

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA RÉSISTANCE AUX
EFFORTS DE BOULONNAGE DES ALLIAGES AJ62x

MARTIN MILLER

DÉPARTEMENT DE MATHÉMATIQUES ET GÉNIE INDUSTRIEL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

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

MAI 2008



Library and
Archives Canada

Published Heritage
Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Direction du
Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-41571-9

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-41571-9

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

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

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent 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 thesis.

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

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

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

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA RÉSISTANCE AUX
EFFORTS DE BOULONNAGE DES ALLIAGES AJ62x

présenté par: MILLER Martin

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, ing., D.Sc.A., président

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

M. BARIL, Éric, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier tous les intervenants qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce projet. Dans un premier temps, mon directeur de recherche, le professeur Gilles L'Espérance, pour m'avoir permis d'effectuer ce projet et pour son support technique indispensable en microscopie. Je souhaite aussi remercier Dr. Éric Baril pour avoir proposé ce projet de maîtrise et d'avoir accepté d'être membre du jury d'examen avec le Dr. Jean-Paul Baïlon que je tiens également à remercier.

Ce fut également un plaisir de travailler avec mes collègues du (CM)². Je tiens à remercier Éric Duchesne et Philippe Plamondon pour avoir partagé avec moi leur expertise en microscopie. Un gros merci à Élise Campeau pour m'avoir aidé à effectuer les démarches administratives alors que j'étais à l'extérieur de l'école.

Je tiens à souligner l'aide précieuse de Carole Massicotte, de Diane Tremblay et de Josée Laviolette tout au long de mes études en génie des matériaux. Ce fut très agréable de vous côtoyer durant ces années. Diane, c'est grâce à ta patience avec les animaux que j'ai pu être famille d'accueil aussi longtemps. Un *wouf* merci!

À Monique De-Denus, Josée Lemoine et Dominic Martineau, un gros merci pour vos précieux encouragements!

Marie-Maude, merci pour ton soutien et tes encouragements qui m'ont permis de compléter ce projet. Merci de m'avoir aidé à atteindre cet objectif si important à mes yeux.

RÉSUMÉ

Les objectifs de ce projet étaient d'étudier la résistance aux efforts de boulonnage de l'alliage AJ62x (Mg-6%Al-2%Sr) développé par Noranda et la caractérisation de sa microstructure. Quatre variantes de l'alliage AJ62x ont été étudiées. La teneur en aluminium variait de 5,6 à 6,6% (massique) tandis que la teneur en strontium variait de 2,2 à 3,1% (massique). Les quatre alliages ont été identifiés de C1 à C4 avec leur composition chimique respective en indice. Par exemple, C1_{5,6/2,1} réfère à l'alliage numéro un dont la composition chimique est (Mg-5,6%Al-2,1%Sr). Les essais de rétention aux efforts de boulonnage ont été réalisés à 150 et 175°C pendant 350 heures et pour des contraintes initiales se situant entre 50 et 90 MPa. Ces essais visaient à évaluer l'effet de la composition chimique de l'alliage, l'effet de la contrainte initiale appliquée et l'effet de la température sur la résistance aux efforts de boulonnage des alliages AJ62x.

À 150°C et pour des contraintes initiales de 50 et 70 MPa, les résultats obtenus montrent que l'alliage C2_{5,6/2,5} est le plus performant des quatre alliages tandis que l'alliage C3_{6,6/2,1} manifeste la plus faible performance. Les performances des alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} étaient quant à elles similaires. Par exemple, pour une contrainte initiale appliquée de 70 MPa, le pourcentage de la contrainte retenue après 120 heures était de 71, 77, 61 et 72% pour les alliages C1_{5,6/2,1}, C2_{5,6/2,5}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} respectivement. Toutefois, pour une contrainte initiale appliquée de 90 MPa, le pourcentage de la contrainte retenue après 120 heures pour l'alliage C2_{5,6/2,5} (65%) est similaire à celle des alliages C1_{5,6/2,1} (64%) et C4_{6,6/2,5} (64%). Des essais supplémentaires effectués à partir de l'alliage C2_{5,6/2,5} pour des contraintes se situant entre 70 et 90 MPa montrent que la résistance aux efforts de boulonnage de cet alliage devient similaire à celle des alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} dès que la contrainte initiale appliquée dépasse 70 MPa.

Les résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage ont également été interprétés à l'aide d'une approche utilisée par Baril et al. (2004). Cette approche permet de mesurer la chute initiale de la contrainte et le taux de réduction de la contrainte. Les résultats obtenus révèlent que, à 150°C et pour une contrainte initiale de 70 MPa, l'alliage C2_{5,6/2,5} est celui qui subit la plus faible chute initiale de la contrainte après l'immersion dans le bain d'huile. De plus, l'alliage C2_{5,6/2,5} est celui qui présente le taux de la réduction de la contrainte le moins élevé.

Des essais effectués à partir de l'alliage C2_{5,6/2,5} montrent que la chute initiale de la contrainte et le taux de réduction de la contrainte augmentent avec une augmentation de la contrainte initiale appliquée. Ces deux paramètres évoluent dans la même direction lorsque la température augmente.

La microstructure des alliages étudiés a été caractérisée dans le but de mieux comprendre les résultats obtenus lors des essais de rétention aux efforts de boulonnage. Les quatre alliages ont été observés au microscope optique et au microscope électronique à balayage avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage. Ces observations n'ont pas révélé d'évolution de la microstructure des alliages après les essais. La microstructure des alliages C1_{5,6/2,1}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} se caractérise par la présence du constituant eutectique lamellaire α -Mg + Al₄Sr situé aux joints de grains α -Mg. La microstructure de l'alliage C2_{5,6/2,5} se caractérise par la présence d'un constituant non lamellaire présent aux joints de grains α -Mg. La présence de ce constituant non lamellaire aux joints de grains α -Mg pourrait être à l'origine des bonnes performances de l'alliage C2_{5,6/2,5} lors des essais de boulonnage. Ce constituant non lamellaire avait été observé aux joints de grains α -Mg de l'alliage AJ52x par Landriault (2004). La phase Mg₁₇Al₁₂ reconnue pour réduire la résistance au fluage des alliages AJ52x n'a pas été observée dans les alliages étudiés dans le cadre de ce projet.

Des analyses en spectrométrie des rayons X (STEM) montrent que la composition chimique du constituant non lamellaire est d'environ $\text{Mg}_9\text{Al}_3\text{Sr}$. Des analyses en diffraction électronique jumelées à des analyses en diffraction des rayons X suggèrent que le système cristallin de ce constituant pourrait être quadratique avec des paramètres de maille a et c égales à environ 0,738 et 0,947 nm respectivement.

ABSTRACT

The objectives of this project were the study of the bolt load retention resistance of the alloy AJ62x (Mg-6%Al-2%Sr) developed by Noranda and the characterization of his microstructure. Four variations of the AJ62x alloy have been studied. The aluminium content varied between 5.6 and 6.6% (weight) and the strontium content varied between 2.2 and 3.1% (weight). These alloys have been identified from C1 to C4 with their respective chemistry. For example, C1_{5.6/2.1} is the alloy number one for which the chemistry is (Mg-5,6%Al-2,1%Sr). The bolt load retention testing has been carried out at 150 and 175°C for 350 hours with initial applied stresses between 50 and 90 MPa. The aim of these tests was to study the effect of the chemistry, the effect of the initial stress and the effect of the temperature on the bolt load retention resistance of the alloys AJ62x.

At 150°C and for initial stresses of 50 and 70 MPa, the alloy C2_{5.6/2.5} yields the best performances of the four alloys while the alloy C3_{6.6/2.1} showed the poorest. The performance of the alloys C1_{5.6/2.1} and C4_{6.6/2.5} were similar. For example, for an initial stress of 70 MPa, the percentage of stress retained after 120 hours was 71, 77, 61 et 72% for alloys C1_{5.6/2.1}, C2_{5.6/2.5}, C3_{6.6/2.1} and C4_{6.6/2.5} respectively. However, for an initial stress of 90 MPa, the percentage of the stress retained after 120 hours for the alloy C2_{5.6/2.5} (65%) is similar to the percentage of stress retained stress by the alloys C1_{5.6/2.1} (64%) and C4_{6.6/2.5} (64%). Supplementary tests have been carried out from the alloy C2_{5.6/2.5} with initial stresses between 70 and 90 MPa. The results show that the bolt load resistance of the alloy C2_{5.6/2.5} is similar to the bolt load resistance of the alloys C1_{5.6/2.1} et C4_{6.6/2.5} when the stress is greater than 70 MPa.

The results of the bolt load retention tests have also been interpreted by an approach used by Baril and al. (2004). This approach allows the measure of the initial load drop and the stress reduction rate. The results show that at 150°C and for an initial stress of 70 MPa, the alloy C2_{5.6/2.5} shows the lower initial load drop and the lower stress reduction rate.

Bolt load retention tests carried out from the alloy C2_{5.6/2.5} show that the initial rapid drop of the load and the stress reduction rate increase with the initial load. Same results have been obtained with an increase of the temperature.

The microstructure of the four alloys has been characterized in order to understand the results obtained from the bolt load retention tests. The optic and the scanning electron microscopy have been used to investigate the microstructure of the alloys before and after the bolt load retention tests. The observations did not reveal any evolution of the microstructure after the tests. The microstructure of the alloys C1_{5.6/2.1}, C3_{6.6/2.1} and C4_{6.6/2.5} is characterized by the eutectic lamellar constituent α -Mg + Al₄Sr at the α -Mg grain boundaries. The microstructure of the alloy C2_{5.6/2.5} is characterised by a non lamellar constituent at the α -Mg grain boundaries. The non lamellar constituent could be responsible for the higher resistance of the C2_{5.6/2.5} alloy to the bolt load retention. This constituent had been previously observed by Landriault (2004) at the grain boundary of the alloy AJ52x. The phase Mg₁₇Al₁₂, known to be detrimental to the creep resistance of the AJ52x alloys, has not been observed.

X-ray spectrometry analysis carried out on a thin foil show that the chemistry of the non lamellar constituent is approximately Mg₉Al₃Sr. Electron diffraction measurements coupled with X-ray diffraction analysis suggest that the crystal structure of the non lamellar constituent could be tetragonal with a and c parameters of approximately 0,738 and 0,947 nm respectively.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT.....	viii
LISTE DES TABLEAUX.....	xiii
LISTE DES FIGURES	xv
LISTE DES ANNEXES.....	xx
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1: REVUE DE LA LITTÉRATURE	4
1.1 MAGNÉSIUM ET ALLIAGES DE MAGNÉSIUM.....	4
1.1.1 <i>Rôle des atomes en solution solide sur la résistance au fluage du magnésium</i>	4
1.1.2 <i>Le rôle des secondes phases sur la résistance au fluage</i>	6
1.1.3 <i>Effet des éléments d'alliage</i>	7
1.1.4 <i>Notions théoriques sur le fluage</i>	16
1.1.5 <i>Essai de rétention aux efforts de boulonnage</i>	19
CHAPITRE 2: PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES	37
2.1 ESSAIS DE RÉTENTION AUX EFFORTS DE BOULONNAGE	37
2.2 PRÉPARATION D'ÉCHANTILLONS	43
2.2.1 <i>Échantillons pour la microscopie optique et électronique à balayage.....</i>	43
2.2.2 <i>Échantillons pour microscopie électronique en transmission</i>	44
2.3 DIFFRACTION DES RAYONS X	47
2.3.1 <i>Paramètres expérimentaux</i>	47

2.4 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB)	49
2.5 MICROSONDE ÉLECTRONIQUE DE CASTAING (EMPA).....	50
2.6 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION (MET)	51
2.6.1 <i>Imagerie</i>	51
2.6.2 <i>Diffraction électronique</i>	60
2.6.3 <i>Spectrométrie des rayons X (EDS)</i>	65
2.6.4 <i>Résolution spatiale des analyses</i>	72
2.6.5 <i>Critère de la lame mince</i>	76
CHAPITRE 3: RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION.....	77
3.1 RÉSULTATS DES ESSAIS DE RÉTENTION AUX EFFORTS DE BOULONNAGE SUR LES ALLIAGES AJ62x.....	77
3.1.1 <i>Effet de la composition chimique des alliages AJ62x sur la rétention aux efforts de boulonnage</i>	77
3.1.2 <i>Effet de la contrainte initiale appliquée sur la rétention aux efforts de boulonnage</i>	85
3.1.3 <i>Effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage</i>	89
3.2 MICROSCOPIE OPTIQUE	92
3.3 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE	96
3.4 DIFFRACTION DES RAYONS X	101
3.5 MICROSONDE ÉLECTRONIQUE DE CASTAING (EMPA).....	104
3.6 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION	105
3.6.1 <i>Imagerie</i>	105
3.6.2 <i>Spectrométrie des rayons X (EDS) en STEM</i>	109
3.6.3 <i>Identification de la structure cristalline de la phase non lamellaire par diffraction électronique</i>	116
CONCLUSION.....	126

RÉFÉRENCES.....	129
------------------------	------------

ANNEXES.....	133
---------------------	------------

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1:	Limites de solubilité et points de fusion des éléments d'alliage (Pekguleryuz, 2003).....	5
Tableau 1.2:	Composition chimique des alliages AJ (Pekguleryuz et al., 2003).....	14
Tableau 1.3:	Composition chimique des alliages étudiés (Sohn et al., 2000).....	28
Tableau 1.4:	Constantes k_0 et t_0 pour les alliages AMC testés à 150°C et pour une contrainte initiale appliquée de 28kN (Sohn et al., 2000).....	28
Tableau 1.5:	Composition chimique des alliages AJx (Baril et al. 2004).....	31
Tableau 1.6:	Effet de la composition chimique, de la contrainte initiale et de la température sur les résultats de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al. 2004)	32
Tableau 2.1:	Composition chimique des échantillons pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.....	41
Tableau 2.2:	Matrice des essais de rétention aux efforts de boulonnage.....	41
Tableau 2.3:	Paramètres expérimentaux pour les analyses de diffraction des rayons X.	47
Tableau 2.4:	Exemple d'un tableau utilisé pour indexer des clichés de diffraction....	63
Tableau 3.1:	Paramètres expérimentaux associés à la première série d'essais.....	78
Tableau 3.2:	Le pourcentage de la contrainte initiale retenue dans les échantillons après 120 heures.....	80
Tableau 3.3:	Le pourcentage de la contrainte initiale retenue dans les échantillons après 120 heures.....	84
Tableau 3.4:	Paramètres expérimentaux pour déterminer l'effet de la contrainte initiale appliquée, alliage C2 _{5,6/2,5}	85

Tableau 3.5:	Paramètres expérimentaux pour déterminer l'effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage, alliage $C2_{5,6/2,5}$	88
Tableau 3.6:	Position des raies de diffraction associées aux plans cristallins du constituant non-lamellaire; alliage $C2_{5,6/2,5}$	102
Tableau 3.7:	Composition chimique de l'alliage $C2_{5,6/2,5}$ déterminée à l'aide d'une microsonde électronique de Castaing (EMPA) à l'Université McGill...	104
Tableau 3.8:	Résultats des analyses effectuées sur les lamelles de composition Al-Sr, échantillon d'alliage AJ62 + $Al_{6,5/2,1}$	111
Tableau 3.9:	Résultats des analyses effectuées en spectrométrie des rayons X (STEM) et à la microsonde partir du constituant non lamellaire inconnu, échantillon AJ62 + $Sr_{5,8/2,8}$	113
Tableau 3.10:	Résumé des compositions chimiques obtenues en spectroscopie des rayons X.....	113
Tableau 3.11:	Résultats expérimentaux obtenus lors de l'inclinaison contrôlée. Constante de caméra $\lambda L = 9,03 \times 10^{-13} \text{ m}^2$	116
Tableau 3.12:	Familles de plans possibles.....	119
Tableau 3.13:	Validation de la solution trouvée à l'aide de la méthode des ratios.....	121
Tableau 3.14:	Angles lus sur les goniomètres.....	123
Tableau 3.15:	Angles expérimentaux et angles calculés.....	123
Tableau A.1:	Résultats des analyses en spectroscopie des rayons X (EDS au MET) à partir du constituant non lamellaire (section 3.6.2.2). Les 53 analyses ont été effectuées à partir du constituant non lamellaire situé dans le coin inférieur gauche sur la figure 3.19,.....	126
Tableau A.2:	Résultats des analyses à l'aide de la microsonde à partir du constituant non lamellaire (section 3.5). Les traits doubles indiquent les différentes plages où les analyses ont été effectuées.....	128

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Schématisation de l'approche par modélisation visant à optimiser les alliages AJx (Baril et al. 2004).....	15
Figure 1.2: Courbe de fluage à trois stades, (a) $\varepsilon = f(t)$ et (b) $\dot{\varepsilon} = f(t)$ (Dickson, 1998).....	17
Figure 1.3: État de contrainte dans un assemblage boulonné.....	19
Figure 1.4: Essai de relaxation multiple (Lemaitre et Chaboche, 1994).....	21
Figure 1.5: Illustration de l'approche relaxation – fluage : (a) essais de relaxation, (b) trajectoire de fluage et (c) courbe de fluage obtenue (Lemaitre et Chaboche, 1994).....	23
Figure 1.6: Schématisation des courbes des essais de rétention aux efforts de boulonnage selon des coordonnées semi-logarithmiques (Oding et al., 1965).....	25
Figure 1.7: Courbes des essais de rétention aux efforts de boulonnage sur les alliages AMC, AZ91D et AE42 à 150°C et pour une contrainte initiale de 28kN (Sohn et al., 2000).....	29
Figure 1.8: Paramètres utilisés pour l'analyse des résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al., 2004).....	30
Figure 1.9: Effet de la composition chimique, de la température et de la contrainte initiale sur la contrainte retenue à 150°C et pour une contrainte initiale sur la capacité de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al. 2004).....	33
Figure 1.10: Effet relatif des paramètres du modèle à multivariables (Baril et al., 2004).	35

Figure 1.11: Prédiction de l'effet de la composition chimique des alliages sur la contrainte retenue après 1000 heures à 150°C et pour une contrainte initiale de 40 MPa (contrainte maximale obtenue après immersion = 50 MPa)....	36
Figure 2.1: (a) Schéma d'une coupe transversale des échantillons utilisés pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.....	37
Figure 2.1: (b) Montage utilisé pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.....	38
Figure 2.2: (a) Localisation de la région d'intérêt, (b) coupe en escalier devant l'échantillon.....	44
Figure 2.2: suite (c) dégagement de l'échantillon, (d) soudage de l'échantillon sur la grille et (e) amincissement final de l'échantillon.....	45
Figure 2.3: Schématisation de la condition 2F-1g entre deux axes de zone a) $s_g = 0$ et b) $s_g > 0$	51
Figure 2.4: Intensité calculée pour le faisceau transmis (ligne continue) et pour le faisceau diffracté (ligne discontinue) pour un cristal dont l'épaisseur augmente a) $s = 0$ et b) $s \gg 0$ (d'après Loretto, 1994).....	53
Figure 2.5: Courbes illustrant l'influence du paramètre d'absorption; a) pas d'absorption, b) $\xi_g / \xi'_g = 0.05$ et c) $\xi_g / \xi'_g = 0.1$ (d'après Loretto, 1994).....	58
Figure 2.6: Schématisation des relations entre les distances mesurées sur un cliché de diffraction et celles du microscope. (Notes de cours; Introduction aux techniques de caractérisation, Microscopie électronique en transmission, Chargé de cours : Philippe Plamondon).....	62
Figure 2.7: Efficacité de détection en fonction de l'énergie des rayons X (Dessin réalisé par l'auteur de ce mémoire).....	67
Figure 2.8: Données utilisées pour déterminer le facteur k_{AISr}	69

Figure 2.9: Taille du faisceau à la sortie de l'échantillon en fonction de l'épaisseur pour le Mg, l'Al, le Sr et le Al ₄ Sr.....	74
Figure 2.10: Mesure de la taille du faisceau incident d à l'aide de la caméra numérique, $d < 1\text{nm}$	74
Figure 3.1: Effet de la composition chimique des alliages AJ62x sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une contrainte initiale = 70 MPa et une température = 150°C.....	79
Figure 3.2: Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une contrainte initiale = 70 MPa et une température = 150°C.....	79
Figure 3.3: Le pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale après 120 heures à 150°C.....	81
Figure 3.4: Le pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale appliquée après 120 heures à 150°C.....	82
Figure 3.5: Effet de la contrainte initiale sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une composition chimique C2 _{5.6/2.5} et une température = 150°C.....	87
Figure 3.6: Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une composition chimique C2 _{5.6/2.5} et une température = 150°C.....	87
Figure 3.7 : Effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une composition chimique C2 _{5.6/2.5} et une contrainte initiale visée = 70 MPa...	90
Figure 3.8: Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une composition chimique C2 _{5.6/2.5} et une contrainte initiale visée = 70 MPa.....	91

- Figure 3.9: Micrographies optiques de l'alliage C3_{6,6/2,1} (a) brut de coulée et (b) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175°C et 90MPa.....93
- Figure 3.10: Micrographies optiques de l'alliage C2_{5,6/2,5} (a) brut de coulée et (b) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175°C et 90MPa.....94
- Figure 3.11: Images en électrons rétrodiffusés (15keV) des échantillons de composition chimique (a) C1_{5,6/2,1} ; constituant eutectique α -Mg + Al₄Sr situé aux joints de grains α -Mg et (b) C2_{5,6/2,5}; constituant lamellaire et constituant non-lamellaire situés aux joints de grains α -Mg.....96
- Figure 3.11: (suite) : Images en électrons rétrodiffusés (15keV) des échantillons de composition chimique (c) C3_{6,6/2,1} et (d) C4_{6,6/2,5}; constituant eutectique α -Mg + Al₄Sr situé aux joints de grains α -Mg.....98
- Figure 3.12: Images en électrons rétrodiffusés (15keV) de l'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} avant (a) et après (b) les essais de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175°C et 90MPa.....99
- Figure 3.13: Images en électrons rétrodiffusés (15keV) de l'alliage de composition chimique C3_{6,6/2,1} avant (a) et après (b) les essais de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175°C et 90MPa. 99
- Figure 3.14: Spectre XRD obtenu à partir de l'alliage a) C2_{5,6/2,5} et b) C3_{6,6/2,1}. Le spectre de l'alliage C2_{5,6/2,5} présente des raies non présentes sur le spectre de l'alliage C3_{6,6/2,1}.....102
- Figure 3.15: Microstructure de l'alliage AJ62 + Al_{6,5/2,1} observée au MET après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Fond clair; $\bar{B} = [0112]$ et $g = (2110)$ 106

Figure 3.16: Vue générale de l'alliage AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$ observée en STEM (fond clair) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa.	107
Figure 3.17: a) Image en STEM montrant le profil linéaire à travers le joint de grains dans l'échantillon d'alliage AJ62 + $\text{Al}_{6.5/2.1}$ et b) Profil linéaire de concentration chimique obtenu.....	110
Figure 3.18: Micrographies (STEM) indiquant les points d'analyse sur quelques lamelles de composition Al-Sr.....	111
Figure 3.19: a) Image en STEM montrant le profil linéaire à travers la matrice α -Mg et le constituant non lamellaire dans l'échantillon d'alliage AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$ et b) profil linéaire de concentration chimique obtenu.....	115
Figure 3.20: Inclinaison contrôlée sur la phase inconnue. Alliage: AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$	118
Figure 3.21: Point d'analyse pour l'inclinaison contrôlée. Alliage: AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$	119
Figure 3.22: Solution obtenue à l'aide du logiciel EMS.....	120
Figure 3.23: Taches de faible intensité observées sur le cliché de diffraction de l'axe de zone 1.....	124

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A : SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X (EDS) À PARTIR DU CONSTITUANT NON LAMELLAIRE	133
ANNEXE B : SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X (WDS) À PARTIR DU CONSTITUANT NON LAMELLAIRE	135

INTRODUCTION

L'utilisation du magnésium est fortement répandue dans l'industrie de l'automobile. Les alliages conventionnels tels les AM50 et AM60D représentent une proportion élevée de la production mondiale d'alliages de magnésium. À basse température, ces alliages possèdent de bonnes propriétés physiques et mécaniques. Leur ténacité est appréciable et ils possèdent une bonne résistance à la corrosion et aux vibrations. Ces avantages, combinés avec leur faible densité, font de ces alliages un choix intéressant pour la fabrication de pièces telles les structures de volants, les structures de tableaux de bord et les structures de sièges de voitures (ASM Handbook, vol.2).

