan (hkl) et  $\lambda L$  est la constante de caméra. Puisque  $\lambda L$  est une constante, on peut dire que :

$$g_1 d_1 = g_2 d_2 = g_3 d_3 = \dots \quad (2.17)$$

Pour toutes les structures cristallines, l'équation reliant la distance interplanaire étant du type :

$$\frac{1}{d^2} = f(h^2, k^2, l^2) \quad (2.18)$$

il est plus commode de calculer et de comparer le rapport du carré des distances. Après l'obtention de trois clichés de diffraction par inclinaison contrôlée (pour qu'un vecteur de diffraction soit commun pour chaque paire de clichés), il est nécessaire de mesurer la longueur des vecteurs de diffraction sur chacun des clichés. Ces données seront regroupées dans un tableau similaire au tableau 2.2, par ordre croissant de longueur de vecteur de diffraction. Pour chacun des vecteurs de diffraction, il faut ensuite calculer le rapport  $(\hat{g}_i / \hat{g}_1)^2$ , qui comme le montre l'équation 2.17, est équivalent au rapport du carré des distances interplanaires correspondantes. Connaissant la structure cristalline et donc l'équation reliant la distance interplanaire  $d$  aux indices des plans  $h$ ,  $k$  et  $l$ , il est possible de déterminer les familles de plans permettant l'obtention de ces rapports. En répétant

cette méthode pour chacun des clichés de diffraction obtenus et en tenant compte du fait qu'un vecteur de diffraction est commun pour chacune des paires de clichés, il est possible de déterminer les familles de plans pour chaque vecteur de diffraction. Il faut ensuite fixer arbitrairement un et un seul plan cristallin pour déterminer sans ambiguïté tous les autres.

Tableau 2.2 Tableau type pour l'indexation de clichés de diffraction

$\vec{g}_i$	$ \vec{g}_i $ (mm)	$\frac{ \vec{g}_i ^2}{ \vec{g}_1 ^2}$	famille de plans la plus probable			$\left(\frac{ \vec{g}_i ^2}{ \vec{g}_1 ^2}\right)$ théorique
			h	k	l	
$\vec{g}_1$						
$\vec{g}_2$						
$\vec{g}_3$						

Dans le cas pour lequel la structure cristalline est inconnue, il faut d'abord présupposer une structure cristalline et les paramètres  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et les angles  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  qui lui sont associés et entreprendre la méthode déjà décrite. Si aucune solution n'est possible avec cette structure, on en essaie une autre jusqu'à ce qu'une solution s'impose. Le système cubique est généralement le premier à être essayé puisqu'il est le plus répandu dans la nature et que le paramètre de maille n'influence pas le rapport des distances interplanaires. Le second système cristallin le plus commun est le réseau hexagonal dans lequel les paramètres de mailles  $a$  et  $c$  influencent le rapport des distances interplanaires.

### 2.5.3 Spectrométrie des rayons X (EDS)

Les analyses EDS ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre rayons X à sélection d'énergie Oxford. Les analyses ont toutes été réalisées avec un temps d'acquisition de 200 secondes.

Les lames minces étant obtenues par électropolissage à partir d'échantillons poreux, l'épaisseur de l'échantillon peut augmenter de façon significative en s'éloignant du trou. Ceci complique la quantification des analyses EDS puisque les particules observées peuvent être comprises dans un volume plus ou moins important de matrice. Il peut donc y avoir une contribution importante de la matrice aux résultats, sans que cette contribution soit facilement quantifiable. Pour minimiser cet effet, les analyses ont toujours été faites très près du trou. De plus, les profils linéaires ont été privilégiés aux analyses ponctuelles. Ceci permet l'obtention d'une analyse au centre de la phase analysée, c'est-à-dire à l'endroit où l'intensité des éléments présents dans cette phase est maximale.

La modélisation du bruit de fond et des différents pics ont été effectués à l'aide du logiciel ESVision de Emispec.

### 2.5.3.1 Critère de la lame mince

Le critère de la lame mince définit l'épaisseur maximale que peut avoir une lame pour pouvoir négliger l'absorption et la fluorescence lors de la quantification des spectres EDS. Cette épaisseur limite est définie par (Goldstein et Newbury, 1992) :

$$t < \frac{0,2}{\rho \left( \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_{max} - \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_{min} \right)} \quad (\text{avec les unités cm et g/cm}^3) \quad (2.19)$$

où  $\left( \frac{\mu}{\rho} \right)_{max}$  et  $\left( \frac{\mu}{\rho} \right)_{min}$  sont respectivement les valeurs maximale et minimale des coefficients d'absorption massique pour toutes les combinaisons possibles des éléments en présence. Jusqu'à 10% d'absorption se trouve à être négligé en utilisant cette équation.

### 2.5.3.2 Facteurs de Cliff-Lorimer

L'intensité des rayons X  $K_\alpha$  détectés pour un élément A est donné par :

$$I_A^{k_\alpha} \propto \frac{C_A Q_A \omega a_A t i_p \varepsilon_A^{k_\alpha}}{A_A} \quad (2.20)$$

où  $C_A$  est la concentration de l'élément A,  $Q_A$  est la section efficace d'ionisation qui est donnée par :

$$Q_A \propto \frac{(\ln U) n b c}{E_c^2 U} \quad (2.21)$$

$\omega$  est le rendement de fluorescence et est fonction du numéro atomique de l'élément A,  $a_A$  est le rapport d'intensité de la raie  $k_\alpha$  sur l'intensité totale des rayons X émis :

$$a_A = \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_A^{k_\alpha} + I_A^{k_\beta}} \quad (2.22)$$

$t$  est l'épaisseur de la lame mince,  $i_p$  est le courant de sonde,  $\varepsilon_A^{k_\alpha}$  est l'efficacité de détection,  $A_A$  est la masse atomique de l'élément A,  $U$  est la surtension ( $U = E_0 / E_c$  où  $E_0$  est la tension d'accélération des électrons incidents et  $E_c$  est la tension critique d'ionisation),  $n$  est le nombre d'électrons sur la couche atomique considérée et  $b$  et  $c$  sont des constantes associées à la couche atomique considérée.

Pour un système binaire, il est possible de calculer le rapport des intensités détectées pour deux éléments A et B :

$$\frac{C_A}{C_B} = C^{te} \frac{I_A^{k_\alpha} Q_B \omega_B a_{B^A} t_i \varepsilon_B^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha} Q_A \omega_A a_{A^B} t_i \varepsilon_A^{k_\alpha}} = \left( \frac{Q_B \omega_B a_{B^A}}{Q_A \omega_A a_{A^B}} \right) \left( \frac{\varepsilon_B^{k_\alpha}}{\varepsilon_A^{k_\alpha}} \right) \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.23)$$

Pour un système donné et une tension d'accélération  $E_0$  donnée, si on suppose que la perte énergétique est nulle, c'est-à-dire  $Q = \text{constante}$ , alors :

$$\frac{Q_B \omega_B a_{B^A}}{Q_A \omega_A a_{A^B}} = C^{te} = k'_{AB} \quad (2.24)$$

et donc :

$$\frac{C_A}{C_B} = k'_{AB} \frac{\varepsilon_B^{k_\alpha}}{\varepsilon_A^{k_\alpha}} \cdot \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.25)$$

De plus, si  $\varepsilon_B^{k_\alpha} / \varepsilon_A^{k_\alpha} = C^{te}$ , on ajoute ce terme dans  $k'_{AB}$  et l'équation 2.25 devient :

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{AB} \cdot \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.26)$$

L'équation 2.26 est connue sous le nom de l'équation de Cliff-Lorimer. Elle permet, lorsque  $k_{AB}$  est connu, la détermination des concentrations des éléments présents à partir des intensités des rayons X mesurées.

### 2.5.3.2.1 Détermination théorique du facteur $k_{AB}$

Cette méthode consiste à déterminer le facteur  $k_{AB}$  à l'aide de l'équation suivante :

$$k_{AB} = \frac{Q_B \omega_B a_B A_A}{Q_A \omega_A a_A A_B} \cdot \frac{\epsilon_B^{k_\alpha}}{\epsilon_A^{k_\alpha}} \quad (2.27)$$

Cette méthode est cependant difficile à utiliser à cause de l'incertitude quant à la détermination des sections efficaces d'ionisation et de l'incertitude au niveau de l'efficacité de détection pour les énergies inférieures à 5 keV et supérieures à 15 keV. Dans le cas des rayons X d'énergie inférieure à 5 keV, l'efficacité de détection varie dans le temps à cause de la couche de glace qui se forme à la surface du détecteur.

### 2.5.3.2.2 Détermination expérimentale du facteur $k_{AB}$

Cette méthode de détermination du facteur de Cliff-Lorimer nécessite l'utilisation d'un échantillon témoin de composition connue. Cet échantillon témoin doit répondre à deux critères :

- homogénéité chimique, c'est-à-dire que le volume analysé pour l'obtention du facteur  $k_{AB}^{\text{expt}}$  doit être chimiquement connu et homogène ;
- l'échantillon témoin doit être au moins binaire (plus qu'un élément).

La détermination du facteur de Cliff-Lorimer expérimental se fait en utilisant l'équation 2.26.

Dans le cadre de ces travaux, la méthode expérimentale a été privilégiée pour la détermination des facteurs de Cliff-Lorimer. Les échantillons témoins ont été produits à partir de poudres de  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  et de  $\text{SrNb}_2\text{O}_6$ . Le facteur  $k_{\text{MgAl}}$  a été déterminé à l'aide de l'échantillon témoin  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  alors que le facteur  $k_{\text{MgSr}}$  a été déterminé à l'aide des deux échantillons témoins ( $k_{\text{SrO}}$  déterminé à partir de la poudre  $\text{SrNb}_2\text{O}_6$  ;  $k_{\text{MgO}}$  déterminé à partir de la poudre  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  ;  $k_{\text{MgSr}} = \frac{k_{\text{MgO}}}{k_{\text{SrO}}}$ ). La détection de l'oxygène, l'élément pivot utilisé pour la détermination du facteur  $k_{\text{MgSr}}$ , varie significativement en fonction du temps puisque sa raie  $k_{\alpha}$  est de faible énergie (0,52 keV). Pour minimiser l'impact de cette variation sur les résultats obtenus, la détermination des facteurs de Cliff-Lorimer expérimentaux a été effectuée pour toutes les journées lors desquelles des analyses EDS ont été réalisées.

Le facteur de Cliff-Lorimer varie en fonction de l'absorption des éléments dans l'échantillon témoin. Les facteurs calculés varient donc en fonction de l'épaisseur de l'échantillon témoin au point d'analyse. Pour éliminer l'effet de l'absorption, les facteurs  $k_{\text{AB}}$  utilisés lors de la quantification des analyses EDS sont en fait l'extrapolation pour une épaisseur nulle de l'échantillon témoin des valeurs déterminées expérimentalement. La figure 2.4 illustre les résultats obtenus lors d'une séance d'analyses EDS pour le facteur  $k_{\text{MgAl}}$ . Les résultats de dix analyses ponctuelles sont placés sur un graphique en fonction de la somme des intensités mesurées pour les éléments présents dans l'échantillon témoin. La valeur de  $k_{\text{MgAl}}$  utilisée lors des quantifications subséquentes est 1,2919, l'extrapolation pour une épaisseur nulle (aucune absorption) de l'échantillon témoin.

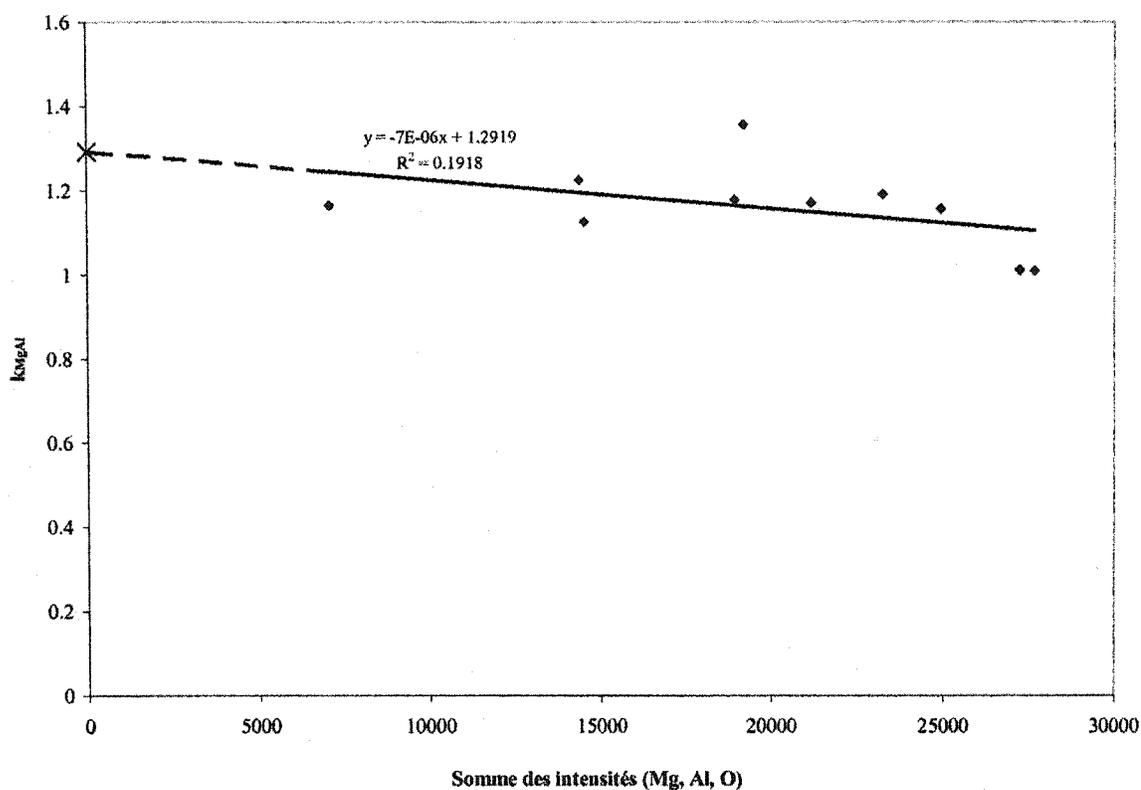


Figure 2.4 Détermination du facteur  $k_{\text{MgAl}}$  à partir d'une poudre  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$

### 2.5.3.3 Erreurs relatives et absolues

L'erreur la plus significative en microscopie électronique analytique provient de la faible statistique de comptage des rayons X (Joy et al., 1986). Des observations expérimentales ont démontré que le nombre de comptes obéit à un comportement Gaussien :  $\sigma = \sqrt{N}$  où  $\sigma$  est l'écart-type et  $N$  est le nombre de comptes. Pour un intervalle de confiance de  $3\sigma$ , l'erreur sur le nombre de comptes serait de  $3\sqrt{N}$ . Ceci signifie que pour une seule

analyse, il y a 99,73% de chance que la valeur mesurée de  $N$  soit dans un intervalle de  $3\sigma$  de la vraie valeur moyenne  $\bar{N}$ . Les erreurs relative et absolue sur l'intensité mesurée sont donc :

$$\text{Erreur relative sur l'intensité mesurée } = \varepsilon_I^R = \frac{3\sqrt{N}}{N} \quad (2.28)$$

$$\text{Erreur absolue sur l'intensité mesurée } = \varepsilon_I^A = 3\sqrt{N} \quad (2.29)$$

#### 2.5.3.3.1 Erreurs sur le facteur $k_{AB}$

Le facteur  $k_{AB}$  est déterminé expérimentalement à l'aide de l'équation :

$$k_{AB} = \frac{C_A}{C_B} \cdot \frac{I_B}{I_A} \quad (2.30)$$

Puisque les erreurs relatives s'additionnent lors de multiplications et de divisions, les erreurs relative et absolue sur le facteur  $k_{AB}$  sont :

$$\text{Erreur relative sur } k_{AB} = \varepsilon_{k_{AB}}^R = \varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R \quad (2.31)$$

$$\text{Erreur absolue sur } k_{AB} = \varepsilon_{k_{AB}}^A = (\varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R) \times k_{AB} \quad (2.32)$$

### 2.5.3.3.2 Erreurs sur les compositions calculées

La composition d'un élément A étant donné par :

$$C_A = k_{AB} \cdot C_B \cdot \frac{I_A}{I_B} \quad (2.33)$$

les erreurs sur cette composition sont :

$$\text{Erreur relative sur } C_A = \varepsilon_{C_A}^R = \varepsilon_{k_{AB}}^R + \varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R = 2\varepsilon_{I_A}^R + 2\varepsilon_{I_B}^R \quad (2.34)$$

$$\text{Erreur absolue sur } C_A = \varepsilon_{C_A}^A = (2\varepsilon_{I_A}^R + 2\varepsilon_{I_B}^R) \times C_A \quad (2.35)$$

## 2.5.4 Détermination de l'épaisseur par illumination convergente

La méthode la plus précise pour la détermination de l'épaisseur d'une lame mince est celle qui utilise le cliché de diffraction par illumination convergente. La précision de cette méthode est d'environ 2% (Loretto, 1994). La figure 2.5 montre l'image d'un cliché de diffraction obtenu par illumination convergente dans des conditions 2F-1g. Les contours d'égale inclinaison en fond sombre que l'on observe dans la tache du faisceau diffracté sont équivalents aux courbes de la figure 2.3.

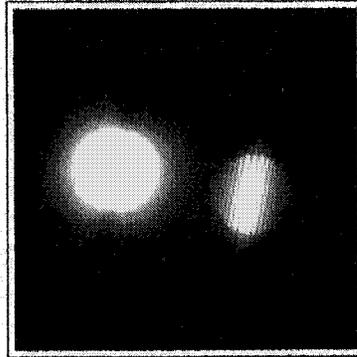


Figure 2.5 Image d'un cliché de diffraction obtenu par illumination convergente pour de l'aluminium à une tension d'accélération de 120 kV (Loretto, 1994)

Dans la section 2.5.1 traitant de l'imagerie en microscopie électronique en transmission, nous avons vu que l'intensité du faisceau diffracté dans la lame mince est donnée par :

$$I = \left( \frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \left( \frac{\sin(\pi t s_{eff})}{\pi s_{eff}} \right)^2 \quad (2.36)$$

Les minima de l'intensité de faisceau diffracté sont donc donnés par la condition

$$(t s_{eff})^2 = (\text{entier})^2, \text{ c'est-à-dire :}$$

$$t^2 (s_i^2 + 1/\xi_g^2) = n_i^2 \quad (2.37)$$

où  $s_i$  est l'écart à Bragg pour le  $i^{\text{e}}$  minimum. Le réarrangement de l'équation 2.37 (Nockolds et al., 1979) :

$$(s_i/n_i)^2 + (1/n_i)^2 (1/\xi_g)^2 = 1/t^2 \quad (2.38)$$

montre qu'il est possible de déterminer l'épaisseur  $t$  d'une lame mince en traçant le graphique de  $(s_i/n_i)^2$  versus  $(1/n_i)^2$ ,  $1/t^2$  étant l'ordonnée à l'origine.

## **CHAPITRE 3**

# **RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION**

---

### **3.1 RÉSULTATS DES ESSAIS DE FLUAGE**

Les conditions des essais de fluage ont été choisies en fonction du secteur ciblé pour l'utilisation de l'alliage AJ52x, soit les pièces coulées du groupe motopropulseur de moteurs automobiles. Les conditions expérimentales de température ( $150^{\circ}\text{C}$ ) et de contrainte (50 MPa) ont donc été choisies pour reproduire les conditions en service de l'alliage.

Quant au choix de la forme et des dimensions des éprouvettes de traction, il était important que toutes les éprouvettes testées aient la même densité, celle-ci étant la plus élevée possible. Cette constance dans la densité des éprouvettes est importante pour ne pas que les propriétés en fluage soient influencées par la variation de la quantité et de la dimension des porosités de moulage. De plus, il est important d'obtenir des éprouvettes les plus denses possible pour faciliter la préparation des lames minces par électropolissage pour l'observation au microscope électronique en transmission (voir section 2.3.2.1 à la page 41). Plutôt que de mesurer directement la densité des éprouvettes, les résultats d'essais de traction effectués par le Centre de technologie Noranda pour différents lots d'éprouvettes ont été utilisés. La figure 3.1 illustre la géométrie des éprouvettes de fluage disponibles pour laquelle les résultats des essais de traction étaient les plus constants. Les essais de fluage ont donc été effectués sur des éprouvettes coulées sous pression de section circulaire d'un diamètre de 6,35 mm (0,25 po.) et d'une longueur de calibrage de 25,4 mm (1 po.).

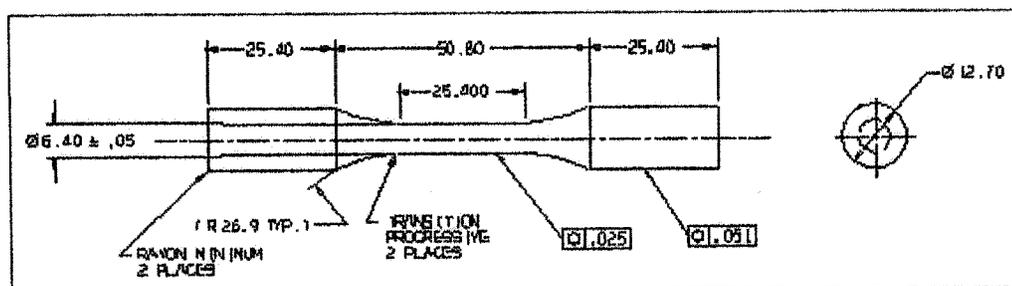


Figure 3.1 Schéma des éprouvettes de traction utilisées (coulées sous pression)

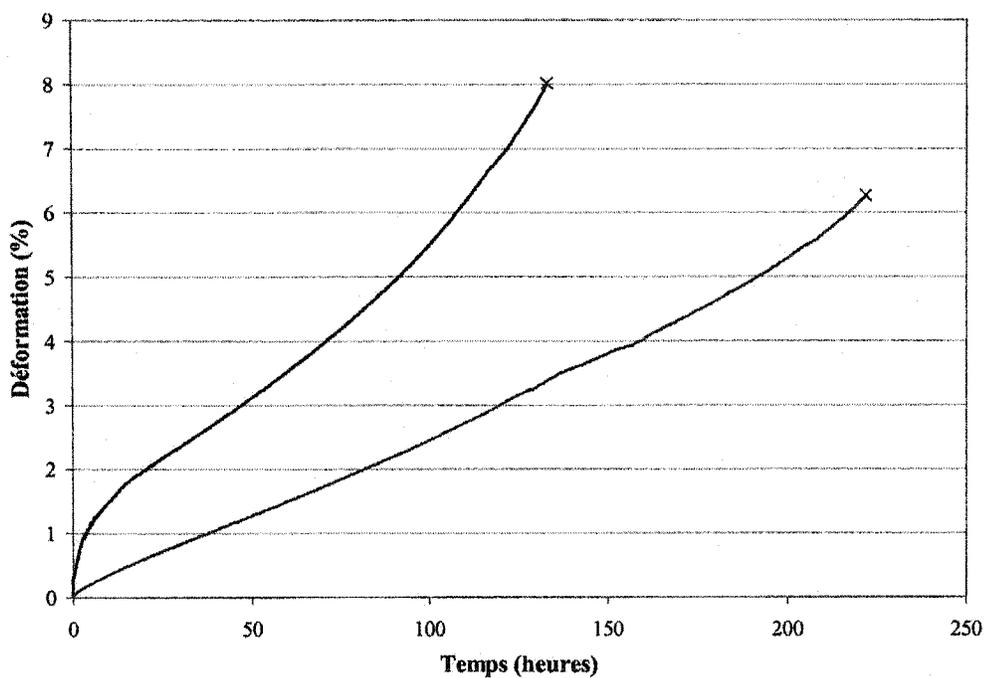
### 3.1.1 Alliage AZ91D

Les essais de fluage de l'alliage AZ91D nous ont permis d'une part de comparer sa résistance au fluage à celle de l'alliage AJ52x mais aussi de valider la méthode expérimentale en comparant les résultats à ceux répertoriés dans la littérature.

Deux essais de fluage jusqu'à rupture de l'alliage AZ91D ont permis d'obtenir l'allure de la courbe de fluage pour cet alliage (figure 3.2). La différence entre les deux courbes peut-être attribuable à une différence de densité de porosités entre les deux éprouvettes testées. Les résultats peuvent aussi être présentés en traçant la vitesse de déformation en fonction de  $t/t_f$ ,  $t_f$  étant le temps pour atteindre la rupture de l'éprouvette (figure 3.3).

Regev et al. (1997) ont obtenu les courbes de la figure 3.4 à partir d'éprouvettes coulées sous pression de section circulaire de 5,9 mm de diamètre et de longueur de calibrage de 30 mm. Leurs essais ont été effectués à 150°C pour des contraintes de 60, 70 et 80 MPa.

On note d'abord que la durée de vie de l'éprouvette étant soumise à une charge de 60 MPa dans les travaux de Regev et al. (1997) est d'environ 25% supérieure à celle observée pour une contrainte de 50 MPa dans le cadre de ce mémoire. Cette différence dans la durée de vie est possiblement le résultat d'une différence de densité des éprouvettes utilisées. De



**Figure 3.2** Courbes de fluage de l'alliage AZ91D (150 ° C, 50 MPa)

plus, rappelons que Dargusch et al. (1996) ont noté que les éprouvettes de petite section ont une meilleure résistance au fluage que les éprouvettes de section plus importante (section 1.1.3.1).

Compte tenu du fait que les résultats obtenus lors de ces travaux varient d'environ 25% (Figure 3.2) et ce, pour le même type d'éprouvette, nous pouvons conclure que les résultats des essais de fluage obtenus pour l'alliage AZ91D sont comparables à ceux disponibles dans la littérature, ce qui valide la méthode expérimentale utilisée.

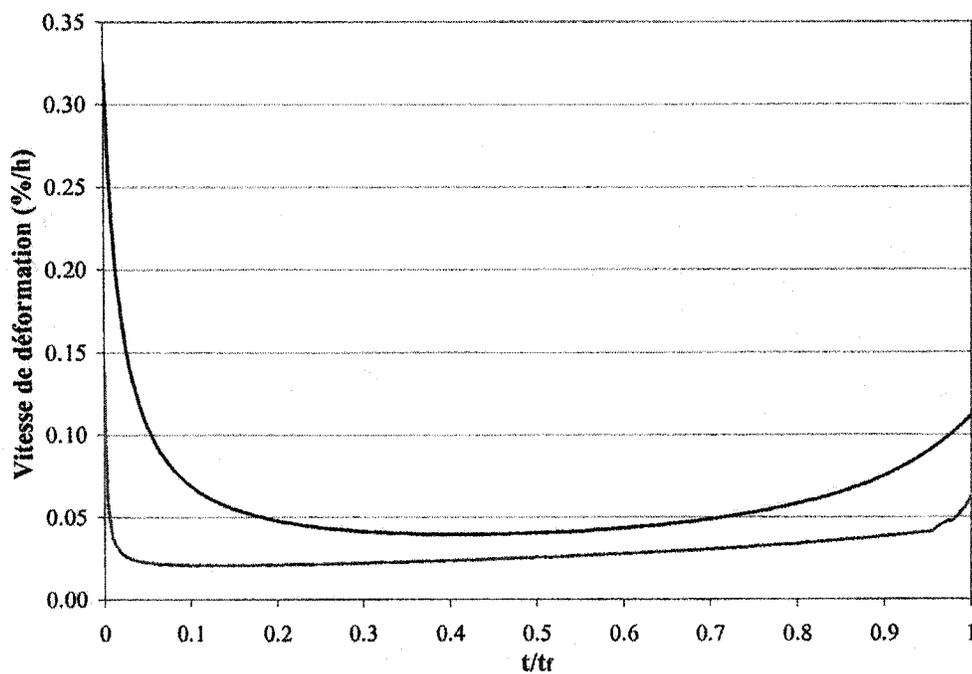


Figure 3.3 Vitesse de déformation en fonction du temps normalisé pour l'alliage AZ91D (150 ° C, 50 MPa)

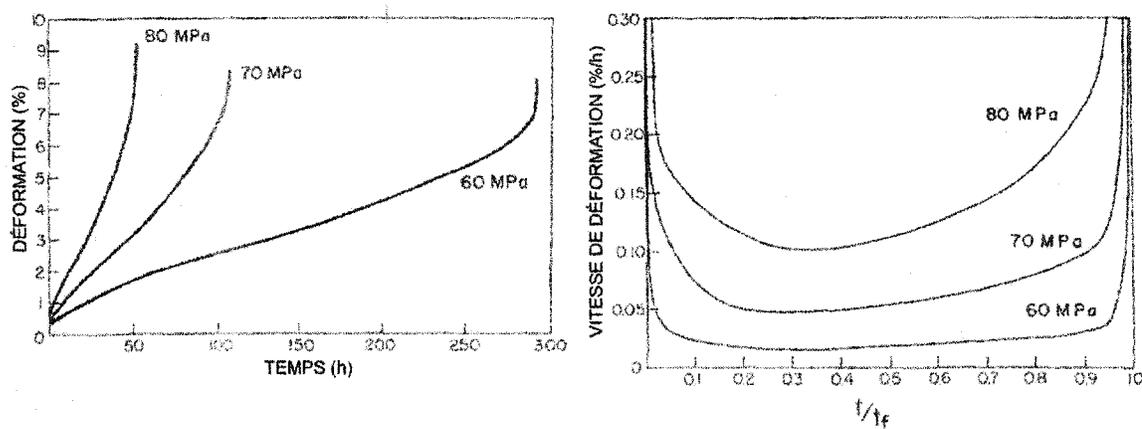


Figure 3.4 Résultats d'essais de fluage obtenus par Regev et al. (1997) à 150 ° C pour l'alliage AZ91D

### 3.1.2 Alliage AJ52x

La figure 3.5 montre les résultats bruts obtenus pour les essais de fluage interrompus sur l'alliage AJ52x (trois essais de 500 heures, un essai de 2000 heures et un essai de 4000 heures). La première constatation est que la sensibilité de l'extensomètre utilisé est insuffisante pour les faibles déformations observées en cours de fluage pour l'alliage AJ52x, soit un peu moins de 0,1% après 4000 heures. Les nombreuses oscillations brusques observées sur les courbes de fluage peuvent être attribuables à des changements dans l'environnement de la machine de traction pouvant causer un glissement des pattes de l'extensomètre (p. ex. chocs au sol près de la machine) plutôt qu'à des déformations réelles de l'éprouvette de traction. De plus, un gradient de température entre l'intérieur du four et l'environnement peut aussi causer une déformation légère du système de mesure. Pour déterminer avec précision les déformations de cet alliage pour ces mêmes conditions d'essais, il serait nécessaire de répéter les essais avec un extensomètre d'une sensibilité supérieures, p. ex. au laser.

Dans le but de comparer les résultats des essais de fluage des alliages AZ91D et AJ52x, les courbes obtenues pour ce nouvel alliage ont été modélisées à l'aide du logiciel CurveExpert (Hyams, 2003) selon une fonction de type sigmoïdal obéissant à l'équation suivante (figure 3.6) :

$$y = \frac{ab + cx^d}{b + x^d} \text{ où } a, b, c \text{ et } d \text{ sont des constantes (voir tableau 3.1)} \quad (3.1)$$

Tableau 3.1 Valeurs des constantes utilisées pour la modélisation des courbes de fluage

Courbes modélisées	a	b	c	d
<i>AJ52x - 150° C - 50 MPa - 4000 heures</i>	-0,004764	62,4044	0,5131	0,4077
<i>AJ52x - 150° C - 50 MPa - 2000 heures</i>	0,01775	153,3213	0,8433	0,3512

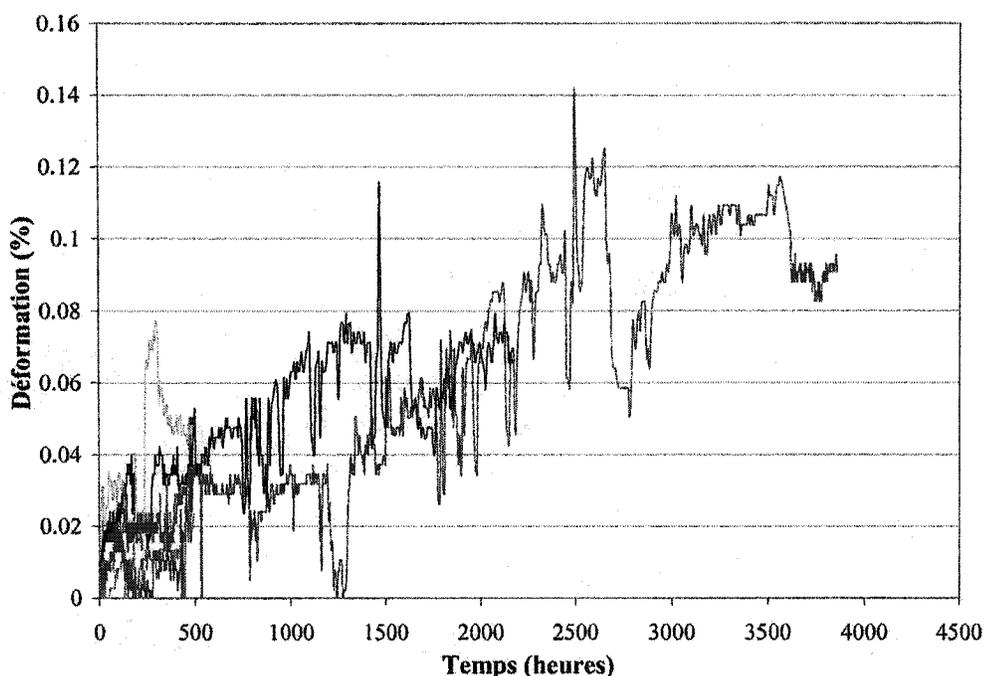


Figure 3.5 Résultats bruts des essais de fluage interrompus sur l'alliage AJ52x (150 °C, 50 MPa)

On retrouve les courbes de la vitesse de déformation en fonction de  $t/t_f$  à la figure 3.7, ces courbes ayant été obtenues à partir des courbes modélisées.

La résistance de l'alliage AJ52x (Mg-Al-Sr) est nettement supérieure à celle de l'alliage AZ91D. En effet, alors que les éprouvettes de l'alliage AZ91D ont cédé après un peu moins de 250 heures avec une déformation entre 6 et 8%, les éprouvettes du nouvel alliage AJ52x montrent une déformation d'à peine 0,1% et ce, après 4000 heures. De plus, la figure 3.7 montre que la vitesse de fluage est toujours décroissante et ce, même après 4000 heures d'essai. Puisque l'équilibre entre les taux de consolidation et de restauration n'est toujours pas atteint, cela signifie que le fluage n'a toujours pas atteint le stade II. On note aussi que la vitesse de déformation de cet alliage est de trois ordres de grandeur inférieure à celle observée pour l'alliage AZ91D.

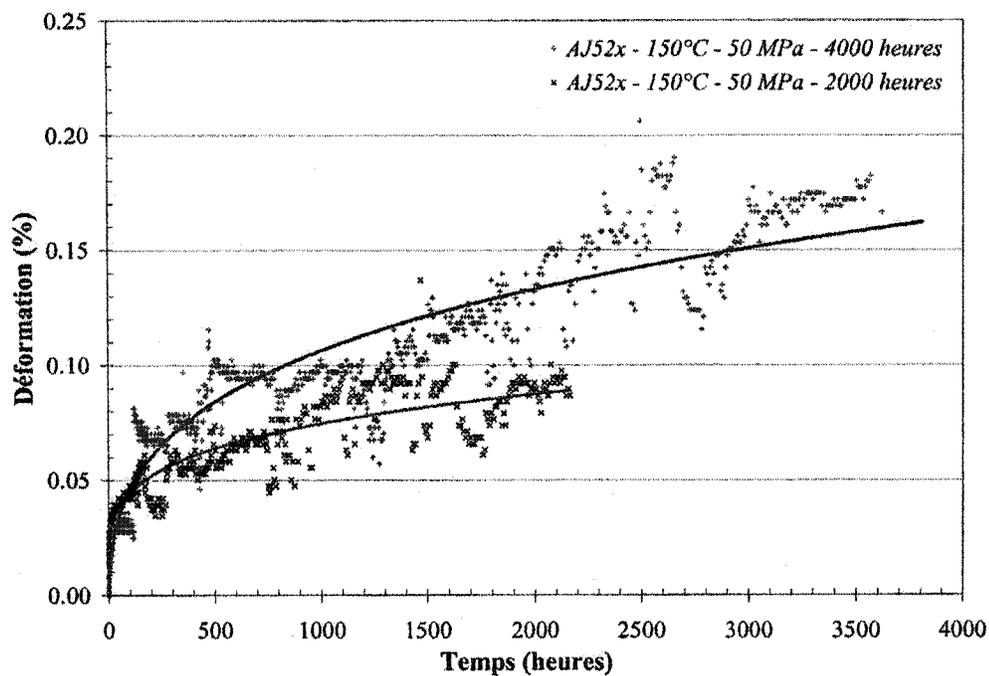


Figure 3.6 Modélisations logarithmiques des résultats de fluage pour l'alliage AJ52x

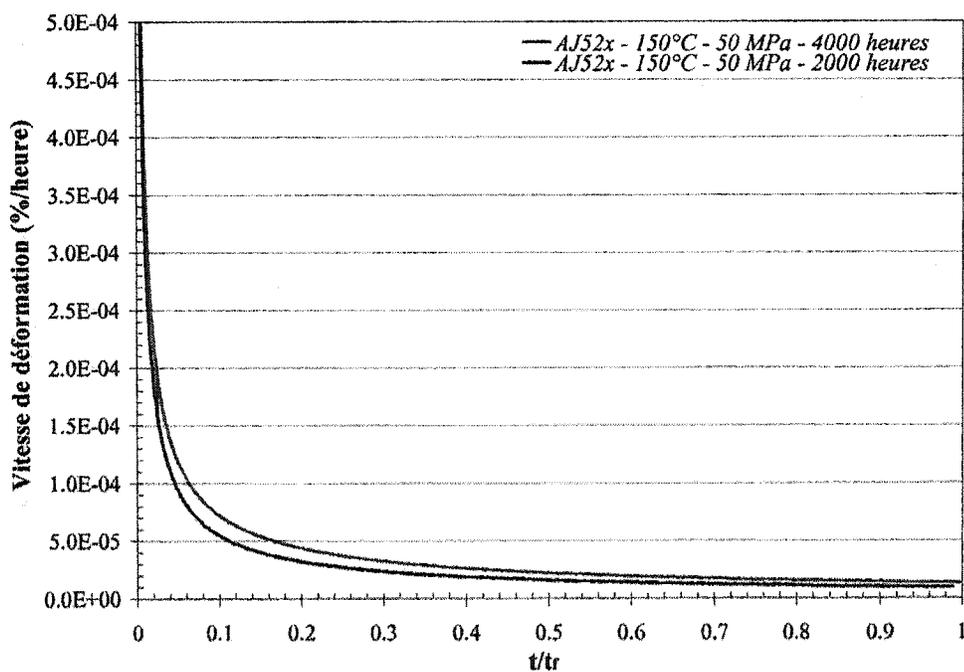


Figure 3.7 Vitesse de déformation en fonction du temps normalisé pour l'alliage AJ52x

### 3.2 DIFFRACTION DES RAYONS X (XRD)

Une fois les essais de fluage et les traitements thermiques complétés, des mesures de diffraction des rayons X ont été réalisées sur tous les échantillons pour étudier l'évolution des phases en présence. Les échantillons testés sont les suivants :

- AJ52x brut de coulée ;
- AJ52x traités thermiquement (45, 150, 500 et 4000 heures à 150°C) ;
- AJ52x soumis à des essais de fluage (45, 150, 500 et 4000 heures à 150°C sous une contrainte appliquée de 50 MPa).

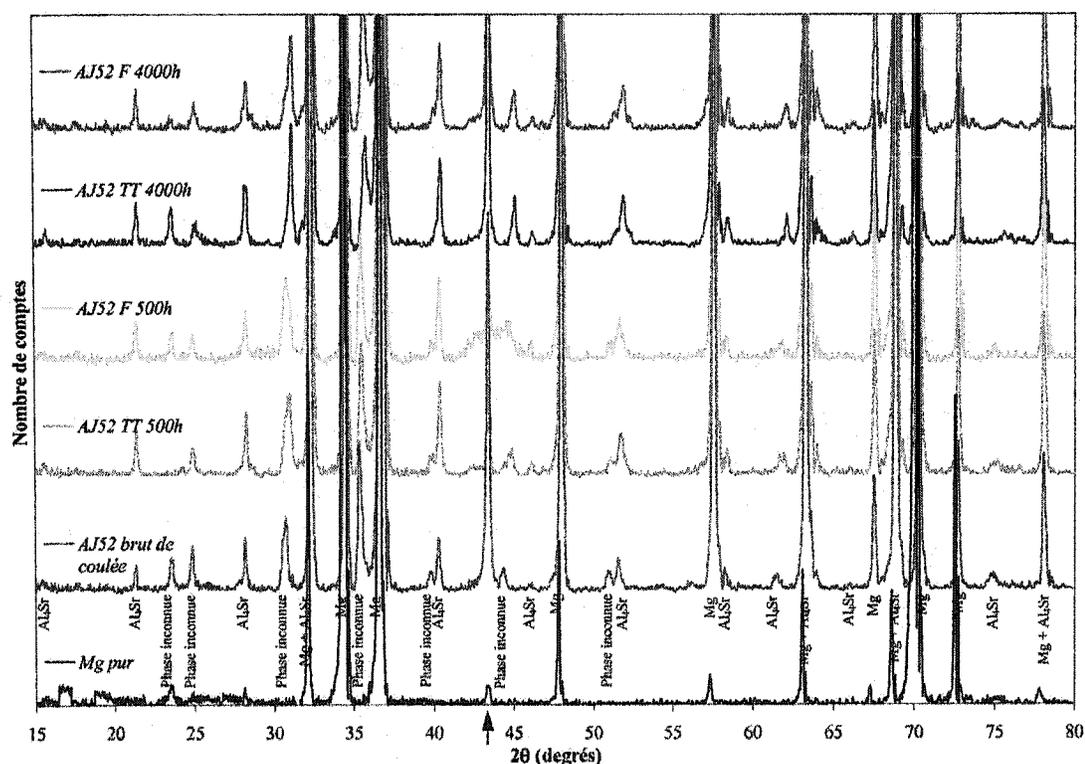


Figure 3.8 Spectres XRD de tous les échantillons

Sur les spectres XRD obtenus (figure 3.8), les raies du magnésium et du  $Al_4Sr$  ont pu être identifiées, mais plusieurs autres raies présentes n'ont pu être associées à une phase répertoriée (ces raies sont identifiées *Phase inconnue* à la figure 3.8). De plus, les ratios des intensités pour les pics du magnésium dans l'alliage AJ52x ne correspondent pas à ce que nous observons sur le spectre du magnésium pur. Le tableau 3.2 en montre un exemple. Puisque le spectre de magnésium pur a été obtenu à partir d'un type d'échantillon différent (cet échantillon a été prélevé au coeur d'un lingot de magnésium pur à 99,99% provenant de Magnola), cette différence entre les ratios des intensités est probablement attribuable à une différence de texture cristallographique entre les échantillons utilisés. Cette différence pourrait aussi être due à la superposition de pics de magnésium et de la phase inconnue. Cependant, l'intensité des pics de la phase inconnue étant de faible intensité par rapport à l'intensité des pics de magnésium, une superposition de ces pics ne serait pas suffisante pour expliquer une si grande différence des ratios des intensités des pics de magnésium.

Tableau 3.2 Exemple de différence entre les ratios des intensités

Spectres XRD	Position du pic #1 ( $2\theta$ )	Position du pic #2 ( $2\theta$ )	Ratios des intensités maximales
<i>Mg pur</i>	34,4	36,6	3,2
<i>AJ52 brut de coulée</i>	34,5	36,7	0,28

Notons aussi que le spectre obtenu pour le Mg pur montre un pic à  $2\theta = 43,5^\circ$  (flèche à la figure 3.8), ce pic n'étant pas répertorié pour cette phase. Ce pic est en fait le pic le plus intense à la fois pour le cuivre et pour le zinc, le porte platine dans l'appareil utilisé étant en laiton. Il est à noter que la phase  $Mg_{17}Al_{12}$  connue pour diminuer les propriétés de fluage des alliages de magnésium n'a pas été détectée (structure cubique de paramètre de maille  $a = 1,056nm$  (Hanawalt et al., 1938)).

Les figures 3.9 et 3.10 montrent l'évolution de l'importance relative pondérée de la phase inconnue et du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  en cours de traitement. Ces données ont été obtenues à l'aide des logiciels HighScore et ProfilFit de Philips. À partir du spectre brut, le logiciel HighScore lisse les données, soustrait le bruit de fond et les pics  $K\alpha_2$ . Le logiciel ProfilFit permet ensuite, à partir de ce spectre net, de déterminer le nombre total de comptes associé à chacun des pics d'intérêt.

Ces données sont en fait une indication de la variation de la fraction relative des phases en cours de traitement et ne doivent pas être prises comme des valeurs absolues, pas plus qu'elle ne doivent être comparées entre les différentes phases présentes. Ces valeurs ont été calculées en prenant les pics les mieux définis sur toutes les courbes et ce, pour chacune des phases. Pour pouvoir calculer la fraction relative réelle des phases en présence, il faudrait tenir compte de tous les pics pour chacune des phases. Or, comme cela n'était pas de prime abord le but de ces mesures, les spectres obtenus ne contiennent pas les pics des plans dont l'angle de Bragg est supérieur à  $40^\circ$  ( $2\theta = 80^\circ$ ). De plus, certains pics de la phase inconnue et du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  ne sont pas assez bien définis pour pouvoir obtenir des résultats précis. Le tableau 3.3 indique les pics utilisés pour chacune des phases pour le calcul des fractions relatives et l'équation 3.2 est un exemple de calcul des fractions relatives. Il est à noter qu'un des pics de Mg utilisés dans ces calculs est superposé à l'un des pics du Zn ( $2\theta = 36,3^\circ$ ). L'intensité de ce pic de zinc n'étant que de 53% de l'intensité du pic maximal pour le Zn (le pic maximal étant déjà de très faible intensité par rapport à l'intensité des pics de magnésium), sa contribution peut être négligée par rapport à celle du Mg.

Tableau 3.3 Positions  $2\theta$  (degrés) des pics utilisés pour les calculs des fractions relatives

Mg	Al <sub>4</sub> Sr	Phase inconnue
34,5	21,3	24,9
36,7	28,1	30,7
47,9	40,3	35,4
57,5	51,5	

$$f_r(\text{Al}_4\text{Sr}) = \frac{N_{\text{Al}_4\text{Sr}}}{N_{\text{Mg}} + N_{\text{Al}_4\text{Sr}} + N_{\text{Inconnue}}} \quad (3.2)$$

où :

$$N_{\text{Al}_4\text{Sr}} = N_{21,3} + N_{28,1} + N_{40,3} + N_{51,5} \quad (3.3)$$

$$N_{\text{Mg}} = N_{34,5} + N_{36,7} + N_{47,9} + N_{57,5} \quad (3.4)$$

$$N_{\text{Inconnue}} = N_{24,9} + N_{30,7} + N_{35,4} \quad (3.5)$$

avec  $N_i$  étant le nombre total de comptes pour le pic situé à  $2\theta = i$ .

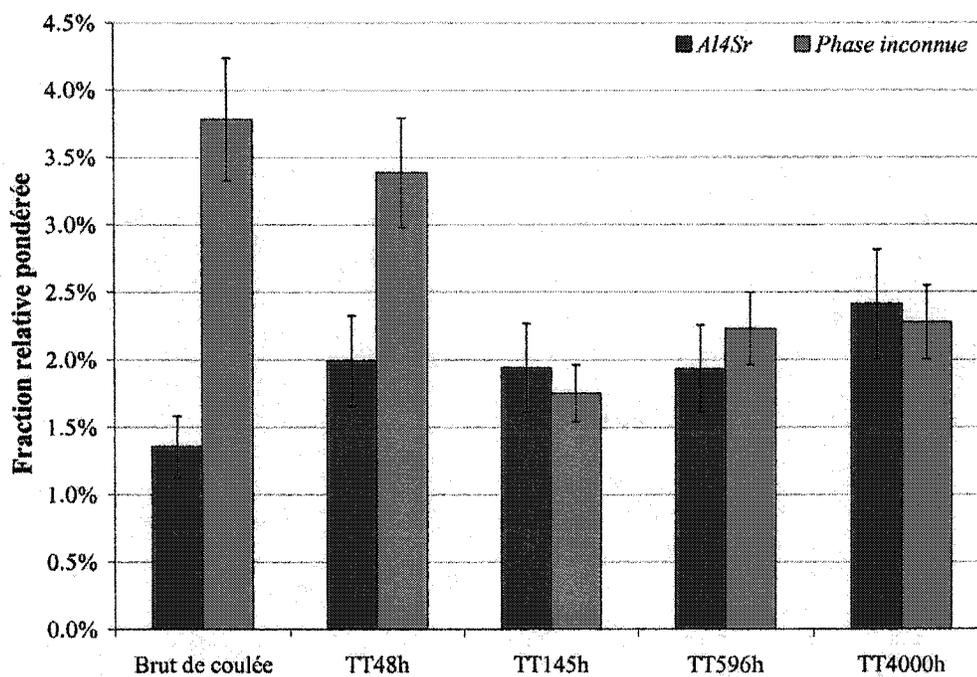


Figure 3.9 Évolution de l'importance relative des phases lors des traitements thermiques (AJ52x)

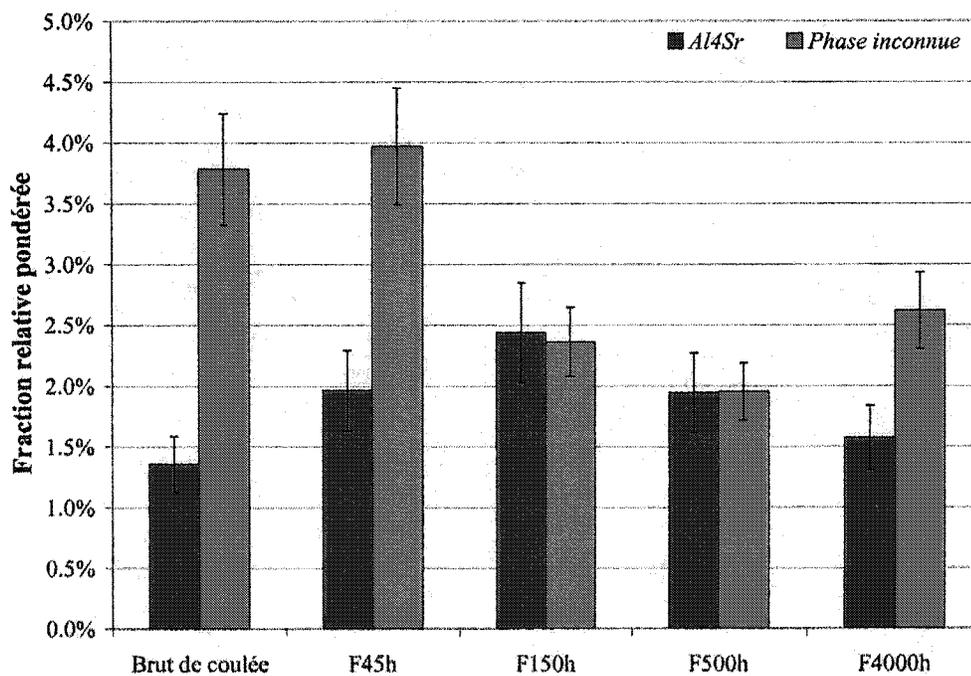


Figure 3.10 Évolution de l'importance relative des phases lors des essais de fluage (AJ52x)

Pour ce qui est de la phase inconnue, il semble y avoir une diminution statistiquement significative de cette phase entre 45 et 145 heures de traitement à 150°C, cette tendance étant présente avec et sans contrainte appliquée. Après 145h de traitement, les variations de la fraction relative de la phase inconnue ne sont toutefois pas significatives.

Quant à la fraction relative pondérée de la phase  $Al_4Sr$ , les deux graphiques ne semblent pas indiquer une tendance nette quant à son évolution dans l'alliage AJ52x après des traitements à 150°C.

Il est à noter que l'emplacement où ont été prélevés les échantillons pour ces analyses peut varier d'un échantillon à l'autre. En effet, bien que les échantillons rectangulaires de 6,35 mm x 10 mm x 2 mm aient toujours été prélevés dans la section réduite des éprouvettes à côté du rayon de courbure, il pouvait s'agir aussi bien du haut que du bas de l'éprouvette. Et puisque l'extraction de chaleur lors de la coulée n'est pas équivalente pour le bas et le haut de l'éprouvette (celles-ci étant coulées à la verticale), une différence microstructurale peut exister entre les deux extrémités de l'éprouvette. Ceci est par conséquent une autre source d'erreur.

### **3.2.1 Variation des paramètres de maille de la matrice de magnésium**

Une diminution de la fraction relative de la phase inconnue ayant été observée, il est intéressant d'étudier l'évolution des paramètres de maille de la matrice de magnésium. En effet, si un ou plusieurs des éléments de cette phase se retrouvent en solution solide dans la matrice, cela entraînerait une évolution des paramètres de maille, cette variation entraînant un déplacement angulaire des pics sur les spectres XRD. En étudiant la position des pics de magnésium sur les différents spectres XRD obtenus, il est donc possible de calculer la valeur des paramètres de maille  $a$  et  $c$  en fonction du temps des traitements.

Une des principales sources d'erreur quand à la position angulaire des pics de XRD est la position de l'échantillon dans l'appareil. Pour pouvoir mesurer l'influence de ceci, trois spectres distincts ont été obtenus pour un échantillon de AJ52x brut de coulée et pour un échantillon de magnésium pur. Entre chaque acquisition, l'échantillon était retiré de l'appareil et inséré de nouveau en réajustant sa hauteur. Les variations des paramètres de maille de l'alliage AJ52x brut de coulée résultant des manipulations des échantillons sont considérées comme étant une mesure de la variation expérimentale des valeurs des paramètres calculés pour tous les autres échantillons de cet alliage.

À l'aide de la loi de Bragg (équation 3.6), nous pouvons calculer la distance  $d$  entre les plans cristallins pour un pic donné.

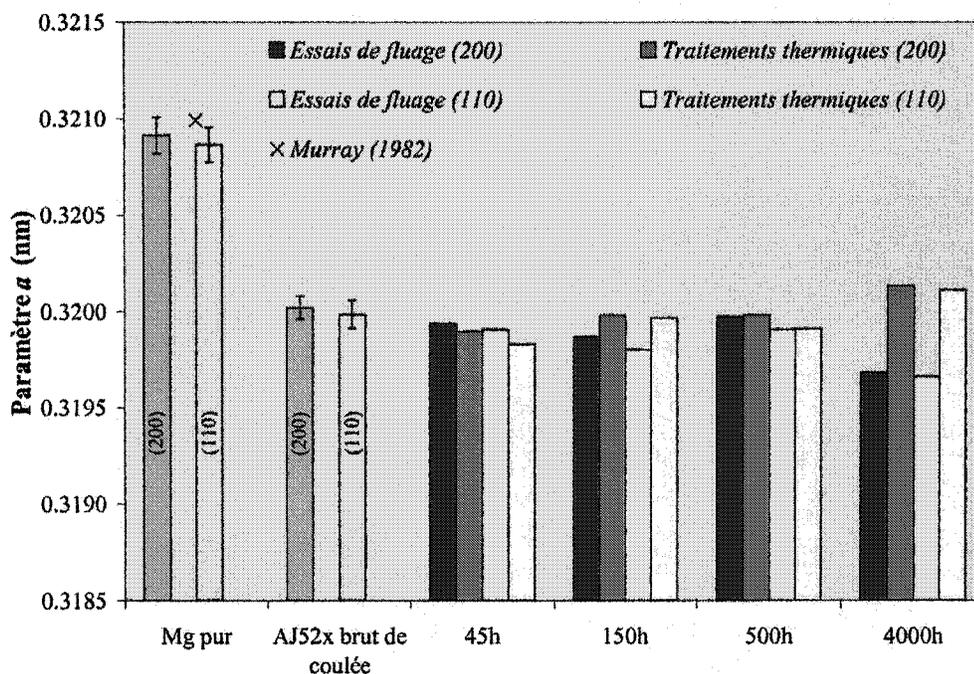
$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.6)$$

Le magnésium étant de structure hexagonale, la distance entre ses plans cristallins est donnée par :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3a^2}(h^2 + hk + k^2) + \frac{1}{c^2}l^2 \quad (3.7)$$

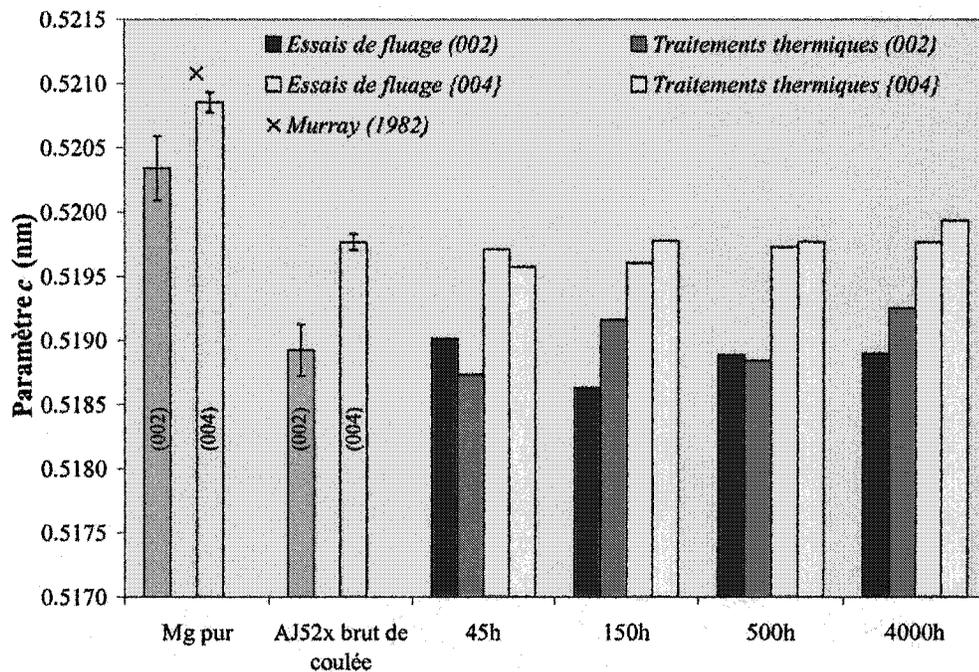
Il est donc possible à partir des spectres XRD de déterminer le paramètre de maille  $a$  à l'aide de la position angulaire du pic d'un plan cristallin dont l'indice  $l$  est nul. De la même manière, nous pouvons déterminer le paramètre  $c$  à l'aide de la position angulaire du pic d'un plan cristallin dont les indices  $h$  et  $k$  sont nuls. Pour la détermination du paramètre  $a$ , les plans (110) et (200) ont été utilisés ( $2\theta = 57,378^\circ$  et  $67,318^\circ$  respectivement) (figure 3.11). Malgré le fait que le pic du plan (100) ( $2\theta = 32,194^\circ$ ) soit le troisième plus important en intensité pour le magnésium, ce pic n'a pas été considéré parce qu'il est superposé aux pics des plans (004) et (112) du  $\text{Al}_4\text{Sr}$

( $2\theta = 32,334^\circ$  et  $32,797^\circ$  respectivement). Pour la détermination du paramètre  $c$ , les plans (002) et (004) ont été utilisés ( $2\theta = 34,399^\circ$  et  $72,500^\circ$  respectivement) (figure 3.12).