Afin de réduire la consommation d'essence de leurs véhicules, les fabricants d'automobiles cherchent à réduire le poids de certaines composantes telles les blocs cylindres et les boîtiers de transmission. En service, la température de ces composantes atteint environ 150°C. L'alliage d'aluminium A380 possède des propriétés physiques et mécaniques adéquates pour ce type d'application (Reid, 2003).

La densité du magnésium ($1,7 \text{ g cm}^{-3}$) est environ les deux tiers de celle de l'aluminium ($2,7 \text{ g cm}^{-3}$). Cette caractéristique fait du magnésium un candidat intéressant pour la réduction de la masse des groupes motopropulseurs. Cependant, les propriétés mécaniques des alliages de magnésium conventionnels ont tendance à chuter lorsque la température en service dépasse les 120°C (Reid, 2003).

La compagnie Noranda a développé le groupe d'alliages AJ. Ces derniers présentent des propriétés physiques et mécaniques supérieures à la plupart des alliages de magnésium et comparables à celles de l'alliage A380. En effet, les alliages AJ possèdent une bonne

coulabilité, une bonne résistance à la corrosion et une bonne résistance au fluage. De plus, leur ductilité est supérieure à celle de l'alliage A380 (Pekguleryuz, 2003).

Au cours de ses travaux, Landriault (2004) avait observé la présence d'un constituant non lamellaire au joints de grains α -Mg dans les alliages AJ52x (Mg-5Al-1,8Sr). Des analyses en spectroscopie des rayons X au MET ont mené à la conclusion que la composition chimique de cette phase est $\text{Mg}_{13}\text{Al}_3\text{Sr}$. Le système cristallin de cette phase n'a cependant pas été identifié. Bien que des clichés de diffraction aient été obtenus par inclinaison contrôlée en diffraction électronique, les tentatives d'indexation n'ont pas mené à l'identification du système cristallin du constituant non lamellaire.

Le premier objectif de ce projet était d'évaluer la résistance aux efforts de boulonnage des alliages AJ62x. Pour ce faire, quatre alliages AJ62x de compositions chimiques différentes ont été étudiés à différentes températures et sous des contraintes initiales différentes. La microstructure de ces alliages a été étudiée à l'aide de trois techniques d'imagerie; soient la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission.

Le deuxième objectif de ce projet était d'identifier le système cristallin du constituant non lamellaire à l'aide de la diffraction électronique et de la diffraction des rayons X. La spectrométrie des rayons X a également été utilisée pour confirmer la composition chimique du constituant non lamellaire.

Le premier chapitre de ce mémoire présente une revue de la littérature relative aux alliages de magnésium développés pour des applications à haute température ainsi que les différentes approches existantes pour l'interprétation des résultats des essais de

rétenion aux efforts de boulonnage. Cette revue de la littérature a permis de tracer les lignes directrices du projet. Le second chapitre présente les techniques expérimentales utilisées pour la génération des résultats. Le troisième chapitre présente les résultats obtenus ainsi que leur interprétation et les conclusions du projet.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 MAGNÉSIUM ET ALLIAGES DE MAGNÉSIUM

Le magnésium est un métal très léger dont la masse volumique est de 1740 kg/m^3 , soit approximativement les $2/3$ de celle de l'aluminium. La structure cristalline du magnésium est hexagonale compacte ($c/a = 1,62$) et le diamètre d'un atome est de $0,320 \text{ nm}$ (ASM, 1999).. Il est possible de réaliser du durcissement par solution solide et de rendre les alliages de magnésium durcissables par traitements thermiques de façon similaire aux traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium (Des Matériaux, 1986).

1.1.1 Rôle des atomes en solution solide sur la résistance au fluage du magnésium

La conception des alliages résistants au fluage fait intervenir l'ajout d'autres éléments en solution solide et la précipitation de secondes phases (Physical Metallurgy and Advanced Materials, 2007). Il sera question à la section 1.1.2 du rôle des secondes phases dans la résistance au fluage des alliages.

Les atomes présents en solution solide d'insertion diffusent facilement dans la matrice. Cette diffusion s'effectue préférentiellement au pourtour des dislocations en rendant leur déplacement plus difficile (Physical Metallurgy and Advanced Materials, 2007). Le choix des éléments à utiliser pour effectuer une solution solide doit être basé sur leur point de fusion respectif. L'utilisation d'éléments ayant des points de fusion élevés va favoriser l'ancrage des dislocations à des températures plus élevées puisque leur taux de

diffusion va être plus faible. De plus, la solubilité des éléments dans la matrice doit être suffisamment élevée pour bloquer efficacement le mouvement des dislocations (Physical Metallurgy and Advanced Materials, 2007).

Par contre, il existe un nombre limité d'éléments possédant une température de fusion et une solubilité suffisamment élevée dans le magnésium pour effectuer du durcissement par solution solide. Le tableau 1 présente quelques éléments pouvant être utilisés pour effectuer du durcissement par solution solide dans le magnésium. Certains éléments tels les terres rares, le calcium et le manganèse procurent au magnésium une bonne résistance au fluage. Bien que l'aluminium et le zinc possèdent une solubilité élevée dans le magnésium, la température de fusion de ces éléments est relativement basse. Pour cette raison, l'effet de ces éléments d'additions devient moins important à mesure que la température augmente (Pekguleryuz, 2003).

Tableau 1.1 Limites de solubilité et points de fusion des éléments d'alliage (Pekguleryuz, 2003)

Élément	Limites de solubilité (% poids)	Point de fusion (°C)
Zinc	env. 2% entre 20-50°C et 6,2% à 325°C	420
Aluminium	2% à 20°C; 3% à 200°C et 12,6% à 437°C	660
Terres rares (Ce)	Négligeable à 20°C et 0,15% à 337°C	798
Calcium	Négligeable à 20°C et 0,5% à 250°C	840
Cuivre	Le Cu n'est pas soluble dans le Mg	1085
Manganèse	Négligeable à 20°C et <0,1% en dessous de 300°C	1246
Silicium	Le Si n'est pas soluble dans le Mg	1414
Yttrium	1,8-2,0% à 200°C et 6,5% à 566°C	1528
Zirconium	0,2% à 300°C et 3,5% à 654°C	1865

1.1.2 Le rôle des secondes phases sur la résistance au fluage

Comme le durcissement par solution solide, la précipitation de particules de seconde phase constitue un outil intéressant dans le développement des alliages résistants à haute température. Pour qu'elles soient efficaces, les particules de seconde phase doivent être stables d'un point de vue métallurgique et thermodynamique. Autrement, les particules finement dispersées peuvent soit se dissoudre dans la matrice ou former des particules plus grosses. Les grosses particules sont donc moins nombreuses et par conséquent moins disponibles pour empêcher le mouvement des dislocations.

L'amélioration de la résistance au fluage par la présence de particules de seconde phase peut être réalisée selon deux méthodes. La première méthode consiste à assurer la présence aux joints de grains de composés stables à haute température et insolubles dans la matrice. La seconde possibilité consiste à favoriser le durcissement secondaire par la précipitation de phases qui sont plus stables à haute température que les premières phases à précipiter. Lorsque ces dernières se dissolvent dans la matrice ou bien qu'elles forment des plus grosses particules à mesure que la température augmente, les premières assurent la résistance à la déformation. Pour être efficaces, les secondes phases à précipiter doivent posséder les caractéristiques suivantes:

- Être stoechiométriques, c'est-à-dire qu'elles doivent être situées sur une ligne verticale sur un diagramme d'équilibre,
- Posséder un point de fusion élevé,
- Demeurer insolubles dans la matrice avec l'augmentation de la température et ne pas précipiter par vieillissement à partir de la matrice,
- Être cohérentes avec la matrice.

Selon Blum et al. (1998) la déformation aux joints de grains α -Mg constitue un mécanisme de fluage prédominant dans la gamme de contraintes et de températures (jusqu'à 200°C) associée à des applications telles que des groupes motopropulseurs. Les sections qui suivent présentent un historique du développement des alliages de magnésium dans le but d'utiliser ces derniers dans des applications à haute température.

1.1.3 Effet des éléments d'alliage

1.1.3.1 Alliages Mg-Al-Zn

L'aluminium et le zinc sont les premiers éléments d'addition à avoir été utilisés dans la conception des alliages de magnésium. Les alliages Mg-Al-Zn ont été fortement utilisés dans les années 1914 à 1918 en Allemagne. Le principal désavantage de ces alliages était qu'ils souffraient de problèmes de corrosion lorsqu'ils étaient utilisés en milieux humides (Luo et Pekguleryuz, 1994). Selon Wei (1990), la résistance à la corrosion des alliages Mg-Al-Zn a été améliorée en 1925 par l'ajout de faibles quantités de manganèse. Les alliages Mg-Al-Mn (avec ou sans zinc) sont généralement utilisés pour des applications à température ambiante telles que des boîtiers d'ordinateurs, des châssis de siège de voiture ou des panneaux d'instruments (Luo et Pekguleryuz, 1994). Les alliages fréquemment utilisés sont par exemple l'alliage AZ91 (Mg-9%; Al-0,7%; Zn-0,2%; Mn) et l'alliage AM60 (Mg-6%; Al-0,2%; Mn). Ces derniers constituent approximativement 90% de l'utilisation des alliages de magnésium pour des applications structurales (Luo et Pekguleryuz, 1994). Par contre, à des températures supérieures à 120°C, les propriétés mécaniques de ces alliages deviennent généralement insuffisantes pour ces applications (Emley, 1966). Par contre, Sohn et al. (2000) ont découvert que la résistance au fluage et aux efforts de boulonnage de l'alliage AM50 pouvaient être améliorée de façon significative avec des additions de calcium jusqu'à 0.88% (massique). La présence aux joints de grains α -Mg du composé stable à haute

température Al_2Ca serait responsable de l'amélioration des propriétés à haute température (Sohn et al., 2000).

Selon Fillippov (1960), l'ajout de calcium aux alliages Mg-Al-Zn favorise une augmentation de leur résistance à la traction et de leur résistance au fluage à hautes températures sans nuire à leur résistance à la corrosion. Par exemple, l'alliage ZA102 (Mg - 10%; Zn - 2%; Al - 0,7%; Mn - 0,3%; Ca) est connu pour être résistant au fluage jusqu'à 177°C.

1.1.3.2 Alliages contenant du zirconium

Grâce à des additions de zirconium, il est possible d'obtenir un affinement de la taille de grain des alliages de magnésium contenant des éléments d'addition tels que: le Zn, des terres rares, l'Ag et le Th (Luo et Pekguleryuz, 1994). Cette découverte a mené à la fin des années 1930 au développement d'une nouvelle série d'alliages destinés à des applications à haute température. Ces alliages pouvaient être coulés autant dans des moules de sable que dans des moules permanents. Les propriétés à haute température de ces alliages de magnésium étaient optimales lorsque les terres rares et le Th étaient utilisés comme élément d'addition. L'yttrium a par la suite été utilisé comme élément d'addition principal dans ces alliages (Luo et Pekguleryuz, 1994).

Les propriétés en traction à température ambiante des alliages Mg-RE-Zr peuvent être améliorées significativement en ajoutant du zinc jusqu'à une teneur de 3% sans pour autant altérer les propriétés à température élevée. Ainsi, les alliages Mg-RE-Zr ont été remplacés au dépend des alliages quaternaires contenant du Zn (Luo et Pekguleryuz, 1994). Les alliages EZ33 (Mg-33% RE-2,7% Zn-0,6% Zr) et ZE41 (Mg-4,2% Zn-1,2%

RE-,7% Zr) sont des exemples d'alliages qui ont permis d'obtenir des propriétés mécaniques maximales. En plus de conserver des bonnes propriétés jusqu'à 250°C, l'alliage EZ33 possède une bonne coulabilité permettant de l'utiliser pour des applications à température ambiante lorsqu'il est nécessaire d'obtenir des parois minces (Emley, 1966).

Bien que les alliages quaternaires contenant des terres rares peuvent être utilisés pour des applications jusqu'à 250°C, d'autres alliages ont été développés en substituant les terres rares par du thorium. Cela a permis d'obtenir des alliages pouvant être utilisés pour des applications allant jusqu'à 370°C. Les alliages HK31 (Mg-3,3% Th-0,7% Zr) et HZ32 (Mg-3,3 Th-2,1 Zn-0,7 Zr) ont été utilisés entre autre dans la fabrication de missiles et de composantes de navettes spatiales (King et al., 1991).

Les propriétés mécaniques à température ambiante des alliages contenant du zirconium peuvent être améliorées par des ajouts d'argent (Payne et Bailey, 1959-60). De plus, l'ajout d'argent a pour effet d'accroître la résistance à haute température de ces alliages lorsqu'il est fait parallèlement aux ajouts de thorium et de terres rares (Payne et Bailey, 1959-60). Le coût élevé de ces alliages du à la présence de l'argent comme élément d'addition a cependant limité leur domaine d'application à l'industrie de l'aéronautique (Duffy, 1991).

La solubilité de l'yttrium dans le magnésium est de 12%. Cette solubilité diminue avec la température. Cela permet d'accroître les propriétés mécaniques en effectuant du durcissement par précipitation (Luo et Pekguleryuz, 1994). L'utilisation de l'yttrium comme élément d'addition dans les alliages Mg-Zr permet d'obtenir des bonnes propriétés à des températures allant jusqu'à 300 °C (Duffy, 1991; Foerster et Clark, 1968; Morgan et Mordike, 1981). Toutefois, il a été démontré que lorsqu'ils sont exposés à une température de 200 °C pour des périodes variant entre 1000 et 2000

heures, la ductilité des alliages WE54 (Mg - 5,2%; Y - 3%; RE - 0,7%; Zr) diminue en dessous de 2% d'élongation (Duffy, 1991). Ces alliages sont utilisés pour des applications qui ne requièrent pas une ductilité élevée et où les temps d'exposition à haute température sont faibles; les boîtiers de moteurs de course par exemple (Luo et Pekguleryuz, 1994).

1.1.3.3 Alliages Mg-Al-Si

Les alliages AS (Mg-Al-Si) possèdent une résistance au fluage supérieure à celle des alliages de magnésium les plus utilisés, soient AZ (Mg-Al-Zn) et AM (Mg-Al-Mn) (Dargusch et al, 2004). Cette résistance supérieure au fluage est due principalement à une teneur moins élevée en aluminium dans les alliages AS21 et AS41. De plus, la microstructure de ces alliages se caractérise par la présence du composé Mg_2Si situé aux joints de grains α -Mg. Le composé Mg_2Si est stable à haute température ($T_f = 1085^\circ C$). Cette propriété permet selon Dargusch et al.(2004), d'ancrer les grains α -Mg lorsque l'alliage est soumis à une contrainte à température élevée.

Dargusch et al.(2004) ont observé que la morphologie des particules de Mg_2Si varie en fonction de la teneur en silicium dans les alliages AS. En effet, pour des teneurs en silicium allant jusqu'à 1,14% (poids), les particules de Mg_2Si adoptent une morphologie en "Chinese Script". Toutefois, pour des teneurs en silicium plus élevées que le point eutectique (α - Mg_2Si), soit 1,4% (poids), les particules adoptent une morphologie plus grossière (Dargusch et al, 2004). Des ajouts en silicium jusqu'à 2,64% (poids) auraient pour effet d'accroître significativement la résistance au fluage des alliages AS (Dargusch et al, 2004).

1.1.3.4 Alliages Mg-Al-RE

Foerster (1972-73) a rapporté au début des années 1970 que l'ajout d'environ 1% de terres rares (RE) aux alliages Mg-Al avait un effet encore plus important sur la résistance au fluage que l'utilisation du silicium. L'amélioration des propriétés à haute température est d'autant plus importante lorsque la teneur en aluminium est faible.

Bettles et al. (2003) ont rapporté que l'alliage de magnésium coulé en sable, AMC-CS1, possède des propriétés à haute température similaires à celles de l'alliage d'aluminium A319 dans la gamme de températures variant entre 150 et 177°C. L'alliage AMC-CS1 contient des terres rares et a été développé pour effectuer du durcissement structural en condition T6. Selon Bettles et al. (2003), la résistance élevée au fluage et à la rétention aux efforts de boulonnage de cet alliage serait causée par la présence d'un composé intermétallique stable aux joints de grains α -Mg. La stœchiométrie de ce composé serait d'environ $\text{Mg}_{12}(\text{La}_{0,43}\text{Ce}_{0,57})$.

1.1.3.5 Alliages contenant du calcium

Bien qu'ils soient performants dans des applications à haute température, les alliages contenant des terres rares demeurent coûteux pour des applications telles que des boîtiers de moteur ou de transmission d'automobile. Pour cette raison, certains chercheurs ont travaillé à développer des alliages contenant des alcalino-terreux tels le calcium et le strontium (Pekguleryuz et Avedesian, 1992). Certains alliages contenant du calcium tels le Mg-5Al-0,6Ca et le Mg-5Al-0,8Ca possèdent des résistances au fluage équivalente ou même supérieures à celle de l'alliage AE (Mg-Al-RE) (Pekguleryuz et Baril, 2001). Cette bonne résistance au fluage serait attribuée à la présence de la phase

Al_2Ca aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$. La phase Al_2Ca est stable à haute température (température de fusion de 1079°C) et sa présence aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$ empêche la sursaturation en aluminium dans les grains $\alpha\text{-Mg}$ et par conséquent, elle empêche la précipitation de la phase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$. (Pekguleryuz et Luo, 1996). La présence de la phase Al_2Ca a été identifiée comme étant un élément négatif sur la résistance du fluage des alliages de magnésium puisqu'elle possède un point de fusion peu élevé (Pekguleryuz et Luo, 1996). Les alliages de magnésium contenant du calcium conservent des bonnes propriétés mécaniques à haute température (150°C).

1.1.3.6 Alliages Mg-Al-Sr

Le développement des alliages Mg-Al-Sr s'est fait dans le but de remplacer les alliages contenant des terres rares. L'alliage Mg-5Al-2Sr (AJ52x) est le premier alliage qui fut développé dans la gamme d'alliages Mg-Al-Sr. Les travaux effectués avec cet alliage ont démontré qu'il possède une résistance supérieure au fluage, d'excellentes propriétés à haute température et une bonne coulabilité lorsque les paramètres adéquats sont utilisés. De plus, les résultats des travaux de recherche suggèrent que la résistance au fluage des alliages AJ52x serait due à une faible teneur en aluminium dans les grains $\alpha\text{-Mg}$ et à l'absence de la phase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (Baril et al. 2003). Cela serait dû à la précipitation aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$ de phases riches en aluminium et en strontium (Baril et al. 2003). Le strontium aurait donc un effet similaire à celui du calcium dans les alliages AM50 en permettant la précipitation aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$ de phases qui empêchent la précipitation de particules de $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.

Deux phases différentes ont été identifiées aux joints de grains α -Mg dans les alliages AJ52x. La première phase correspond au constituant eutectique lamellaire Al_4Sr tandis que la composition chimique de la seconde phase serait $\text{Mg}_{13}\text{Al}_3\text{Sr}$. Cependant, ce constituant n'est pas lamellaire (Baril et al., 2003). Landriault (2004) a démontré que la structure cristalline du constituant non lamellaire n'est pas cubique.