**Figure 3.11** Variation du paramètre  $a$  (nm) de la maille hexagonale de magnésium pour différents essais de fluage et traitements thermiques

On note d'abord que les paramètres  $a$  et  $c$  calculés varient selon le plan cristallin utilisé pour leur détermination. En effet, la distance  $d$  étant calculée en fonction de  $\sin\theta$ , un léger changement dans la valeur mesurée de  $\theta$  entraîne une plus grande variation de la distance  $d$  pour un angle  $\theta$  plus petit. Puisque les deux plans utilisés pour la détermination du paramètre  $a$  diffractent pour des angles assez près l'un de l'autre, cette différence n'est pas très marquée à la figure 3.11. Par contre, cette variation est clairement observable à la figure 3.12 pour la détermination du paramètre  $c$ . En effet, les deux plans utilisés pour calculer le paramètre  $c$ , soient (002) et (004), diffractent pour des valeurs de  $\theta$  assez éloignées l'une de l'autre ( $17,2^\circ$  et  $36,25^\circ$  respectivement). Et puisque  $d$  est une fonction



**Figure 3.12** Variation du paramètre  $c$  (nm) de la maille hexagonale de magnésium pour différents essais de fluage et traitements thermiques

de  $\sin\theta$  et que la pente de cette fonction est plus importante pour les faibles angles, les paramètres calculés avec le plan (002) montrent une plus grande variation. À titre d'exemple, une variation de  $0,1^\circ$  dans la lecture de  $2\theta$  pour le plan (002) entraîne une variation de la distance interplanaire calculée de 0,28%, alors que cette différence n'est que de 0,12% pour la même variation dans la lecture de  $2\theta$  pour le plan (004).

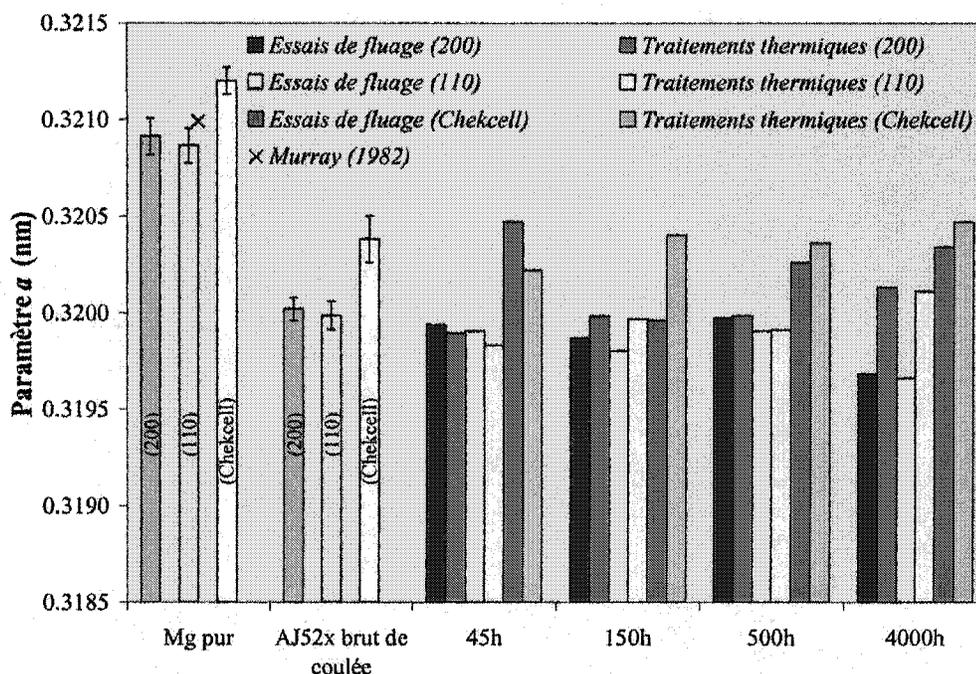
De plus, la source la plus importante d'erreur sur la mesure de  $d$  est celle causée par le déplacement de l'échantillon par rapport à l'axe du diffractomètre (ce qui se produit lorsque l'échantillon n'est pas parfaitement à la hauteur eucentrique) et elle est donnée par :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{D}{R} \cdot \frac{\cos^2\theta}{\sin\theta} \quad (3.8)$$

où  $D$  est le déplacement de l'échantillon parallèlement à la normale du plan réflecteur (positif lorsque le déplacement est à l'avant de l'axe) et  $R$  est le rayon du diffractomètre (Cullity, 1978). L'erreur sur la mesure de  $d$  et donc sur les mesures des paramètres de maille est donc supérieure pour les plans dont l'angle de diffraction est plus important.

À la figure 3.12, on remarque que les barrettes représentant les variations expérimentales mesurées à partir des échantillons de Mg pur et de AJ52x brut de coulée ne se chevauchent pas. Ceci pourrait être attribuable à la mesure de variabilité des résultats employée. Cette variabilité ayant été obtenue à partir de trois répétitions de l'obtention des spectres XRD pour le magnésium pur et pour l'alliage AJ52x brut de coulée, le fait que les barrettes ne se chevauchent pas pourrait indiquer que cette mesure de la variabilité est inférieure à l'erreur expérimentale. Ceci signifie que les trois répétitions effectuées ne seraient pas suffisantes pour mesurer l'erreur expérimentale. Par ailleurs, l'erreur expérimentale peut aussi être attribuable au positionnement du centroïde des pics sur les spectres XRD. Or, comme les centroïdes ont tous été déterminés de la même manière à l'aide du logiciel ProfilFit de Philips, la mesure de variabilité utilisée n'inclut pas l'erreur engendrée par le positionnement des pics.

Le logiciel Chekcell (Laugier et Brochu, <http://www.ccp14.ac.uk>) a aussi été utilisé pour confirmer les résultats des calculs manuels. Ce logiciel de raffinement de cellules permet de calculer les paramètres de maille d'une phase en tenant compte de la position de plusieurs pics à la fois. Comme le démontrent les résultats présentés aux figures 3.13 et 3.14, le raffinement de cellules effectué par Chekcell permet l'obtention de résultats plus représentatifs. En effet, la majorité des paramètres calculés à l'aide de ce logiciel sont à l'intérieur de la variation obtenue lors des trois répétitions avec l'échantillon brut de coulée. À la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure qu'aucune variation des paramètres de maille de la matrice de magnésium n'a été mesurée au cours du fluage ni des traitements thermiques.



**Figure 3.13** Variation du paramètre  $a$  (nm) de la maille hexagonale de magnésium calculée à l'aide de Chekcell pour différents essais de fluage et traitements thermiques

Par contre, les figures 3.13 et 3.14 semblent montrer une différence entre les paramètres de maille  $a$  et  $c$  obtenus pour les essais de fluage et pour les traitements thermiques d'une durée de 150 heures. Bien que cette observation demande une étude plus approfondie, nous ne croyons pas que cette différence mesurée soit réelle. En effet, si la variation des paramètres de maille était différente pour les essais de fluage et pour les traitements thermiques, cette observation aurait tendance à évoluer avec le temps, à s'accroître ou encore à s'amenuiser. Cependant, cette différence n'a été mesurée que pour les essais de 150 heures. Par ailleurs, comme nous l'avons déjà mentionné, la mesure de variabilité utilisée ne représente peut-être pas l'erreur expérimentale réelle. De plus, cette mesure de la variabilité n'ayant été effectuée que sur les seuls échantillons de magnésium pur et de l'alliage AJ52x brut de coulée, nous ne pouvons que supposer que cette variabilité soit la même pour tous les autres échantillons. Or, ceci n'est pas nécessairement le cas, car une partie de l'erreur expérimentale est attribuable au positionnement du centroïde du pic. Cette erreur peut donc varier d'un spectre XRD à l'autre.

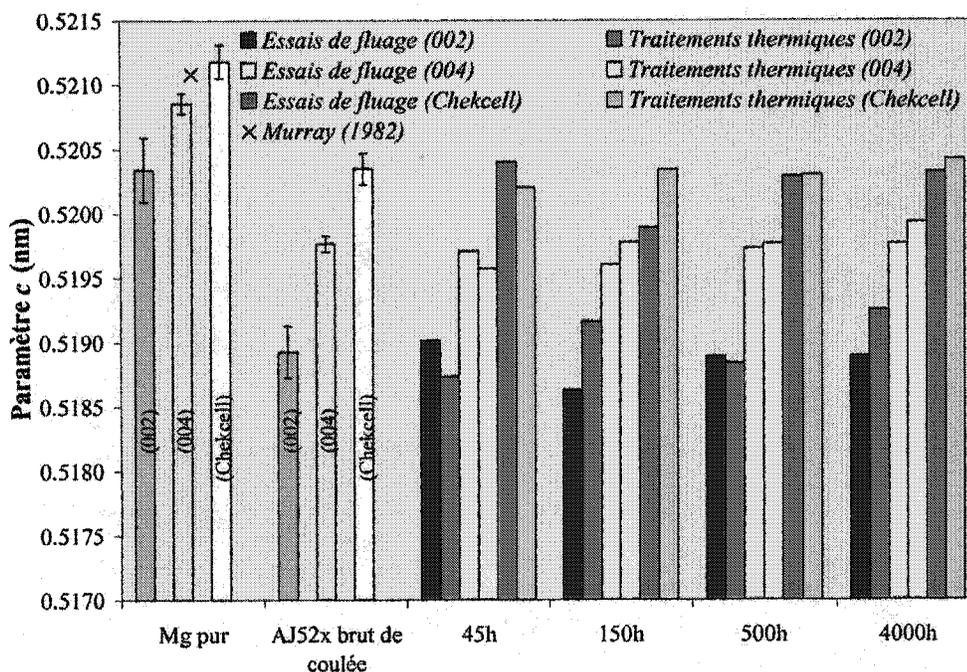


Figure 3.14 Variation du paramètre  $c$  (nm) de la maille hexagonale de magnésium calculée à l'aide de Chekcell pour différents essais de fluage et traitements thermiques

Selon Murray (1982), les paramètres de maille obtenus lors de ces travaux soient un paramètre  $a$  de 0,32038 nm et un paramètre  $c$  de 0,52035 nm correspondent à un pourcentage d'aluminium en solution dans la matrice de magnésium de 1,3% atomique. Ces paramètres de maille calculés à partir des spectres XRD sont en fait des valeurs moyennes des paramètres de maille dans le volume analysé (joints de grains et coeur de grains). Or, les analyses chimiques effectuées sur ce lot d'échantillons après la coulée révélèrent une teneur en aluminium de 4,49% atomique. Cette teneur comprend non seulement l'aluminium en solution solide dans la matrice de magnésium mais aussi l'aluminium contenu dans la phase  $Al_4Sr$  et dans la phase inconnue. Il faudrait donc connaître les proportions exactes de ces phases dans l'alliage AJ52x pour pouvoir comparer la teneur en aluminium obtenue à partir des paramètres de maille calculés et celle des analyses du lot d'échantillons.

### 3.2.2 Variation des paramètres de maille de la phase Al<sub>4</sub>Sr

Le même travail peut être effectué pour déterminer si les paramètres de maille de la phase Al<sub>4</sub>Sr changent en cours de traitement. Le Al<sub>4</sub>Sr est une phase de structure quadratique (Villars, 1985) dont la distance entre les plans cristallins est donnée par :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2}(h^2 + k^2) + \frac{1}{c^2}l^2 \quad (3.9)$$

Comme dans le cas de la structure hexagonale de la matrice de magnésium, le paramètre de maille  $a$  peut être calculé à l'aide de la position angulaire du pic d'un plan cristallin dont l'indice  $l$  est nul alors que le paramètre  $c$  peut être calculé à l'aide de la position angulaire du pic d'un plan cristallin dont les indices  $h$  et  $k$  sont nuls. Pour la détermination du paramètre  $a$ , les plans (110) et (200) ont été utilisés ( $2\theta = 28,33^\circ$  et  $40,45^\circ$  respectivement). Le pic du plan (200) est un des plus intenses du spectre pour la phase Al<sub>4</sub>Sr alors que l'intensité du pic du plan (110) n'atteint que 60% de l'intensité du pic du plan (200). Le plan (002), dont l'intensité n'est que de 30% de l'intensité du pic maximal, a servi pour la détermination du paramètre  $c$  ( $2\theta = 16,03^\circ$ ). Ces résultats de même que ceux obtenus à l'aide du logiciel Chekcell sont présentés aux figures 3.15 et 3.16 .

Notons d'abord que les pics de la phase Al<sub>4</sub>Sr ne sont pas très intenses dû à la faible proportion de cette phase dans l'alliage. L'erreur sur la détermination de la position angulaire des pics est donc plus élevée que dans le cas du magnésium. On peut donc s'attendre à obtenir de meilleurs résultats en tenant compte de plusieurs pics à la fois, comme le permet Chekcell. Notons aussi que le logiciel High Score de Philips a été utilisé pour la détermination de la position angulaire du pic du plan (002) et ce, sur les spectres bruts. En effet, l'intensité de ce pic est si faible que la modélisation du bruit de fond dans cette première section du spectre rend plus difficile la détection automatique de ce pic.

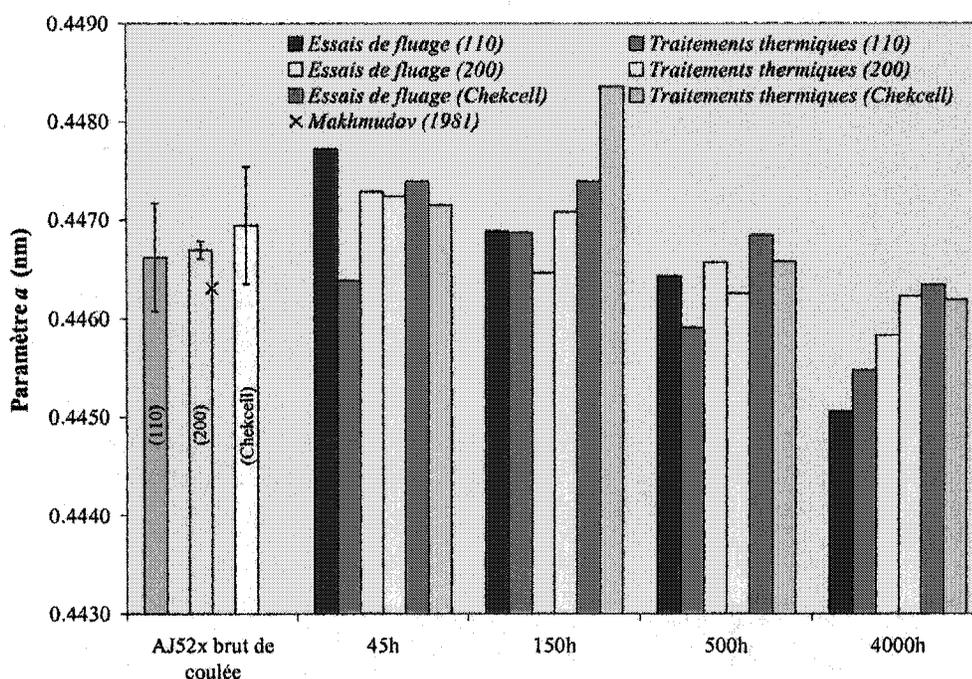


Figure 3.15 Variation du paramètre  $a$  (nm) de la maille quadratique du  $Al_4Sr$  pour différents essais de fluage et traitements thermiques

En ce qui a trait au paramètre de maille  $a$ , on note une assez bonne corrélation entre les résultats des calculs manuels et ceux obtenus à l'aide du logiciel Chekcell. Cependant, la barrette reflétant la variabilité des résultats au cours des trois répétitions des mesures pour l'échantillon brut de coulée est beaucoup plus restreinte pour les calculs effectués à l'aide du plan (200) que ne le sont les deux autres. Ce pic étant l'un des plus intenses de cette phase, il est donc assez bien défini, ce qui permet la détermination précise de sa position angulaire. À titre de comparaison, cette barrette de variabilité représente la même variation dans les mesures (0,02%) que celle pour le calcul du paramètre  $a$  de la matrice de magnésium. Il n'est encore une fois pas possible de conclure à une variation du paramètre de maille  $a$  du  $Al_4Sr$  en tenant compte de tous les résultats.

Quant au paramètre  $c$ , il y a une différence importante entre les résultats obtenus à partir des calculs manuels et ceux générés par Chekcell. Ceci est encore une fois attribuable à la faible intensité du pic utilisé pour les calculs manuels (30% de l'intensité du pic maximal).

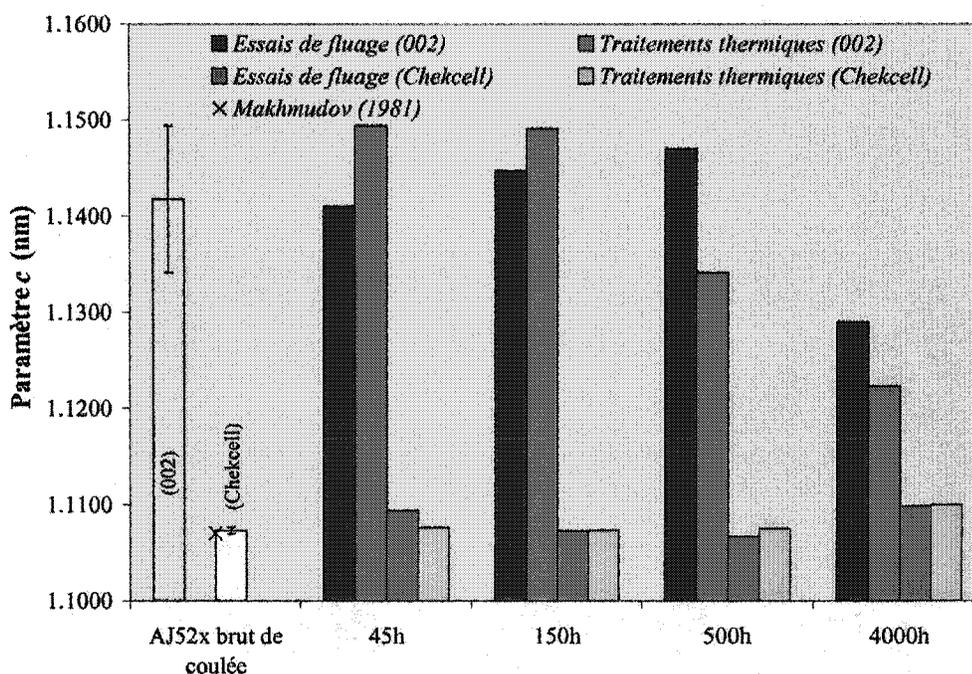


Figure 3.16 Variation du paramètre  $c$  (nm) de la maille quadratique du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  pour différents essais de fluage et traitements thermiques

On note d'ailleurs que la barrette de variabilité du paramètre  $c$  est plus étendue pour les calculs manuels à l'aide du pic du plan (002) que ne l'est celle pour les résultats obtenus avec le logiciel Chekcell. Puisque la position angulaire de ce pic n'est pas définie précisément et puisque Chekcell considère plusieurs pics à la fois (en excluant le pic du plan (002) qui n'est pas bien défini), les résultats obtenus à l'aide de ce logiciel sont considérés comme étant ceux les plus valables. Rappelons que le plan (002) a été utilisé pour les calculs manuels, car  $c$ 'est le pic le plus intense de cette phase dont les indices  $h$  et  $k$  sont nuls n'étant pas superposé à un pic d'une autre phase. La figure 3.17 reprend les résultats de Chekcell présentés à la figure 3.16 avec une échelle des ordonnées différente. Une fois de plus, aucune tendance nette ne ressort des résultats.

En utilisant les résultats de Makhmudov et al. (1981) (figure 1.1), un paramètre de maille  $a$  de 0,4468 nm (moyenne de la valeur obtenue à partir du plan (200) et de celle obtenue par Chekcell pour l'échantillon brut de coulée) indique une teneur de 5,8% atomique de

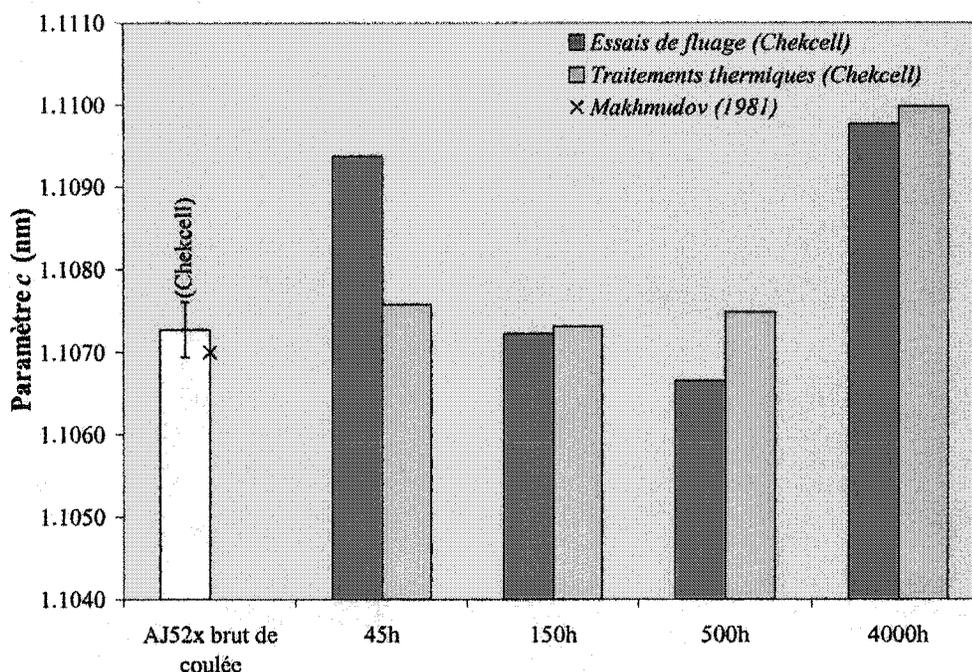


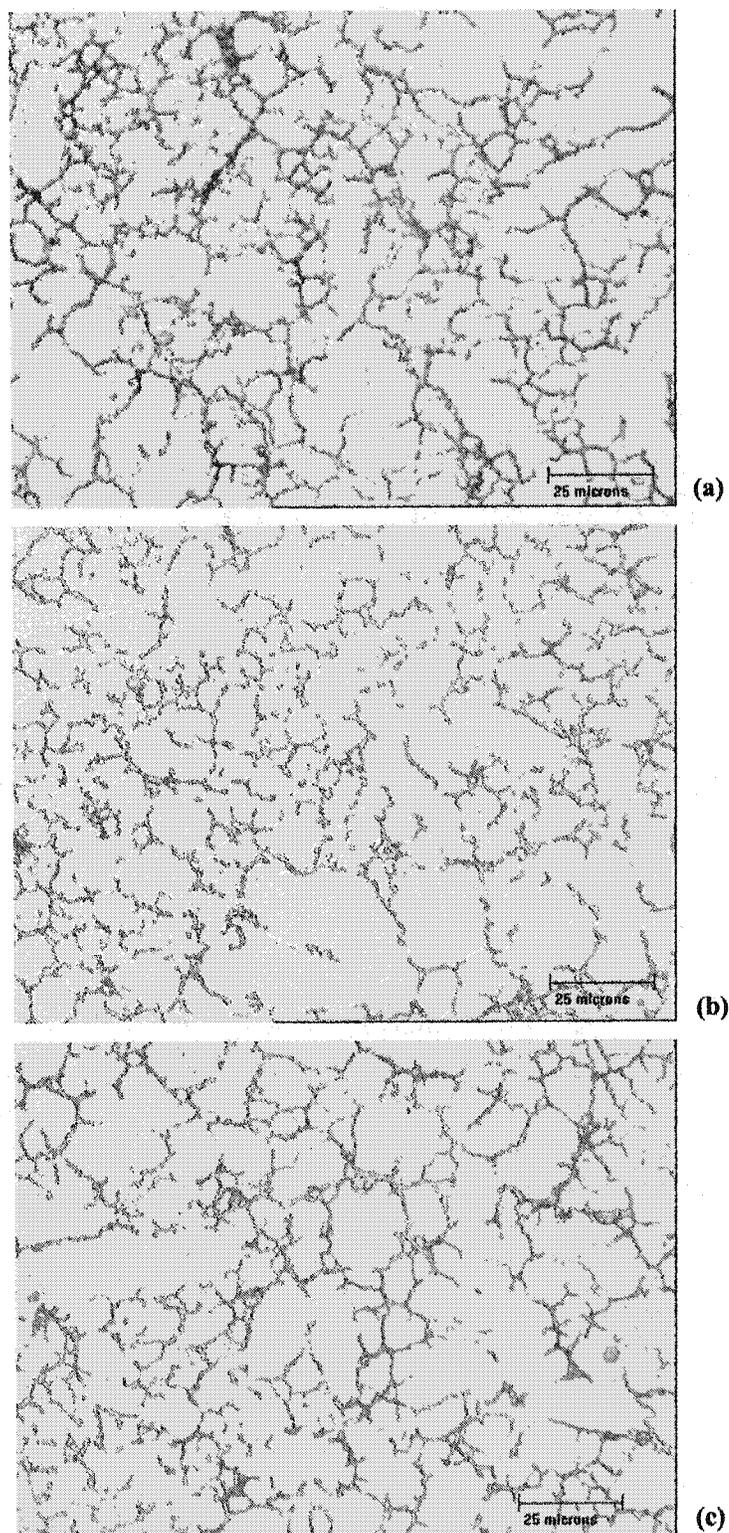
Figure 3.17 Variation du paramètre  $c$  (nm) de la maille quadratique du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  (Chekcell) pour différents essais de fluage et traitements thermiques

magnésium en solution dans le  $\text{Al}_4\text{Sr}$ . La valeur du paramètre  $c$  de 1,1073 nm (obtenue par Chekcell) indique plutôt une teneur de 0,29% atomique de magnésium en solution. Les résultats des présents travaux ne répètent donc pas les résultats obtenus par Makhmudov et al. (1981). Afin d'obtenir de meilleures statistiques, il faudrait refaire plusieurs spectres XRD en restreignant le balayage angulaire, soit de  $2\theta = 26^\circ$  à  $30^\circ$  pour le paramètre  $a$  (le pic du plan (110) étant situé à  $2\theta = 28,33^\circ$ ) et de  $2\theta = 14^\circ$  à  $18^\circ$  pour le paramètre  $c$  (le pic du plan (002) étant situé à  $2\theta = 16,03^\circ$ ). Ceci permettrait d'obtenir des résultats plus précis tout en maintenant un temps d'acquisition raisonnable.