Pekguleryuz et al. (2003) ont étudié d'autres alliages Mg-Al-Sr tels que AJ62x et AJ62Lx. Tel qu'il est indiqué dans le tableau 2, la version AJ62Lx de l'alliage AJ62x possède une teneur moyenne en strontium (1,7 – 2,2% poids) inférieure à celle de l'alliage AJ62x (2,0 – 2,4% poids). La fraction volumique de l'eutectique Al_4Sr - $\alpha(\text{Mg})$ dans l'alliage AJ62Lx est inférieure à celle de l'alliage AJ62x. Pour cette raison, la sursaturation en aluminium dans l'alliage AJ62Lx est plus élevée que celle de l'alliage AJ62x. Cela confère à l'alliage AJ62Lx une moins bonne résistance au fluage Pekguleryuz et al. (2003). Par contre, la teneur plus élevée en aluminium en solution solide dans l'alliage AJ62Lx procure à ce dernier une bonne résistance à la traction ainsi qu'une bonne ductilité (Pekguleryuz et al., 2003). Il existe donc un compromis intéressant entre ces deux alliages pour différents domaines d'application. Les alliages AJ62x sont recommandés pour des applications à haute température comme des composantes de groupes motopropulseurs tandis que l'alliage AJ62Lx est plutôt recommandé pour des applications qui requièrent une résistance au fluage moins élevée. Pekguleryuz et al (2003) mentionne le développement d'un alliage AJx avec une teneur en aluminium d'environ 7 à 8% (poids). Cet alliage (AJ7/8) serait destiné à des applications qui requièrent une résistance au fluage moins élevée par rapport à celles des alliages AJ52x et AJ62x. L'avantage de l'alliage AJ7/8 par rapport aux autres alliages AJx se situe au niveau de sa coulabilité exceptionnelle et ses propriétés mécaniques élevées.

Tableau 1.2 Composition chimique des alliages AJ (Pekguleryuz et al., 2003).

Alliage	Al% (massique)	Sr% (massique)	Commentaires
AJ62x	5,6 - 6,4	2,0 - 2,4	Résistance supérieure au fluage, bonne coulabilité et excellente résistance à la corrosion
AJ62Lx	5,6 - 6,4	1,7 - 2,2	Résistance élevée au fluage, bonne coulabilité, ductilité élevée et excellente résistance à la corrosion
AJ52x	4,5 - 5,5	1,7 - 2,3	Résistance supérieure au fluage, coulabilité acceptable et excellente résistance à la corrosion (première composition)
AJ7/8xx	x	x	Résistance au fluage modérée (visée), coulabilité exceptionnelle, ductilité et résistance élevée (composition future)

1.1.3.6.1 Optimisation des propriétés des alliages AJx

Baril et al. (2004) ont conçu un outil analytique servant à optimiser la composition chimique des alliages AJx dans le but de les utiliser dans la fabrication de blocs-cylindres dont la mise en forme est réalisée par coulée sous pression. L'objectif de cette approche, telle que schématisée à la figure 1.1, est d'identifier les teneurs limites en aluminium et en strontium qui permettent d'effectuer adéquatement la mise en forme par coulée sous pression des blocs-cylindres et d'obtenir des propriétés optimales à haute température.

Cette approche est conçue à partir d'une technique de régression et vise à modéliser l'effet de certains paramètres sur les propriétés du matériau. Tel que mentionné à la section 1.1.3.6, la microstructure des alliages AJx est fortement influencée par leur

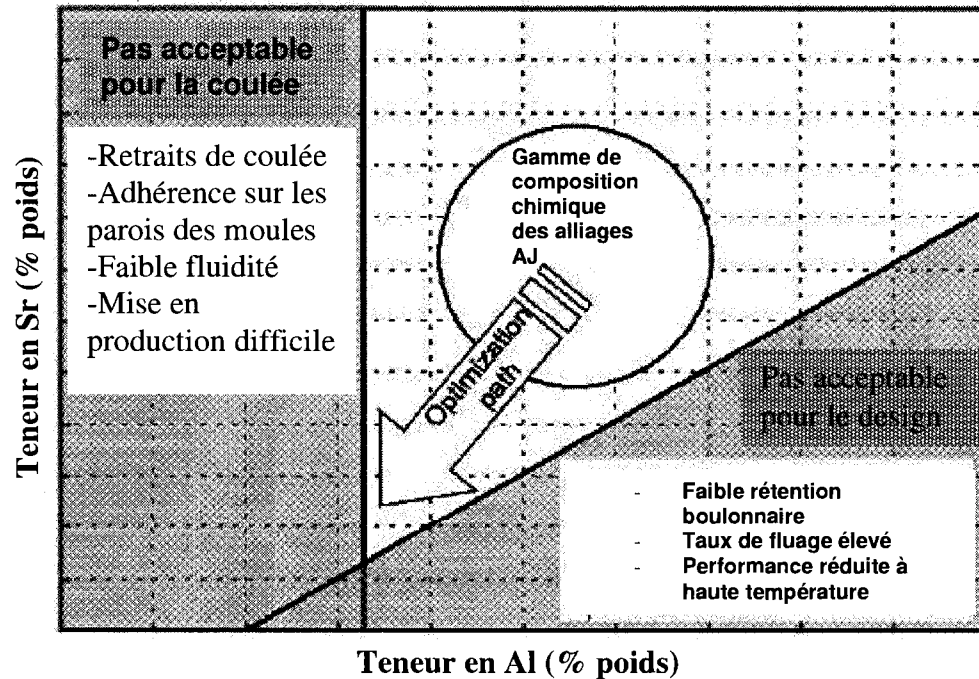


Figure 1.1 Schématisation de l'approche par modélisation visant à optimiser les alliages AJx (Baril et al. 2004). Plus de détails sont donnés à la section 1.1.6.1.3.2.

teneur en aluminium et en strontium. Par conséquent, la composition chimique des alliages AJx conditionne leurs propriétés mécaniques. Cette approche a été utilisée entre autre pour modéliser l'effet de la teneur en Al et en Sr sur la limite élastique, la résistance mécanique et la résistance aux efforts de boulonnage. La section 1.1.5.1.4 de ce mémoire présente plus en détail la démarche qui vise à modéliser la résistance aux efforts de boulonnage en fonction de la composition chimique, de la température et de la contrainte initiale.

1.1.4 Notions théoriques sur le fluage

Les mécanismes qui conditionnent les propriétés mécaniques d'un matériau à température ambiante sont généralement différents de ceux observés à haute température. Lorsque la température augmente, la résistance du matériau devient fonction du temps et une contrainte qui n'entraînait pas de déformation à température ambiante va entraîner une déformation lente et continue avec le temps. Ce phénomène est appelé fluage. Ici, la déformation ne dépend pas uniquement de la contrainte mais aussi du temps et de la température.

Trois types de fluage peuvent survenir selon la température et la contrainte auxquelles un matériau est soumis, soient le fluage logarithmique, le fluage restauration et le fluage visqueux. Le fluage restauration est le plus fréquemment observé dans les applications courantes telles que des composantes de groupes motopropulseurs (*Pekguleryuz, 2003*).

Le fluage restauration se produit à des températures relativement élevées pour permettre aux mécanismes de restauration de se produire, soit $T > 0,5T_f$ où T_f est la température de fusion du matériau. De plus, ce type de fluage devient actif lorsque la contrainte appliquée se situe dans la gamme $10^{-4} < \sigma/\mu < 10^{-2}$ où σ est la contrainte appliquée et μ est le module de cisaillement. Les mécanismes qui régissent le fluage restauration sont principalement le glissement dévié des dislocations et la diffusion des lacunes pour permettre aux dislocations surmonter les obstacles. Ce type de fluage est donc très sensible à la température et à la contrainte appliquée. Un concept a suggéré par Orowan veut qu'il y ait un équilibre entre le taux de consolidation et le taux de restauration dans le matériau.

Ce concept est décrit de la façon suivante :

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

où le premier et le second terme correspondent au taux de consolidation et de restauration respectivement (Meyers et Chawla, 1984).

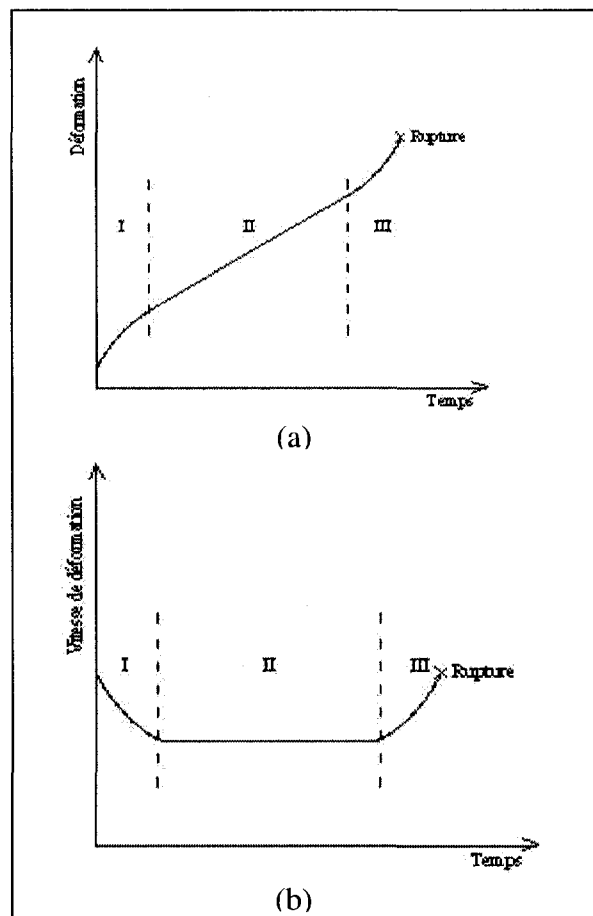


Figure 1.2 Courbe de fluage à trois stades, (a) $\varepsilon = f(t)$ et (b) $\dot{\varepsilon} = f(t)$ (Dickson, 1998).

Selon Dickson (1998), le fluage peut être décrit par une courbe à trois stades telle qu'illustrée à la figure 2. Le premier stade de la courbe correspond au fluage transitoire où la vitesse de fluage diminue progressivement jusqu'à atteindre une valeur constante au début du deuxième stade. La diminution de la vitesse de déformation est associée au fait que la densité et l'arrangement des dislocations tendent vers un équilibre pour une température et une contrainte appliquée donnée. Par contre, dans le cas d'un métal recuit, la vitesse de fluage diminue puisque le taux de consolidation est plus élevé que le taux de restauration. Il s'agit du stade I, dit normal (Dickson, 1998).

Le second stade sur la courbe correspond au fluage à l'état stationnaire. Ce stade II correspond à une évolution linéaire de la déformation totale en fonction du temps et où la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) peut être décrite par une loi de puissance comme suit :

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

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

La figure 1.2 montre que la vitesse de fluage augmente au cours du troisième stade. Ce phénomène est généralement associé à la formation de cavités ou de microfissures. L'apparition d'une striction va aussi favoriser une augmentation de la vitesse de fluage. Ces changements structuraux entraînent la rupture du matériau (Dickson, 1998).

1.1.5 Essai de rétention aux efforts de boulonnage

Le fluage est généralement étudié en effectuant des essais de fluage à charge constante ou à contrainte constante. En ingénierie, on effectue généralement les essais à charge constante tandis que les essais à contrainte constante sont habituellement favorisés en recherche fondamentale (Dickson, 1998).

Dans certains domaines d'application, un matériau peut être contraint de se déformer lorsqu'il est soumis à une contrainte. Par conséquent, ce matériau peut subir du fluage avec peu ou pas de changement dimensionnel. C'est le cas par exemple d'un assemblage de boîtier de moteur d'automobile. Lorsque l'assemblage est boulonné, les boulons subissent une contrainte de tension tandis que le matériau situé entre les boulons est soumis à une contrainte de compression. La figure 1.3 illustre cet état de contrainte.

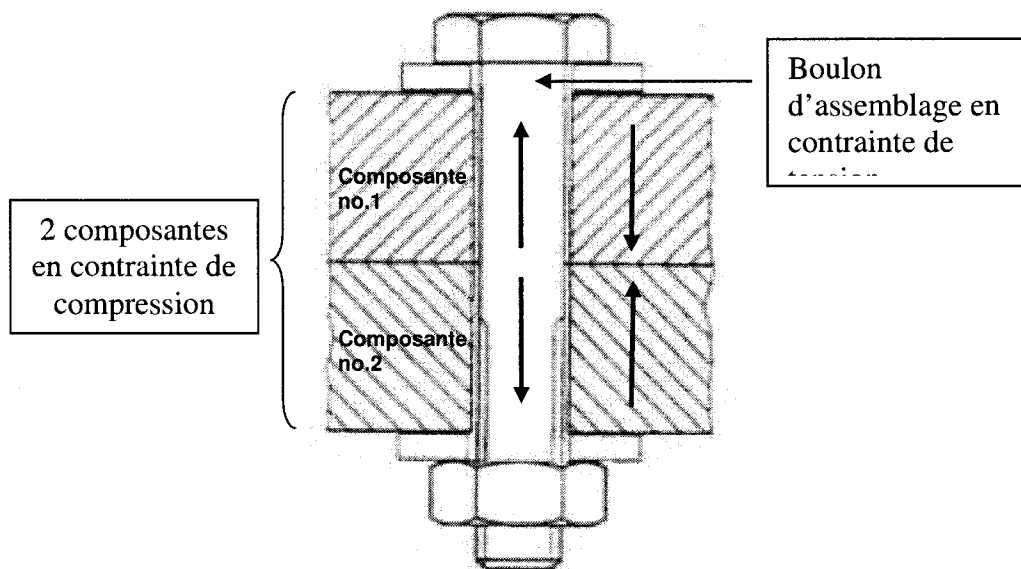


Figure 1.3 État de contrainte dans un assemblage boulonné.

Dans ce cas, les boulons vont subir une déformation élastique en tension selon la loi de Hooke :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \quad (1.3)$$

où σ et E sont la contrainte appliquée et le module d'Young respectivement. Le matériau situé entre les boulons va quant à lui subir une déformation en compression selon l'équation 1.3.

Lorsque la température augmente, les matériaux de l'assemblage tendent à se déformer selon leur coefficient de dilatation linéique respectif. Cependant, si le coefficient d'expansion thermique du matériau du boîtier de moteur est plus élevé que celui des boulons, ces derniers vont empêcher la déformation du matériau situé entre les boulons. Par conséquent, il va y avoir une augmentation de la contrainte en compression dans cette région. C'est le cas par exemple d'un boîtier de moteur en alliage de magnésium fixé avec des boulons en acier. Le coefficient de dilatation linéique du magnésium étant plus élevé que celui de l'acier ($25,2 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ et $11,8 \times 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ pour le Mg et le Fe respectivement (Des Matériaux, 1986)), la région située entre les boulons est contrainte de se déformer lorsque la température augmente. Si la température et la contrainte sont suffisamment élevées, le matériau situé entre les boulons va subir du fluage mais puisque la déformation totale est maintenue constante, une portion de la déformation élastique va se transformer en déformation plastique irréversible. Cet état de contrainte peut être représenté par un essai de fluage à déformation constante communément appelé essai de rétention aux efforts de boulonnage.

Lemaitre et Chaboche (1994) ont établi une approche qui permet d'obtenir une relation entre les essais de fluage et les essais de rétention aux efforts de boulonnage. Cette

approche repose sur l'hypothèse que le matériau répond à une loi viscoplastique avec un durcissement isotropique du type :

$$\sigma = f\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p\right) \quad (1.4)$$

en tension où ε_p est la déformation plastique et $\dot{\varepsilon}_p$ (s^{-1}) la vitesse de déformation plastique. Pour construire une courbe de fluage $\varepsilon(t)$ pour une contrainte σ^* et une température T^* données, il faut réaliser un essai de relaxation multiple de façon à ce que chacune des relaxations atteigne une contrainte σ^* (figure 1.4).

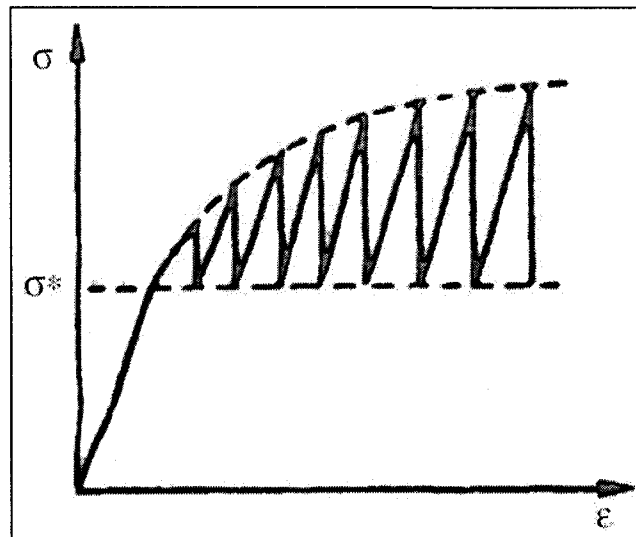


Figure 1.4 Essai de relaxation multiple (Lemaitre et Chaboche, 1994).

À tous les points de la courbe où $\sigma = \sigma^*$:

$$\varepsilon_p = \varepsilon - (\sigma^*)/E \quad (1.5)$$

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\sigma}(\sigma^*)/E \quad (1.6)$$

Les équations 1.5 et 1.6 s'appliquent également pour les essais de fluage à contrainte constante $\sigma = \sigma^*$. Il est donc possible de tracer la trajectoire de l'essai de fluage $\dot{\varepsilon}_p = g(\varepsilon_p)$. On obtient ainsi la courbe de fluage $\varepsilon_p(t)$ où :

$$t = \int_{\varepsilon_{p0}}^{\varepsilon_p} \frac{1}{g(\varepsilon_p)} d\varepsilon_p \quad (1.7)$$

avec la condition initiale $\varepsilon_p(t=0) = \varepsilon_{p0}$. Le cheminement de cette approche est illustré à la figure 1.5. Cependant cette approche n'a pas été utilisée dans le cadre de ce projet. Les sections qui suivent présentent des approches pratiques utilisées par certains auteurs et qui ont été utilisées pour caractériser les résultats obtenus dans ce projet.

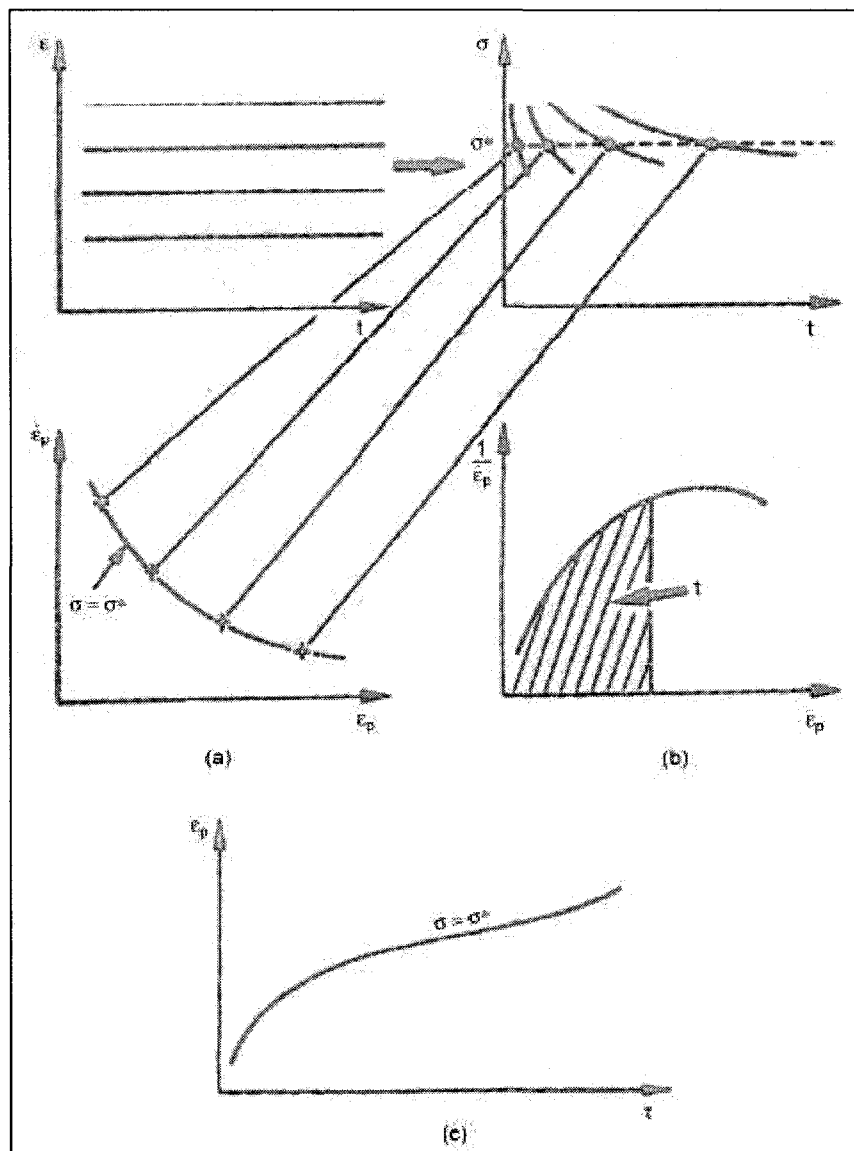


Figure 1.5 Illustration de l'approche relaxation – fluage : (a) essais de relaxation, (b) trajectoire de fluage et (c) courbe de fluage obtenue (Lemaitre et Chaboche, 1994).

1.1.5.1 Interprétation des résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage

1.1.5.1.1 Approche de Oding et al.

Certains chercheurs ont établi des modèles pour interpréter les résultats obtenus lors des essais de rétention aux efforts de boulonnage. Les résultats des essais sont généralement présentés sous la forme de la charge dans le boulon en fonction du temps. Oding et al. (1965), ont montré que les courbes obtenues pouvaient être divisées en trois stades. Le premier stade (stade I) correspond à une augmentation instantanée de la contrainte causée par la dilatation thermique du matériau étudié lorsque ce dernier est submergé dans le bain d'huile à la température de l'essai. Le second stade (stade II) est caractérisé par une chute rapide de la contrainte tandis que cette dernière diminue de façon graduelle au cours du troisième stade (stade III). Oding et al. ont montré que le stade (III) est linéaire lorsque les résultats sont présentés selon une échelle semi-logarithmique (figure 1.6).

Selon Oding et al. (1965), la relaxation des contraintes est gouvernée par deux phénomènes agissant simultanément selon des mécanismes distincts, soient la déformation aux joints de grains et la déformation dans le volume des grains. D'après ce modèle, le stade II est associé à la déformation aux joints de grains tandis que le stade III est associé à l'activité des dislocations dans le volume des grains.

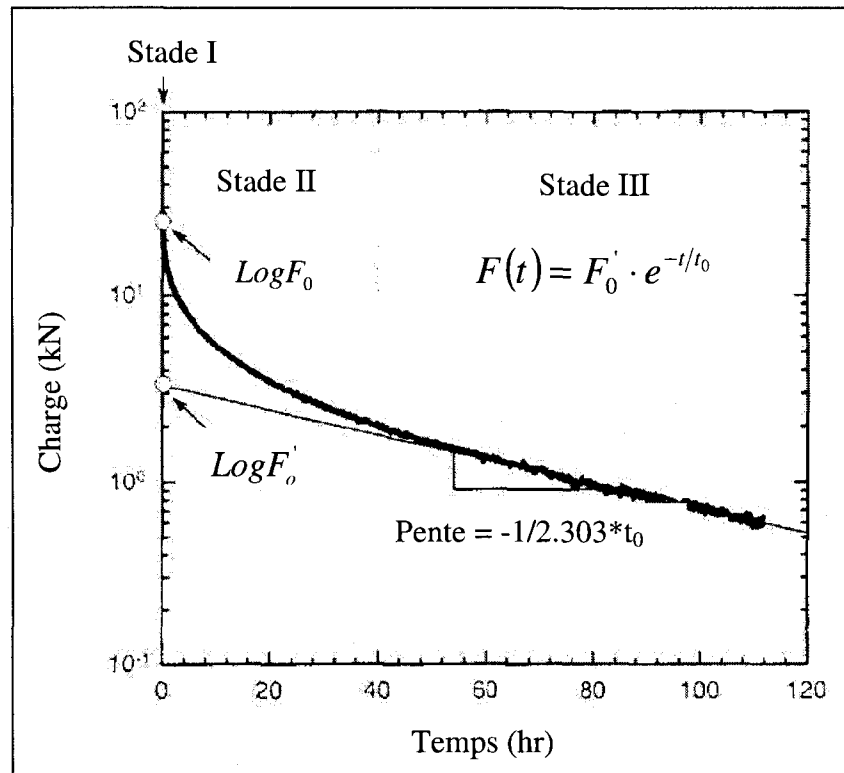


Figure 1.6 Schématisation des courbes des essais de rétention aux efforts de boulonnage selon des coordonnées semi-logarithmiques (Oding et al., 1965).

Le stade II de la courbe peut être défini de la façon suivante :

$$k_0 = \frac{F_0'}{F_0} \quad (1.8)$$

où F_0 est la charge initiale. La constante k_0 est une mesure de la perte de charge au cours du stade II. Cette perte de charge est associée à une déformation aux joints de grains et représente la résistance des joints de grains à la relaxation des contraintes.

Le stade III de la courbe (figure 1.6) peut être exprimé selon l'équation suivante :

$$\text{Log}F(t) = \text{Log}F_0' - t/2.303t_0 \quad (1.9)$$

où

$$F(t) = F_0' \cdot e^{-t/t_0} \quad (1.10)$$

où t est le temps et F_0' et t_0 sont des paramètres qui dépendent du matériau et des conditions de relaxation des contraintes. La constante t_0 peut être estimée à partir de la pente de la droite (figure 1.6). Selon Oding et al., la constante t_0 croît avec une augmentation de la résistance des grains à se déformer dans le volume.

1.1.5.1.2 Essais de rétention aux efforts de boulonnage sur les alliages AM50

Dans leur travaux sur les alliages AM50, Sohn et al. (Sohn et al., 2000) ont utilisé la méthode de Oding et al (1965) pour interpréter les résultats qu'ils ont obtenus à partir des essais de rétention aux efforts de boulonnage. L'objectif de leurs travaux était d'évaluer l'effet du calcium sur le fluage et la rétention aux efforts de boulonnage des alliages AM50 (Sohn et al., 2000). Ils ont étudié des alliages AM50 avec 0, 0.25, 0.56 et 0.88% (poids) de calcium respectivement. Le tableau 1.3 résume la composition chimique de ces alliages. À titre de comparaison, ils ont aussi étudié le comportement des alliages AE42 et AZ91D. Les paramètres k_0 et t_0 définis à la 1.1.5.1.1 sont donnés dans le tableau 1.4.

Les résultats qu'ils ont obtenus montrent qu'une augmentation de la teneur en calcium dans les alliages AM50 a pour effet de réduire significativement la perte de charge initiale dans le stade I (paramètre k_0) (Sohn et al., 2000). Les paramètres t_0 , obtenus à partir de la pente de la droite du stade III (1.10), indiquent qu'une augmentation de la teneur en calcium dans les alliages AM50 contribue à réduire le taux de réduction de la contrainte au cours du stade III. Basé sur la théorie de Oding et al. (1965), la présence du calcium dans les alliages AM50 aurait pour effet de réduire la déformation des grains et la déformation aux joints de grains. Les deux phénomènes étant mesurés par les paramètres t_0 et k_0 respectivement (Sohn et al., 2000). Dans le cas présent, la présence du composé Al_2Ca aux joints de grains α -Mg serait responsable de la diminution de la chute initiale de contrainte (k_0) (Sohn et al., 2000). Les résultats de Sohn et al. (2000) indiquent qu'un ajout de calcium de 0,88% (poids) aux alliages AM50 permet d'obtenir des performances supérieures à celles de l'alliage AE42 (figure 1.7).

Tableau 1.3 Composition chimique des alliages étudiés (Sohn et al., 2000).

Alliage	Composition (% poids)								
	Ca	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni	Mg
AM50	0,001	4,50	0,007	0,30	0,007	0,004	0,003	0,001	Bal.
AMC5003	0,25	4,40	0,007	0,32	0,095	0,005	0,007	0,001	Bal.
AMC5006	0,56	4,40	0,007	0,32	0,010	0,004	0,022	0,001	Bal.
AMC5009	0,88	4,60	0,008	0,33	0,008	0,005	0,012	0,001	Bal.

Tableau 1.4 Constantes k_0 et t_0 pour les alliages AMC testés à 150°C et pour une contrainte initiale appliquée de 28kN (Sohn et al., 2000).

Alliage	$k_0 (F_0 / F_0)$	t_0
AM50	0,42	403
AMC5003	0,52	525
AMC5006	0,60	802
AMC5009	0,67	1236
AE42*	0,61	1453
AZ91D	0,23	153

1.1.5.1.3 Essais de rétention aux efforts de boulonnage sur les alliages AJx

Dans leurs travaux, Baril et al. (2004) ont utilisé une approche similaire à celle de Oding et al. (1965) pour interpréter les résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage. Ces essais ont été effectués sur les alliages AJ52x, AJ53x, AJ62x et AJ73x. Cette approche consiste à tracer le logarithme népérien de la contrainte en fonction du temps (figure 1.8).

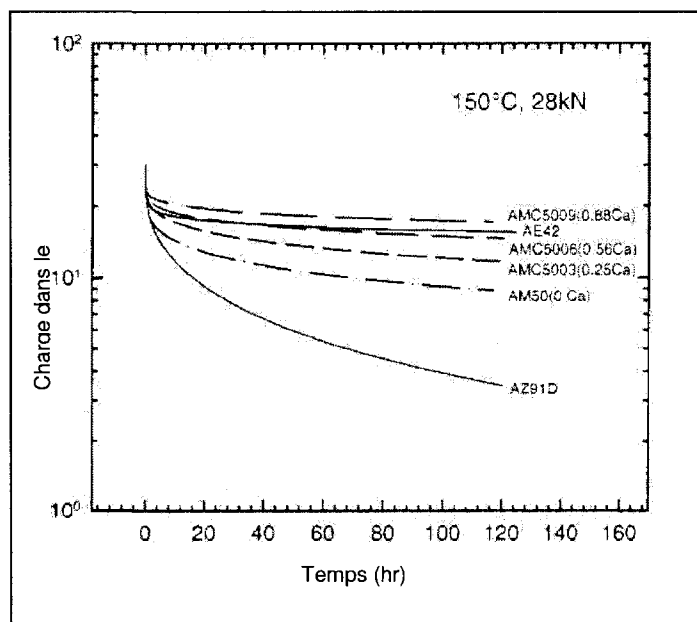


Figure 1.7 Courbes des essais de rétention aux efforts de boulonnage sur les alliages AMC, AZ91D et AE42 à 150°C et pour une contrainte initiale de 28kN (Sohn et al., 2000).

La courbe obtenue est caractérisée par quatre paramètres. Le premier paramètre correspond à la contrainte maximale atteinte. Comme pour l'approche de Oding et al.

(1965), cette contrainte est obtenue suite à l'immersion de l'échantillon dans le bain d'huile et correspond à la contrainte maximale visée. Le second paramètre (k_0) caractérise la chute initiale rapide de la contrainte et est exprimé par le ratio de la contrainte (σ') via la contrainte maximale (σ_0). La contrainte (σ') est obtenue en faisant une extrapolation de la partie linéaire de la courbe sur l'axe des ordonnées. Le troisième paramètre est déterminé par la pente de la partie linéaire de la courbe et correspond au taux de réduction de la contrainte. Finalement, la courbe est caractérisée par la contrainte retenue au temps final, c'est-à-dire lorsque l'essai est terminé.

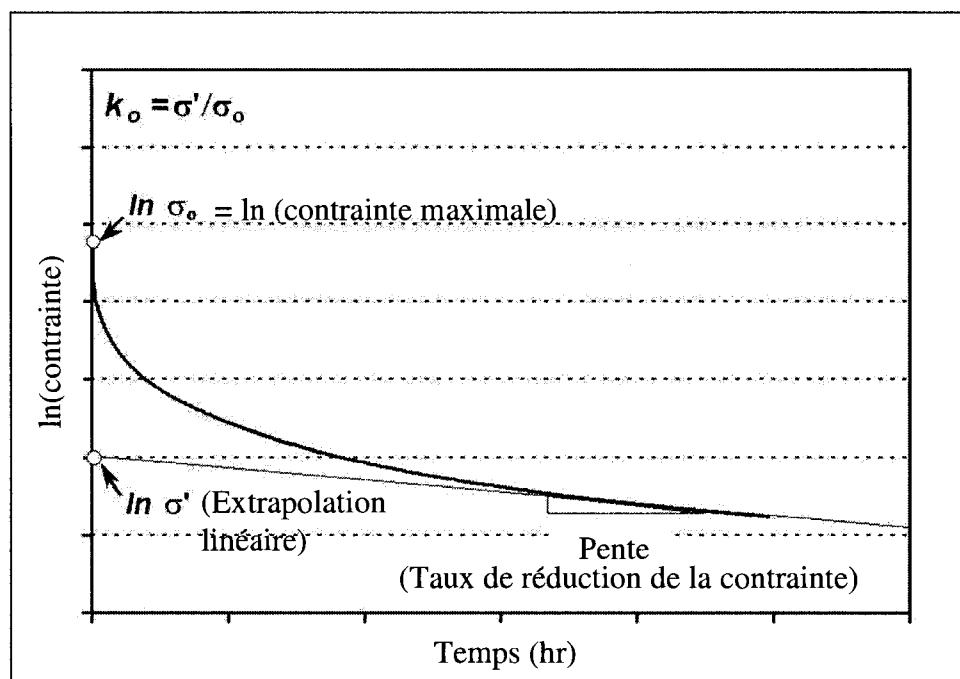


Figure 1.8 Paramètres utilisés pour l'analyse des résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al., 2004).

Baril et al. (2004) ont effectué des essais de rétention aux efforts de boulonnage sur des alliages AJ afin de vérifier l'effet de leur composition chimique, de la température et de la contrainte initiale appliquée. Les essais ont été réalisés à 120, 150 et 175°C et à des contraintes initiales de 40, 60 et 80 MPa. Le tableau 1.5 présente des compositions chimiques typiques des alliages étudiés.

La figure 1.9 (a) montre l'effet de la composition chimique des alliages et les paramètres t_0 et k_0 sont donnés dans le tableau 1.6. Les alliages AJ53x et AJ52x ont subi la plus faible chute initiale de la contrainte (k_0) et le taux de réduction de la contrainte le moins élevé. En contrepartie, l'alliage AJ62Lx montre la chute initiale de la contrainte et le taux de réduction de la contrainte les plus élevés. Les performances des alliages AJ62x et AJ73x se situent à mi chemin entre celles des alliages précédents (Baril et al. 2004).

Tableau 1.5 Composition chimique des alliages AJx (Baril et al. 2004)

Alliage	Al (% poids)	Sr (% poids)
AJ52x	5,35	2,25
AJ53x	5,41	3,10
AJ62x-1	5,70	2,15
AJ52x-2	6,01	2,38
AJ62Lx	6,46	2,14
AJ73x	7,15	2,82

Tableau 1.6 Effet de la composition chimique, de la contrainte initiale et de la température sur les résultats de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al. 2004)

Alliage	Contrainte initiale (MPa)	Température (°C)	Contrainte retenue après 1000hrs (MPa)	K ₀	Pente
AJ52x	60	150	49,4	0,717	-2,143e-5
AJ53x	60	150	51,9	0,779	-2,336e-5
AJ62x-2	60	120	43,8	0,676	-2,686e-5
AJ62x-2	60	150	42,0	0,701	-4,151e-5
AJ62x-2	60	175	28,2	0,443	-7,804e-5
AJ62Lx	60	150	31,8	0,535	-6,612e-5
AJ73x	60	150	37,5	0,635	-6,127e-5
AJ62x-1	40	150	35,5	0,768	-3,231e-5
AJ62x-1	60	150	41,4	0,642	-3,305e-5
AJ62x-1	80	150	41,9	0,525	-5,241e-5

Les résultats des essais (figure 1.9 (b)) montrent que pour une contrainte initiale de 60 MPa, la chute initiale de la contrainte diminue avec une diminution de la température des essais (Baril et al. 2004). De plus, une augmentation de la température des essais favorise une augmentation du taux de réduction de la contrainte. Par conséquent, la contrainte retenue à la fin des essais diminue lorsque la température augmente (Baril et al. 2004).

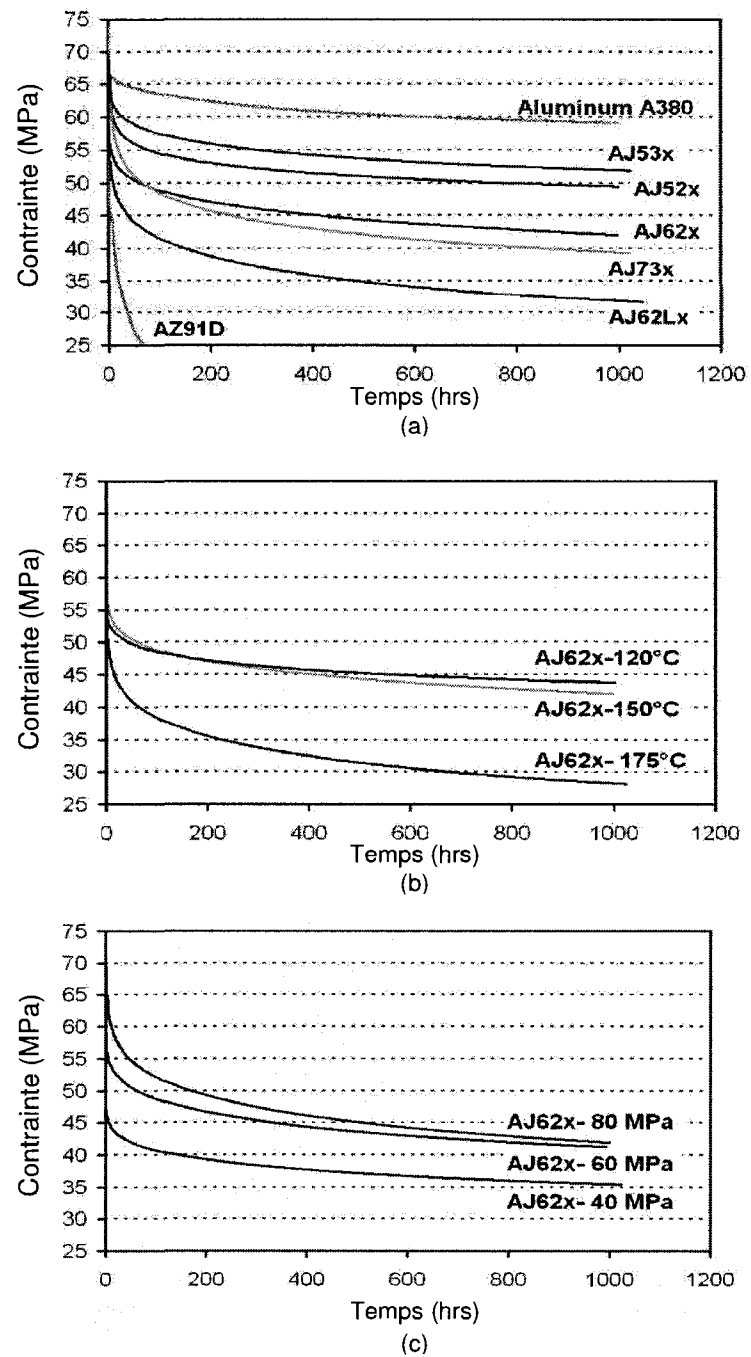


Figure 1.9 Effet de la composition chimique, de la température et de la contrainte initiale sur la contrainte retenue à 150°C et pour une contrainte initiale sur la capacité de rétention aux efforts de boulonnage (Baril et al. 2004).

L'effet de la contrainte initiale appliquée pour un essai de rétention aux efforts de boulonnage réalisé à 150°C est illustré à la figure 1.9 (c). Les résultats des essais montrent que la chute initiale de la contrainte (k_0) croît avec une augmentation de la contrainte initiale. De plus, le taux de réduction de la contrainte (pente) est similaire pour les essais à 40 et 60 MPa mais supérieur pour l'essai réalisé avec une contrainte initiale de 80 MPa (tableau 1.6) (Baril et al. 2004). L'ensemble de ces résultats indique que la contrainte retenue après 1000 heures croît avec une augmentation de la contrainte initiale mais que pour une période plus longue, une contrainte initiale de 80 MPa pourrait résulter en une contrainte retenue moins élevée que pour une contrainte initiale de 60 MPa (Baril et al. 2004).

1.1.5.1.4 Modélisation de la résistance aux efforts de boulonnage des alliages AJx

Deux modèles servant à interpréter les résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage ont été présentés aux sections 1.1.5.1.1 et 1.1.5.1.3. L'interprétation des résultats à l'aide de ces modèles peut s'avérer relativement complexe. Pour palier cette difficulté, Baril et al. (2004) ont utilisé l'approche analytique qu'ils ont développé (section 1.1.3.6.1) pour modéliser la résistance aux efforts de boulonnage des alliages AJx. Leur modèle analytique a été développé en utilisant les résultats d'une cinquantaine d'essais de rétention aux efforts de boulonnage. Les paramètres étudiés étaient (l'abscisse); (a) la teneur en aluminium, (b) la teneur en strontium, (c) la contrainte initiale et (d), la température. L'effet des paramètres précédents a été étudié sur (l'ordonnée); (a) la contrainte retenue après 1000 heures, (b) le paramètre k_0 et (c), la pente de la contrainte retenue en fonction du temps après 1000 heures.

La figure 1.10 montre que l'effet le plus important sur la contrainte retenue après 1000 heures et la chute initiale de la contrainte (k_0) provient de la contrainte initiale appliquée. La contrainte initiale appliquée a un effet positif sur la contrainte retenue après 1000 heures tandis qu'il a un effet négatif sur la chute initiale de la contrainte (k_0). De plus, le modèle montre que l'aluminium et la température ont un effet négatif sur la contrainte retenue après 1000 heures, sur la chute initiale de la contrainte ainsi que sur le taux de la réduction de la contrainte. Bien qu'elle soit moins importante en intensité que la température et l'aluminium, la teneur en strontium a un effet positif sur les trois paramètres (Baril et al., 2004).

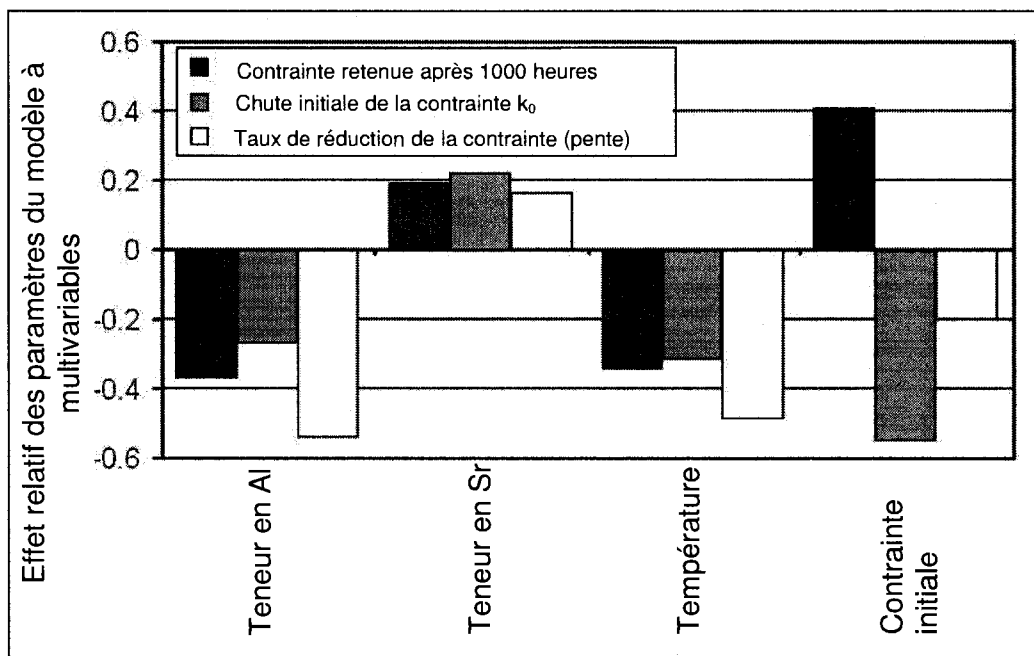


Figure 1.10 Effet relatif des paramètres du modèle à multivariables (Baril et al., 2004).