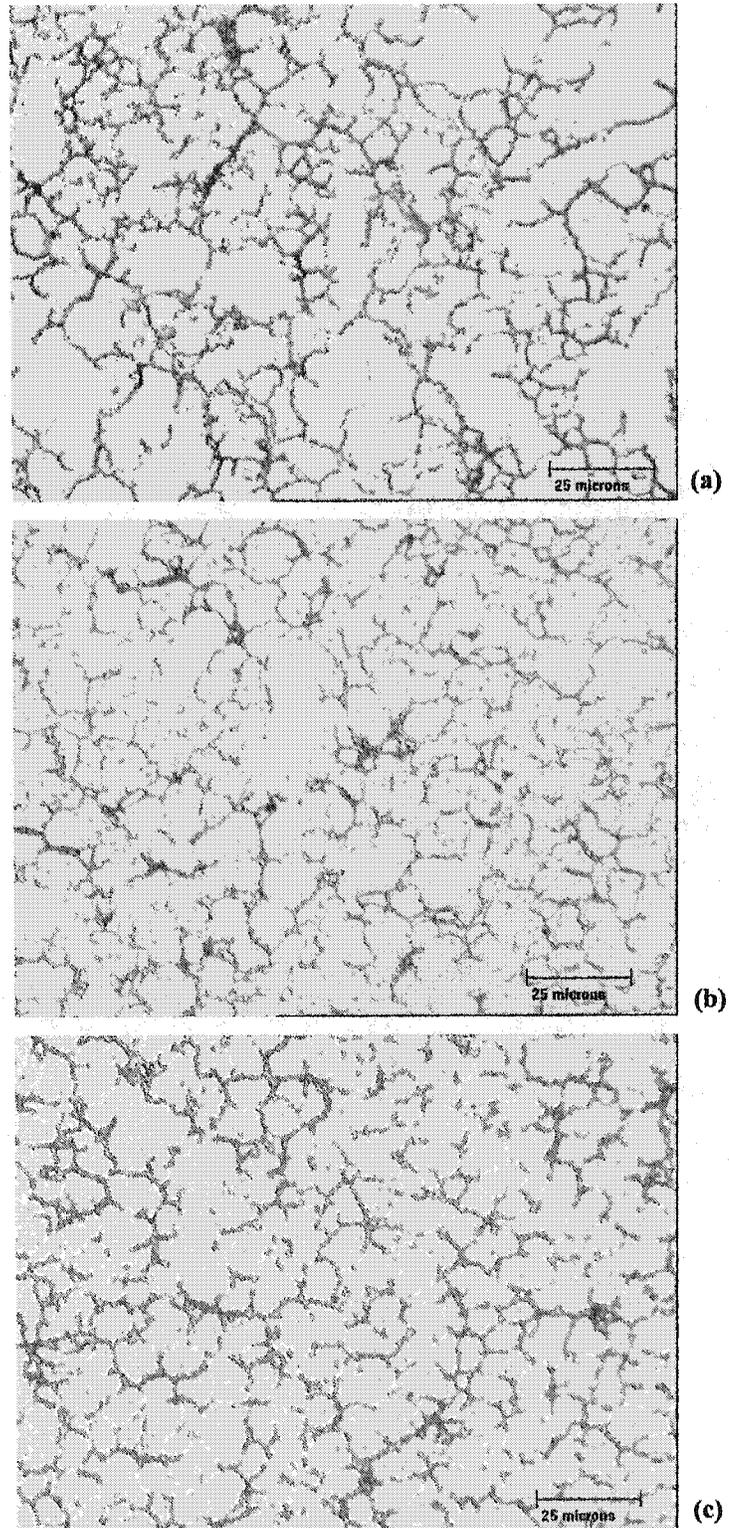
### 3.3 MICROSCOPIE OPTIQUE

L'observation au microscope optique des échantillons attaqués permet d'observer le phénomène de microségrégation de l'aluminium aux joints de grains. En effet, l'ampleur de la réaction chimique lors de l'attaque varie en fonction de la teneur en aluminium. Ceci résulte en un microrelief de la surface polie de l'échantillon. En jouant avec la mise au point du microscope (en allant de la sous-focalisation à la sur-focalisation), il est possible d'observer aux joints de grains des zones plus pâles correspondant aux joints de grains enrichis en aluminium. Des plages typiques des différents échantillons étudiés se trouvent aux figures 3.18 et 3.19.

Comme le montrent les figures 3.18 et 3.19, le phénomène de microségrégation aux joints de grains pour cet alliage n'est pas très important et il ne semble pas y avoir de différence significative dans l'ampleur de ce phénomène en fonction du temps de traitement. Ces figures permettent de plus d'obtenir une image générale de la microstructure de l'alliage AJ52x. À cette échelle, la taille de grain semble à peu près la même pour tous les échantillons (6 à 30  $\mu m$ ). C'est donc dire qu'une exposition à une température de 150°C jusqu'à 4000 heures n'entraîne pas de grossissement de grains.



**Figure 3.18** Micrographies optiques des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après traitement thermique 500 heures (150° C) (c) après traitement thermique 4000 heures (150° C)



**Figure 3.19** Micrographies optiques des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après essai de fluage 500 heures (150 ° C, 50MPa) (c) après essai de fluage 4000 heures (150 ° C, 50MPa)

### 3.4 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE

Des images obtenues par microscopie électronique à balayage permettent de distinguer les différentes phases présentes dans l'alliage AJ52x (figures 3.20 et 3.21). Outre la matrice de magnésium, deux constituants sont présents aux joints de grains. Le premier, ayant une morphologie lamellaire, est constitué d'une phase qui apparaît blanche sur les images en électrons rétrodiffusés et d'une autre dont la couleur s'apparente à celle de la matrice de magnésium. La distance interlamellaire est de  $0,2 \mu m$ . Le second constituant apparaît gris pâle sur les images en électrons rétrodiffusés. Les résultats des analyses XRD ont montré, en plus de la matrice de magnésium, la présence de  $Al_4Sr$  et d'une autre phase, que nous n'avons pas pu identifier.

Pekguleryuz et Baril (2001) ont montré, au microscope électronique en transmission, que la phase lamellaire du constituant lamellaire (celle qui apparaît blanche sur les images en électrons rétrodiffusés) est un intermétallique Al-Sr contenant une faible proportion de magnésium en solution et que l'autre constituant est un intermétallique Mg-Al-Sr. Les compositions qu'ils ont avancées pour ces deux constituants sont les suivantes:  $Al_{17}Mg_5Sr_3$  ou  $Al_2Mg_{1-x}Sr_x$  pour la phase lamellaire du constituant lamellaire qui apparaît blanche sur les images en électrons rétrodiffusés et  $Al_3Mg_{13}Sr$  pour l'autre constituant. La phase lamellaire blanche du constituant lamellaire est donc probablement du  $Al_4Sr$  et l'autre constituant, la phase que nous avons appelée précédemment la phase inconnue.

Notons que le phénomène de microségrégation observé par microscopie optique n'est pas visible sur ces images en électrons rétrodiffusés. Comme ce fut le cas lors des observations par microscopie optique, les observations par microscopie électronique à balayage ne montrent pas d'évolution de l'alliage jusqu'à 4000 heures de traitement à  $150^\circ C$  et ce, qu'une contrainte de 50 MPa soit appliquée ou non.

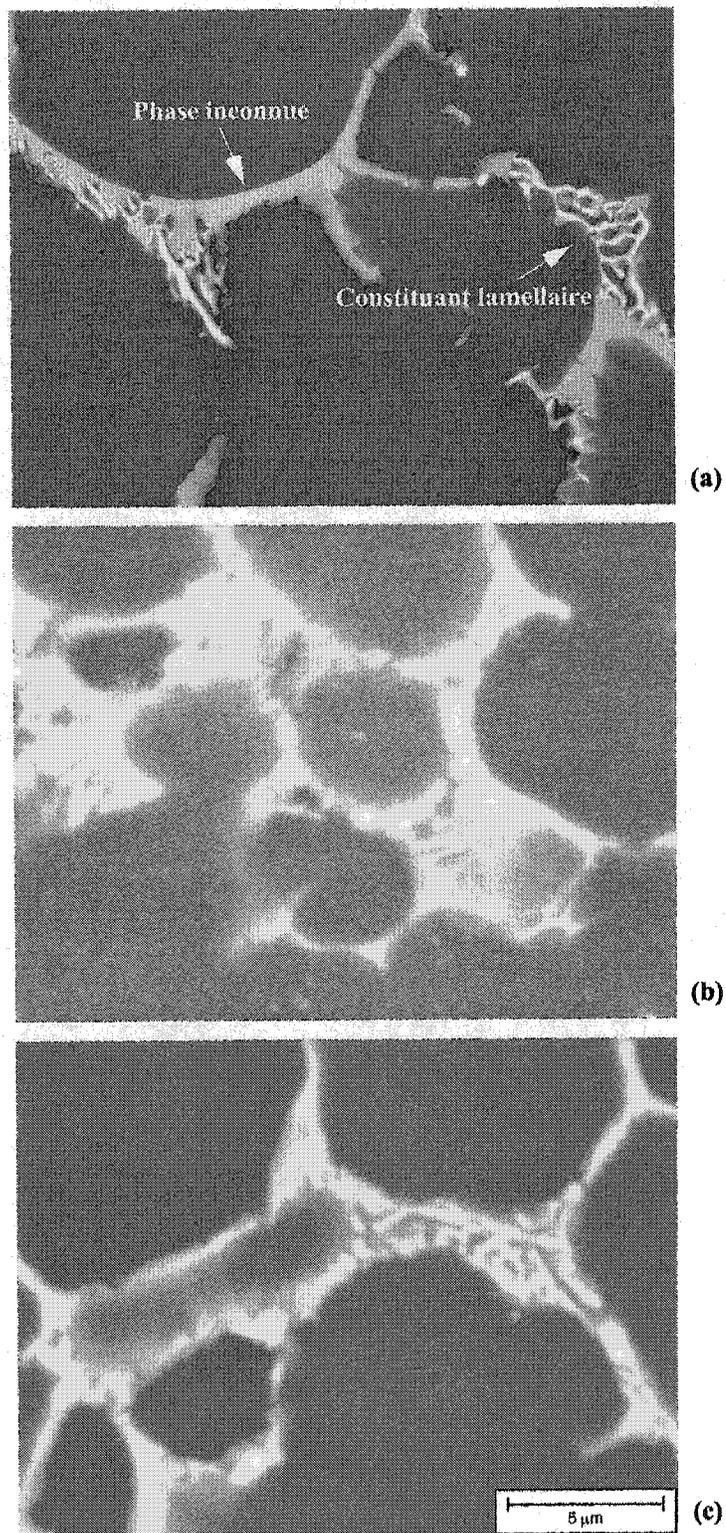


Figure 3.20 Images en électrons rétrodiffusés (10keV) des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après traitement thermique 500 heures (150° C) (c) après traitement thermique 4000 heures (150° C)

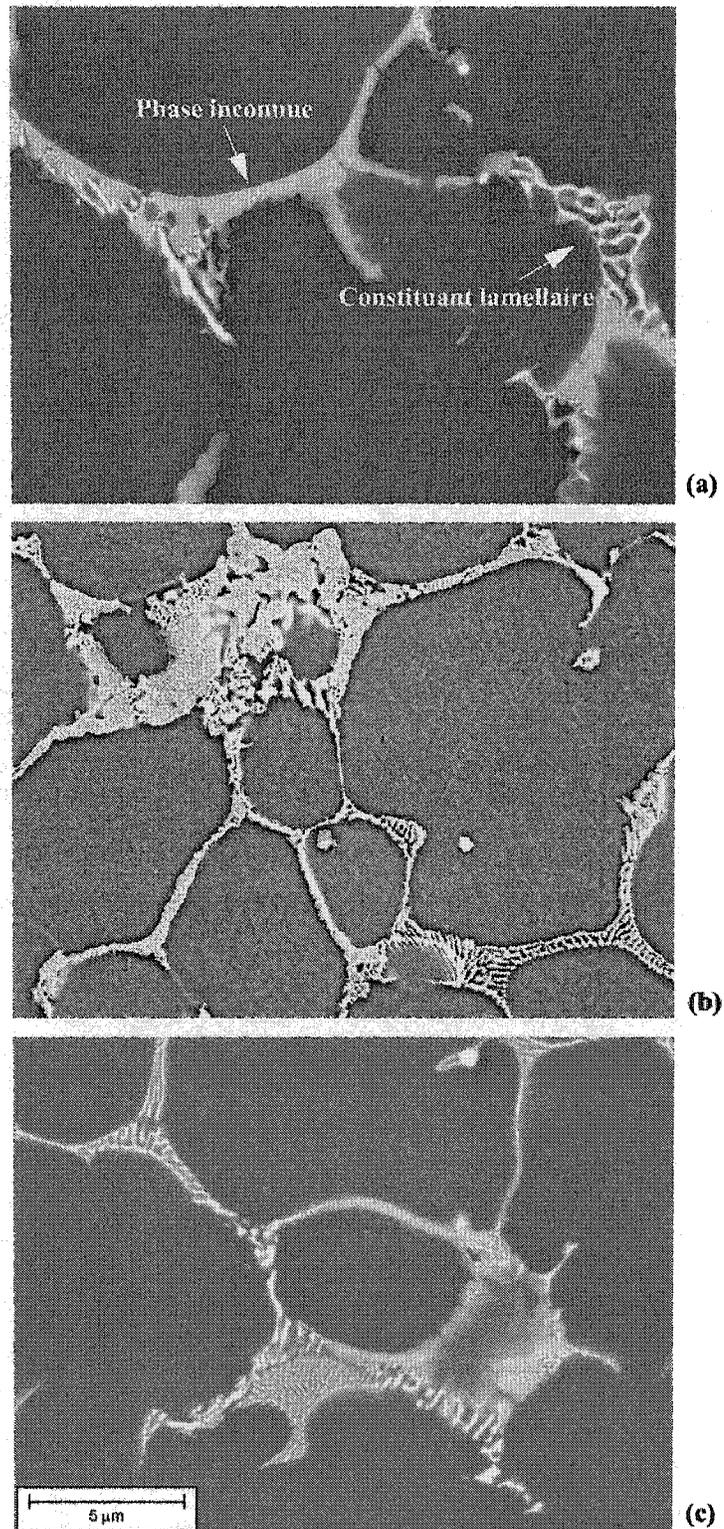


Figure 3.21 Images en électrons rétrodiffusés (10keV) des échantillons de AJ52x (a) brut de coulée (b) après essai de fluage 500 heures (150° C, 50MPa) (c) après essai de fluage 4000 heures (150° C, 50MPa)

### 3.5 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION

La figure 3.22(a) montre une vue générale de l'alliage AJ52x après 500 heures de fluage obtenue par microscopie électronique en transmission. Le constituant lamellaire observé au microscope électronique à balayage (MEB) est visible dans le coin inférieur gauche de l'image. La distance interlamellaire de  $0,2 \mu m$  mesurée est cohérente avec les observations faites au MEB. Quant à la phase inconnue observée au MEB, celle qui apparaissait gris pâle, elle n'apparaît pas sur cette image. Ceci est attribuable à la faible taille des échantillons. En effet, sur les lames minces obtenues par électropolissage, la zone observable du disque de 3 mm de diamètre n'est que de quelques grains en autour du trou. La probabilité de retrouver une phase donnée sur une lame mince peut donc être très faible. La figure 3.22(b) montre une image au MET de la phase inconnue.

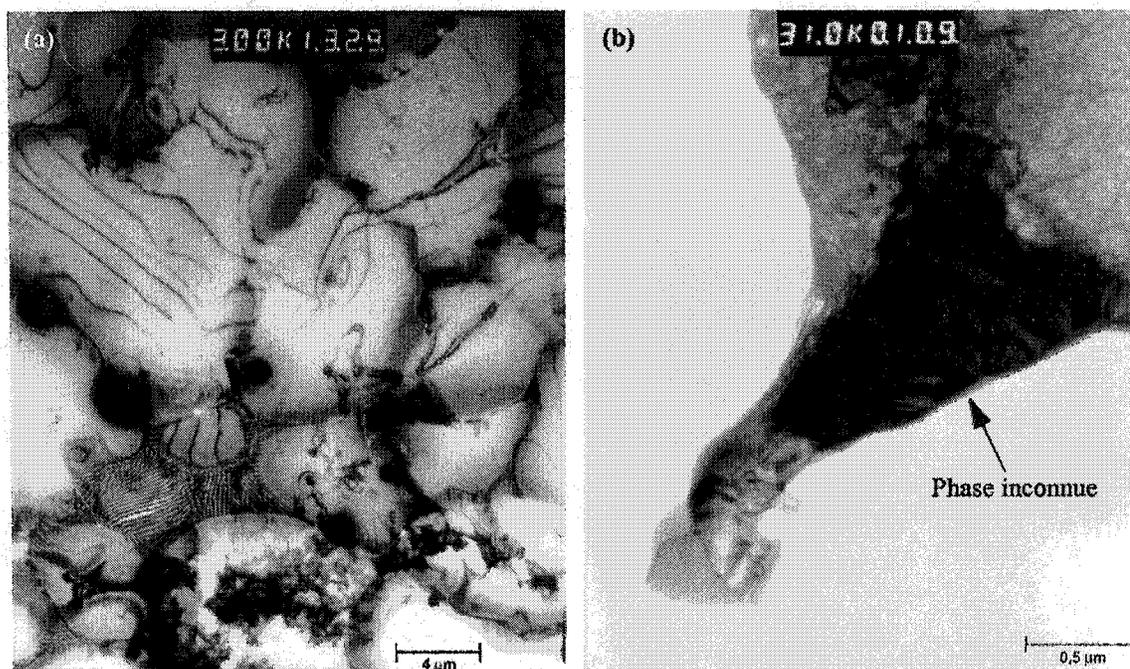


Figure 3.22 (a) Image générale en microscopie électronique en transmission de l'alliage AJ52x après 500 heures de fluage  
(b) Image de la phase inconnue

Le microscope à faisceau ionique focalisé (FIB) a aussi été utilisé pour l'obtention de lame mince. Cette technique permet généralement l'obtention de lames minces sur lesquelles la zone observable est assez étendue. Cependant, les lames minces de l'alliage AJ52x obtenues à l'aide de cette technique ne diffractaient pas. Ceci pourrait être causé par l'utilisation d'un courant de sonde trop élevé, entraînant une trop forte élévation de la température de l'échantillon, causant une amorphisation du matériau. Puisque les lames minces obtenues par électropolissage étaient tout de même assez belles, l'utilisation du microscope à faisceau ionique focalisé pour l'obtention de lames minces a été abandonnée.

Les observations en imagerie faites au microscope électronique en transmission ont montré qu'aucun changement microstructural n'était apparent d'un échantillon à l'autre. Parmi les changements auxquels nous aurions pu nous attendre, notons la précipitation de fines particules aux joints de grains et l'évolution de structures de dislocations. Or, ni l'un ni l'autre de ces phénomènes n'a été observé.

Mais même si aucun changement microstructural n'est visible à cette échelle, il peut tout de même y avoir une variation au niveau de la composition chimique ou de la structure cristalline des phases en présence. La majeure partie du travail en microscopie électronique en transmission a donc été concentrée sur la spectrométrie des rayons X et sur la diffraction électronique.

### 3.5.1 Spectrométrie des rayons X (EDS)

La figure 3.23 montre les résultats des analyses en spectrométrie des rayons X obtenus à partir de l'échantillon brut de coulée et des échantillons après 500 et 4000 heures de fluage à 150°C. Notons qu'aucune correction n'a été effectuée pour l'absorption et la fluorescence. En effet, les mesures d'épaisseur par illumination convergente ont montré que l'épaisseur des lames minces aux endroits où les analyses ont été effectuées variaient de 150 à 200 nm. Or, le critère de la lame mince nous montre que l'épaisseur au delà de laquelle il faut tenir compte de l'absorption et de la fluorescence est de 290 nm.

La composition de chacune des phases a été calculée en ne tenant compte que du magnésium, de l'aluminium et du strontium. Pour cette raison, la figure 3.23 illustre les compositions atomiques normalisées. Les intensités nettes mesurées sont notées à l'annexe B.

Les lignes horizontales verte et orange sur la figure 3.23 indiquent la composition exacte du  $\text{Al}_4\text{Sr}$ . Deux facteurs peuvent expliquer la différence entre la composition mesurée pour les lamelles riches en aluminium du constituant lamellaire et la composition exacte du  $\text{Al}_4\text{Sr}$ , soient une certaine quantité de magnésium en solution solide dans cette phase et une contribution de la matrice de magnésium aux résultats.

La composition des lamelles riches en magnésium du constituant lamellaire n'est pas représentée à la figure 3.23, car elle s'apparente à la composition de la matrice et qu'aucune variation significative avec le temps n'a été détecté.

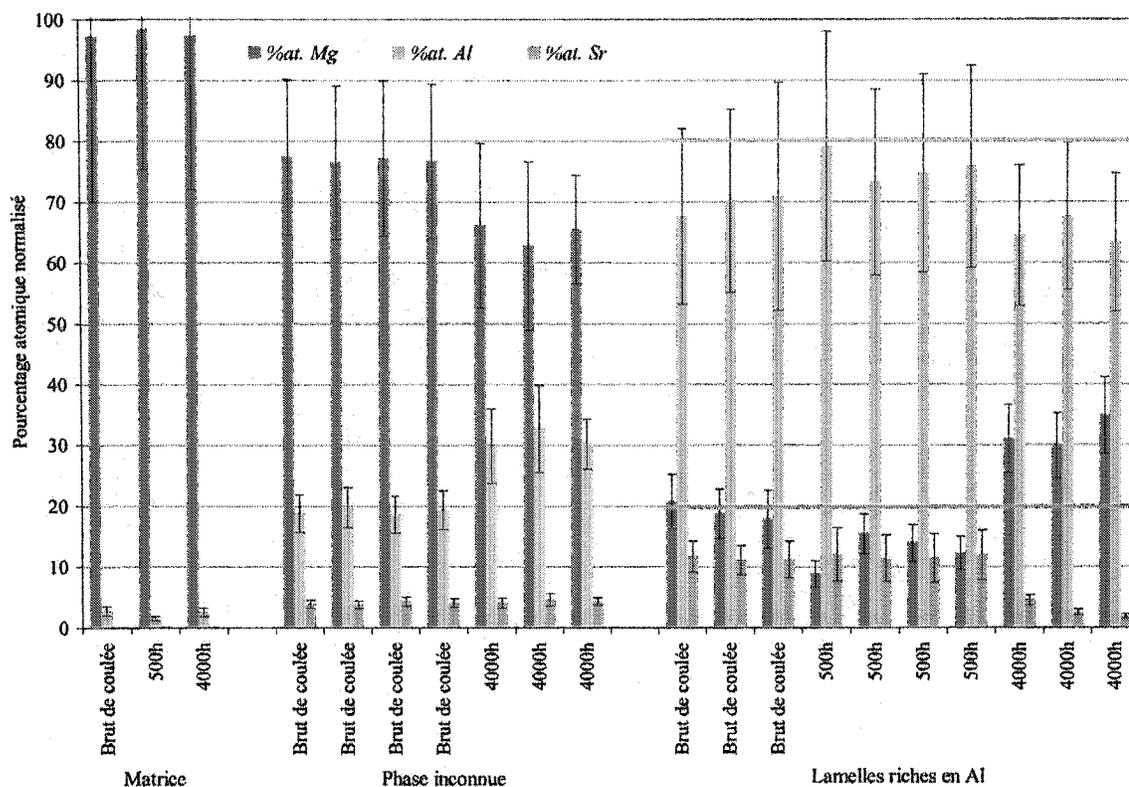


Figure 3.23 Composition atomique normalisée des phases présentes dans l'alliage AJ52x en cours de fluage

Les résultats des analyses de la phase inconnue et de la phase lamellaire riche en aluminium effectuées sur l'échantillon brut de coulée concordent assez bien avec les résultats obtenus par Pegguleryuz et Baril (2001) (voir tableau 3.4).

Tableau 3.4 Comparaison des compositions pour un échantillon brut de coulée

	Phase inconnue			Lamelles riches en Al		
	%at. Mg	%at. Al	%at. Sr	%at. Mg	%at. Al	%at. Sr
Pegguleryuz et Baril (2001)	78,1 ± 1,2	17,3 ± 1,0	4,6 ± 0,4	20,6 ± 0,9	67,5 ± 0,9	11,9 ± 0,4
Landriault	76,9 ± 12,7	19,1 ± 3,2	4,0 ± 0,7	16,6 ± 4,4	71,9 ± 16,1	11,5 ± 2,6

La figure 3.23 nous permet aussi d'observer une évolution de la composition chimique des phases après 4000 heures de fluage. Pour ce qui est de la phase inconnue, nous notons une augmentation de la teneur en aluminium. Quant à la phase lamellaire riche en aluminium, une augmentation de la teneur en magnésium et une diminution de la teneur en strontium sont observées.

Pour s'assurer que la diminution de la teneur en strontium et l'augmentation de la teneur en magnésium observée dans la phase lamellaire riche en aluminium n'est pas attribuable à une augmentation de la contribution de la matrice, il est intéressant de regarder le ratio des intensités nettes  $I_{Al}/I_{Sr}$ . Contrairement aux compositions normalisées présentées à la figure 3.23, la valeur des intensités nettes mesurées n'est aucunement dépendante de la présence d'autres éléments. Conséquemment, les variations de ce ratio ne dépendent que des variations de la teneur en aluminium et en strontium dans l'alliage. L'évolution de ce ratio des intensités nettes est présentée à la figure 3.24 pour la phase inconnue et pour les lamelles riches en aluminium.

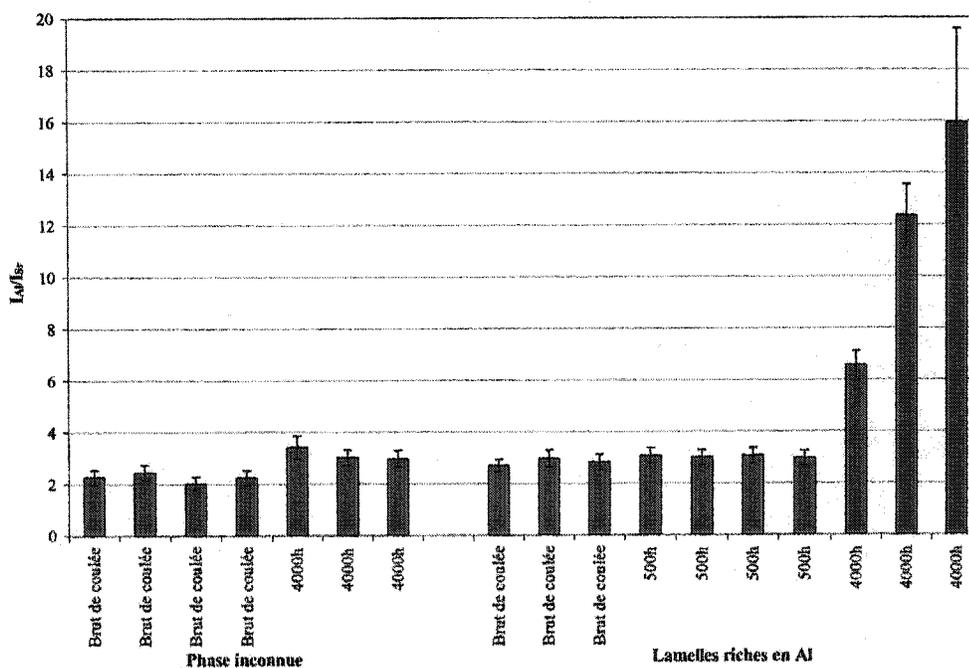


Figure 3.24 Évolution du ratio  $I_{Al}/I_{Sr}$  en cours de fluage

Nous pouvons tout d'abord noter que le rapport des intensités nettes  $I_{Al}/I_{Sr}$  confirme l'augmentation de la teneur en aluminium observée à la figure 3.23 pour la phase inconnue après 4000 heures de fluage. Par ailleurs, nous observons une augmentation marquée de ce ratio après 4000 heures pour les lamelles riches en aluminium. Ceci signifie que la diminution de la teneur en strontium observée précédemment est une tendance réelle de l'évolution de cette phase. Notons que les spectres XRD montraient un déplacement des pics associés au  $Al_4Sr$ , ce qui confirme que cette phase est en transformation. Notons cependant que les ratios  $I_{Al}/I_{Sr}$  de même que la teneur en strontium à la figure 3.23 sont différents pour les trois lamelles considérées. Ceci peut être attribuable au fait que cette phase soit en transformation.

Des profils linéaires aux joints de grains ont aussi été effectués pour étudier la microségrégation de l'aluminium aux joints de grains. Ces analyses ont été réalisées sur les échantillons de fluage après 500 et 4000 heures, sur des joints de grains sur lesquels aucune lamelle riche en aluminium ne se trouvait. De telles analyses n'ont pu être faites sur l'échantillon brut de coulée. En effet, aucune des lames étudiées ne présentait un joint de grain libre de lamelles riches en aluminium ( $Al_4Sr$ ) dans la zone mince. Les figures 3.26 et 3.27 montrent les résultats des profils obtenus. Le profil linéaire a été tracé de sorte que le joint de grains se situe approximativement à mi-parcours.

La figure 3.26 montre une augmentation statistiquement significative de la teneur en aluminium au joint de grains après 500 heures de fluage. D'environ 1,5% atomique au coeur du grain, la teneur en aluminium passe aux alentours de 3% au joint de grains. Rappelons que les résultats des mesures de XRD donnaient une teneur moyenne en aluminium de 1,3% atomique, valeur comparable aux teneurs mesurées par EDS.