La figure 1.11 illustre l'effet de la teneur en aluminium et en strontium sur la contrainte retenue après 1000 heures pour des essais réalisés à 150°C et pour une contrainte initiale appliquée de 40 MPa (Baril et al., 2004). Ces résultats, obtenus à partir du modèle développé par Baril et al. (2004), corroborent les résultats expérimentaux obtenus à partir des essais de rétention aux efforts de boulonnage (section 1.1.5.1.3) qui voulaient que la contrainte retenue croît avec la teneur en strontium et décroît avec la teneur en aluminium (Baril et al., 2004).

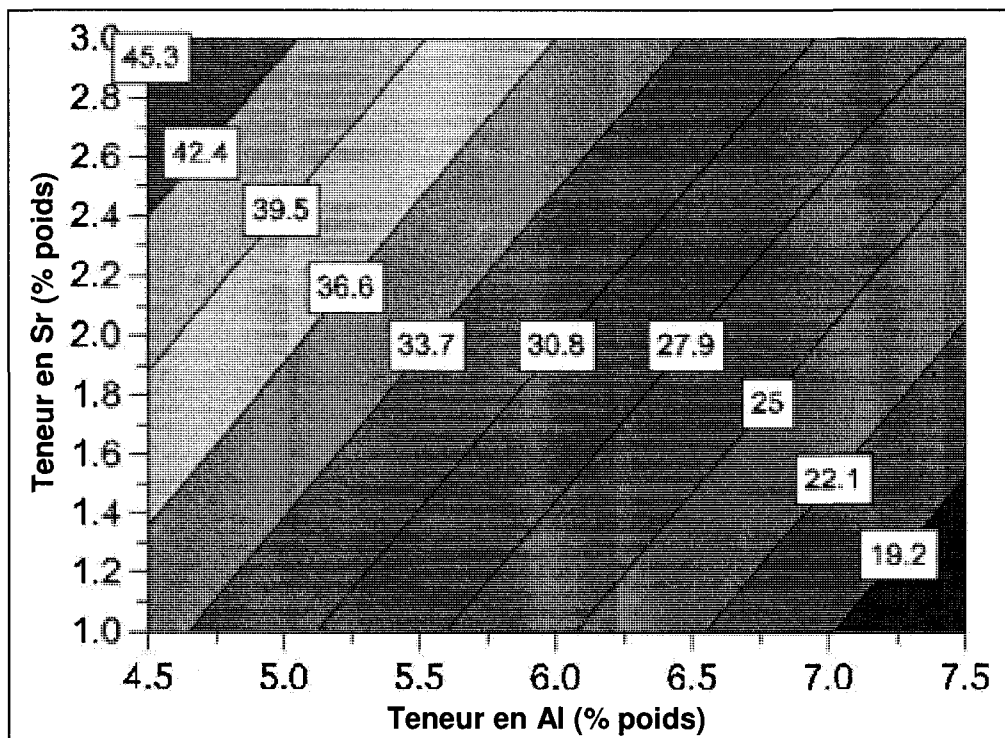


Figure 1.11 Prédiction de l'effet de la composition chimique des alliages sur la contrainte retenue après 1000 heures à 150°C et pour une contrainte initiale de 40 MPa (contrainte maximale obtenue après immersion = 50 MPa). Les chiffres dans les boîtes donnent la contrainte retenue après 1000 heures.

CHAPITRE 2

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

2.1 ESSAIS DE RÉTENTION AUX EFFORTS DE BOULONNAGE

Les échantillons utilisés pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage ont été usinés à l'atelier *Oraneg*¹ à partir de cylindres pleins coulés sous pression chez *Performag*. La coulée a été réalisée à l'aide d'un creuset *Dynarad* de 150 Kg sous un couvercle de gaz protecteur de SF₆, CO₂ et d'air sec. Un schéma d'une coupe transversale selon l'axe du cylindre est présenté à la figure 2.1 a). Les dimensions après usinage sont : 18 mm de diamètre extérieur, 10 mm de diamètre intérieur et 18 mm de longueur.

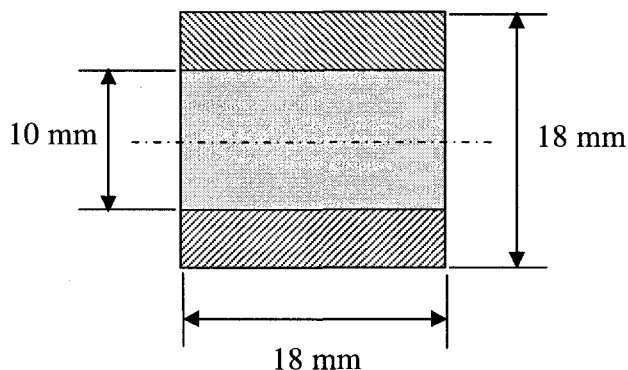


Figure 2.1 a) Schéma d'une coupe transversale des échantillons utilisés pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.

Des boulons instrumentés ont été utilisés afin de créer la contrainte initiale en compression dans les échantillons. Il s'agit de boulons M10 x 1.50 de classe 9.8 (norme

¹ Oraneg Inc. 6042, boulevard Métropolitain Est, Saint-Léonard, QC, H1S 1A9, (514) 324-5009

ANSI/ASME B1.13M, B18.2.3.1M et J-1199) en acier, possédant deux jauges de déformation couplées à des ponts Winston afin de compenser la dilatation thermique des jauges de déformation. La figure 2.1 montre un montage incluant un boulon instrumenté, les rondelles, l'échantillon à étudier et un écrou pour l'application de la contrainte.

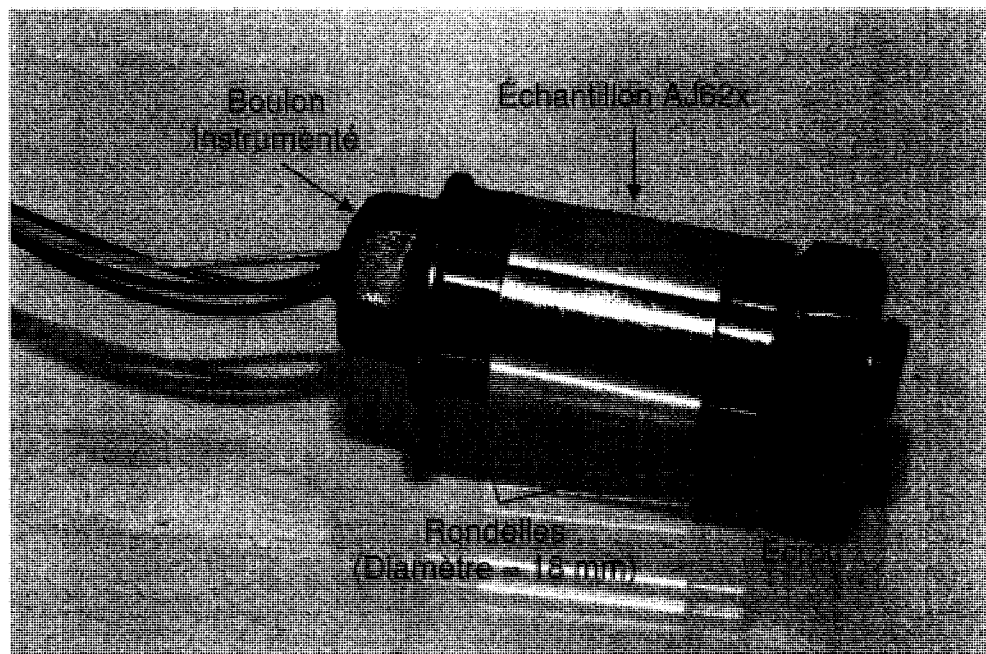


Figure 2.1 b) Montage utilisé pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.

Les jauges de déformation sont fixées à l'intérieur des boulons à l'aide d'une colle. Pour accroître la stabilité de cette colle, le fabricant des boulons instrumentés, *Intertechnology*, recommande que des recuits de stabilisation soient effectués avant que les boulons soient utilisés pour les essais. Dans le cas présent, les recuits ont été réalisés à 175°C pour des durées de cinq jours. La température des recuits a été fixée à 175°C puisque cette température correspond à la température maximale des essais. L'étalonnage des boulons instrumentés a été réalisé en les soumettant à des charges connues à différentes températures.

La contrainte initiale dans les échantillons est appliquée à température ambiante et doit être maintenue à cette température jusqu'à ce qu'elle soit stable. De plus, la contrainte initiale doit être ajustée de façon à compenser pour la dilatation thermique que subissent le boulon en acier et l'échantillon en magnésium lorsqu'ils sont immergés dans le bain d'huile à haute température. Ainsi, la contrainte initiale est présélectionnée de façon à ce que la contrainte dans l'échantillon atteigne la contrainte visée une fois que l'échantillon est submergé dans le bain d'huile à température élevée. Par exemple, pour obtenir une contrainte visée de 70 MPa, la contrainte appliquée avant l'immersion dans le bain d'huile doit être d'environ 60 MPa.

L'huile utilisée est une huile synthétique à base de silicone de *Dow Corning* 200 Fluid et 50 cs et peut être employée sans danger jusqu'à 175°C. Au-delà de cette température, de faibles quantités de formaldéhyde peuvent se former. Pour cette raison, le montage doit être localisé sous une hotte. Le contrôle de la température de l'huile est assuré par un bain de marque *Neslab*, modèle *EX251*. Selon les spécifications fournies par le fabricant, la précision sur la lecture de la température est de 0,03°C à 250°C.

Le signal électrique (mV/V) envoyé par les boulons est converti en livres (lbs) par un système d'acquisition de données. Connaissant l'aire de la surface sur laquelle la contrainte est appliquée, il est possible d'effectuer la conversion de la force en livres (lbs) en une contrainte en mégapascals (MPa). Les résultats des essais sont alors présentés sous forme de courbes de la contrainte dans l'échantillon en fonction du temps. L'acquisition des données est réalisée à l'aide d'un système fabriqué par la compagnie *Datatracker Process Instrument*, modèle 200, relié à un ordinateur. L'ordinateur enregistre la charge en livre en fonction du temps. Au cours des premières 30 minutes, l'ordinateur enregistre une valeur à toutes les secondes. Après 30 minutes, une valeur est enregistrée à toutes les heures.

Les ponts Winston servent à compenser pour la dilatation thermique que subissent les jauges de déformation. Cependant, les ponts Winston ne corrigent pas pour la dilatation thermique que subissent le boulon en acier et les colles d'assemblage des jauges. Pour corriger cet effet, les boulons sont insérés dans le bain d'huile à la température de l'essai avec un échantillon de magnésium mais sans qu'il y ait de contrainte appliquée sur ce dernier. La variation de la contrainte en fonction du temps est enregistrée à l'aide du système d'acquisition de données. La différence entre le coefficient de dilatation thermique de l'acier et celui de la colle favorise une contrainte résultante en compression. Pour compenser ce phénomène lors des essais, ces valeurs sont ajoutées à celles obtenues lors de l'essai subséquent.

Lorsqu'un essai de rétention aux efforts de boulonnage est terminé, le boulon instrumenté ainsi que l'échantillon sont retirés du bain d'huile. Ils sont alors refroidis à l'air jusqu'à la température ambiante et la contrainte est retirée. Une fois que la contrainte est retirée, le système d'acquisition de données enregistre une valeur

résiduelle de la contrainte. Selon son signe, cette valeur est soustraite ou bien additionnée lors du traitement des données. Il est à noter que cette valeur est généralement faible, soit environ 0,3% de la valeur totale de la contrainte.

Les paramètres expérimentaux ont été sélectionnés de façon à représenter le plus fidèlement possible l'utilisation des pièces coulées sous pression à partir d'alliages AJ62x. Les essais ont été réalisés à 150°C et 175°C sur des échantillons d'alliages AJ62x provenant de quatre compositions chimiques différentes. Le tableau 2.1 contient les compositions chimiques des échantillons. Les quatre alliages se caractérisent par la variation de leur teneur en aluminium et en strontium. La teneur en aluminium varie de 5,6 à 6,6% (massique) tandis que la teneur en strontium varie de 2,2 à 3,1% (massique). La composition chimique des échantillons a été fournie par *Noranda*. Afin de ne pas alourdir le texte, les compositions chimiques seront notées de la façon suivante : $C_{\%Al/\%Sr}$ où %Al et %Sr sont les teneurs en aluminium et en strontium respectivement. La contrainte initiale appliquée sur les échantillons variait entre 50 MPa et 90 MPa. Le tableau 2.2 résume la matrice des essais.

Tableau 2.1 Composition chimique des échantillons pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage.

Composition chimique	Al (% massique)	Sr (% massique)	Ratio (Al / Sr)
C1 _{5,6/2,1}	5.6	2.1	2.7
C2 _{5,6/2,5}	5.6	2.5	2.2
C3 _{6,6/2,1}	6.6	2.1	3.1
C4 _{6,6/2,5}	6.6	2.5	2.6

Tableau 2.2 Matrice des essais de rétention aux efforts de boulonnage.

Contrainte initiale visée après immersion (MPa)	150°C	175°C
50	C1 _{5,6/2,1} , C2 _{5,6/2,5} , C3 _{6,6/2,1} , C4 _{6,6/2,5}	---
70	C1 _{5,6/2,1} , C2 _{5,6/2,5} , C3 _{6,6/2,1} , C4 _{6,6/2,5}	C1 _{5,6/2,1} , C2 _{5,6/2,5} , C3 _{6,6/2,1} , C4 _{6,6/2,5}
90	C1 _{5,6/2,1} , C2 _{5,6/2,5} , C3 _{6,6/2,1} , C4 _{6,6/2,5}	---

Les échantillons utilisés pour les essais étaient sélectionnés en fonction de leur densité. La densité devait être la plus élevée possible et devait être la même pour tous les échantillons afin d'éviter que les résultats des essais soient influencés par la taille et le nombre de porosités intrinsèques à ce procédé de mise en forme. La masse des échantillons a été mesurée avec une balance Mettler AE 240 possédant une précision de 0,1 mg tandis que les volumes ont été calculés à partir des dimensions de l'échantillon.

L'interprétation des résultats a été réalisée à l'aide de l'approche de Baril et al. (2004) décrite à la section 1.1.5.1.3. Cette approche a été privilégiée afin de faciliter la comparaison des résultats obtenus dans le cadre de ce travail avec ceux obtenus antérieurement à partir d'alliages similaires.

2.2 PRÉPARATION D'ÉCHANTILLONS

2.2.1 Échantillons pour la microscopie optique et électronique à balayage

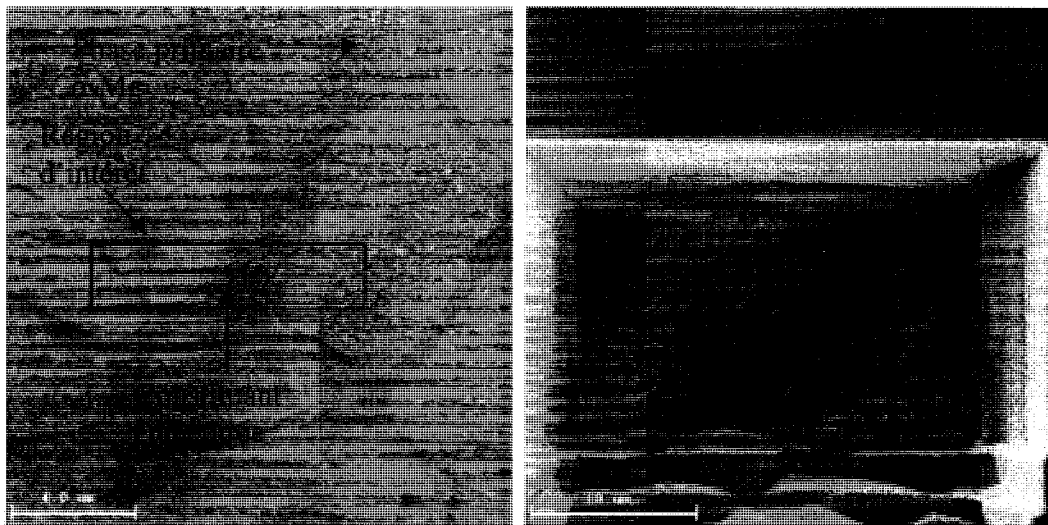
La microstructure des alliages AJ62x a été observée avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage. Dans le premier cas, les échantillons ont été prélevés à partir des cylindres coulés sous pression qui n'avaient pas été usinés pour les essais de rétention aux efforts de boulonnage. Pour les observations réalisées après les essais de rétention aux efforts de boulonnage, les coupes transversales étaient prélevées à même les échantillons qui avaient été utilisés pour les essais. Dans tous les cas, les coupes métallographiques étaient réalisées à l'aide d'une scie au diamant refroidie avec de l'eau. Les échantillons étaient par la suite enrobés dans de l'époxy à froid pour éviter de modifier la microstructure des alliages ainsi que les structures de dislocations qui pourraient y être présentes. Le polissage grossier des échantillons était réalisé à l'aide de papiers abrasifs de différentes rugosités tandis que des pâtes diamantées en suspension dans de l'eau étaient utilisées pour le polissage de précision. Pour les observations au microscope optique, les échantillons ont été attaqués au Nital pour mettre en évidence les constituants présents aux joints de grains.

2.2.2 Échantillons pour microscopie électronique en transmission

Les lames minces utilisées pour les observations au microscope électronique en transmission (TEM) ont été préparées à l'aide d'un microscope à faisceau ionique focalisé (FIB). Le FIB émet un faisceau d'ions de gallium (Ga) sous une tension d'accélération de 30 keV à partir d'une source de métal liquide. Le faisceau ionique permet d'effectuer de la microfabrication et de préparer des lames minces. L'appareil utilisé dans le cadre de ce travail est un Hitachi modèle FB-2000A. Ce dernier est équipé d'un détecteur à ions secondaires. Les ions secondaires générés par l'interaction du faisceau ionique avec l'échantillon sont détectés et permettent d'imager l'échantillon au cours des différentes étapes de la préparation. Ce microscope possède également un système de dépôt au tungstène (W) qui permet entre autre de protéger les régions d'intérêt et d'effectuer des soudures.

La première étape consiste à localiser la région d'intérêt sur l'échantillon massif à l'aide du système d'imagerie (figure 2.2a). Dans le cas présent, la région d'intérêt doit contenir l'interface entre les grains α -Mg et le constituant eutectique situé aux joints de grain. Une fois localisée, la région d'intérêt est protégée du faisceau ionique par un revêtement de tungstène (figure 2.2b).

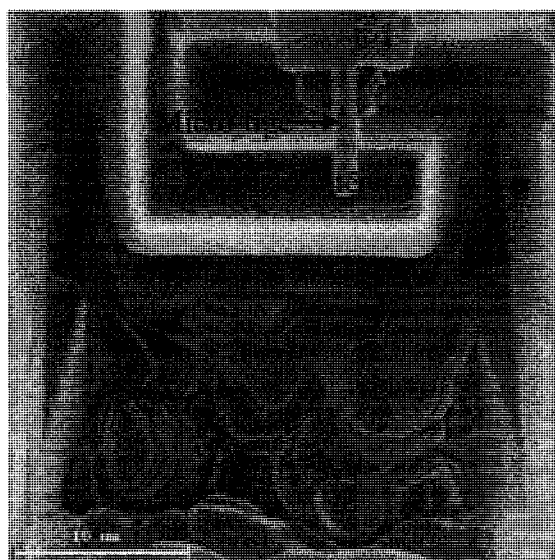
L'étape suivante consiste à dégager l'avant de la région d'intérêt. La profondeur du dégagement augmente graduellement selon la forme d'un escalier jusqu'à la région d'intérêt (figure 2.2b). Le pourtour de la région d'intérêt est ensuite dégagé à l'exception d'un segment laissé en place pour permettre la coupe de l'extrémité inférieure de la région d'intérêt (figure 2.2c). La coupe de l'extrémité inférieure s'effectue en inclinant le porte échantillon à un angle de 45° . Une micro-tige mobile est par la suite soudée à l'aide du système de dépôt au tungstène (figure 2.2c). Cette micro-tige est utilisée pour extraire la région d'intérêt une fois que le dernier segment est coupé.



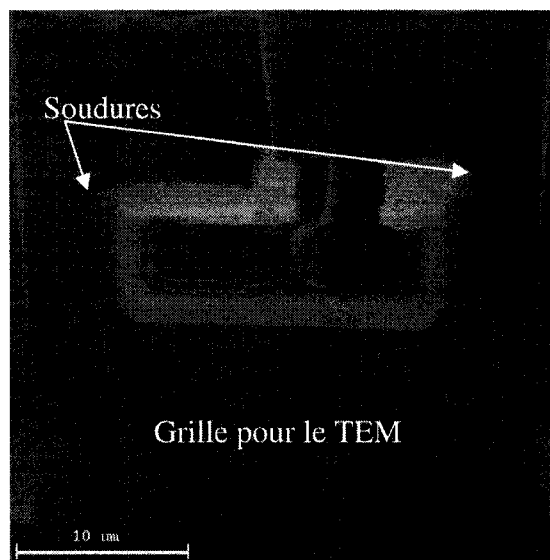
(a)

(b)

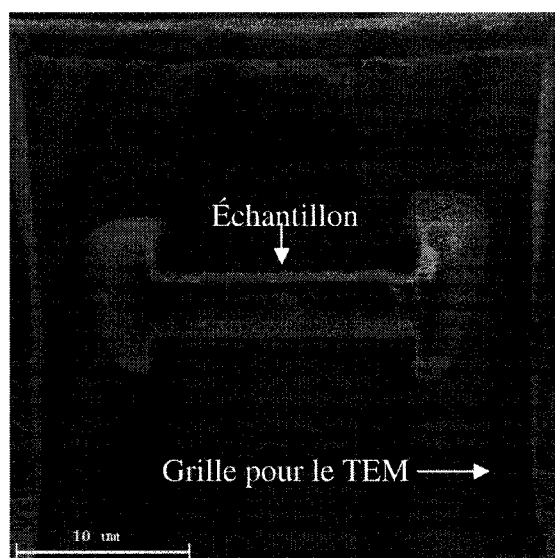
Figure 2.2 (a) Localisation de la région d'intérêt, (b) coupe en escalier devant l'échantillon.



(c)



(d)



(e)

Figure 2.2 (suite); (c) dégagement de l'échantillon, (d) soudage de l'échantillon sur la grille et (e) amincissement final de l'échantillon.

Lorsqu'elle est retirée de l'échantillon massif, la région d'intérêt peut être soudée à une grille pour les observations au TEM (figure 2.2d). L'amincissement de la région d'intérêt peut s'effectuer une fois que l'extrémité de la micro-tige est coupée et que cette dernière est retirée. La dernière étape (figure 2.2e) consiste à amincir l'échantillon jusqu'à l'épaisseur désirée pour les observations au MET (50-200 nm). Le diamètre et l'énergie des faisceaux ioniques utilisés diminuent progressivement au cours de l'amincissement de façon à éviter une amorphisation de la région d'intérêt.

2.3 DIFFRACTION DES RAYONS X

2.3.1 Paramètres expérimentaux

La diffraction des rayons X a été utilisée parallèlement à la diffraction électronique pour déterminer la structure cristalline d'une phase inconnue qui précipite au pourtour de la phase primaire α -Mg dans les alliages AJ62x. Les échantillons ont été prélevés à partir des cylindres coulés sous pression à l'aide d'une scie à diamant. Les échantillons ont été ensuite enrobés dans de l'époxy à froid et polis avec un papier abrasif (800 grit). Ce polissage final permettait d'obtenir un fini de surface adéquat et une faible épaisseur de la couche écrouie en surface.

Le positionnement de l'échantillon dans l'appareil constitue l'une des principales sources d'erreur expérimentale. Pour cette raison, chacune des analyses a été réalisée à trois reprises. L'échantillon était retiré et repositionné dans l'appareil en réajustant sa hauteur à chaque analyse de façon à éliminer la contribution de la manipulation des échantillons sur les résultats obtenus. Les résultats recherchés ici étaient la position des

raies ($2\theta^\circ$) associée à chacun des plans qui diffractait pour la détermination des distances interplanaires en utilisant la relation de Bragg. La position des raies ($2\theta^\circ$) utilisées pour la détermination des distances interplanaires provenait donc de la moyenne des résultats obtenus à partir des trois essais.

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un appareil Philips X'Pert équipé d'une source de cuivre possédant une longueur d'onde (λ) égale à 0,15405 nm. Le tableau 2.3 résume les paramètres des analyses. Landriault (2004) avait observé des raies pouvant appartenir à la phase inconnue contenue dans les alliages AJ52x. La position de ces angles était 24.9, 30.7 et 35.4 ($2\theta^\circ$) respectivement. La plage d'angles à balayer a donc été prédéterminée de façon à contenir ces raies. L'angle de départ était de 5° et l'angle final était de 80° avec un incrément de $0,010^\circ$. Les paramètres ont été ainsi prédéterminés de façon à obtenir une résolution suffisamment élevée pour distinguer les raies d'intérêt.

Tableau 2.3 Paramètres expérimentaux pour les analyses de diffraction des rayons X.

Paramètres expérimentaux (XRD)	
Configuration des analyses	Normal Thêta/2Thêta
Type d'anode	Cu ($\lambda = 0,15405$ nm)
Incrément (Degré 2 Thêta)	0,010
Angle de départ ($^\circ$)	5
Angle final ($^\circ$)	80
Durée de la routine (hr:min:sec)	4:10:00
Vitesse angulaire (Degré2Thêta/s)	0,005
Tension (kV)	50
Courant (mA)	40
Fente de divergence ($^\circ$)	1
Diaphragme pour le faisceau (mm)	15

2.4 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour caractériser la microstructure des alliages AJ62x avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage. Un appareil *JEOL JSM840* équipé d'un spectromètre rayons X à sélection d'énergie (EDS) a été utilisé pour effectuer ces travaux. Le spectromètre de rayons X permet d'effectuer des analyses chimiques sur des petites régions d'intérêt ou d'obtenir des cartographies de composition chimique.

Ce MEB est également équipé d'un détecteur d'électrons secondaires et d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés. Les électrons secondaires sont générés par des collisions inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon. L'intensité des électrons secondaires est fonction de l'orientation de la surface. Cette caractéristique permet d'obtenir un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés sont quant à eux le résultat des interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface. L'intensité des électrons rétrodiffusés varie en fonction de l'orientation de la surface de l'échantillon par rapport au faisceau incident et du numéro atomique moyen de la cible. Cette technique d'imagerie a été utilisée pour observer les variations de composition chimique à proximité des particules de seconde phase situées aux joints de grains ainsi que pour identifier les différentes phases présentes dans les alliages AJ62x pour des échantillons polis et orientés perpendiculairement au faisceau électronique.

2.5 MICROSONDE ÉLECTRONIQUE DE CASTAING (EMPA)

La spectrométrie par dispersion des longueurs d'onde (Wavelength Dispersion Spectrometry - WDS) a été utilisée pour caractériser la composition chimique d'un constituant présent aux joints de grains dans un alliage étudié dans le cadre de ce projet. Le mode de fonctionnement du détecteur WDS est similaire à celui utilisé en diffraction des rayons X. Les rayons X émis par l'échantillon sont diffractés à l'aide d'un cristal en direction d'un détecteur proportionnel. Grâce à la grande précision mécanique du spectromètre, il est possible d'atteindre une résolution en énergie d'environ 5 eV. Cette résolution est largement supérieure à celle d'un détecteur EDS pour lequel la résolution spectrale se situe entre 135 eV et 5,9 KeV. Cette résolution spectrale élevée combinée à un taux de comptage élevé, permet d'obtenir une limite de détection d'environ 0,01 % massique. Cependant, le mouvement mécanique de l'appareil et la détection séquentielle des rayons X ont pour effet d'accroître le temps d'acquisition des spectres. Pour palier à cet inconvénient, les microsondes rayons X possèdent généralement plusieurs détecteurs WDS combinés à un détecteur EDS. La résolution spatiale latérale de ces appareils se situe entre 5 et 10 μm . Comme avec un microscope électronique à balayage, il est possible de réaliser de l'imagerie électronique et des cartographies d'éléments chimiques.

L'appareil utilisé dans le cadre de ce projet est un *JEOL-8900* équipé de 5 spectromètres WDS et d'un détecteur EDS. Cet appareil est situé au département de géologie de l'Université McGill.

2.6 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION (MET)

Cette technique de caractérisation permet d'obtenir une quantité importante d'information à partir de l'échantillon à analyser, soit : sa microstructure, sa cristallographie et sa composition chimique. Dans des conditions optimales, l'imagerie électronique peut permettre l'obtention d'une résolution de 2 nm. Ces travaux ont été réalisés à l'aide d'un microscope JEOL JEM-2100F équipé d'un canon à effet de champ utilisé à une tension d'accélération de 200 keV. Cet appareil permet la caractérisation chimique des phases présentes dans un échantillon à l'aide de son système de spectrométrie des rayons X (EDS) et de son système de spectrométrie des pertes d'énergies des électrons transmis (PEELS). Avec ce microscope, il est possible de réaliser de l'imagerie champ clair, champ sombre et en mode de diffraction électronique. Les paragraphes suivants expliquent les techniques d'imagerie relatives au MET.

2.6.1 Imagerie

Le contraste observé sur les images en MET à partir d'échantillons cristallins dépend fortement des conditions de diffraction. L'interprétation des images est basée sur deux théories qui ont été développées pour expliquer les contrastes. Il s'agit de la théorie cinématique et de la théorie dynamique. Selon Loretto (1994) deux hypothèses simplificatrices doivent être posées pour le développement de ces deux théories :

Première hypothèse :

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 effectuant la sommation des intensités aux surfaces inférieures de chacune de ces colonnes;

Deuxième hypothèse :

On suppose qu'il est nécessaire de ne considérer que deux faisceaux dans le calcul du contraste: soient le faisceau transmis et un faisceau diffracté correspondant à une famille de plans. Cette condition correspond à la condition $(2F - 1g)$.

La condition $2F-1g$ est obtenue en s'éloignant d'un axe de zone en suivant une paire de lignes de Kikuchi. Entre les deux axes de zone, un seul faisceau diffracté apparaît sur le cliché de diffraction avec le faisceau transmis. La famille de plans qui diffracte peut être connue en indexant le cliché de diffraction. Cette condition, telle que schématisée à la figure 2.3, rend possible l'interprétation du contraste de l'image.

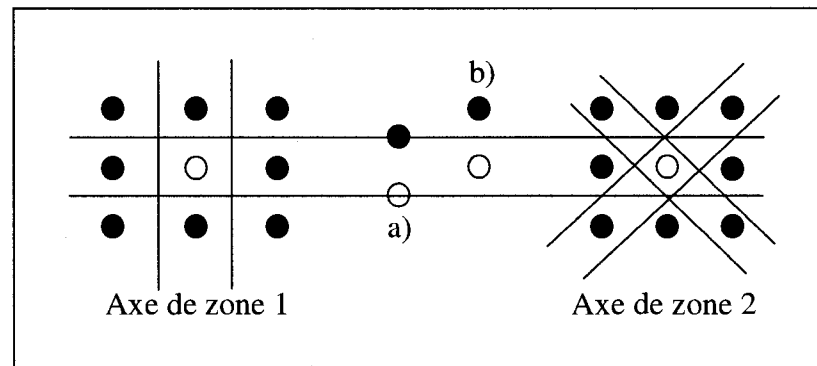


Figure 2.3 Schématisation de la condition $2F-1g$ entre deux axes de zone a) $s_g = 0$ et b) $s_g > 0$.

2.6.1.1 Théorie cinématique

Pour expliquer la théorie cinématique, une hypothèse supplémentaire doit être posée :

Troisième hypothèse :

L'intensité du faisceau diffracté étant toujours très faible, on considère l'intensité du faisceau transmis comme constante puisqu'il n'y a pas de re-diffraction.

L'intensité à la base de chaque colonne de 2,0 nm de diamètre se détermine en divisant les colonnes en tranches perpendiculaires au faisceau diffracté agissant comme des zones de Fresnel. L'intensité est alors transmise de tranche en tranche vers le bas du cristal. Il faut ensuite effectuer 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'intensité du faisceau diffracté s'exprime de la façon suivante :

$$\phi_g = \frac{\pi i}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz \quad (2.1)$$

où s_g correspond au paramètre de la déviation de la loi de Bragg et ξ_g , la distance d'extinction pour le vecteur de diffraction g . Cette dernière est donnée par l'expression suivante :

$$\xi_g = \pi V_c (\cos \theta) / (\lambda F_g) \quad (2.2)$$

où V_c est le volume de la maille élémentaire, λ est la longueur d'onde des électrons, F_g est le facteur de structure de la réflexion g .

En posant que s_g est indépendant de l'épaisseur de l'échantillon (z), soit en négligeant les phénomènes de diffusion inélastique, on obtient que :

$$\phi_g = \left(\frac{\pi i}{\xi_g} \right) \left(\sin \frac{\pi s_g}{\pi s_g} \right) \exp(-i\pi s_g) \quad (2.3)$$

et l'intensité s'exprime de la façon suivante :

$$I_g = \phi_g^2 = \left(\frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \left(\frac{\sin(\pi s_g)}{\pi s_g} \right)^2 \quad (2.4)$$

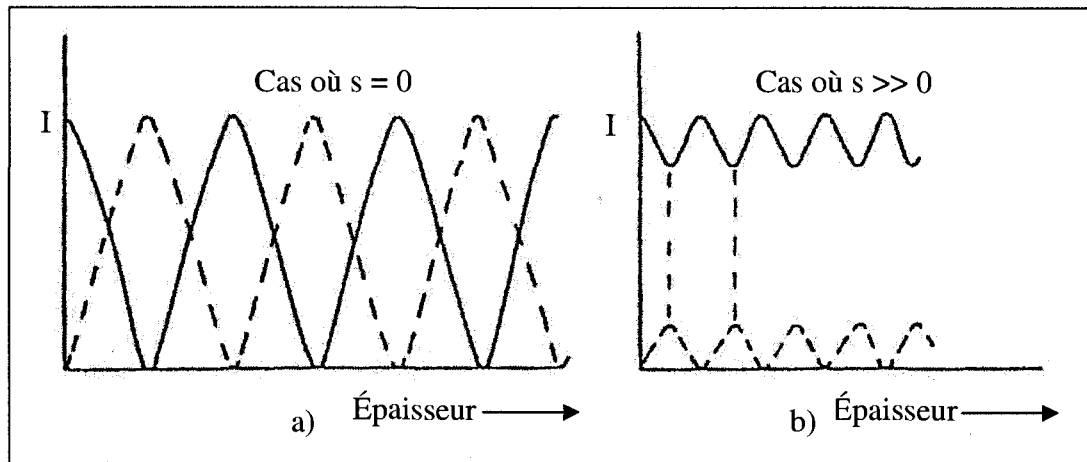


Figure 2.4 Intensité calculée pour le faisceau transmis (ligne continue) et pour le faisceau diffracté (ligne discontinue) pour un cristal dont l'épaisseur augmente a) $s = 0$ et b) $s \gg 0$ (d'après Loretto, 1994).

L'équation 2.4 est illustrée à la figure 2.4 pour $s_g = 0$ et $s_g \gg 0$ pour un cristal dont l'épaisseur varie et s_g est constant. En observant la figure 2.4 a), on remarque que la théorie cinématique ne s'applique pas lorsque $s_g = 0$ puisque l'hypothèse qui veut que

l'intensité du faisceau diffracté soit négligeable n'est pas respectée. Pour que cette hypothèse soit respectée lorsque $s_g = 0$, la figure 2.4 a) montre que l'épaisseur du cristal doit être très faible. Par contre, l'équation 2.4 est valide lorsque $s_g \gg 0$. La figure 2.4 b) montre que dans ces conditions, l'intensité du faisceau diffracté devient négligeable. C'est le cas par exemple de la technique d'imagerie en faisceau faible.

Les oscillations des courbes observées à la figure 2.4 sont appelées contours d'égale épaisseur. Lorsque l'on observe ces franges, on s'aperçoit que leur intensité diminue avec une augmentation de l'épaisseur du cristal. Ce phénomène, qui n'est pas prédit par la théorie, est causé par les collisions inélastiques dans le cristal (absorption du faisceau).

L'utilité des théories qui permettent de quantifier les informations contenues dans les images est de calculer le contraste prévu lorsqu'un défaut est présent dans un cristal. Cela implique le calcul du changement de phase supplémentaire induit à chaque tranche de chaque colonne et qui est causé par le champ de déformation généré par le défaut (Loretto, 1994). Le changement de phase est associé à un déplacement R des atomes. L'amplitude du faisceau diffracté s'exprime de la façon suivante :

$$\phi_g = \frac{\pi i}{\xi_g} \int_0^t \exp[-2\pi i(s_g z + \bar{g} \cdot \bar{R})] dz \quad (2.5)$$

Dans certains cas, la résolution de l'équation 2.5 peut être difficile puisque l'expression $\bar{R}$ est susceptible de varier d'une colonne à l'autre. Les paragraphes qui suivent présentent deux exemples de contraste pouvant être créés par des défauts présents dans un matériau élastique isotrope; soient la dislocation vis et la dislocation coin.

Les déplacements d'une dislocation vis dans un cristal sont toujours 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 l'expression $\vec{g} \cdot \vec{B}$ de l'équation 2.5 est égale à zéro, l'équation devient donc celle d'un cristal parfait (équation 2.2) et la dislocation est invisible puisqu'elle ne crée aucun contraste. Par contre, lorsque l'expression $\vec{g} \cdot \vec{B}$ est non nulle, l'intensité du faisceau varie à proximité de la dislocation vis et cette dernière devient visible.

Les déplacements d'une dislocation coin dans un matériau élastique isotrope sont plus complexes que les déplacements associés aux dislocations vis. Pour qu'une dislocation coin avec une ligne directrice $\vec{u}$ soit invisible, il faut que $\vec{g} \cdot \vec{B} = 0$ et que $\vec{g} \cdot \vec{B} \cdot \vec{u} = 0$. Physiquement, cela indique que la dislocation n'engendra aucun contraste si la famille de plans qui diffractent selon une orientation particulière $\vec{B}$ du faisceau incident demeurent plats en présence de cette dislocation (Loretto, 1994).

Les deux exemples qui précèdent démontrent l'intérêt d'effectuer de l'imagerie dans des conditions de diffraction 2F-1g. En effet, l'information qui est alors contenue dans l'image provient d'une seule famille de plans, ce qui permet de déterminer la nature des défauts présents dans le cristal. Par exemple, il est possible de déterminer le vecteur de Burger d'une dislocation vis en ayant recours aux critères d'invisibilité décrits plus haut. Dans un cas où on obtient deux familles de plans dont les vecteurs de diffraction qui ont été indexés sont $\vec{g}_1$ et $\vec{g}_2$, et pour lesquels la dislocation est invisible, le vecteur de diffraction de cette dislocation est alors obtenu par le produit vectoriel de $\vec{g}_1$ et $\vec{g}_2$.

2.6.1.2 Théorie dynamique

Contrairement à la théorie cinématique, la théorie dynamique admet que l'intensité du faisceau diffracté puisse être élevée. Cela implique que la rediffraction du faisceau et l'absorption doivent être considérées dans le développement des équations. Pour cette raison, les amplitudes des faisceaux transmis et diffracté doivent être jumelées puisqu'elles dépendent l'une de l'autre. Les équations pour la variation de ϕ_0 et de ϕ_g s'écrivent de la façon suivante :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{\pi i \phi_0}{\xi_0} + \left(\frac{\pi i \phi_g}{\xi_g} \right) \exp(2\pi i s_g z) \quad (2.6)$$

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

où ξ_0 est proportionnel à l'amplitude de diffusion atomique pour un angle d'incidence 0° et constitue une mesure de l'indice de réfraction.

Lorsque s_g est indépendant de l'épaisseur z , la résolution de l'équation 2.7 donne l'expression suivante :

$$I = (\phi_g)^2 = \left(\frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \left(\frac{\sin(\pi \bar{s})}{\pi \bar{s}} \right)^2 \quad (2.8)$$

où

$$\bar{s} = \sqrt{s_g^2 + \frac{1}{\xi_g^2}} \quad (2.9)$$

Ainsi, il y a périodicité de l'amplitude du faisceau diffracté en fonction de l'épaisseur, qui est donnée par l'expression $1/t = \sqrt{s_g^2 + (1/\xi_g^2)}$. De cette façon, la périodicité est égale à ξ_g lorsque $s_g = 0$. La distance effective d'extinction s'écrit de la façon suivante :

$$\xi_g^{eff} = \frac{\xi_g}{\sqrt{s_g^2 + (1/\xi_g^2)}} \quad (2.10)$$

Pour que les équations posées jusqu'à présent corroborent les images obtenues expérimentalement, il est nécessaire que les expressions contenant la distance d'extinction soient modifiées et que ces dernières soient remplacées par des expressions complexes qui tiennent compte de l'absorption. L'expression $(1/\xi_g)$ est remplacée par $\{(1/\xi_g) + (i/\xi_g')\}$ et l'expression $(1/\xi_0)$ doit être remplacée par $\{(1/\xi_0) + (i/\xi_0')\}$. Selon Loretto (1994), les valeurs de ξ_g/ξ_g' et ξ_0/ξ_0' se situent entre 0,05 et 0,15. Les équations 2.6 et 2.7 sont illustrées à la figure 2.5. On remarque en observant cette figure que lorsque l'absorption est négligée ($\xi_0/\xi_0' = 0$), la courbe est similaire à celle obtenue pour la théorie cinématique. On remarque que l'introduction d'un facteur qui tient compte de l'absorption permet de s'approcher des images obtenues expérimentalement. En effet, les franges d'égale épaisseur disparaissent avec une augmentation de l'épaisseur de l'échantillon.

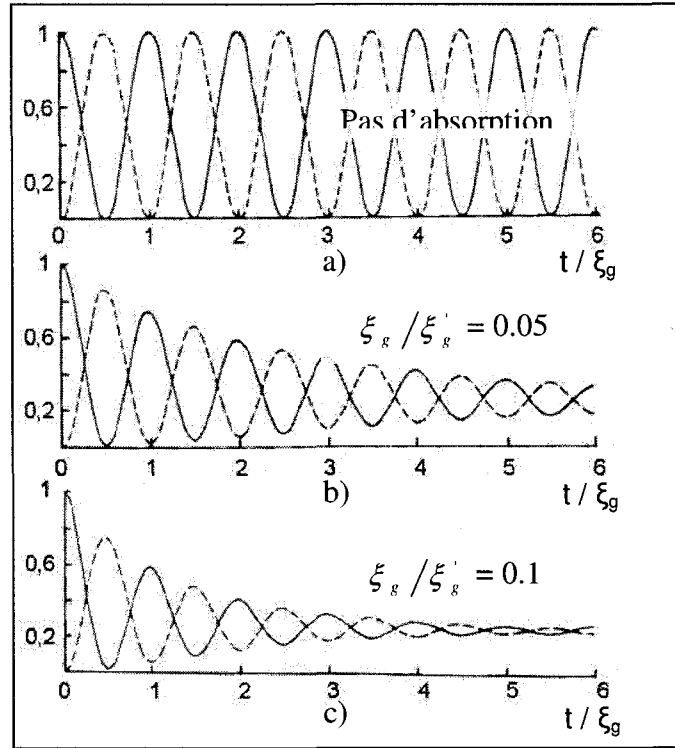


Figure 2.5 Courbes illustrant l'influence du paramètre d'absorption; a) pas d'absorption, b) $\xi_g / \xi'_g = 0.05$ et c) $\xi_g / \xi'_g = 0.1$ (d'après Loretto, 1994).

En ce qui concerne les cristaux imparfaits, les expressions pour l'amplitude des faisceaux doivent être corrigées en leur ajoutant un facteur de déphasage $2\pi(\bar{g} \cdot \bar{R})$ causé par la présence d'un défaut :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{-\pi\phi_0}{\xi'_0} + \pi\phi_g \left(\frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) \quad (2.11)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \pi\phi_0 \left(\frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) + \left[\frac{-\pi}{\xi'_0} + 2\pi \left(s_g + \bar{g} \cdot \frac{d\bar{R}}{dz} \right) \right] \phi_g \quad (2.12)$$

Le défaut présent dans le cristal est invisible lorsque le terme $\bar{g} \cdot \frac{d\bar{R}}{dz}$ dans l'équation 2.12 est nul. De plus, pour des grandes valeurs de s_g , le terme $\bar{g} \cdot \frac{d\bar{R}}{dz}$ doit être suffisamment élevé pour créer un contraste qui permettra de rendre le défaut visible.