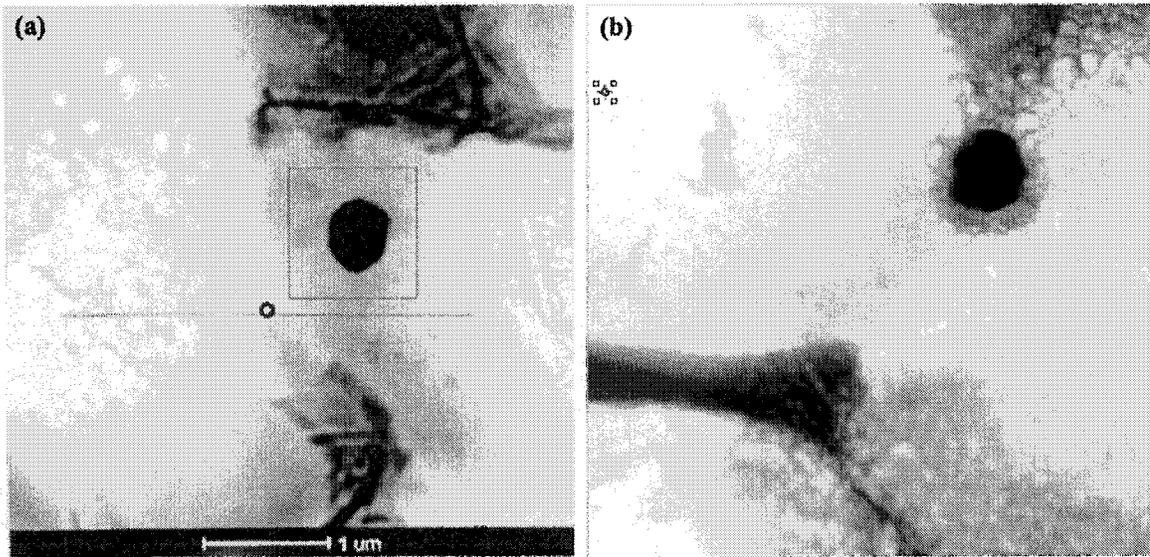


Figure 3.25 Images STEM (a) échantillon 500 fluage 500 h (b) échantillon 500 fluage 4000 h

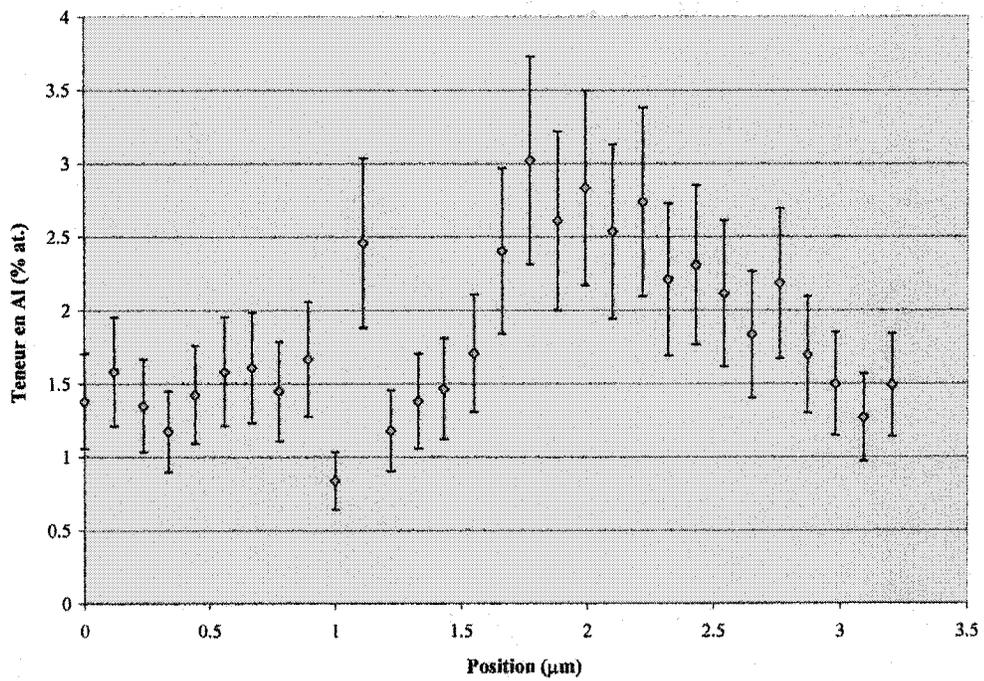


Figure 3.26 Teneur en Al dans la région d'un joint de grains après 500h de fluage pour l'alliage AJ52x

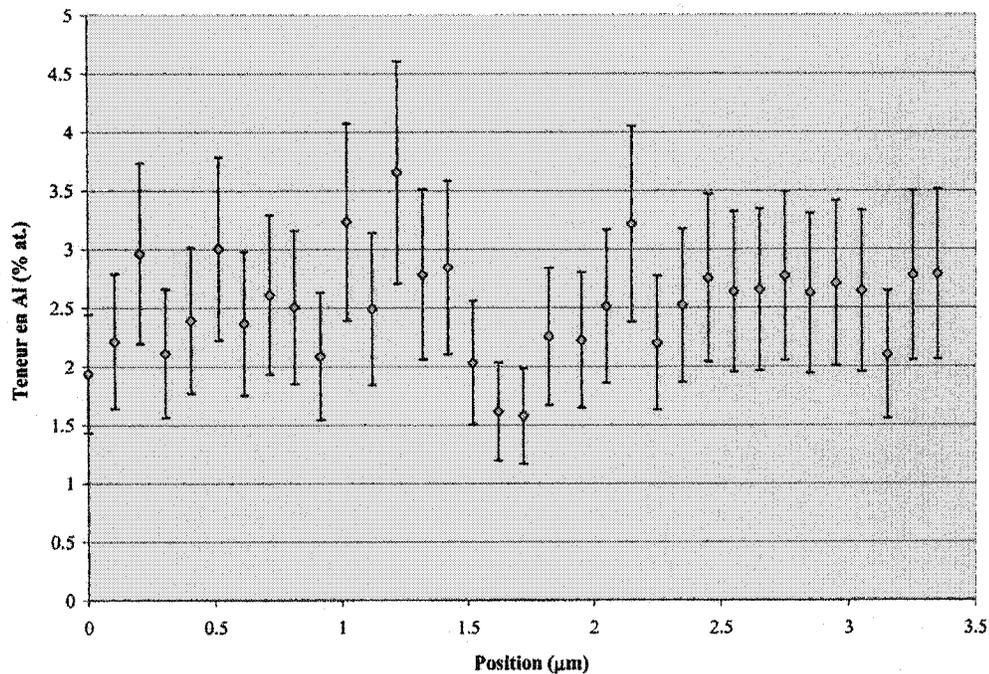


Figure 3.27 Teneur en Al dans la région d'un joint de grains après 4000h de fluage pour l'alliage AJ52x

Les analyses EDS concordent aussi assez bien avec les simulations de solidification (Gulliver-Scheil) illustrées à la figure 3.28 (Baril, 2003). Ces simulations montrent en effet une teneur en aluminium aux coeurs des grains de 1,8%, teneur passant à un peu plus de 4% dans les zones interdendritiques.

La figure 3.27 ne démontre aucune variation significative de la teneur en aluminium au joint de grains après 4000 heures de fluage. Cependant, la teneur moyenne en aluminium est de 2,5% comparativement à 1,5% au coeur des grains après 500 heures de fluage. Cette augmentation de la teneur en aluminium près d'un joint de grains peut être attribuable à la diminution de la proportion de la phase inconnue observée après 150 heures à 150°C (figures 3.9 et 3.10). Le fait que cette augmentation de même que l'homogénéisation de la teneur en aluminium près d'un joint de grains ne soient mesurables qu'après 4000 heures indique que la diffusion de l'aluminium dans cet alliage n'est pas assez rapide à cette

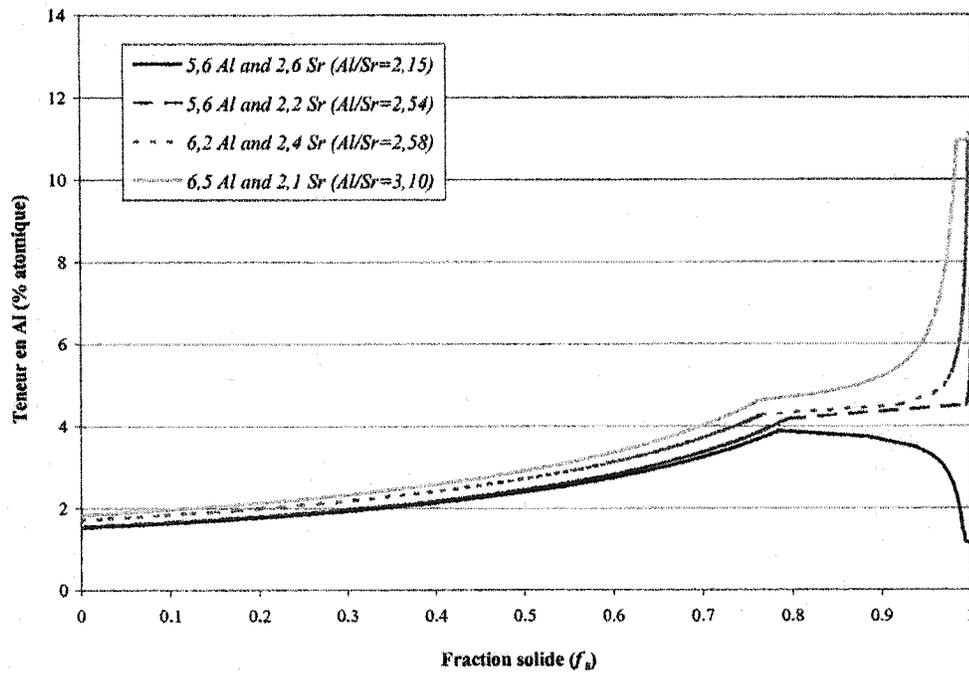


Figure 3.28 Résultats de simulations de solidification (Baril, 2003)

température pour que ce changement soit mesurable après 500 heures. Plusieurs analyses semblables devraient cependant être faites sur d'autres joints de grains pour confirmer ces observations.

### 3.5.2 Diffraction électronique

#### 3.5.2.1 Phase du constituant lamellaire

Puisqu'une phase est définie par une composition chimique et une structure cristalline, cette dernière reste à déterminer pour la phase lamellaire. Pour ce faire, la diffraction électronique des électrons a été utilisée. La figure 3.29 montre le point sur lequel l'inclinaison contrôlée a été réalisée. Pour éviter une contribution de la matrice, les clichés de diffraction ont été obtenus à partir d'une lamelle située sur le bord du trou. Ceci n'a été possible que sur l'échantillon de l'alliage AJ52x ayant subi un essai de fluage de 500 heures à 150°C. Comme nous l'avons mentionné dans la section 2.5.2.1 (page 55), nous devons d'abord supposer une structure cristalline. Puisque la composition chimique de cette phase semble correspondre à celle du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  avec du magnésium en solution, cette avenue sera explorée en premier lieu. La structure cristalline du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  est quadratique et les paramètres de maille sont :  $a = 0,4539 \text{ nm}$  et  $c = 1,1160 \text{ nm}$  (Villars, 1985).

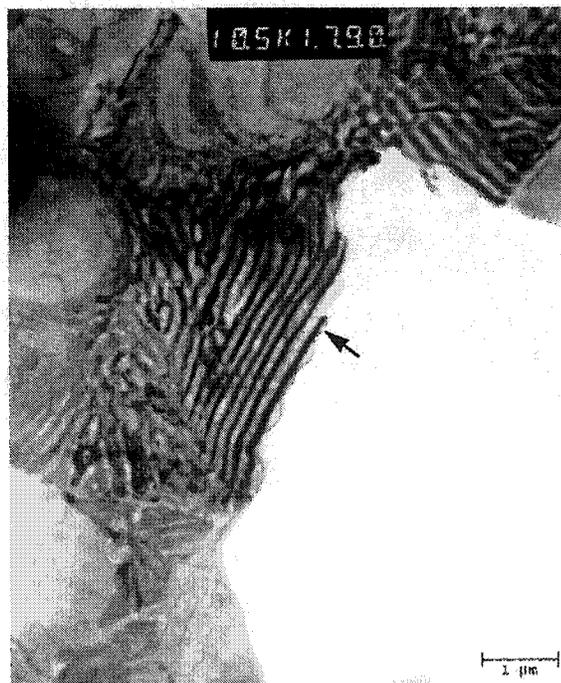


Figure 3.29 Lamelle sur le bord du trou utilisée pour la détermination de la structure cristalline

La figure 3.30 montre les quatre clichés de diffraction obtenus par inclinaison contrôlée et le tableau 3.5 fait état des résultats obtenus.

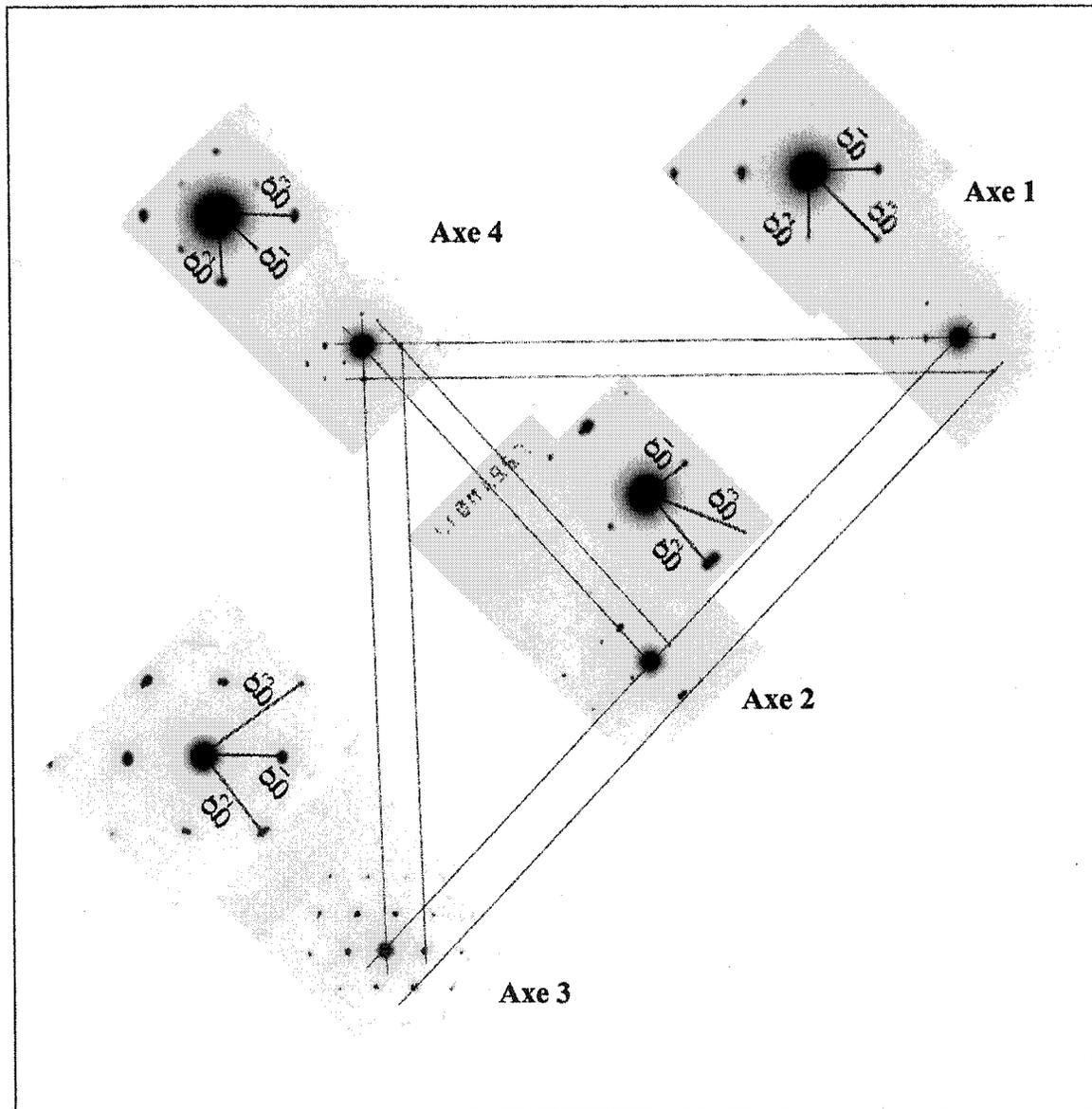


Figure 3.30 Axes de zone provenant d'une lamelle riche en aluminium du constituant lamellaire (échantillon ayant subi un essai de fluage de 500 heures)

Tableau 3.5 Résultats de l'inclinaison contrôlée sur une lamelle riche en aluminium

Axe de zone	$\vec{g}_i$	$ \vec{g}_i $ (nm)	$\frac{ \vec{g}_i ^2}{ \vec{g}_1 ^2}$	famille de plans la plus probable			$\left(\frac{ \vec{g}_i ^2}{ \vec{g}_1 ^2}\right)$ théorique	$d_{\text{cliché}}$ (nm)	$d_{\text{théorie}}$ (nm)	$d_{\text{XRD}}^*$ (nm)
				h	k	l				
Axe 1	$\vec{g}_1$	6,3	1,00	1	1	0	1,000	0,3386	0,3210	0,3167
	$\vec{g}_2$	6,3	1,00	1	1	0	1,000	0,3386	0,3210	0,3167
	$\vec{g}_3$	9,0	2,04	2	0	0	2,000	0,2370	0,2270	0,2241
Axe 2	$\vec{g}_1$	4,8	1,00	1	0	1	1,000	0,4444	0,4205	0,4152
	$\vec{g}_2$	9,0	3,52	2	0	0	3,432	0,2370	0,2270	0,2241
	$\vec{g}_3$	10,0	4,34	2	1	1	4,432	0,2133	0,1997	0,1972
Axe 3	$\vec{g}_1$	7,3	1,00	1	1	2	1,000	0,2922	0,2782	0,2760
	$\vec{g}_2$	9,0	1,52	2	0	0	1,503	0,2370	0,2270	0,2241
	$\vec{g}_3$	11,3	2,40	2	0	4	2,497	0,1888	0,1761	0,1767
Axe 4	$\vec{g}_1$	4,8	1,00	1	0	1	1,000	0,4444	0,4205	0,4152
	$\vec{g}_2$	6,3	1,72	1	1	0	1,716	0,3386	0,3210	0,3167
	$\vec{g}_3$	7,3	2,31	1	1	2	2,284	0,2922	0,2782	0,2760

Note : Les couleurs de fond font référence aux vecteurs communs utilisés pour passer d'un axe de zone à un autre

\* Ces valeurs ont été obtenues sur le même échantillon, c'est-à-dire AJ52x 500 heures de fluage

La constante de caméra pour les clichés obtenus à la figure 3.30 est de  $2,13E10^{-12} \text{ m}^2$ . Cette valeur a été obtenue à partir de clichés de diffraction d'un échantillon d'or polycristallin. Les valeurs des  $d_{\text{théorie}}$  sont obtenues à l'aide de la formule suivante (Edington, 1976) :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2}(h^2 + k^2) + \frac{1}{c^2}l^2 \quad (3.10)$$

où  $a = 0,4539 \text{ nm}$  et  $c = 1,1160 \text{ nm}$  (Villars, 1985).

Les axes de zones obtenus correspondent donc aux directions du faisceau incident suivantes :  $\vec{B}_1 = [001]$  ;  $\vec{B}_2 = [101]$  ;  $\vec{B}_3 = [201]$  et  $\vec{B}_4 = [1\bar{1}1]$ . Un logiciel de simulation disponible sur Internet (Stadelmann, 1998) a été utilisé pour vérifier cette solution. La figure suivante montre les axes de zones ci-haut mentionnés tels que calculés par le logiciel EMS.

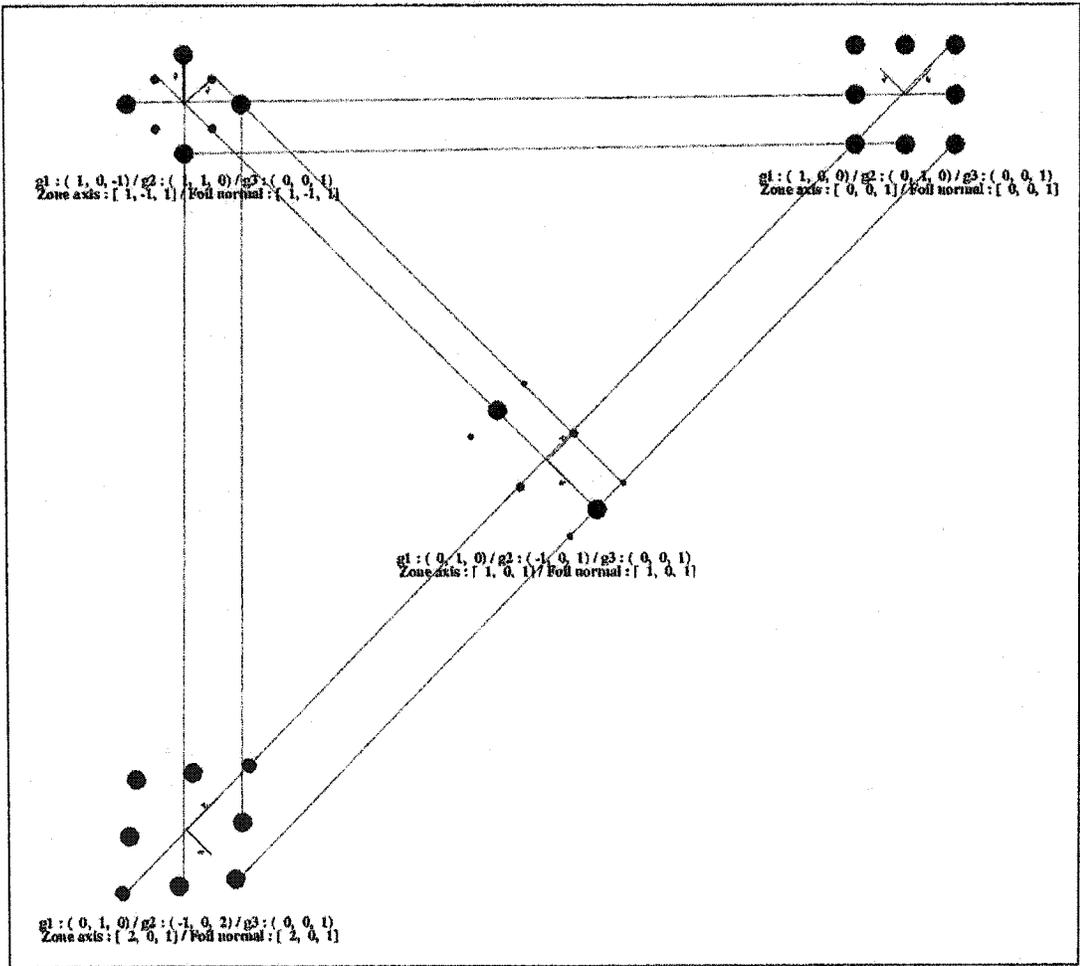


Figure 3.31 Axes de zone calculés par le logiciel EMS

Une autre contrevérification est de comparer les angles calculés entre les quatre axes de zones déterminés plus haut et les angles pris en note sur les deux goniomètres lors de la séance d'inclinaison contrôlée (tableau 3.6). L'angle  $\theta_1$  est l'angle de rotation autour de l'axe du porte-échantillon alors que  $\theta_2$  est l'angle de rotation autour de l'axe perpendiculaire à l'axe du porte-échantillon.  $\theta_2$  correspond donc à l'inclinaison de la platine du porte-échantillon. Le tableau 3.7 montre les résultats ainsi obtenus.

**Tableau 3.6** Angles d'inclinaison des goniomètres pour chacun des axes de zone

	Axe 1 ( $\hat{B}_1 = [001]$ )	Axe 2 ( $\hat{B}_2 = [101]$ )	Axe 3 ( $\hat{B}_3 = [201]$ )	Axe 4 ( $\hat{B}_4 = [1\bar{1}1]$ )
$\theta_1$	0°	-15°	20°	3,5°
$\theta_2$	-27°	-12°	1°	-2°

**Tableau 3.7** Comparaison entre les angles expérimentaux et calculés entre les axes de zone

Angle entre ...	Axe 1 et Axe 2	Axe 1 et Axe 3	Axe 1 et Axe 4	Axe 2 et Axe 3	Axe 2 et Axe 4	Axe 3 et Axe 4
Angles expérimentaux (éq. 3.12)	20,1°*	33,9°*	25,2°*	13,4°	21,0°	23,7°
Angles calculés (éq. 3.13)	22,1°	39,1°	29,9°	17,0°	20,6°	26,5°
* un des goniomètres étant en bout de course, l'angle réel est légèrement supérieur à cette valeur.						

Les angles expérimentaux sont mesurés de la façon suivante :

Le vecteur normal unitaire à la lame mince une fois inclinée pour l'obtention du cliché de diffraction d'un axe de zone  $\hat{B}_1$  donné, devient :

$$\hat{n}_1 = (\cos\theta_1 \sin\theta_2, -\sin\theta_1, \cos\theta_1 \cos\theta_2) \quad (3.11)$$

La définition du produit scalaire nous donne l'angle  $\varphi$  entre les vecteurs normaux unitaires  $\hat{n}_1$  et  $\hat{n}_2$ , qui est équivalent à l'angle entre les deux axes de zone  $\vec{B}_1$  et  $\vec{B}_2$  :

$$\cos \varphi = \frac{\hat{n}_1 \cdot \hat{n}_2}{\|\hat{n}_1\| \times \|\hat{n}_2\|} \quad (3.12)$$

Les angles calculés entre les axes de zones eux mêmes sont déterminés à l'aide de l'équation suivante :

$$\cos \rho = \frac{a^2(u_1 u_2 + v_1 v_2) + c^2 w_1 w_2}{[\{a^2(u_1^2 + v_1^2) + c^2 w_1^2\} \{a^2(u_2^2 + v_2^2) + c^2 w_2^2\}]^{1/2}} \quad (3.13)$$

où  $u_i$ ,  $v_i$  et  $w_i$  sont les indices des directions des axes de zone et  $a$  et  $c$  sont les paramètres de maille du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  (Edington, 1976).

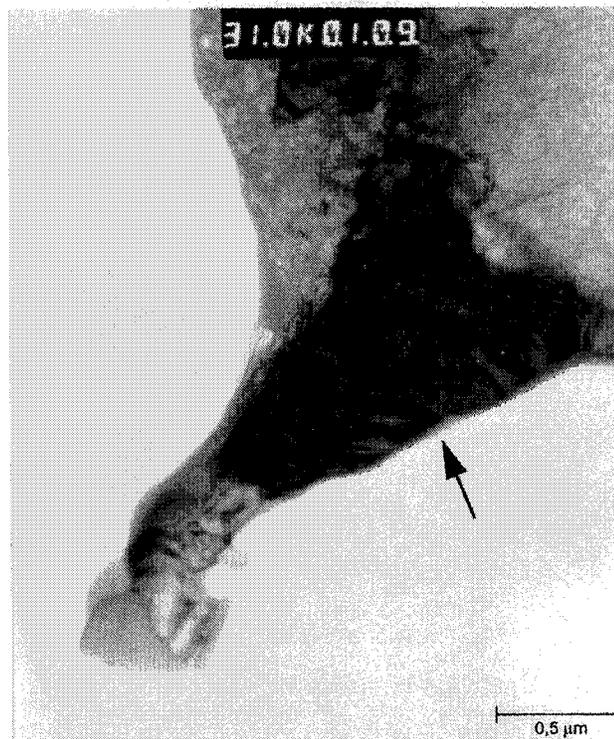
À la lumière de tous ces résultats, il est raisonnable de conclure que les lamelles riches en aluminium du constituant lamellaire sont de structure cristalline quadratique. Le tableau 3.8 résume les valeurs obtenues pour les paramètres de maille. Le fait que les paramètres obtenus dans le cadre de ces travaux soient supérieurs à ceux répertoriés dans la littérature s'explique par le fait qu'une certaine quantité de magnésium soit en solution solide dans le  $\text{Al}_4\text{Sr}$ .

Tableau 3.8 Paramètres de maille du  $\text{Al}_4\text{Sr}$

Paramètres de maille	Diffraction électronique	XRD (Chekcell)	Villars (1985)	Makhmudov (1981)
$a$ (nm)	0,4764	0,4469	0,4539	0,4463
$c$ (nm)	1,2104	1,1073	1,1160	1,1070

### 3.5.2.2 Phase inconnue

Dans le but de déterminer la structure cristalline de la phase inconnue, trois clichés de diffraction (figure 3.33) ont été obtenus par inclinaison contrôlée au microscope électronique en transmission. La figure 3.32 illustre la particule de la phase inconnue sur laquelle l'inclinaison contrôlée a été réalisée.



**Figure 3.32** Particule de la phase inconnue sur le bord du trou utilisée pour la détermination de la structure cristalline

On remarque tout d'abord que les clichés sont constitués de taches de faible intensité et de taches plus intenses. Les sections qui suivent décrivent les différentes possibilités d'indexation qui ont été étudiées.

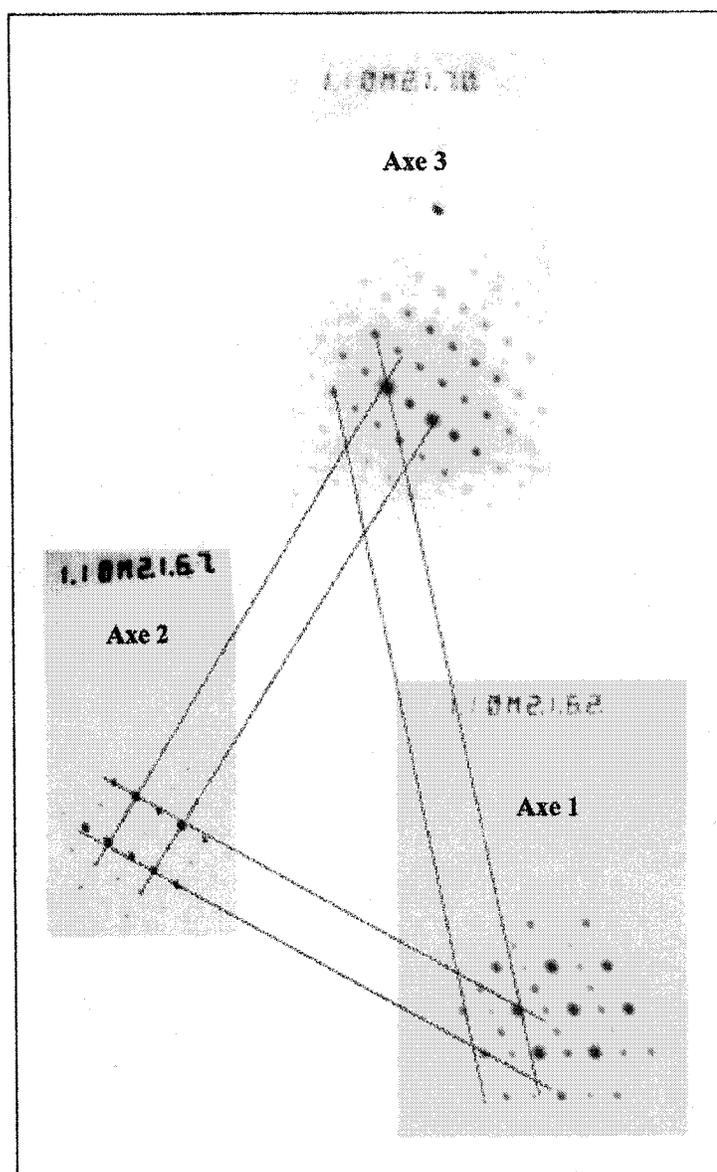


Figure 3.33 Inclinaison contrôlée sur la phase inconnue

Cas #1 : Deux phases présentes dont une de structure quadratique ( $Al_4Sr$ )

Nous poserons d'abord l'hypothèse que chacun de ces groupes de taches correspond à deux phases différentes. Puisque l'axe 2 a une symétrie carrée et puisque une des phases présentes dans l'alliage AJ52x est de structure quadratique, nous pouvons dans un premier temps poser l'hypothèse que les taches de faible intensité correspondent à la

phase  $\text{Al}_4\text{Sr}$ . La figure 3.34 montre les taches de diffraction utilisées et le tableau 3.9 contient les longueurs des vecteurs de diffraction mesurés sur les photos.

Dans le système quadratique ( $\text{Al}_4\text{Sr}$ ), un axe de zone de symétrie carrée correspond à la direction du faisceau incident  $\vec{B} = [001]$  dont les vecteurs de diffraction sont :

$$\vec{g}_1 = (110), \vec{g}_2 = (\bar{1}10), \vec{g}_3 = (020).$$

Les distances interplanaires pour ces plans sont de 0,3210 nm pour la famille {110} et de 0,2270 nm pour la famille {200} (ces distances ont été calculées à l'aide de l'équation 3.10 et des paramètres de mailles de Villars, 1985). La constante de caméra pour les clichés obtenus aux figures 3.33 à 3.35 est de  $2,13 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ , cette valeur ayant été obtenue à partir de clichés de diffraction d'un échantillon d'or polycristallin. Or, en calculant la distance interplanaire à partir des longueurs des vecteurs de diffraction mesurées sur la photo de l'axe 2, on obtient plutôt 0,7110 nm et 0,4961 nm respectivement. Ces valeurs ne correspondent pas aux valeurs théoriques pour les plans prévus et de plus, une distance interplanaire de 0,7110 nm n'est pas possible dans le réseau quadratique puisque la distance interplanaire maximale est obtenue avec les plans {100} et est de 0,4539 nm. L'hypothèse voulant que la phase inconnue soit constituée de deux phases dont l'une serait du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  doit donc être rejetée.

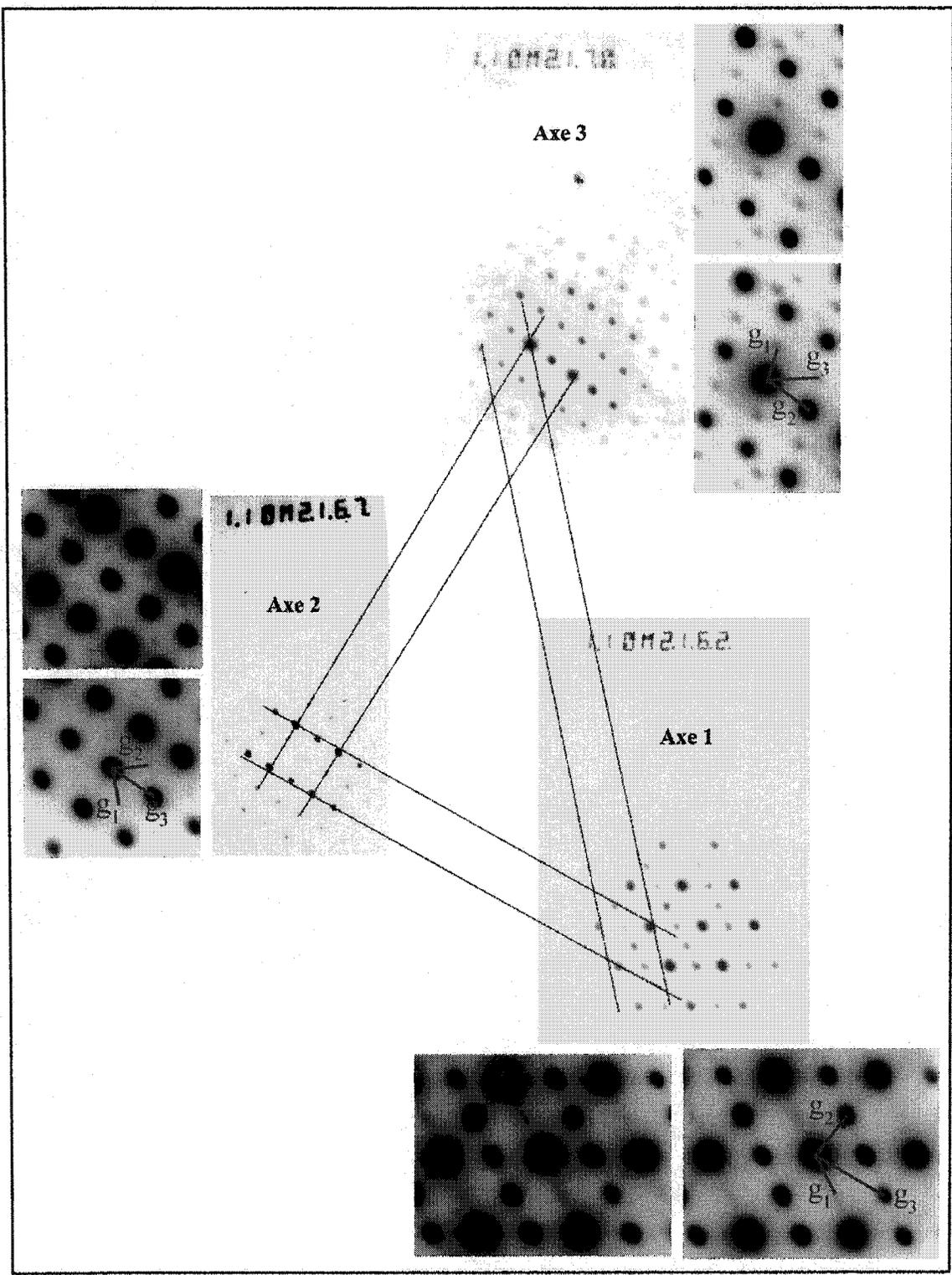


Figure 3.34 Vecteurs de diffraction utilisés pour indexer les taches de faible intensité de la phase inconnue

Tableau 3.9 Longueur des vecteurs de diffraction pour les taches de faible intensité de la figure 3.34

Axe de zone	Vecteur de diffraction	Longueur du vecteur de diffraction mesuré sur la photo (mm)
Axe 1	$g_1$	3,75
	$g_2$	4,30
	$g_3$	6,88
Axe 2	$g_1$	3,00
	$g_2$	3,00
	$g_3$	4,30
Axe 3	$g_1$	3,00
	$g_2$	4,30
	$g_3$	4,30

Cas #2 : Deux phases présentes dont une de structure cubique

Tout en conservant l'hypothèse que deux phases soient présentes dans la particule de la phase inconnue, la possibilité la plus simple à vérifier pour les taches de faible intensité est que celles-ci soient associées à une structure cubique. Le tableau 3.10 montre les angles mesurés entre les différents vecteurs de diffraction.

Tableau 3.10 Angles mesurés sur les clichés obtenus

	Axe 1			Axe 2			Axe 3		
	$\angle g_1-g_2$	$\angle g_1-g_3$	$\angle g_2-g_3$	$\angle g_1-g_2$	$\angle g_1-g_3$	$\angle g_2-g_3$	$\angle g_1-g_2$	$\angle g_1-g_3$	$\angle g_2-g_3$
Angles mesurés ( $^\circ$ )	64	34	30	90	45	45	110	72	38

Puisque les vecteurs  $\vec{g}_2$  et  $\vec{g}_3$  de l'axe 3 sont de la même famille de plans (ces vecteurs de diffraction sont de la même longueur), on détermine d'abord toutes les familles de plans permettant un angle de ou près de  $38^\circ$  entre deux de ses vecteurs. Celles-ci sont (Edington, 1976) :

- {210} permet un angle de  $36^\circ 52'$  ;
- {211} permet un angle de  $33^\circ 33'$  ;
- {221} permet un angle de  $38^\circ 57'$  ;
- {310} permet un angle de  $36^\circ 52'$  ;
- {311} permet un angle de  $35^\circ 6'$  ;
- {321} permet un angle de  $38^\circ 13'$  .

Cependant, aucune de ces familles de plans ne permet à la fois de satisfaire les autres critères d'angle et celui du rapport des carrés des vecteurs de diffraction. Cette hypothèse est donc rejetée.

### Cas #3 : Une seule phase de structure cubique

Dans le cas présent, on ne peut expliquer la présence des taches de faible intensité par de la double diffraction. Cependant, si les clichés de diffraction obtenus sont bel et bien produits par une seule phase, les taches de faible intensité pourraient être présentes si la phase en question avait une structure ordonnée (Cullity, 1978). Dans ce cas, nous ne considérerons que les taches les plus intenses. La figure 3.35 illustre les vecteurs de diffraction utilisés pour l'indexation de la phase inconnue et le tableau 3.11 répertorie toutes les mesures prises sur les clichés de diffraction obtenus.

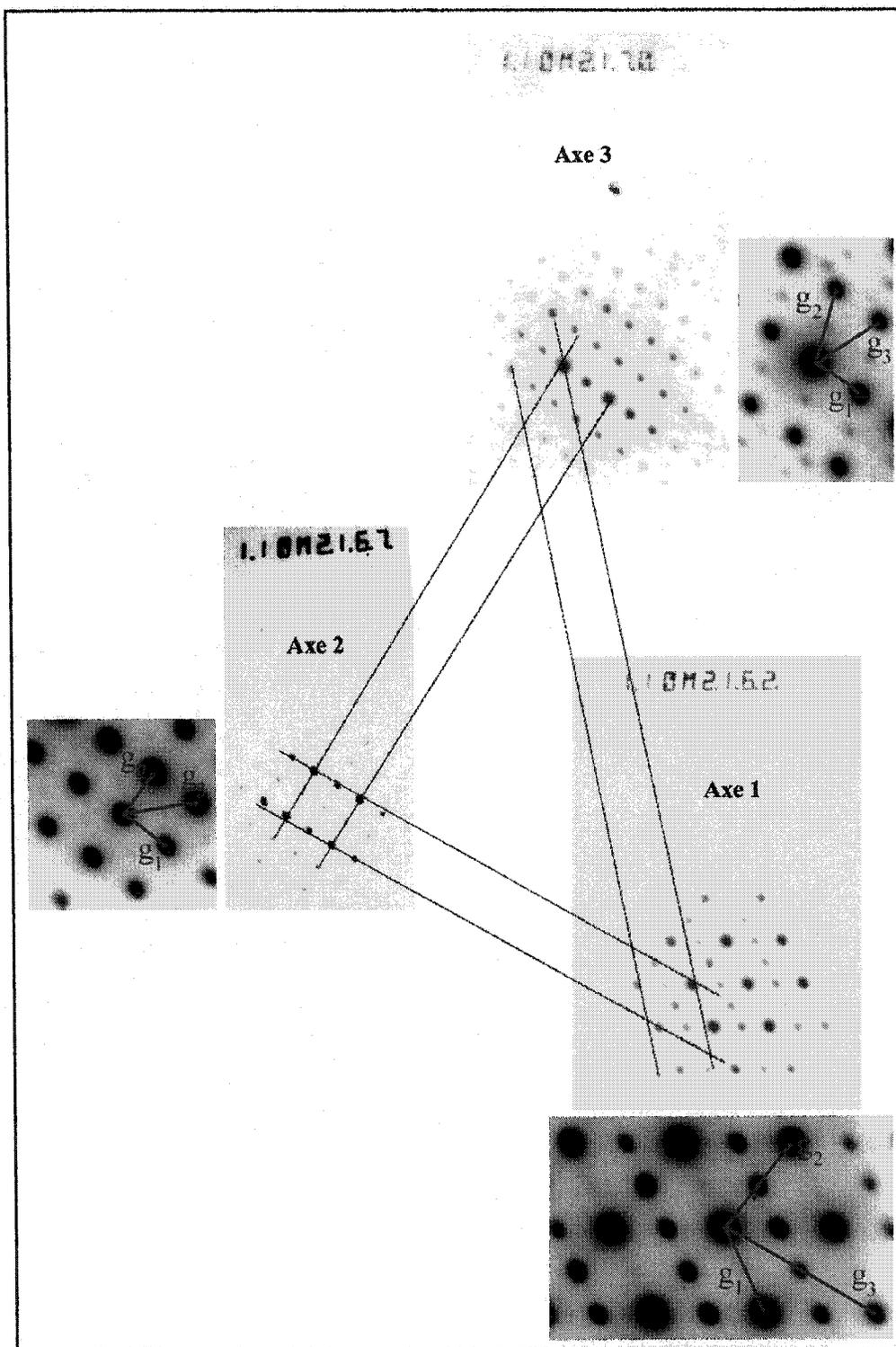


Figure 3.35 Vecteurs de diffraction utilisés pour indexer les taches de forte intensité de la phase inconnue

Tableau 3.11 Mesures prises sur les clichés de diffraction de la figure 3.35

Axe de zone	$\vec{g}_i$	$ \vec{g}_i $ (mm)	$\frac{ \vec{g}_i ^2}{ \vec{g}_1 ^2}$	Angles mesurés ( $^\circ$ )		
				$\angle \vec{g}_1 - \vec{g}_2$	$\angle \vec{g}_1 - \vec{g}_3$	$\angle \vec{g}_2 - \vec{g}_3$
Axe 1	$\vec{g}_1$	7,5	1,00	64	34	30
	$\vec{g}_2$	8,6	1,31			
	$\vec{g}_3$	13,8	1,39			
Axe 2	$\vec{g}_1$	4,3	1,00	90	45	45
	$\vec{g}_2$	4,3	1,00			
	$\vec{g}_3$	6,0	1,95			
Axe 3	$\vec{g}_1$	4,3	1,00	72	42	30
	$\vec{g}_2$	6,0	1,95			
	$\vec{g}_3$	8,6	4,00			

Pour l'axe 1, plusieurs familles de plans permettent l'obtention des valeurs des rapports des carrés des vecteurs de diffractions obtenus :

- $\vec{g}_1 = \{111\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{200\}$  et  $\vec{g}_3 = \{310\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{211\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{220\}$  et  $\vec{g}_3 = \{420\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{220\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{311\}$  et  $\vec{g}_3 = \{511\}$  ou  $\{333\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{300\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{222\}$  et  $\vec{g}_3 = \{521\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{221\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{222\}$  et  $\vec{g}_3 = \{521\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{310\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{320\}$  et  $\vec{g}_3 = \{530\}$  ou  $\{433\}$  ;
- $\vec{g}_1 = \{222\}$ ,  $\vec{g}_2 = \{400\}$  et  $\vec{g}_3 = \{620\}$ , etc.

En premier lieu, les indices du plan correspondant au vecteur  $\vec{g}_2$  doivent tous être pairs puisque ce vecteur est commun aux axes 1 et 2 avec  $|\vec{g}_2|_{\text{axe 1}} = 2|\vec{g}_2|_{\text{axe 2}}$ . Les troisième et sixième solutions doivent donc être écartées. De plus, aucune des solutions restantes ne permet un angle de  $64^\circ$  entre les vecteurs  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ . La conclusion qui s'impose est donc que la phase inconnue n'est pas de structure cubique.

Il n'est donc pas possible de conclure sur la nature exacte de la phase inconnue. Des travaux complémentaires seront donc nécessaires pour ce faire.

Le schéma présenté à la page suivante résume les différentes observations précédemment décrites. Après un essai de fluage à  $150^\circ\text{C}$  de 150-500 heures, la proportion de la phase inconnue dans l'alliage AJ52x diminue et les compositions chimiques de chacune des phases présentes sont comparables à celles mesurées dans l'alliage brut de coulée. Aussi, le phénomène de microségrégation de l'aluminium aux joints de grains est mesurable. Après 4000 heures de fluage, il n'y a plus de variation dans la proportion des phases présentes, mais les compositions chimiques des lamelles de  $\text{Al}_4\text{Sr}$  et de la phase inconnue évoluent. En effet, une augmentation de la teneur en aluminium est observée pour la phase inconnue alors qu'une augmentation de la teneur en magnésium et une diminution de la teneur en strontium dans les lamelles de  $\text{Al}_4\text{Sr}$  sont mesurées. De plus, une homogénéisation de la teneur en aluminium est mesurée aux joints de grains. L'augmentation de la teneur en aluminium observée dans la phase inconnue pourrait être attribuable à la diminution de la proportion de la phase inconnue, l'aluminium contenu dans cette phase diffusant dans les autres phases présentes. Quant à l'évolution de la composition chimique des lamelles de  $\text{Al}_4\text{Sr}$ , il est possible que du magnésium de la matrice diffuse dans ces lamelles, modifiant ainsi non seulement leur composition chimique, mais aussi éventuellement leur morphologie.

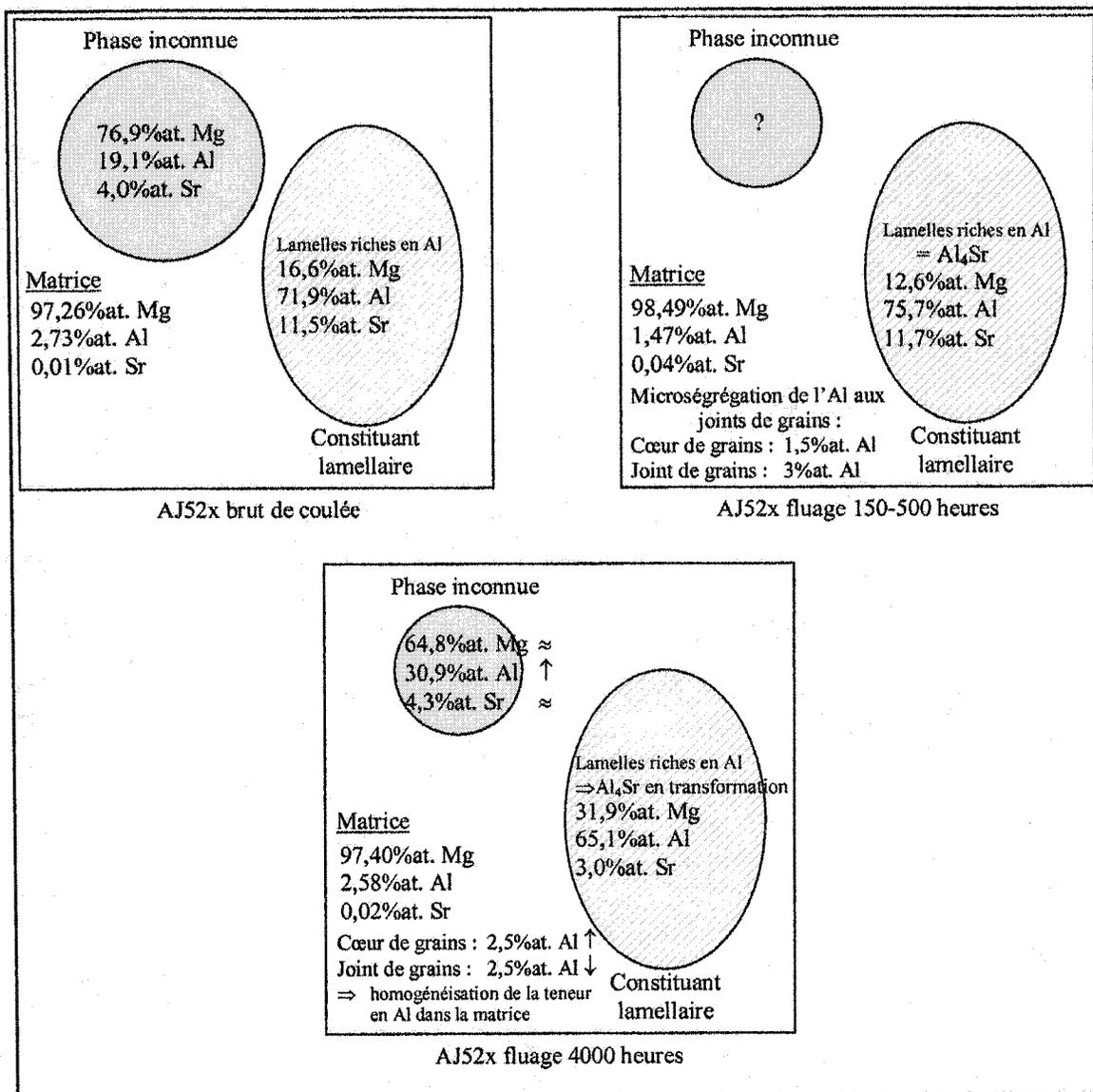


Figure 3.36 Représentation schématique résumant les transformations de phase observées lors du fluage de l'alliage AJ52x

## ***CONCLUSION***

---

Les essais de fluage interrompus effectués ont démontré que la résistance au fluage de l'alliage AJ52x à une température de 150° C pour une contrainte appliquée de 50 MPa est nettement supérieure à celle de l'alliage AZ91D. Alors que l'alliage AZ91D arrive à rupture après 200 heures avec une déformation de 7%, l'alliage AJ52x est toujours dans le premier stade du fluage après 4000 heures et ne montre que 0,1% de déformation. Cette résistance supérieure au fluage est attribuable à la présence de phases qui empêchent la formation d'une phase à bas point de fusion, le  $Mg_{17}Al_{12}$ , connue pour diminuer les propriétés en fluage des alliages de magnésium.

Par le biais de différentes techniques d'imagerie (microscopies optique, électronique à balayage et électronique en transmission), de mesures de diffraction des rayons X, de spectrométrie des rayons X et de diffraction électronique, nous avons démontré que l'alliage AJ52x est constitué d'une matrice de magnésium, d'une phase inconnue riche en magnésium et d'un constituant lamellaire composé de lamelles de  $Al_4Sr$  et de lamelles dont la composition s'apparente à celle de la matrice.

Les mesures de diffraction des rayons X effectuées sur les échantillons de fluage interrompus et sur des échantillons traités thermiquement à 150° C n'ont pu démontrer de variation des paramètres de maille de la matrice de magnésium et des lamelles de  $Al_4Sr$  avec le temps. Par ailleurs, les proportions de  $Al_4Sr$  et de la matrice de magnésium dans l'alliage ne varient pas significativement avec le temps de traitement. Cependant, la proportion de la phase inconnue diminue entre 45 et 150 heures à 150° C pour se stabiliser par la suite.

Les analyses de spectrométrie des rayons X réalisées sur les échantillons de fluage de l'alliage AJ52x ont démontré une variation de la composition des phases en présence. Ainsi, la teneur en aluminium dans la phase inconnue passe de 19,1% dans l'alliage brut de coulée à 30,9% après 4000 heures de fluage. Nous observons aussi une homogénéisation de la teneur en aluminium aux joints de grains : alors qu'un phénomène de microségrégation de l'aluminium est observé aux joints de grains dans l'alliage brut de coulée, la teneur en aluminium de la matrice augmente légèrement après 4000 heures de fluage et aucune microségrégation n'a été observée. Cette augmentation de la teneur en aluminium dans la phase inconnue et dans la matrice est probablement attribuable à la diminution de la proportion de la phase inconnue dans l'alliage. L'aluminium contenu dans cette phase diffuse alors dans la matrice et dans ce qui reste de phase inconnue. Quant aux lamelles de  $\text{Al}_4\text{Sr}$ , les analyses démontrent un appauvrissement de cette phase en strontium de même qu'un enrichissement en magnésium. Ceci pourrait être attribuable à une diffusion du magnésium de la matrice environnante dans les lamelles. Les spectres de diffraction des rayons X ayant montré un déplacement des raies associées à cette phase, nous pouvons conclure que cette phase est en cours de transformation après 4000 heures de fluage.

Les essais effectués sur l'alliage AJ52x à 150°C durant 4000 heures ont démontré la stabilité des phases présentes dans cet alliage et l'absence de la phase  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ , ce qui explique que sa résistance au fluage soit supérieure à celle des autres alliages de magnésium. Ceci en fait un alliage de choix pour certaines applications dans le domaine de l'industrie automobile, l'entente conclue entre Noranda et le groupe allemand BMW pour l'utilisation exclusive de ses alliages du groupe AJ (Mg-Al-Sr) pour la fabrication future de blocs moteurs coulés sous pression en étant un bon exemple.

Des travaux futurs devront être entamés pour déterminer la structure cristalline de la phase inconnue. Ces travaux devront aussi vérifier le modèle de l'évolution microstructurale quant à l'évolution de la composition chimique des lamelles de  $\text{Al}_4\text{Sr}$ . Par ailleurs, il serait important d'étudier l'influence relative de la phase inconnue et du  $\text{Al}_4\text{Sr}$  sur la résistance au fluage de l'alliage AJ52x.

## RÉFÉRENCES

---

- AJAJA, O.(1986), A dislocation network model of recovery-controlled creep, Journal of Materials Science, vol. 21, 3351-3356.
- ASM International (1999), ASM Specialty Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, 12.
- ASM International Handbook Committee (1990), Metals handbook, 10e édition, vol. 2, ASM International, Materials Park, OH.
- ASM International Handbook Committee (2000), Metals handbook, 10e édition, vol. 8, ASM International, Materials Park, OH.
- ASTM Standard B 93/B 93 M, 1990.
- AUNE T.Kr. et WESTENGEN, H. (1992), Mechanical properties of pressure die cast magnesium-alloys, Proc. of Magnesium Alloys and Their Applications, DGM, Allemagne, 221.
- AUNE, T.Kr. et RUDEN, T.J. (1992), SAE Int. Cong & Expo., Detroit, MI, USA, Paper no 920070.
- BARIL, E. (2003), Communication privée avec l'auteur.
- BARIL, E., LABELLE, P. et PEKGULERYUZ, M.O. (2003), Elevated temperature Mg-Al-Sr : creep resistance, mechanical properties, and microstructure, JOM, vol. 55, no 11, 34-39.
- COBLE, R.L. (1963), A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials, Journal of Applied Physics, vol. 34, no 6, 1679-1682.
- COURTNEY, T.H.(1990), Mechanical Behavior of Materials, McGraw-Hill, États-Unis, 263-286.
- CROSSLAND, I.G et JONES, R.B. (1972), Dislocation creep in Mg, Metal Sci. J., vol. 6, 162-166.
- CROSSLAND, I.G. et JONES, R.B. (1977), Grain boundary diffusion creep in magnesium, Metal Science, 504-508.
- CULLITY, B.D. (1978), Elements of X-Ray Diffraction, Second Edition, Addison-Wesley Publishing Company, États-Unis, 385.