Pour les défauts planaires caractérisés par une discontinuité $\bar{R}_F$, les équations (2.13) et (2.14) s'écrivent comme suit :

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \pi\phi_0 \left(\frac{i}{\xi_0} - \frac{1}{\xi'_0} \right) + \pi\phi_g \left(\frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) \exp[2\pi i(s_g + \bar{g} \cdot \bar{R}_F)] \quad (2.13)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \pi\phi_g \left(\frac{i}{\xi_0} - \frac{1}{\xi'_0} \right) + \pi\phi_0 \left(\frac{i}{\xi_g} - \frac{1}{\xi'_g} \right) \exp[-2\pi i(s_g + \bar{g} \cdot \bar{R}_F)] \quad (2.14)$$

Ainsi, le défaut planaire sera invisible lorsque les valeurs de $\bar{g} \cdot \bar{R}_F$ seront nulles ou entières.

2.6.2 Diffraction électronique

Par définition, les clichés de diffraction sont le résultat des variations angulaires des collisions élastiques et inélastiques des électrons dans un cristal (Loretto, 1994). L'information que l'on retrouve sur les clichés de diffraction peut être utilisée entre autre pour déterminer le système cristallin et le réseau de Bravais du cristal analysé. Dans le cadre de ce travail, la diffraction électronique a par ailleurs été utilisée pour

identifier le système cristallin d'une phase inconnue. Les lignes qui suivent expliquent les principes associés à cette technique de caractérisation.

2.6.2.1 Confirmation ou identification d'un système cristallin

La figure 2.6 illustre la relation qui existe entre les distances mesurées sur un cliché de diffraction et celles du microscope. Le paramètre L est défini comme étant la longueur de caméra. La longueur de caméra définit le grossissement du cliché de diffraction et représente, dans le chemin optique, la distance entre l'échantillon et l'écran de visualisation. Par contre, à cause des lentilles, la longueur de caméra n'est pas une longueur physique dans le microscope. Le paramètre g quant à lui correspond à la distance sur le cliché de diffraction entre l'origine et la tache de diffraction correspondant au plan qui diffracte (hkl). Finalement, le paramètre d correspond à la distance interplanaire de ce plan. À partir de la figure 2.6, il est possible de poser la relation trigonométrique suivante :

$$\frac{g}{L} = \tan 2\theta \approx 2\theta \quad (2.15)$$

À partir de la loi de Bragg, nous pouvons poser que :

$$\frac{\lambda}{d} = 2 \sin \theta \approx 2\theta \quad (2.16)$$

En combinant les équations 2.16 et 2.17, on obtient la relation suivante :

$$\lambda L = gd \quad (2.17)$$

où λL est défini comme étant la constante de caméra où λ est la longueur d'onde du faisceau électronique et L la longueur de caméra.

Les distances g étaient mesurées à l'aide du logiciel *DIGITAL MICROGRAPH* sur des images de 1024 x 1024 pixels. Afin de quantifier l'erreur sur ces mesures, des mesures ont été prises dix fois pour une même distance g . Les résultats obtenus indiquaient que l'erreur sur cette mesure était faible (0,08%) et pas suffisamment élevée pour faire varier significativement les distances interplanaires d obtenues. Cette erreur a donc été négligée.

Dans le cadre de ce projet, la tension d'accélération du microscope était de 200 KeV. À cette tension d'accélération correspond une longueur d'onde de 0,00251 nm. La longueur de caméra était quant à elle calibrée à partir d'une lame mince de NiO d'une épaisseur d'environ 42 nm et possédant une structure cristalline cubique. Cette lame mince était livrée avec un certificat de conformité de la part du fournisseur². En mode diffraction, cette lame mince polycristalline produit des anneaux concentriques bien définis. À ces anneaux correspondent des plans cristallins (hkl) connus et pour lesquels les distances interplanaires d_{hkl} sont connues. La longueur de caméra peut alors être déterminée à l'aide de la relation suivante :

$$d_{hkl} D_{hkl} = 2 \lambda L \quad (2.18)$$

où D_{hkl} correspond au diamètre de l'anneau correspondant au plan (hkl). De cette façon, une constante de caméra (λL) égale à $9,03 \times 10^{-13} \text{ m}^2$ a été déterminée. Cette calibration a été effectuée par M. Philippe Plamondon, associé de recherche au CM² de l'École Polytechnique de Montréal.

² Thin Films Department, Alberta Microelectronic Corporation, 11315-87 Ave., Edmonton, Canada, T6G 2T9, Tel.: (403) 492-3914.

Puisque λL est une constante, on peut poser que :

$$g_1 d_1 = g_2 d_2 = g_3 d_3 = \dots \quad (2.19)$$

Pour tous les systèmes cristallins, l'équation qui relie la distance interplanaire à ses indices respectifs (hkl) possède la forme suivante :

$$\frac{1}{d^2} = f(h^2, k^2, l^2) \quad (2.20)$$

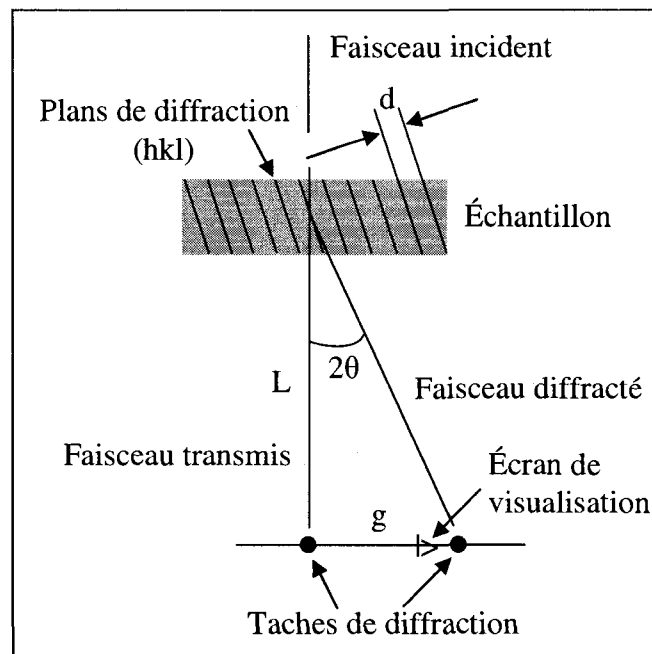


Figure 2.6 Schématisation des relations entre les distances mesurées sur un cliché de diffraction et celles du microscope. (Notes de cours; Introduction aux techniques de caractérisation, Microscopie électronique en transmission, Chargé de cours : Philippe Plamondon).

La confirmation ou l'identification d'un système cristallin doit débiter par l'obtention de trois clichés de diffraction par inclinaison contrôlée de façon à ce qu'un vecteur de diffraction soit commun à chacune des paires de clichés. Les vecteurs de diffraction $\vec{g}$ sont ensuite mesurés sur les clichés de diffraction et regroupés en ordre croissant dans un tableau. Le tableau 2.4 présente un exemple type de tableau utilisé pour l'indexation de clichés de diffraction. Pour chacun des vecteurs de diffraction, il faut ensuite effectuer le rapport $(\bar{g}_i/\bar{g}_1)^2$. Comme l'indique l'équation 2.19, ce dernier est équivalent au rapport du carré des distances interplanaires correspondantes. Lorsque le système cristallin est connu, il est possible à l'aide de l'équation reliant la distance interplanaire qui lui est associée, de déterminer les familles de plans qui permettent d'obtenir ces rapports.

Tableau 2.4 Exemple d'un tableau utilisé pour indexer des clichés de diffraction

Axe de zone	$\bar{g}_i$	$ \bar{g}_i $ (nm)	$\left(\frac{ \bar{g}_i ^2}{ \bar{g}_1 ^2}\right)_{\text{exp}}$	Famille de plans probable			$\left(\frac{ \bar{g}_i ^2}{ \bar{g}_1 ^2}\right)_{\text{th}}$
				h	k	l	
Axe 1	$\bar{g}_1$						
	$\bar{g}_2$						
	$\bar{g}_3$						
Axe 2	$\bar{g}_1$						
	$\bar{g}_2$						
	$\bar{g}_3$						

Il faut ensuite répéter les mêmes opérations pour les autres clichés de diffraction obtenus en tenant compte du fait qu'un vecteur de diffraction est commun à chaque paire de clichés. De cette façon, on obtient les familles de plans associées à chacun des vecteurs de diffraction. Pour l'obtention des indices spécifiques, il faut fixer arbitrairement un

premier plan et déterminer les autres à l'aide des produits scalaires entre les vecteurs de diffraction.

Si le système cristallin est inconnu, il faut en supposer un avec les paramètres a , b et c et les angles α , β et γ qui lui sont associés et tenter d'indexer les clichés de diffraction selon la méthode décrite plus haut. Habituellement, le système cubique est le premier à être essayé puisque son paramètre de maille a n'influence pas le rapport des distances interplanaires. Si cette tentative échoue, il faut supposer un autre système cristallin. La symétrie des axes de zones obtenues peut parfois aider à identifier un système cristallin.

2.6.3 Spectrométrie des rayons X (EDS)

La spectrométrie des rayons X a été utilisée entre autre pour déterminer la composition chimique d'un constituant inconnu. De plus, des profils de composition chimique ont été effectués sur certains alliages pour évaluer la stabilité chimique à proximité des joints de grains après des essais de rétention aux efforts de boulonnage. Le MET est équipé d'un détecteur Oxford modèle INCAx – SIGHT. Les analyses ont été effectuées avec des temps d'acquisition de 200 secondes.

2.6.3.1 Facteurs de Cliff-Lorimer

Par définition, l'intensité des rayons X K_α détectés pour un élément A est donnée par la relation suivante :

$$I_A^{k_\alpha} \propto \frac{C_A Q_A \omega_A t_i \epsilon_A^{k_\alpha}}{A_A} \quad (2.21)$$

où

C_A = concentration de l'élément A,

ω = le rendement de fluorescence et est fonction du numéro atomique de l'élément A,

t = l'épaisseur de la lame mince,

i_p = le courant de sonde,

$\epsilon_A^{k_\alpha}$ = l'efficacité de détection,

A_A = masse atomique de l'élément A.

Q_A est défini comme étant la section efficace d'ionisation et est donnée par l'expression suivante :

$$Q_A \propto \frac{(\ln U) nbc}{E_c^2 U} \quad (2.22)$$

où U est la surtension définie comme étant le rapport de la tension d'accélération des électrons incidents (E_0) sur la tension critique d'ionisation (E_c). n est le nombre d'électrons sur la couche ionique considérée tandis que b et c sont des constantes associées à la couche atomique considérée. Le terme a_A dans l'expression 2.21 est le rapport d'intensité de la raie k_α sur l'intensité totale des rayons X émis :

$$a_A = \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_A^{k_\alpha} + I_A^{k_\beta}} \quad (2.23)$$

Dans le cadre de ce projet, les analyses ont été effectuées sur des composés de plusieurs éléments. Dans le cas des systèmes binaires, le rapport des intensités détectées pour les deux éléments A et B peut être calculé à l'aide de l'expression suivante :

$$\frac{C_A}{C_B} = C^{te} \frac{I_A^{k_\alpha} Q_B \omega_B a_B A_B t i_p \epsilon_B^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha} Q_A \omega_A a_A A_A t i_p \epsilon_A^{k_\alpha}} = \left(\frac{Q_B \omega_B a_B A_B}{Q_A \omega_A a_A A_A} \right) \left(\frac{\epsilon_B^{k_\alpha}}{\epsilon_A^{k_\alpha}} \right) \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.24)$$

Si on considère que pour un système et une tension d'accélération E_0 donnés que la perte énergétique est nulle, donc que Q est constant, on peut écrire :

$$\frac{Q_B \omega_B a_B A_A}{Q_A \omega_A a_A A_B} = C^{le} = k'_{AB} \quad (2.25)$$

et que :

$$\frac{C_A}{C_B} = k'_{AB} \frac{\varepsilon_B^{k_\alpha}}{\varepsilon_A^{k_\alpha}} \cdot \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.26)$$

Si le terme $\varepsilon_B^{k_\alpha} / \varepsilon_A^{k_\alpha}$ de l'équation précédente est une constante, on peut l'ajouter dans k'_{AB} et l'équation 2.26 devient :

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{AB} \cdot \frac{I_A^{k_\alpha}}{I_B^{k_\alpha}} \quad (2.27)$$

Lorsque le facteur k_{AB} est connu, l'équation 2.27, connue sous le nom de l'équation de Cliff-Lorimer, permet de déterminer la concentration de chacun des éléments présents à partir des intensités des rayons X mesurés. Il est possible de déterminer théoriquement le facteur k_{AB} . Le paragraphe qui suit explique cette méthode.

2.6.3.2 Détermination théorique du facteur de Cliff-Lorimer

La détermination théorique du facteur k_{AB} s'effectue en utilisant l'équation suivante :

$$k_{AB} = \frac{Q_B \omega_B a_B A_A}{Q_A \omega_A a_A A_B} \cdot \frac{\varepsilon_B^{k_\alpha}}{\varepsilon_A^{k_\alpha}} \quad (2.28)$$

La difficulté de cette méthode se situe au niveau des incertitudes associées à la détermination des sections efficaces d'ionisation et de l'efficacité de détection pour des énergies des rayons X inférieures à 5 keV et supérieures à 15 keV (voir la figure 2.7). Pour des valeurs inférieures à 5 keV, l'efficacité de détection diminue due à la fenêtre placée devant le détecteur qui favorise l'absorption des rayons X. Pour des valeurs supérieures à 15 keV, la diminution de l'efficacité est associée à une transmission des rayons X à travers la partie active du détecteur de silicium. Il faut noter également que cette méthode nécessite la connaissance de certains paramètres associés au détecteur et qui parfois, peuvent être difficiles à obtenir de la part des manufacturiers. Pour l'ensemble de ces raisons, les facteurs k_{AB} ont été déterminés expérimentalement. Cette méthode est décrite à la section suivante.

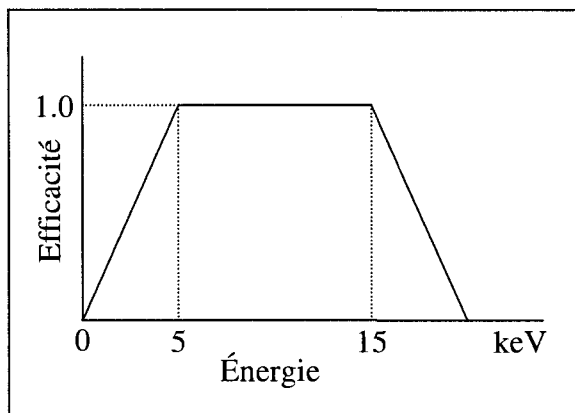


Figure 2.7 Efficacité de détection en fonction de l'énergie des rayons X (Dessin réalisé par l'auteur de ce mémoire).

2.6.3.3 Détermination expérimentale du facteur Cliff-Lorimer

La détermination du facteur k_{AB} selon cette méthode nécessite l'utilisation d'échantillons témoins de composition chimique connue. Ces échantillons doivent être chimiquement

homogènes et être au moins binaires, c'est-à-dire, qu'ils doivent contenir plus d'un élément. Le facteur k_{AB} est déterminé à l'aide de l'équation 2.27.

Puisqu'il peut y avoir de l'absorption des rayons X émis lorsque l'épaisseur de l'échantillon atteint une valeur critique, les ratios des intensités sont présentés en fonction de la somme des intensités. La figure 2.8 présente un exemple. Le ratio des intensités variera en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Pour éliminer l'effet de l'absorption, les ratios d'intensité utilisés pour la quantification des analyses EDS sont en fait l'extrapolation pour une somme des intensités égale à 0. Physiquement, cela correspond à un ratio obtenu à partir d'un échantillon d'épaisseur nulle et pour laquelle il n'y a pas d'absorption.

Dans le cadre de ce projet, les phases qui ont été caractérisées étaient composées de Mg, d'Al et de Sr. Des poudres de Al_2O_3 , $MgAl_2O_4$ et $SrTiO_3$ ont donc été utilisées comme échantillons témoins. Le témoin de $MgAl_2O_4$ a été utilisé pour déterminer le facteur k_{MgAl} . Une valeur de $1.04 \pm 0,02$ a été obtenue. Cette valeur de k_{MgAl} est similaire à celle obtenue par Legoux (1991) et qui est de 1.0. Le facteur k_{AlSr} a quant à lui été déterminé à l'aide des poudres de $MgAl_2O_4$ et de $SrTiO_3$. L'oxygène a été utilisé comme élément pivot. La raie k_α de l'oxygène est de faible énergie, soit 0,52 keV. Pour cette raison, la détection de l'oxygène est susceptible de varier en fonction du temps à cause de la glace pouvant se former sur la fenêtre du détecteur. Les analyses ont donc été effectuées immédiatement après la détermination des facteurs de Cliff-Lorimer. Une valeur de $0,40 \pm 0,03$ a été obtenue pour le facteur k_{AlSr} . Il faut noter que l'erreur sur les facteurs k_{MgAl} et k_{AlSr} a été calculée à partir de l'équation 2.36.

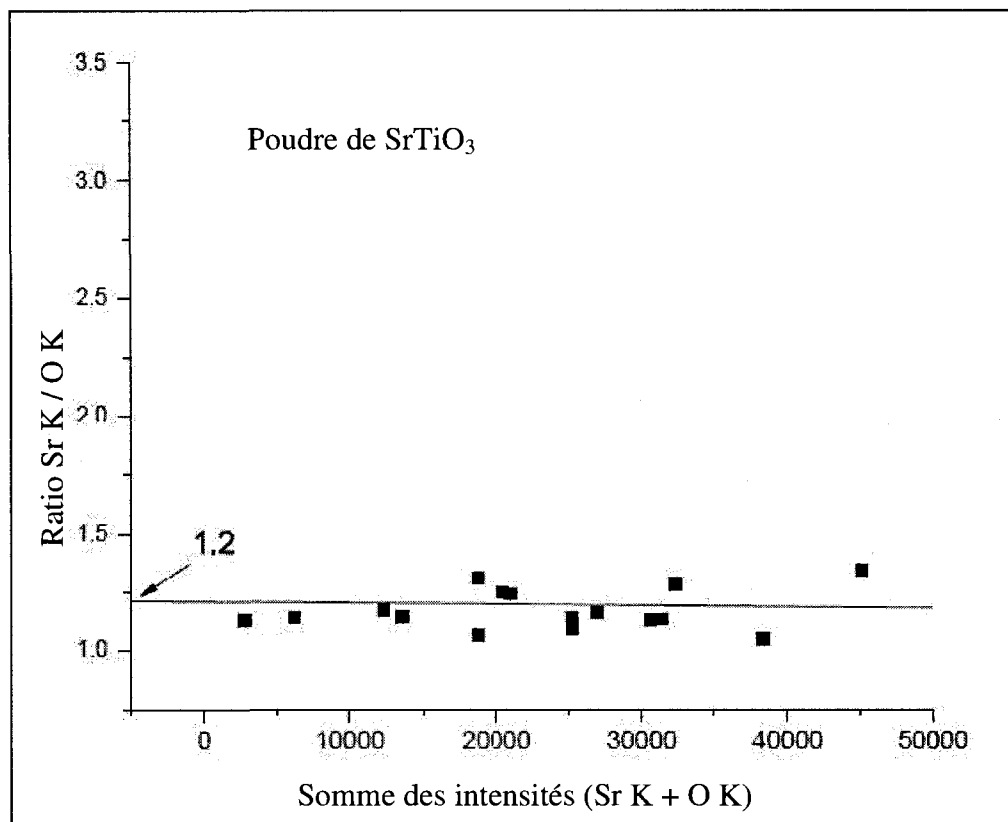


Figure 2.8 Données utilisées pour déterminer le facteur k_{AISr}

2.6.3.4 Erreurs relatives et absolues

Selon Joy et al. (1986), la faible statistique de comptage en MET constitue la principale source d'erreur. Il a été démontré expérimentalement que le nombre de comptes suit un comportement Gaussien de la forme suivante : $\sigma = \sqrt{N}$ où σ est l'écart-type et N est le nombre de comptes. En considérant un intervalle de confiance de 3σ , l'erreur sur le nombre de comptes est $3\sqrt{N}$. Donc, pour une seule analyse, il y a 99,73% de chance

que la valeur mesurée de N soit dans un intervalle de 3σ de la valeur moyenne $\bar{N}$. Ainsi, les erreurs relatives et absolues s'expriment selon les équations 2.29 et 2.30 respectivement.

$$\varepsilon_I^R = 3\sqrt{N}/N \quad (2.29)$$

$$\varepsilon_I^A = 3\sqrt{N} \quad (2.30)$$

2.6.3.5 Erreur sur les compositions chimiques calculées

À partir de l'équation 2.27, on peut dire que la composition d'un élément A est :

$$C_A = k_{AB} \cdot C_B \cdot \frac{I_A}{I_B} \quad (2.31)$$

Les erreurs relative et absolue s'écrivent de la façon suivante :

$$\text{Erreur relative} = \varepsilon_{C_A}^R = \varepsilon_{K_{AB}}^R + \varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R = 2\varepsilon_{I_A}^R + 2\varepsilon_{I_B}^R \quad (2.32)$$

$$\text{Erreur absolue} = \varepsilon_{C_A}^A = (2\varepsilon_{I_A}^R + 2\varepsilon_{I_B}^R) \times C_A \quad (2.33)$$

2.6.3.6 Erreur sur les facteurs k_{AB}

D'après l'équation 2.31, le facteur k_{AB} peut être selon l'équation suivante :

$$k_{AB} = \frac{C_A}{C_B} \cdot \frac{I_B}{I_A} \quad (2.34)$$

Puisque le calcul du facteur k_{AB} fait intervenir la division des intensités I_A et I_B , l'erreur relative et absolue sur le facteur doit être effectuée en effectuant la sommation des intensités de la façon suivante:

$$\text{Erreur relative} = \varepsilon_{k_{AB}}^R = \varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R \quad (2.35)$$

$$\text{Erreur absolue} = \varepsilon_{k_{AB}}^A = (\varepsilon_{I_A}^R + \varepsilon_{I_B}^R) \times k_{AB} \quad (2.36)$$

2.6.4 Résolution spatiale des analyses

Au MET, lorsque le faisceau électronique passe à travers l'échantillon, l'interaction des électrons avec la matière induit un élargissement du faisceau. La largeur du faisceau qui sort de l'échantillon est toujours supérieure à la largeur du faisceau incident. Ce phénomène est d'autant plus critique lorsque le volume de matière à analyser est petit. Dans un tel cas, il pourrait y avoir contribution de la matière située en périphérie de la région d'intérêt. Avant d'effectuer les analyses, il est nécessaire de s'assurer que la taille du faisceau sera contenue dans la région d'intérêt.