- DARGUSCH, M., HISA, M., CACERES, C.H. et DUNLOP, G.L. (1996), Elevated temperature deformation of die cast Mg alloy AZ91D, Proceedings of the Third International Magnesium Conference, Manchester, England, 153-165.
- DICKSON, J.-I. (1998), Notes de cours - Mécanismes de déformation plastique, École Polytechnique de Montréal, Montréal, 125-157.
- DIETER, G.E. (1986), Mechanical Metallurgy, third edition, McGraw-Hill, États-Unis, 432-470.
- DUFFY, L.B. (1991), The development of magnesium sand casting alloys, Foundry Trade Journal, vol. 165, 319.
- EDINGTON, J.W. (1976), Practical Electron Microscopy in Materials Science, Macmillan, Philips Technical Library, Angleterre.
- EMLEY, E.F. (1966), Principles of magnesium technology, Pergamon Press, London.
- FAGBULU, J.B. et AJAJ, O. (1987), Dislocation distribution and creep mechanisms, Journal of Materials Science Letters, vol. 6, 894-896.
- FILIPPOV, I.I. (1960), Liteznoje Proiswodstwo, vol. 2, S10.
- FINKEL, A., REGEV, M., AGHION, E., BAMBERGER, M. et ROSEN, A. (1996), Aging studies of AZ91D casts, Proc. of First Israeli International Conference on Magnesium Science and Technology, 121-126.
- FLINN, J.E. et DURAN, S.A. (1966), Steady-state Creep Behavior of Cadmium between 0.56 and 0.94 Tm, Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., vol. 236, 1056, 1060.
- FLINN, J.E. et MUNSON, D.E. (1964), Phil. Mag., vol. 10, 861.
- FOERSTER, G. (1972), Designing die casting alloys, Trans. 7th SDCE International Die Casting Cong., Paper No. 9372. Society of Die Casting Engineers.
- FOERSTER, G. (1973), Designing alloys for die casting, Met. Eng. Q., vol. 13, no 1, 19-22.
- FOERSTER, G. (1975), in Trans. 8th SDCE International Die Casting Cong., Detroit, MI, États-Unis, Paper No G-T75-112.
- FOERSTER, G.S. et CLARK, J.B. (1968), US Patent 3 419 385.
- FRIEDEL, J. (1959), Internal Stresses and Fatigue in Metals (edited by G.M. Rassweiler and W.L. Grube), Elsevier, Amsterdam, 220.
- FUKUCHI, M. et WATANABE, K. (1975), Temperature and composition dependence of hardness, resistivity, and thermo-electric power of the gamma-phase in the Al-Mg system, J. Jpn. Inst. Met., vol. 39, no 5, 493-498.

- FUKUCHI, M. et WATANABE, K. (1980), Tensile behaviour of gamma -phase in Al - Mg system at elevated temperatures, J. Jpn. Inst. Light Met., vol. 30, no 5, 253-257.
- GIFKINS, R.C. et SNOWDEN, K.U. (1966), Mechanisms for "viscous" grain-boundary sliding, Nature, vol. 212, 916-917.
- GIFTKINS, R.C. (1968), Diffusional creep mechanisms, Journal of The American Ceramic Society, vol. 51, no 2, 69-72.
- GILMAN, J.J. (1965), Dislocation mobility in crystals, Journal of Applied Physics, vol. 36, no 10, 3195-3206.
- GOLDSTEIN, J.I. et NEWBURY, D.E (1992), Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Kluwer Academic Publishers.
- HANAWALYT, J., RINN, H. et FREVEL, L. (1938), Anal. Chem., vol. 10, 457.
- HEAD, A.K., CLAREBROUGH, L.M., HUMBLE, P. et MORTON, A.J. (1973), Computed Electron Micrographs and Defect Identification, North Holland, Amsterdam.
- HILLIS, J.E. (1983), The effects of heavy metal contamination on magnesium corrosion performance, Light Met. Age, vol. 41, no 5-6, 25-29.
- HYAMS, D.G. (2003), <http://curveexpert.webhop.biz/>.
- JOHNSTON, W.G (1962), Yield points and delay times in single crystals, Journal of Applied Physics, vol. 33, no 9, 2716-2730.
- JONES, R.B. et HARRIS, J.E. (1963), Proceedings of the Joint International Conference on Creep, vol. 1, The Institution of Mechanical Engineers, London, 1.
- JOY, D.C., ROMIG, A.D. et GOLDSTEIN, J.I. (1986), Principles of Analytical Microscopy, Plenum Press, New York, 188.
- KARASHIMA S.(1981), Deformation and dislocation behavior in metals and single-phase alloys at elevated temperatures, Proceedings of the 1st International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, edited by B. Wilshire and D.R.J. Owen, Awansea, UK, 31-45.
- KARIM, A.(1969), High temperature creep mechanisms, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 1122, no 245, 1122-1124.
- KESTENBACH, H.-J., KRAUSE, W. et da SILVEIRA, T.L., (1978), Creep of 316 stainless steel under high stresses, Acta Met., vol. 26, no 5, 661-670.
- KING, J.F., FOWLER, G.A. et PLYON, P. (1991), dans Proc. Conf. Light Weight Alloys for Aerospace Applications II, E.W. Lee et N.J. Kim éditeurs, TMS, États-Unis, 423.

- LABELLE, P., PEKGULERYUZ, M. et ARGO, D. (2001), Heat resistant magnesium alloys for power-train applications, Society of Automotive Engineers, SAE Transactions: Journal of Materials & Manufacturing (USA), vol. 110, 423-430
- LABELLE, P., PEKGULERYUZ, M. LEFEBVRE, M. et BOUCHARD, R. (2002), New aspects of temperature behavior of AJ52x, creep resistant magnesium alloy, Society of Automotive Engineers, SAE Transactions: Journal of Materials & Manufacturing (USA).
- LANGDON, T.G. et MOHAMED F.A. (1977), Characteristics of Independent and Sequential Creep Processes, J. Australasian Inst. Metals, vol. 22, 189.
- LAUGIER, J et BROCHU B., Laboratoire matériaux et génie physique, École nationale supérieure de physique de Grenoble, <http://www.ccp14.ac.uk/>.
- LEMAITRE, J. et CHABOCHE, J.-L. (1994), Mechanics of Solid Materials, Cambridge University Press, 300-308.
- LIU, K.C. et DING, J.L. (1993), Mechanical Extensometer for High-Temperature Tensile Testing of Ceramics, Journal of Testing and Evaluation, vol. 21, no 5, 406-413.
- LORETTO, M.H. (1994), Electron Beam Analysis of Materials, 2<sup>e</sup> édition, Chapman & Hall, Londre, 105.
- LORIMER, G.W. (1987), Structure-property relationships in cast magnesium alloys, Proc. of Magnesium Technology, The Institute of Metals, Whitstable, London, 47-53.
- LUO, A. et PEKGULERYUZ (1994), Review - Cast magnesium alloys for elevated temperature applications, Journal of Materials Science, vol. 29, 5259-5271.
- MAKHMUDOV, M.M., BODAK, O.I., VAKHOBOV, A.V. et DZHURAYEV, T.D. (1981), Phase equilibria in the Mg-Al-Sr system, Izv. Akad. Nauk SSSR, Met., no. 6, 216-220.
- MEYERS, M.-A. et CHAWLA, K.K (1984), Mechanical Metallurgy Principles and Applications, Prentice-Hall, Etats-Unis, 659-683.
- MONTEIRO, S.N. et da SILVEIRA, T.L. (1979), Creep mechanisms in austenitic stainless steels, Metalurgia-ABM, vol. 35, no 258, 327-331.
- MORGAN, J.E. et MORDIKE, B.L. (1981), An investigation into creep-resistant, as-cast magnesium alloys containing yttrium, zinc, neodymium and zirconium, Metall. Trans. A, vol. 12A, no 9, 1581-1585.
- MURRAY, J.L. (1982), The Al-Mg (Aluminum-Magnesium) system, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, vol. 3, no 1, 60-74.

- MURTY, K. L., GOLG, M. et RUOFF, A.L. (1970), High-temperature creep mechanisms in alpha iron and other metals, Journal of Applied Physics, vol. 41, no 12, 4917-4927.
- NOCKOLDS, C., NASIR, M.J., CLIFF, G. et LORIMER, G.M. (1979), X-Ray Fluorescence Corrections in Thin Foil Analysis, Microanalysis in the Transmission Electron Microscope, Conf. Abstracts, Manchester, England.
- PAYNE R.J.M. et BAILEY, N. (1959-60), J. Inst. Metals, vol. 88, 417.
- PEKGULERIUZ, M.O. et BARIL, E. (2001), Creep resistant magnesium diecast alloys based on alkaline earth elements, Materials Transactions, vol. 42, no 7, 1258-1267.
- PEKGULERYUZ, M.O. et AVEDESIAN M.M. (1992), Magnesium alloying - some metallurgical aspects, DGM Informationsgesellschaft m.b.H. (Germany), 213-220.
- PEKGULERYUZ, M.O. et AVEDESIAN M.M. (1992), Magnesium alloying, some potentials for alloy development, Journal of Japan Institute of Light Metals (Japan), vol. 42, no 12, 679-686.
- PEKGULERYUZ, M.O. et LUO, A : ITM Inc. (1996), International Patent Application WO 96/25529.
- PEKGULERYUZ, M.O. et RENAUD, J. (2000), Creep resistance in Mg-Al-Ca casting alloys, Minerals, Metals and Materials Society/AIME, Magnesium Technology 2000 (USA), 279-284.
- PEKGULERYUZ, M.O., LUO, A. et ALIRAVCI, C. (1993), Modification of sand cast AS41 magnesium alloy, dans Proc. of Int. Symp. on Light Metals Processing and Applications, The Metallurgical Society of ICM, 409-416.
- POIRIER, J.P. (1976), Symmetrical role of cross-slip of screw dislocations and climb of edge dislocations as recovery processes controlling high-temperature creep, Rev. Phys. Appl., vol. 11, no 6, 731-738.
- POWELL, B.R., REZHETS, V., BALOGH, M.P. et WALDO, R.A. (2001), The relationship between microstructure and creep behavior in AE42 magnesium die casting alloy, Minerals, Metals and Materials Society/AIME, Magnesium Technology 2001 (USA), 175-181.
- RAYNOR, G.V. (1959), The Physical Metallurgy of Magnesium and its Alloys, Pergamon, Oxford.
- REGEV, M., AGHION, E., ROSEN, A. (1997) Creep studies of AZ91D pressure diecasting, Materials Science and Engineering, vol. A234-236, 123-126.

REGEV, M., BOTSTEIN, O. et ROSEN, A. (2000), The influence of the microstructure on the creep properties of AZ91 magnesium alloy continuous vs interrupted creep, Magnesium 2000: Proceedings of the Second Israeli International Conference on Magnesium Science & Technology (Israel), 301-307.

REGEV, M., ROSEN, A. et BAMBERGER, M. (2001), Qualitative model for creep of AZ91D magnesium alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 32A, 1335-1345.

SHERBY, O.D. et BURKE, P.M. (1967), Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature, Prog. Matls. Sc., vol. 13, 325-390.

SHERBY, O.D., WEERTMAN, J., POIRIER, J.P. (1979), Diffusion-Controlled Dislocation Creep: A Defense \and Reply\, Acta Metall., vol. 27, no. 3, 387-403.

SHI, L. et NORTHWOOD, D. O. (1994), Strain-hardening and recovery during the creep of pure polycrystalline magnesium, Acta Metall. Mater., vol. 42, no 3, 871-877.

SOHN, K.Y., JONES, J.W et ALLISON, J.E (2000), The effect of calcium on creep and bolt load retention behavior of die-cast AM50 alloy, Minerals, Metals and Materials Society/AIME, Magnesium Technology 2000 (USA), 271-278.

STADELMANN, P. (1998), Electron Microscopy Image Simulation, Centre Interdépartmental de Microscopie Électronique, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, <http://cimesg1.epfl.ch/CIOL/ems.html>.

TEGART, W.J. McG (1961), Acta metall., vol. 9, 614.

TEGART, W.J.McG. et SHERBY, O.D. (1958), Phil. Mag., vol. 3, 1287.

UNSWORTH, W. (1986), Meeting the high temperature aerospace challenge, Light Metals Age, vol. 44, no 7-8, 15-18.

UNSWORTH, W. (1987), A new magnesium alloy for automobile applications, Light Met. Age, vol. 45, no 7-8, 10-13.

UNSWORTH, W. (1988), Society of Automotive Engineers, Technical Paper Series, SAE, Warrendale, PA, Paper no 880512.

VAGARALI, S.S. et LANGDON, T.G. (1981), Deformation mechanisms in H.C.P. metals at elevated temperatures - I. Creep behavior of magnesium, Acta Metallurgica, vol. 29, 1969-1982.

VAKHOBOV A.V. (1979), The Al-Sr-Nd Phase Diagram, Izv. AN SSSR, Metally, no 4, 188.

VILLARS, P. (1985), Pearson's Handbook-Desk Edition : Crystallographic Data for Intermetallic Phases, ASM International, Materials Park, OH, 1-176.

WEERTMAN, J. (1955), Theory of steady-state creep based on dislocation climb, Journal of Applied Physics, vol. 26, no 10, 1213-1217.

WEERTMAN, J. (1957), Journal of Applied Physics, vol. 28, 1185.

WEERTMAN, J. (1968), Dislocation climb theory of steady-state creep (Dislocation climb theory of steady state creep, noting necessity of self diffusion mechanism in any high temperature creep theory), Trans. Am. Soc. Metals, vol. 61, 681-694.

WEI, L.Y. (1990), Thèse de doctorat, Chalmers University of Technology, Goteborg, Suède, 20.

YOSHINAGA, H., ABE, K. et MOROZUMI, S. (1974), read at the 1974-autumn meeting of the Japan Inst. Metals in Osaka.

## *ANNEXE A*

### *MÉCANISMES DE FLUAGE*

---

Bien que le fluage ait été découvert dès les années 1830, ce n'est que lors des cinquante dernières années que les recherches sur le sujet ont été approfondies. Le fluage est un mécanisme de déformation plastique qui se produit avec le temps. Ce comportement des matériaux se produit généralement à hautes températures ( $T > 0,4T_f$ ).

Des essais de fluage peuvent être réalisés à contrainte constante ou à charge constante. Les essais à charge constante sont utilisés pour représenter les conditions en service et résultent en un taux de fluage plus élevé. Les essais à contrainte constante sont pour leur part utilisés en recherche pour l'étude des mécanismes de fluage (Dickson, 1998).

Tout dépendant de la température et de la contrainte appliquée, les mécanismes de déformation plastique ayant lieu au cours du fluage varient. À basses températures, où les mécanismes de restauration ne sont pas possibles, seul le mouvement des dislocations contrôle la déformation (Dickson, 1998). La contrainte appliquée influencera le montant d'énergie nécessaire aux dislocations pour franchir les obstacles activables thermiquement.

Pour des températures supérieures à environ  $0,5T_f$ , les mécanismes responsables pour l'apparition du fluage varient selon l'importance de la contrainte appliquée.

Selon la nature du comportement, il existe trois types de fluage soient le fluage logarithmique, le fluage restauration et le fluage visqueux. Ces types de fluage sont plus ou moins actifs dépendant de la température et des contraintes appliquées. Les deux premiers types de fluage résultent du mouvement des dislocations dans le matériau alors que le dernier est la conséquence de la diffusion des lacunes.

### A.1 FLUAGE LOGARITHMIQUE

Le fluage logarithmique a lieu dans une gamme de températures assez basses ( $T < 0,5T_f$  où  $T_f$  est la température de fusion en degrés absolus) afin d'empêcher les mécanismes de restauration. On l'appelle fluage logarithmique parce que la déformation augmente de façon logarithmique avec le temps à contrainte constante (Dickson, 1998).

Pour des températures inférieures à environ  $0,5T_f$ , l'énergie d'activation pour le fluage a tendance à être inférieure à celle pour la diffusion. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait qu'à ces températures, la diffusion se fait le long des joints de grain plutôt qu'en volume.

Lors de l'application d'une contrainte supérieure à la limite d'écoulement du matériau, une déformation plastique instantanée se produit. Ensuite, la déformation plastique se poursuit par l'augmentation de la densité de dislocations et par le déplacement de celles-ci. Or, la contrainte interne du matériau varie périodiquement (elle dépend des arrangements de dislocations, des solutés, des précipités, etc.) laissant ainsi des régions molles et des régions dures dans le matériau. Les dislocations arrêtées aux obstacles activables thermiquement nécessitent donc des montants d'activation thermique différents. Au début de la déformation, les dislocations nécessitent peu d'énergie pour surmonter les obstacles

alors que plus le temps avance, plus la quantité d'énergie nécessaire à la poursuite de leur mouvement est grande. Ceci résulte en une diminution en  $1/t$  de la vitesse de déformation ou encore en une augmentation logarithmique de la déformation elle-même.

En déterminant certains paramètres tels l'énergie et le volume d'activation, on peut utiliser le fluage logarithmique pour la détermination des obstacles qui contrôlent la déformation activée thermiquement (Dickson, 1998).

## A.2 FLUAGE RESTAURATION

Lorsque la contrainte appliquée se trouve dans la gamme  $10^{-4} < \sigma/\mu < 10^{-2}$ , où  $\sigma$  est la contrainte appliquée et  $\mu$  est le module de cisaillement, le fluage se produit surtout par glissement des dislocations et par diffusion de lacunes lorsque nécessaire pour surmonter un obstacle. Un concept proposé par Orowan veut qu'il s'établisse un équilibre dans le matériau entre le taux de consolidation et celui de restauration. L'augmentation globale de la contrainte est donc donnée par :

$$d\sigma = \left( \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_{t, \sigma} d\varepsilon + \left( \frac{\partial \sigma}{\partial t} \right)_{\sigma, \varepsilon} dt \quad (\text{A.1})$$

où le premier terme est le taux de consolidation et le second celui de restauration (Meyers et Chawla, 1984).

Le fluage restauration a lieu à des températures assez élevées pour permettre aux mécanismes de restauration de se produire ( $T > 0,5T_f$ ). Ces mécanismes de restauration étant actifs, le fluage est plus important et sa vitesse est très sensible à la température et à

la contrainte appliquée. En pratique, on retrouve souvent ce type de fluage. On décrit généralement le fluage restauration par une courbe à trois stades telle qu'illustrée à la figure A.1.

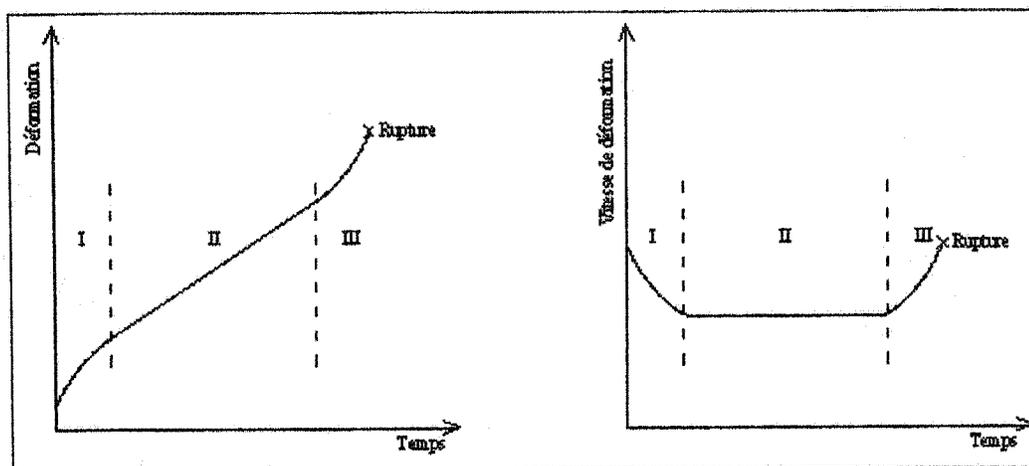


Figure A.1 Courbe de fluage à trois stades (Dickson, 1998)

### *Stade I - fluage transitoire*

Au cours de ce premier stade, la vitesse de fluage diminue continuellement pour atteindre une valeur constante au début du deuxième stade. Ce changement de la vitesse de déformation est attribuable au fait que la densité et l'arrangement des dislocations tendent vers une structure d'équilibre pour une température et une contrainte appliquée données. La déformation induit la formation d'une sous-structure de cellules de dislocations, dans lesquelles le nombre de dislocations « libres » tend à diminuer, généralement par un facteur de 2 ou plus (Ajaja, 1986). Si le métal est recuit, la vitesse de fluage ira en diminuant puisque le taux de consolidation est plus important que le taux de restauration (stade I dit normal). Des observations en microscopie électronique à transmission montrent que le changement de la structure de dislocations au cours du stade I est très semblable à celui produit lors du travail à froid des métaux. La densité de dislocations

augmente et pour la plupart des métaux, une sous-structure de dislocations est formée dans laquelle la taille des cellules de dislocations diminue avec une augmentation de la déformation (Courtney, 1990).

Par contre, l'inverse se produit pour un métal écroui, c'est-à-dire que la vitesse de déformation ira en augmentant puisque le taux de restauration est plus important que le taux de consolidation (stade I dit inverse). L'augmentation du nombre de dislocations mobiles par unité de surface au début de l'essai,  $n_0$ , a un effet sur la courbe de fluage en augmentant la contrainte pour laquelle le stade II débute et en diminuant le délai pour l'initiation du fluage (Johnston, 1962) (figure A.2). Ce délai devient inexistant pour des densités de dislocations par unité de surface supérieures à  $10^6$  disl./cm<sup>2</sup>.

Lorsque peu de dislocations sont présentes au départ, la vitesse initiale de déformation peut être si petite qu'elle ne soit pas mesurable. Lorsque la déformation se poursuit lentement, la densité de dislocations augmente, ce qui résulte en une légère augmentation de la vitesse de déformation. Suite à l'augmentation de la déformation, les dislocations sont ralenties, car la contrainte effective est diminuée par l'écrouissage et la vitesse de déformation tend à devenir constante (Johnston, 1962).

L'allure du premier stade du fluage restauration est donc influencée par le nombre de dislocations mobiles contenues dans le matériau. Si  $n_0$  est petit, le délai sera long alors que si ce nombre est grand, une déformation apparaîtra dès le début sans qu'il y ait apparition d'un temps d'attente. Le taux initial d'écrouissage du matériau ne semble pas avoir d'effet sur le temps d'attente, résultant plutôt en une augmentation de la contrainte pour laquelle la vitesse de déformation devient constante.

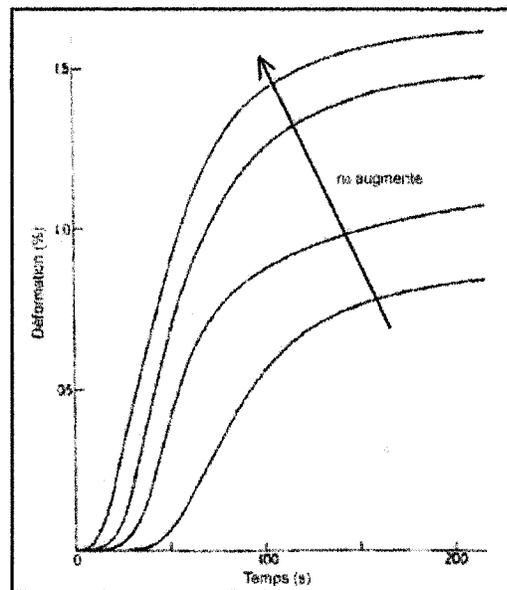


Figure A.2 Influence de l'écroutissage sur le fluage transitoire (d'après Johnston, 1962)

### *Stade II - fluage à l'état stationnaire*

Lors d'un essai à contrainte constante, ce deuxième stade résulte en une évolution linéaire de la déformation totale en fonction du temps. La vitesse de fluage est donc constante, cette valeur étant la vitesse de fluage minimale. Pour que ce stade soit linéaire, il faut que le taux de restauration soit assez élevé pour que celle-ci soit complète (Courtney, 1990). De ce fait, on déduit que les mécanismes de restauration se produisant sont probablement le glissement dévié et la montée de dislocations puisque ces phénomènes sont tous deux nécessaires pour l'obtention d'une restauration complète. Des observations microscopiques montrent en effet une structure qui ne change pas avec le temps (Courtney, 1990). S'il n'y avait pas de mécanismes de restauration, la densité de dislocations augmenterait et si une sous-structure de dislocations était présente, celle-ci deviendrait de plus en plus fine sous l'effet de la déformation.

Lorsque le fluage se produit à plus basses températures où seul le glissement dévié est possible ( $T < 0,5T_f$ ), ce deuxième stade n'est pas linéaire mais il présente plutôt une diminution de la vitesse de déformation moins importante que lors du fluage logarithmique. Le taux de consolidation est donc toujours plus élevé que le taux de restauration ce qui peut éventuellement permettre la recristallisation.

Lors du stade II, la vitesse de déformation suit une loi de puissance du type :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (\text{A.2})$$

où A et n sont des constantes et Q est l'énergie d'activation pour le fluage ( $Q = f(T)$ ).

Pour des gammes limitées de températures et de contraintes, les trois paramètres A, n et Q sont à peu près constants. L'énergie d'activation pour le fluage est indépendante de la contrainte et elle correspond à l'énergie d'activation pour l'autodiffusion lorsque la température homologue est supérieure à  $0,5T_f$  (Courtney, 1990) (figure A.3). Puisque ceci est le cas pour les métaux, les cristaux ioniques et pour les céramiques covalentes, on comprend bien l'importance des mécanismes qui nécessitent de la diffusion lors du fluage.

On peut aussi exprimer la relation précédente comme ceci (Dieter, 1986):

$$\dot{\epsilon}_{II} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (\text{A.3})$$

où A est une constante, D est le coefficient de diffusion, G est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers,  $\sigma$  est la contrainte appliquée, k est la constante de Boltzmann et T est la température.

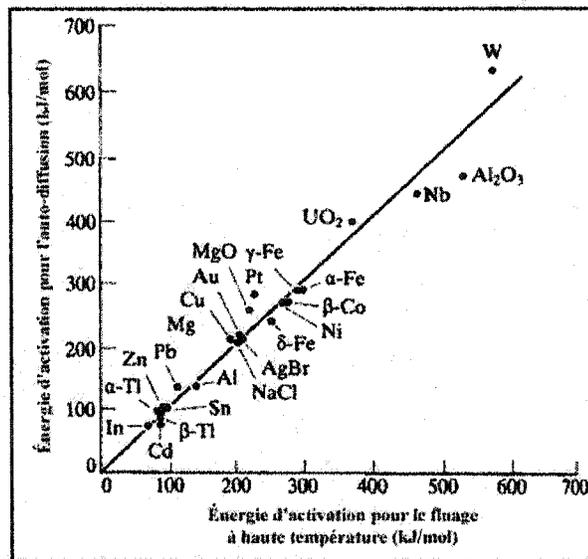


Figure A.3 Équivalence entre les énergies d'activation pour le fluage et pour l'auto-diffusion pour  $T > 0,5T_f$  (d'après Sherby et Burke, 1967)

La théorie du fluage restauration a pour fondement les développements faits par Weertman (1955). Elle a développé des théories pour le taux de fluage minimum (stade II du fluage restauration) s'appuyant sur le fait que la vitesse de fluage est contrôlée par la vitesse de montée des dislocations. Ses différentes théories sont basées sur la présence de barrières à la déformation plastique, les barrières de Lomer-Cottrell faisant notamment partie de sa première théorie. Ces barrières de Lomer-Cottrell, formées par la réaction de dislocations lorsqu'elles s'entrecroisent produisant des dislocations sessiles, empêchent le mouvement des dislocations. Pour pouvoir franchir ces obstacles, les dislocations doivent subir de la montée, s'aidant de la production ou de la destruction de lacunes. De plus, les dislocations ayant pu franchir les obstacles que sont les barrières de Lomer-Cottrell, sont continuellement remplacées par de nouvelles dislocations générées par des sources de Frank-Read. Afin de déterminer la vitesse de fluage, nous devons d'abord connaître le taux d'échappement des dislocations des barrières. Pour franchir une barrière, une dislocation doit franchir une distance  $h$  par montée, cette distance étant la position à laquelle la

contrainte due à la pression exercée par les autres dislocations de l'empilement est égale à la force de répulsion exercée par le champ de contrainte de la barrière. De plus, comme la vitesse de fluage dépend du taux de montée, on en arrive à la relation :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{6\pi(1-\nu)n^2b^5N_0LL'MD\sigma^2}{kGT} \text{ lorsque } \frac{n\sigma b^3}{kT} < 1 \quad (\text{A.4})$$

où  $N_0$  est la concentration d'équilibre de lacunes, M est le nombre de sources de Frank-Read actives, D est le coefficient de diffusion à la température T de l'essai, L est la distance parcourue par la portion coin d'une boucle de dislocations après avoir franchi la barrière et L' est la distance parcourue par la portion vis d'une boucle de dislocations après avoir franchi la barrière.

Ce qui est équivalent à :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{C}{kT} \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (\text{A.5})$$

Cette équation s'apparente à l'équation 2 et représente le fluage ayant lieu lors du fluage restauration. C'est donc le taux de montée des crans sur les dislocations qui régit le taux de fluage.

La vitesse de fluage obtenue à l'aide de ce modèle est par contre inférieure à la vitesse de fluage réelle obtenue pour le Fe- $\alpha$ . Karim (1969) explique cette observation par le fait que le fluage serait plutôt contrôlé par le glissement activable thermiquement des dislocations vis présentant des crans.

Un autre mécanisme pour expliquer ce phénomène est illustré à la figure A.4. Ici,  $M$  sources actives de dislocations sont situées sur des plans parallèles séparés d'une distance  $h$ . Pour être en accord avec les observations voulant que les structures de dislocations durant le fluage soient constantes, chacune de ces sources est entourée d'un nombre égal de boucles. Pour que les sources puissent continuer à être actives, il faut donc que les dislocations les plus éloignées de la source puissent s'annihiler. Pour ce faire, les dislocations doivent parcourir la distance  $h$  qui sépare les plans contenant les sources de dislocations et ce, par montée. Les dislocations produites par des sources situées sur deux plans parallèles voisins pourront donc s'annihiler (Courtney, 1990).

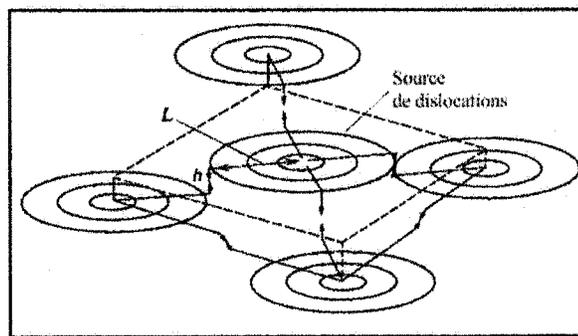


Figure A.4 Annihilation de dislocations de sources de plans voisins (Courtney, 1990)

Dans un cas comme dans l'autre, la vitesse du fluage restauration sera contrôlée par la vitesse du mécanisme le plus lent entre le glissement et la montée des dislocations, ces deux mécanismes agissant en série. Dans la plupart des cas, la montée est le mécanisme le plus lent (Courtney, 1990).

Sherby et Burke (1967) ont quant à eux divisé les solutions solides en deux classes distinctes soient les classes I et II. Dans les alliages de la classe I, le mouvement des dislocations est contrôlé par l'entraînement des solutés par les dislocations. Le paramètre  $n$  de l'équation 2 se situe alors approximativement entre 2 et 3. Pour les alliages de la classe

II, comme pour les métaux purs, le fluage est contrôlé par la montée des dislocations. Le paramètre  $n$  est alors d'environ 5. La figure A.5 montre les comportements distincts de ces différents types d'alliages.

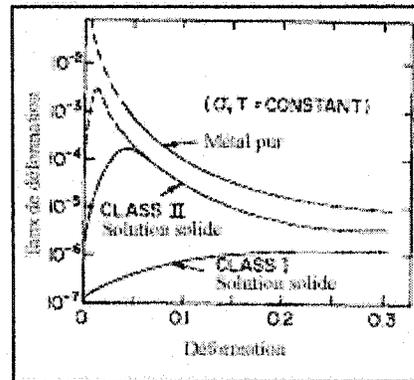


Figure A.5 Relation entre le taux de déformation et la déformation pour différentes classes d'alliages (Meyers et Chawla, 1984)

Pour les métaux purs, une déformation instantanée assez importante se produit aussi bien au début du chargement que si l'on augmente la contrainte en cours d'essai. Les dislocations sont libres de se déplacer au début résultant en un taux de fluage important. Les dislocations introduites lors de la déformation instantanée se réarrangent en sous-structure de cellules de dislocations lors du fluage transitoire. Suite à la formation de cette sous-structure, la densité de dislocations mobiles diminue et la contrainte interne augmente, résultant en une diminution de la vitesse de déformation. La déformation subséquente a pour effet de diminuer la distance moyenne entre les dislocations dans les murs des cellules, ce qui éventuellement permettra l'annihilation de dislocations et l'augmentation de la distance moyenne entre celles-ci. La migration des murs des cellules suivie de leur unification se produit aussi en même temps, contribuant aussi à la restauration. L'équilibre entre la restauration et la consolidation mènera à l'occurrence du fluage à l'état stationnaire.

Les alliages de la classe I présentent au départ peu de dislocations mobiles; les solutés peuvent facilement les ancrer et donc limiter leur déplacement. La courbe de fluage ne présente donc pas ou presque pas de déformation instantanée au début du chargement. De plus, comme la vitesse de déplacement des dislocations est assez faible (le mouvement des dislocations est gêné par les solutés), la multiplication rapide des dislocations nécessaire à l'apparition d'une déformation instantanée suite à l'augmentation subite de la contrainte lors de l'essai de fluage, ne pourra pas se produire. Avec l'avancement de la déformation et donc la multiplication des dislocations, le nombre de solutés par unité de longueur de dislocation diminue, ce qui résulte en une augmentation du taux de fluage avec une augmentation de la déformation (Meyers et Chawla, 1984).

Le fluage dans les alliages de la classe II est pour sa part d'abord contrôlé par la présence de solutés bloquant le mouvement des dislocations. Le taux de fluage augmente donc initialement avec la déformation. Après un certain montant de déformation, c'est la montée des dislocations qui contrôlent le taux de fluage résultant alors en une diminution du taux de fluage avec une augmentation de la déformation. On peut aussi considérer une troisième classe d'alliage comprenant les alliages à durcissement structural pour lesquels le paramètre  $n$  est plus élevé que 7 (Meyers et Chawla, 1984).

À propos de cette classification des alliages, Karashima (1981) a cru bon de séparer la classe II en deux : les classes Ia et II. De cette façon, on différencie davantage les alliages ayant un comportement entre celui des métaux purs et celui des alliages de la classe I. Les alliages dont le comportement en fluage est davantage contrôlé par le glissement des dislocations entraînant avec elles des atomes de solutés (e.g. alliages Fe-Mo) font partie de la classe Ia alors que ceux dont le comportement en fluage est contrôlé par la restauration (e.g. alliages Cu-Al) comme dans les métaux purs font partie de la classe II.

Il est à noter que cette classification des alliages selon les mécanismes de déformation impliqués lors du fluage est à utiliser avec prudence, des exceptions existants dans toutes les classes. Par exemple, un alliage Al-2,2%poids Mg typique de la classe I (la courbe de fluage devrait présenter un stade transitoire inverse) a été testé après différents montants de prédéformation. Les résultats ont montré qu'à 7% de prédéformation, la vitesse de fluage est constante lors du fluage transitoire et qu'une prédéformation supérieure à 7% résulte en un stade de fluage transitoire normal (Fagbulu et Ajaja, 1987).

On sait aujourd'hui qu'il est possible de diminuer la vitesse de fluage lorsque des particules de deuxième phase non déformables sont situées sur les joints de grains, empêchant leur glissement. Ce phénomène s'explique par le fait que de la diffusion soit nécessaire pour que la particule puisse suivre le joint de grain dans son mouvement (figure A.6). Par contre, la diminution réelle de la vitesse de fluage est beaucoup plus importante que ce que les considérations théoriques de diffusion prédisent. Cet écart est probablement attribuable à la géométrie complexe des particules réelles et aux irrégularités importantes à leur surface (Courtney, 1990).

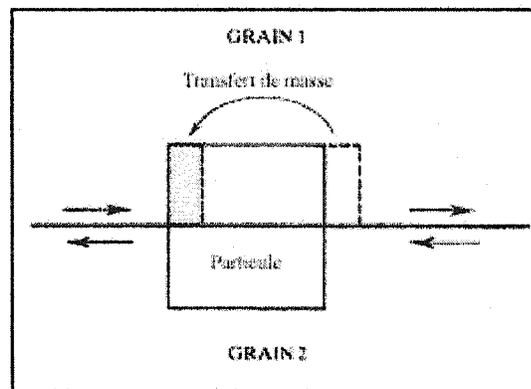


Figure A.6 Accommodation par diffusion du glissement d'un joint de grain bloqué par une particule (Courtney, 1990)

### *Stade III - fluage accéléré*

Ce troisième stade voit la vitesse de fluage accélérer dû à l'apparition de certains changements structuraux tels la formation de cavités ou de microfissures ou encore de la striction. L'apparition de tels phénomènes mènent alors à la rupture (Dickson, 1998).

Lors du glissement des joints de grains aux points triples sans que diffusion de matière se produise pour accommoder ce glissement, il y a formation de fissures en W. Ce phénomène de fissuration se produit à contrainte élevée et en absence de particules sur les joints, ce qui empêcherait leur glissement. La croissance de ces fissures se fait ensuite sous l'action d'une tension hydrostatique importante. Les fissures en W ont tendance à se former sur des joints où la cisssion est importante et elles croissent par diffusion sur les joints perpendiculaires à l'axe de traction.

Lorsque la contrainte appliquée est faible et que des particules sont présentes aux joints de grains nuisant à leur glissement, il y a plutôt formation de cavités rondes ou en « r ». Contrairement aux fissures en W, les cavités en « r » sont formées par le glissement local d'un joint qui n'est pas suffisamment accommodé par le transport de matière par diffusion. Ce type de cavités a tendance à se former aux particules de deuxième phase, soit à l'interface de celles-ci avec le joint de grains ou encore à leur sommet. Ce deuxième site d'initiation peut s'expliquer par le fait que pour les joints presque perpendiculaires à l'axe de traction, les lignes de glissement macroscopiques partent de ces sites, favorisant une décohésion locale causée par le cisaillement important à ces endroits. Lorsque les plans de glissement produisent des marches aux sites où ils croisent les joints de grains, des lignes de cavités en « r » se forment si le glissement des joints n'est pas bien accommodé par la diffusion de matière. La raison de leur géométrie sphérique est que cette dernière minimise l'énergie de surface pour un même volume de cavités. La formation de ce type

de cavités peut se faire sur des joints de toute orientation, mais leur croissance est encore une fois favorisée sur les joints perpendiculaires à l'axe de traction, ceux-ci agissant comme sources de lacunes.

La formation d'une cavité entraîne une augmentation de l'énergie interne du matériau d'une quantité  $\gamma_s$  par la formation d'une nouvelle surface. Pour que la cavité sphérique puisse croître, il faut donc que la composante hydrostatique de la tension soit supérieure à  $2\gamma_s/r$ . Le cas contraire résulterait plutôt en une disparition de la cavité. Lorsque la composante hydrostatique de la tension est suffisante pour entraîner la croissance d'une cavité, celle-ci peut garder sa forme sphérique ou encore adopter la forme d'un disque plan ou d'une fissure. En effet, puisque la croissance des cavités en « r » se fait sur les joints perpendiculaires à l'axe de traction, ceux-ci agissant comme sources de lacunes, la forme de la cavité dépendra de la différence entre le taux de diffusion le long de la surface de la cavité et le taux de diffusion le long du joint de grain. Lorsque la diffusion le long de la surface de la cavité est plus rapide que la diffusion le long du joint de grain, la cavité croît en conservant sa forme sphérique. Par contre, lorsque la diffusion le long du joint de grain est plus rapide, la cavité a plutôt tendance à adopter la forme d'un disque ou d'une fissure du fait que la diffusion des lacunes le long des joints s'alimente en atomes à l'interface cavité/joint sans que ceux-ci soient remplacés suffisamment rapidement. La forme des cavités qui croissent est donc influencée par la température puisque celle-ci influence différemment les deux types de diffusion. En effet, la diffusion le long des joints de grains étant favorisée à basses températures, on retrouve souvent des cavités sous forme de fissures ou de disques dans des applications à des températures relativement basses (Dickson, 1998). Aussi, puisqu'une contrainte assez élevée est nécessaire pour la croissance de cavités en formes de disques (puisque celles-ci ont une énergie superficielle plus élevée), celles-ci pourront croître lorsque la contrainte appliquée sera suffisamment élevée.

La formation de cavités en forme de fissures ou de disques lors du stade III résulte en une rupture plus rapide puisque ce type de cavités contribue davantage à l'allongement du matériau. On peut observer une transition du fluage visqueux près des cavités (la diffusion leur permettant de croître) à du fluage restauration lorsque la contrainte locale a augmenté suffisamment suite à la croissance des cavités.

Il se peut aussi que le troisième stade résulte de la recristallisation (Dickson, 1998). Pour que cela se produise, il faut que durant le stade II, le taux de consolidation ait été supérieur en tout temps au taux de restauration pour que la densité de dislocations ait pu atteindre la valeur critique pour qu'il y ait recristallisation. Dans un tel cas, le troisième stade ne se termine pas par la rupture mais plutôt par une autre courbe à trois stades. L'allongement à la rupture est donc augmentée.

#### **A.2.1 Influence des joints de grains lors du fluage à températures élevées ( $T > 0,5T_f$ )**

La courbe de la vitesse de fluage à l'état stationnaire en fonction de la taille de grain présente un minimum lors du fluage restauration. L'influence des joints de grains provient probablement du fait que la montée est un mécanisme très important lors de ce type de fluage. En effet, les joints de grains sont des sources efficaces de lacunes et la montée nécessite des lacunes pour pouvoir se produire. L'influence des joints de grains commence à être importante pour une taille de grain suffisamment petite pour que l'efficacité des joints de grains comme sources de lacunes puisse influencer la montée dans une fraction importante du volume. À partir de cette taille optimale, une diminution de la taille de grain entraîne une augmentation de la vitesse de fluage. Cette taille optimale des grains pour laquelle on obtient une vitesse de fluage minimale s'explique par le fait que si la montée est contrôlée par la diffusion en volume, la vitesse de montée et donc de fluage dans les régions près des joints de grains sera plus élevée, car les joints de grains agissent comme sources de lacunes. Une diminution de la taille de grain augmente la fraction du volume près des joints de grains ce qui résulte en une augmentation globale de la vitesse de fluage.

Ajoutons à cet effet celui du glissement des joints de grains qui peut se produire à températures élevées. Ce glissement a un effet sur la déformation plastique mais surtout sur la rupture. Effectivement, le glissement des joints de grains peut entraîner l'apparition de microfissures aux points triples. De plus, des cavités se forment aux joints qui sont perpendiculaires ou presque avec l'axe de traction et ce, même à faibles contraintes. Ce phénomène de cavitation est dû, comme nous le mentionnerons dans la section traitant du fluage visqueux, au fait que les joints perpendiculaires à l'axe de traction agissent comme des sources importantes de lacunes. De plus, le glissement des joints de grains peut aussi contribuer à la formation de lacunes en fournissant des sites efficaces à leur formation, près d'une marche sur un joint par exemple. Ces deux phénomènes résultent en une apparition plus rapide du troisième stade de fluage et donc, en la rupture du matériau plus rapidement (Dickson, 1998).

#### **A.2.2 Résistance au fluage à températures élevées ( $T > 0,5T_p$ )**

L'orientation des joints de grains influence évidemment la résistance au fluage. En effet, comme nous l'avons mentionné dans la section précédente, les joints de grains perpendiculaires à l'axe de traction agissent comme sources de lacunes. Une solidification directionnelle résultant en une orientation colonnaire des grains résulterait donc en une meilleure résistance au fluage à températures élevées, où la diffusion des lacunes est facilitée.

Une structure de dislocations stabilisées par la précipitation de fins précipités stables à hautes températures peut aussi causer une augmentation de la résistance au fluage en empêchant le mouvement des dislocations (Dickson, 1998). De la même façon, l'obtention de précipités ou de particules de deuxième phase stables à la température d'utilisation et de taille optimale aux joints grains empêchent le glissement de ceux-ci résultant en une augmentation de la résistance au fluage.

Le coefficient de diffusion de même que la température de fusion du matériau influence aussi la résistance au fluage, car l'autodiffusion contrôle la montée des dislocations, mécanisme important lors du stade II. Plus la température homologue est élevée, plus le coefficient de diffusion est élevé et plus la diffusion des lacunes est facilitée, résultant en un taux de fluage plus élevé.

L'énergie de faute d'empilement du métal est aussi importante puisqu'elle indique la facilité avec laquelle aura lieu le pincement des deux parties nécessaires au glissement dévié. Plus l'énergie de faute d'empilement est élevée, plus le pincement des deux parties aura lieu facilement. Les métaux purs résistants au fluage sont donc ceux dont l'énergie de faute d'empilement est faible.

La présence de solutés peut aussi augmenter la résistance au fluage si ceux-ci nuisent à la montée en s'attachant par exemple au cran des dislocations coin. Par contre, certains solutés peuvent diminuer la résistance au fluage en diminuant la température de fusion du métal et donc en augmentant le coefficient de diffusion pour une température donnée (Dickson, 1998).

### A.3 FLUAGE VISQUEUX

Ce type de fluage est causé par des mécanismes de diffusion. Il faut donc, pour qu'il se produise de façon dominante, que les contraintes appliquées soient assez faibles (pour qu'il n'y ait pas de déplacement des dislocations) et que la température soit élevée (pour permettre aux mécanismes de diffusion de se produire). De façon générale, quoique cela varie d'un métal à l'autre, ce type de fluage prévaut lorsque  $\sigma/\mu \leq 10^{-4}$ . La force motrice pour le fluage visqueux vient d'un changement dans la concentration d'équilibre des lacunes causé par la contrainte appliquée.

La dégradation par ce type de fluage apparaît lorsque sous une contrainte de traction, il y a diffusion directionnelle des lacunes des joints de grains perpendiculaires à l'axe de traction vers les joints de grains parallèles à cet axe (figure A.7). On a donc un flux d'atomes en direction opposée résultant en un allongement et en un amincissement de la pièce.

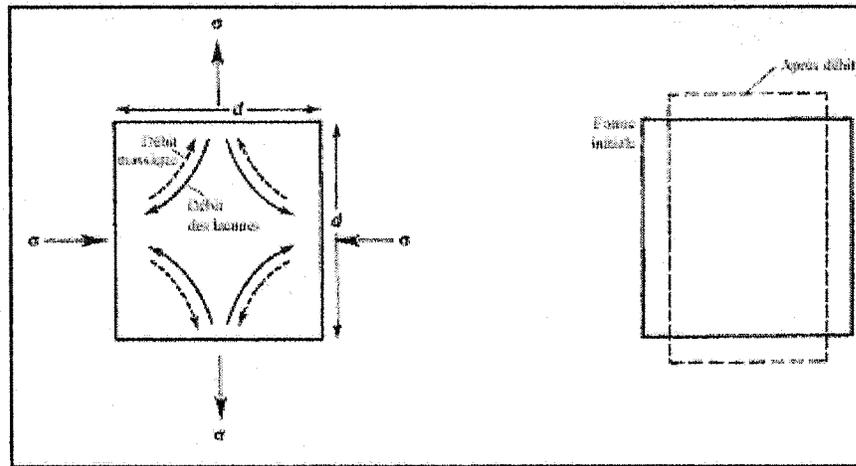


Figure A.7 Schéma de la diffusion des lacunes (Courtney, 1990)

Ce type de fluage se manifeste par une variation linéaire de la vitesse de déformation en fonction de  $\frac{D}{d^2 t}$  où  $D$  est le coefficient de diffusion,  $d$  est la taille de grains et  $t$  est la température absolue. La relation en  $1/d^2$  s'explique par le fait que le parcours de diffusion est fonction de la taille de grain.

On peut séparer le fluage visqueux en trois types soient le fluage Nabarro-Herring, le fluage Coble (1963) et le fluage Harper-Dorn. Les deux premiers types de fluage dépendent du type de diffusion impliqué et résultent tous les deux en un allongement de la pièce attribuable à l'allongement des grains individuels la composant. Dans les deux cas, la vitesse de fluage augmente avec une diminution de la taille de grain puisque le parcours moyen pour la diffusion est proportionnel à la taille de grain.

Lors du fluage de type Nabarro-Herring, le fluage dominant est produit par la diffusion en volume alors qu'il est produit par la diffusion le long des joints de grains lors du fluage de type Coble. Le fluage visqueux Coble est donc favorisé pour une petite taille de grain, car la surface de joints de grains augmente avec une diminution de la taille de grains. De plus, ce type de fluage est favorisé à basses températures puisque l'importance relative de la diffusion le long des courts-circuits est plus grande. Notons que ces deux types de fluage se produisent normalement en parallèle. On peut exprimer la vitesse de fluage résultant de la combinaison du fluage Nabarro-Herring et du fluage Coble par l'expression suivante : (Dickson, 1998)

$$\dot{\epsilon} = \frac{A'\sigma\Omega D_v}{kTd^2} \left( 1 + \frac{\pi\delta D_{jg}}{dD_v} \right) \quad (\text{A.6})$$

où  $D_{jg}$  et  $D_v$  sont respectivement les coefficients pour la diffusion le long des joints de grains et en volume,  $A'$  est une constante valant environ 14,  $d$  est la taille de grains,  $\Omega$  est le volume atomique et  $\delta$  est l'épaisseur effective d'un joint de grain pour la diffusion le long du joint.

Le terme entre parenthèse est la contribution du fluage Coble. Notons que le fluage Coble dépend plus fortement de la taille de grain ( $d^{-3}$ ) que le fluage Nabarro-Herring ( $d^{-2}$ ), ce qui indique que le fluage Coble domine jusqu'à une température plus élevée pour des grains plus fins, comme il a été mentionné précédemment.

Le fluage Harper-Dorn est quant à lui possible lorsque des sources et des puits de lacunes opèrent à l'intérieur des grains. Ces sources et ces puits sont en fait situés aux sous-joints de grains et sont produits par la montée de dislocations. Ce type de fluage est donc favorisé à basses contraintes et à hautes températures, celle-ci favorisant la formation des sous-joints par des arrangements de dislocations de faible énergie. La présence de sources

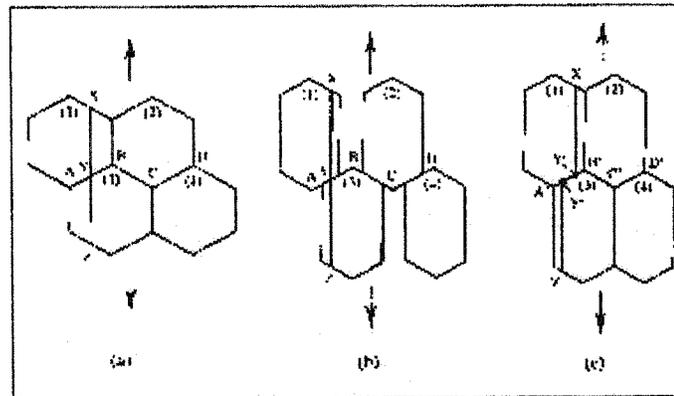
de lacunes à l'intérieur des grains est aussi favorisée par une taille de grains assez importante, favorisant ainsi le fluage Harper-Dorn. Ce type de fluage s'apparente au fluage Nabarro-Herring, les sous-joints remplaçant les joints de grains. Puisque le parcours moyen de diffusion est beaucoup plus petit pour ce type de fluage que pour le fluage de type Nabarro-Herring, la vitesse de fluage résultant de ce mécanisme peut être 1000 fois plus rapide que lors du fluage Nabarro-Herring (Meyers et Chawla, 1984).

### **A.3.1 Couplage entre le fluage visqueux et le glissements des joints**

Les vitesses de fluage calculées à l'aide des théories du fluage visqueux donnent parfois des vitesses inférieures à celles observées expérimentalement. Cela s'explique par le fait que les théories du fluage Nabarro-Herring et Coble ne tiennent pas compte du glissement des joints qui peut se produire, surtout pour des températures pas trop élevées ( $T < 0,6T_f$ ) (Gifkins et Snowden, 1966).

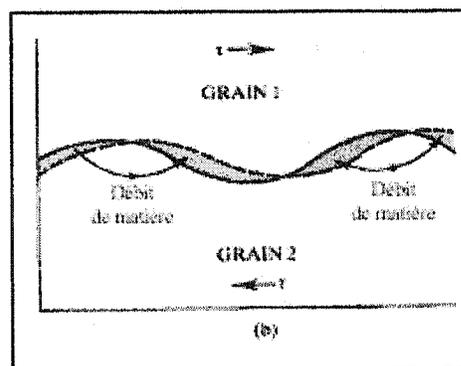
Pour empêcher la formation de fissures ou de cavités entre les grains, le fluage visqueux doit procéder en série avec le glissement des joints de grains. En effet, la diffusion en volume ou le long des joints de grains lors du fluage visqueux entraîne un allongement des grains parallèle à l'axe de traction et un rétrécissement des grains perpendiculairement à cet axe. Ces changements dimensionnels, s'ils ne sont pas couplés à du glissement des joints de grains, entraîneraient la formation de fissure ou de cavités entre les grains (figure A.8).

Il est donc nécessaire, pour que le fluage visqueux puisse se produire, qu'il y ait glissement des joints de grains de façon simultanée. Si le glissement des joints de grains est ralenti par la présence de bosses, de marches ou de toutes autres irrégularités sur les joints, la vitesse du fluage visqueux s'en trouve diminuée dans les matériaux résistants à la formation de fissures ou de microcavités intergranulaires. En effet, puisque les deux mécanismes de fluage visqueux et de glissement des joints de grains se produisent en série, c'est le



**Figure A.8** Accommodation du fluage visqueux par le glissement des joints de grains  
 (a) avant le fluage (b) formation de cavités aux joints de grains en absence de glissement de ceux-ci (c) la formation de cavités est empêchée par le glissement des joints de grains se produisant en série avec le fluage visqueux (Courtney, 1990)

mécanisme le plus lent qui contrôle la vitesse globale. De la même façon, des joints de grains n'étant pas tout à fait des surfaces planes nécessitent, pour leur glissement, un transport de matière (figure A.9). Ce transfert de matière peut s'effectuer par diffusion près du joint de grains, par diffusion le long du joint de grain ou par une combinaison des deux. Le glissement de joints de grains ralentira donc d'autant le fluage visqueux que les joints sont irréguliers, nécessitant pour leur glissement un transfert de matière plus important.



**Figure A.9** Glissement de joints de grains non planaires (Courtney, 1990)

## A.4 GLISSEMENT DES DISLOCATIONS

Ce mécanisme de déformation se produit pour de contraintes telles que  $\sigma/\mu > 10^{-2}$ . Pour des contraintes élevées, la loi de puissance qui prévalait pour des contraintes plus faibles ne tient plus, le paramètre  $n$  de l'équation 2 prenant des valeurs plus importantes (jusqu'à 10 pour l'acier inoxydable AISI 316) (Monteiro et Silveira, 1979; Kestenbach et al., 1978). Des analyses structurales en microscopie électronique à transmission ont montré qu'à ces contraintes, la montée des dislocations était remplacée par leur glissement, qui ne dépend pas de la diffusion (Kestenbach et al., 1978). Lorsque  $\dot{\epsilon}_{fluage}/D > 10^9$ , le mécanisme qui contrôle le taux de fluage est le glissement des dislocations activable thermiquement, comme c'est le cas lors de la déformation plastique à température ambiante. Certains chercheurs ont aussi observé que lorsque la contrainte atteint une valeur critique, la sous-structure passe de grains équiaxes à des enchevêtrements de dislocations et à des sous-grains allongés. On note un effet semblable lors d'une diminution de la température pour une contrainte constante.

### A.4.1 Mécanismes de fluage en parallèle et en série

Il est usuel que plusieurs mécanismes de fluage se produisent en même temps. Ils peuvent alors agir en série ou en parallèle les uns avec les autres. Les mécanismes de fluage en parallèle sont ceux qui se produisent de façon indépendante les uns des autres. La vitesse de fluage est alors donnée par la somme des vitesses individuelles. Généralement, elle est pratiquement égale à la vitesse la plus élevée correspondant au mécanisme dominant.

Les mécanismes de fluage en série dépendent quant à eux les uns des autres. En effet, le deuxième mécanisme ne peut pas ou se produit difficilement si le premier n'a pas lieu ou n'est pas complété et réciproquement. Il peut même se produire un endommagement important du métal lorsque les mécanismes d'accommodation n'ont pas lieu parfaitement

ou complètement, comme lors du glissement des joints de grains pour accommoder le changement de forme des grains. Dans ce cas, la vitesse de fluage est déterminée par le mécanisme le plus lent.

**ANNEXE B****INTENSITÉS NETTES MESURÉES LORS DES  
MESURES DE SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X**

Le tableaux présentés ici répertorient les intensités nettes observées lors des analyses EDS dont les résultats sont présentés au chapitre 3.

**Tableau B.1 Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.23**

Phase	Échantillon	$I_{nette}(Mg)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Al)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Sr)$ (nb. de comptes)
<b>Matrice</b>	Brut de coulée	11449	377	3
	Fluage 500h	27256	543	24
	Fluage 4000h	19042	620	15
<b>Phase inconnue</b>	Brut de coulée	10876	3652	1622
		10373	3718	1531
		9964	3324	1656
		9853	3436	1541
	Fluage 4000h	6531	4192	1231
		10044	6787	2254
		9395	5629	1907
<b>Lamelles riches en Al du constituant lamellaire</b>	Brut de coulée	1809	8143	3030
		1095	5664	1917
		1114	5543	1973
	Fluage 500h	611	7568	2470
		1114	7298	2436
		927	6894	2255
		884	7557	2554
	Fluage 4000h	5423	16028	2449
		5929	19082	1547
		1689	4360	274

Tableau B.2 Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.26

$I_{nette}(Mg)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Al)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Sr)$ (nb. de comptes)
28842	540	45
24287	521	0
27170	497	49
27954	444	18
29015	561	57
23766	511	0
28144	615	0
28668	563	0
28870	654	20
30248	342	0
27548	930	51
38364	612	0
34159	640	0
36938	734	0
42632	990	0
39808	1311	0
40510	1688	0
42202	1512	4
45796	1787	0
48693	1695	0
46768	1761	0
45968	1389	11
46795	1479	0
45966	1328	0
41021	1025	0
33135	990	68
37303	861	0
34128	694	0
30623	526	0
26541	537	0

Tableau B.3 Intensités nettes utilisées pour le graphique de la figure 3.27

$I_{nette}(Mg)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Al)$ (nb. de comptes)	$I_{nette}(Sr)$ (nb. de comptes)
17423	420	11
17368	480	5
19034	710	0
19357	509	15
18366	550	31
19310	723	70
17732	525	0
19817	649	13
19487	612	0
20044	522	31
19759	807	0
19717	615	13
20129	933	0
19359	678	14
18896	676	8
16402	415	19
15871	318	0
14113	276	6
15263	430	6
15731	437	17
16011	504	0
17342	704	10
18588	511	19
17583	555	3
16669	577	0
16882	558	4
16882	562	0
14890	519	0
14456	476	8
17181	584	11
15274	506	0
16567	434	19
15257	532	0
15530	543	0