L'élargissement du faisceau peut être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$b = 625 \times \sqrt{\frac{\rho}{A}} \times \frac{Z}{E} \times t^{3/2} \quad (2.37)$$

où b est l'élargissement du faisceau en nm, ρ est la densité en g/cm³, A est la masse atomique en g/mol, Z est le numéro atomique, E est la tension d'accélération en eV et t est l'épaisseur de l'échantillon en nm. La taille finale du faisceau R peut être calculée à l'aide de l'équation 2.38 où d est la taille initiale du faisceau incident et b est son élargissement.

$$R = \sqrt{d^2 + b^2} \quad (2.38)$$

La taille initiale du faisceau a été mesurée à l'aide d'une caméra numérique positionnée sur le microscope avec un temps d'exposition très court, soit 0.04 s. Dans les conditions utilisées pour les analyses, la taille du faisceau était inférieure à 1 nm (figure 2.9).

Puisque l'élargissement du faisceau dépend du numéro atomique moyen de la région d'intérêt, les calculs ont été effectués pour tous les éléments et les composés susceptibles d'être présents dans l'échantillon. La figure 2.9 illustre l'évolution de la taille du faisceau à la sortie de l'échantillon en fonction de son épaisseur pour le Mg, l'Al, le Sr et le Al₄Sr. Ces courbes ont été tracées en utilisant les équations 2.37 et 2.38. Le composé Al₄Sr est celui qui possède le numéro atomique moyen le plus élevé ($\bar{Z} = 18$) parmi les éléments ou les composés présents dans l'alliage AJ62+Al (section 3.3). Ce composé a donc servi de référence dans les calculs d'élargissement du faisceau.

La technique de préparation des lames minces par faisceau ionique focalisé permet d'obtenir des échantillons dont l'épaisseur se situe entre 50 et 250 nm (section 2.2.2). Donc, si la région d'intérêt était composée d'une lamelle de Al₄Sr et que son épaisseur était de 250 nm, la taille du faisceau à la sortie de l'échantillon serait de 62 nm (figure 2.9). Comme on le verra à la section 3.3, la taille des lamelles du constituant lamellaire

est largement supérieure à cette valeur. Dans ces conditions d'analyse, la taille du faisceau serait contenue à l'intérieur de la lamelle.

L'expression 2.39 a quant à elle été utilisée pour estimer le volume de génération des rayons X lors des analyses en spectrométrie des rayons X. Cette expression analytique a été formulée par Goldstein et al. (1977) et est basée sur le principe que l'électron subit une collision élastique unique à la mi-épaisseur de la lame mince. Le paramètre b correspond à l'élargissement du faisceau à l'intérieur duquel 90% des rayons X sont générés.

$$b = 6,25 \cdot 10^5 \times \left(\frac{Z}{E_0} \right) \times \left(\frac{\rho}{A} \right)^{1/2} \times t^{3/2} \quad (2.39)$$

où

A = masse atomique (g/mol)

ρ = densité (g/cm³)

Z = numéro atomique

E_0 = tension d'accélération du faisceau électronique

t = épaisseur de la lame mince

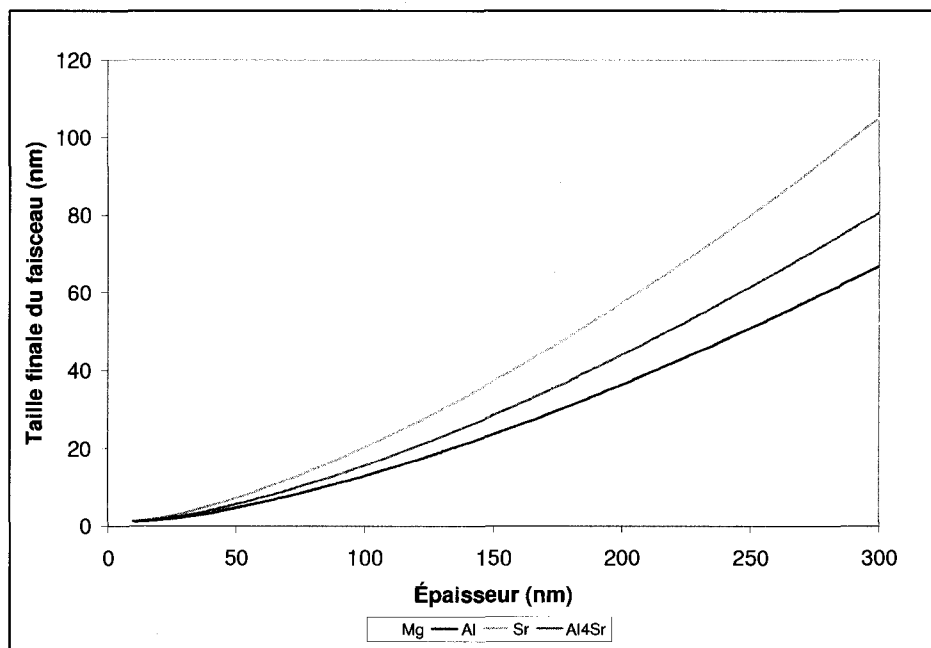


Figure 2.9 Taille du faisceau à la sortie de l'échantillon en fonction de l'épaisseur pour le Mg, l'Al, le Sr et le Al_4Sr (équation 2.37).

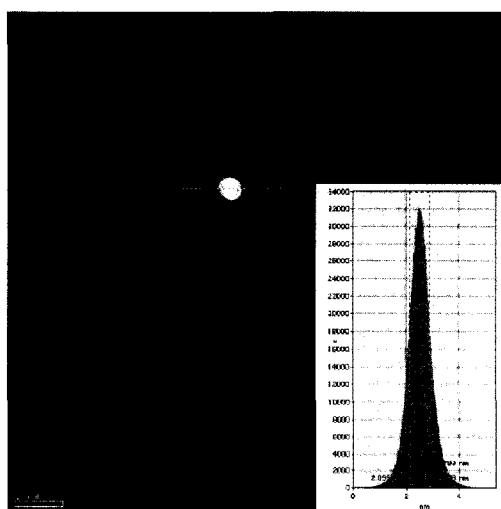


Figure 2.10 Mesure de la taille du faisceau incident d à l'aide de la caméra numérique, $d < 1\text{ nm}$.

2.6.5 Critère de la lame mince

Au-delà d'une certaine épaisseur de la lame mince, il est nécessaire de tenir compte de l'absorption et de la fluorescence lors de la quantification des spectres EDS. L'équation qui suit est utilisée pour définir l'épaisseur limite:

$$t < \frac{0,2}{\rho \left(\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{\max} - \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{\min} \right)} \quad (\text{unités : cm et g/cm}^3) \quad (2.40)$$

où $\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{\max}$ et $\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{\min}$ sont respectivement les valeurs maximales et minimales des coefficients d'absorption massique en tenant compte de toutes les combinaisons possibles des éléments présents dans la région à analyser. Cette équation correspond à la condition où il peut y avoir jusqu'à 10% d'absorption.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION

3.1 RÉSULTATS DES ESSAIS DE RÉTENTION AUX EFFORTS DE BOULONNAGE SUR LES ALLIAGES AJ62x

Les paramètres expérimentaux ont été sélectionnés de façon à reproduire les conditions en service des pièces coulées à partir des alliages AJ62x. Ce travail consiste à évaluer l'effet de la composition chimique des alliages, la contrainte initiale appliquée ainsi que la température sur la rétention aux efforts de boulonnage. La densité des échantillons sélectionnés pour les essais se situait entre 1,7521 et 1,7689 g/cm³; soit un écart d'environ 1,2% par rapport à la densité du magnésium pur (1,740 g/cm³; Des Matériaux, 1986). La densité des échantillons était mesurée afin d'éviter que les résultats des essais de rétention aux efforts de boulonnage soient biaisés par la présence de porosités. Les paragraphes qui suivent présentent les résultats obtenus.

3.1.1 Effet de la composition chimique des alliages AJ62x sur la rétention aux efforts de boulonnage

L'objectif de la première série d'essais était d'évaluer l'effet de la composition chimique des alliages AJ62x sur la rétention aux efforts de boulonnage. Les quatre compositions chimiques présentées à la section 2.1 ont été évaluées, soient ; C1_{5.6/2.1}, C2_{5.6/2.5}, C3_{6.6/2.1} et C4_{6.6/2.5}. Cette série d'essais a été réalisée à 150°C et une contrainte initiale d'environ 60 MPa était appliquée de façon à atteindre la contrainte maximale visée d'environ 70 MPa après l'immersion dans le bain d'huile. La durée des essais était de 350 heures. Le tableau 3.1 résume les paramètres expérimentaux associés à cette série d'essais.

Les résultats obtenus lors de cette série d'essais ont permis de tracer les courbes de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps (figure 3.1). L'analyse des résultats a été réalisée selon l'approche de Baril et al. (2004), en traçant les courbes du logarithme népérien de la contrainte en fonction du temps (figure 3.2). Il était alors possible à partir de ces courbes de déterminer les paramètres qui les caractérisent, soient : σ_0 ; la contrainte maximale atteinte; K_0 la chute initiale de la contrainte et le taux de réduction de la contrainte (la pente de la partie linéaire). Le tableau 3.1 contient les paramètres obtenus.

Tableau 3.1 Paramètres expérimentaux associés à la première série d'essais.

Composition chimique	Contrainte initiale visée après immersion [σ_0] (MPa)	Température (°C)	Contrainte retenue après 120 hrs (MPa)	K_0	Pente
C1 _{5,6/2,1}	70	150	49	0.722	-2,592x10 ⁻⁴
C2 _{5,6/2,5}	70	150	53	0.785	-2,445x10 ⁻⁴
C3 _{6,6/2,1}	70	150	41	0.626	-3,964x10 ⁻⁴
C4 _{6,6/2,5}	70	150	49	0.734	-2,611x10 ⁻⁴

L'examen des résultats permet de constater que l'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} est celui qui a subi la plus faible chute initiale de la contrainte ($K_0 = 0,785$). Les alliages de compositions chimiques C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} possèdent des comportements similaires à 150°C. Ce qui peut s'expliquer par le fait que le ratio (Al/Sr) est similaire pour les deux alliages; soit de 2,7 et 2,6 pour les alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} respectivement. La chute initiale de la contrainte (K_0) est de 0,722 et 0,734 pour les alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} respectivement. Il sera question à partir de la section 3.2 de ce mémoire de l'effet du ratio (Al/Sr) sur la microstructure des alliages AJ62x.

Bien que la chute initiale de la contrainte (K_0) obtenue à partir de l'alliage $C2_{5,6/2,5}$ soit plus faible que celle obtenue à partir des alliages $C1_{5,6/2,1}$ et $C4_{6,6/2,5}$, le taux de réduction de la contrainte est quant à lui similaire pour les trois alliages. En effet, le taux de réduction de la contrainte est égal à $-2,592 \times 10^{-4}$, $-2,445 \times 10^{-4}$ et $-2,611 \times 10^{-4}$ pour les alliages $C1_{5,6/2,1}$, $C2_{5,6/2,5}$ et $C4_{6,6/2,5}$ respectivement. La théorie de Oding et al. (1965) (section 1.1.5.1.2) veut que K_0 soit une mesure de la résistance des joints de grains à la déformation et que le taux de la réduction de la contrainte soit une mesure de la résistance des grains eux-mêmes. La performance plus élevée de l'alliage $C2_{5,6/2,5}$ par rapport aux alliages $C1_{5,6/2,1}$ et $C4_{6,6/2,5}$, serait donc davantage attribuée à la résistance à la déformation des joints de grains qu'à la résistance des grains eux-mêmes.

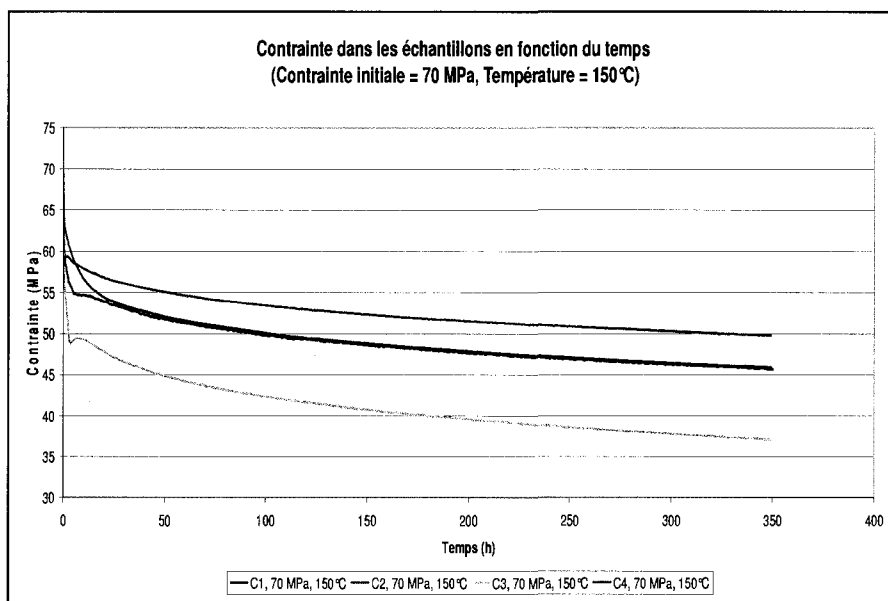


Figure 3.1 Effet de la composition chimique des alliages AJ62x sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une contrainte initiale = 70 MPa et une température = 150 °C.

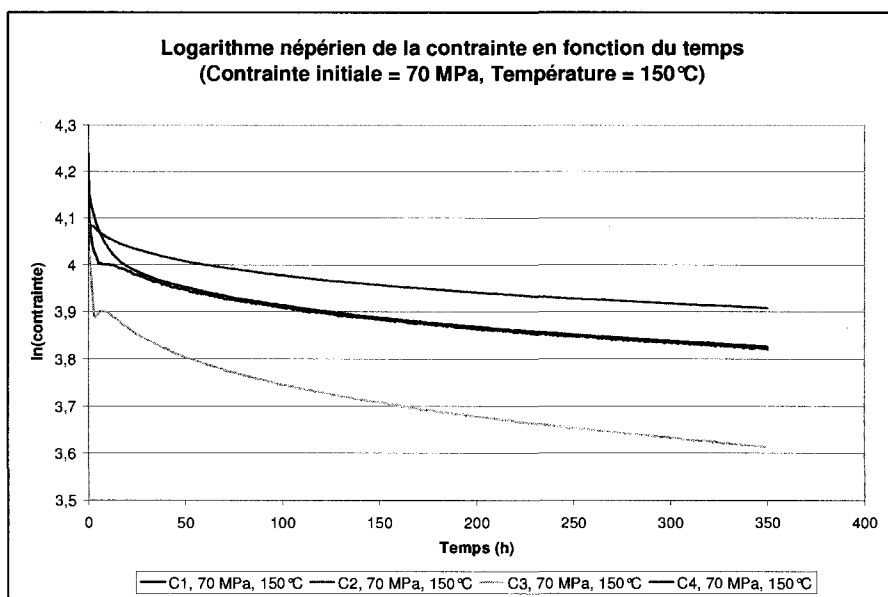


Figure 3.2 Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une contrainte initiale = 70 MPa et une température = 150 °C.

On constate que par rapport aux échantillons C1_{5,6/2,1}, C2_{5,6/2,5} et C4_{6,6/2,5}, l'échantillon de composition chimique C3_{6,6/2,1} est celui qui a subi la plus importante chute initiale de la contrainte (0,626) et le plus fort taux de réduction de la contrainte ($-3,964 \times 10^{-4}$).

La figure 3.3 illustre les courbes du pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale après immersion des échantillons dans le bain d'huile à 150°C. Les résultats de ces essais sont contenus dans le tableau 3.2. En examinant ces courbes, on voit que l'alliage de composition chimique C3_{6,6/2,1} est celui qui a retenu le plus faible pourcentage de la contrainte initiale après 120 heures. Par exemple, pour une contrainte initiale de 50 MPa, le pourcentage retenu après 120 heures pour l'alliage C3_{6,6/2,1} (72%) est de 10% inférieur à celui de l'alliage C1_{5,6/2,1} (79%). Cette valeur est d'environ 13% pour des contraintes initiales de 70 et 90 MPa.

Pour des contraintes initiales égales à 50 et 70 MPa, l'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} a retenu le plus fort pourcentage de la contrainte initiale après 120 heures. Toutefois, pour une contrainte initiale de 90 MPa, le pourcentage de la contrainte initiale retenue pour l'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} est similaire à celui des alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} ; soient de 64, 65 et 64% pour les alliages C1_{5,6/2,1}, C2_{5,6/2,5} et C4_{6,6/2,5} respectivement.

Tableau 3.2 Le pourcentage de la contrainte initiale retenue dans les échantillons après 120 heures.

Contrainte initiale [σ_0] (MPa) / Composition chimique	Pourcentage de la contrainte initiale retenue après 120 heures			
	C1 (abs)	C2 (abs)	C3 (abs)	C4 (abs)
50	79 (39,5)	85 (42,5)	72 (36)	82 (41)
70	71 (49,7)	77 (38,5)	61 (42,7)	72 (50,4)
90	64 (57,6)	65 (58,5)	56 (50,4)	64 (57,6)

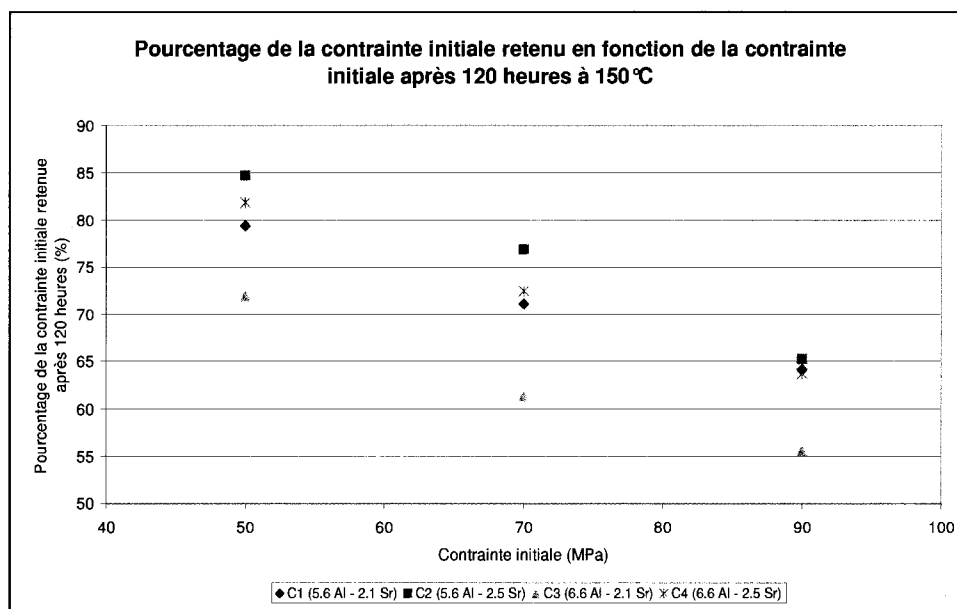


Figure 3.3 Le pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale après 120 heures à 150 °C.

D'autres essais de rétention aux efforts de boulonnage ont été réalisés en utilisant l'alliage de composition chimique $C_{2.5.6/2.5}$ dans le but de mieux connaître son comportement dans la gamme de contraintes se situant entre 70 et 90 MPa. Il faut rappeler que lors des essais présentés à la section précédente, l'alliage de composition chimique $C_{2.5.6/2.5}$ avait démontré des performances supérieures à celles des alliages $C_{1.5.6/2.1}$ et $C_{4.6.6/2.5}$ jusqu'à une contrainte initiale de 70 MPa. Toutefois, les performances de l'alliage $C_{2.5.6/2.5}$ étaient similaires à celles des alliages $C_{1.5.6/2.1}$ et $C_{4.6.6/2.5}$ lorsque la contrainte initiale était de 90 MPa.

Pour ces essais supplémentaires, les contraintes initiales étaient appliquées de façon à ce que la contrainte maximale atteinte, une fois les échantillons plongés dans le bain d'huile, se situent entre 70 et 90 MPa. D'autres essais ont été réalisés sur des échantillons de compositions chimiques $C_{1.5.6/2.1}$ et $C_{4.6.6/2.5}$ en appliquant des contraintes

initiales égales à 80 MPa après immersion. Les résultats obtenus sont contenus dans le tableau 3.3.

Les résultats obtenus ont permis de tracer les courbes du pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale appliquée pour les quatre alliages (figure 3.4). La première constatation est que la chute de rétention aux efforts de boulonnage pour l'alliage C2_{5.6/2.5} se produit rapidement dès que la contrainte maximale atteinte dépasse 70 MPa. Pour des contraintes supérieures à 70 MPa, la rétention aux efforts de boulonnage de l'alliage C2_{5.6/2.5} n'est que très légèrement supérieure à celle des alliages C1_{5.6/2.1} et C4_{6.6/2.5}. Par exemple, pour une contrainte initiale égale à environ 80 MPa, la différence du pourcentage de la contrainte initiale retenue entre les alliages C2_{5.6/2.5} et C4_{6.6/2.5} n'est que de 2%.

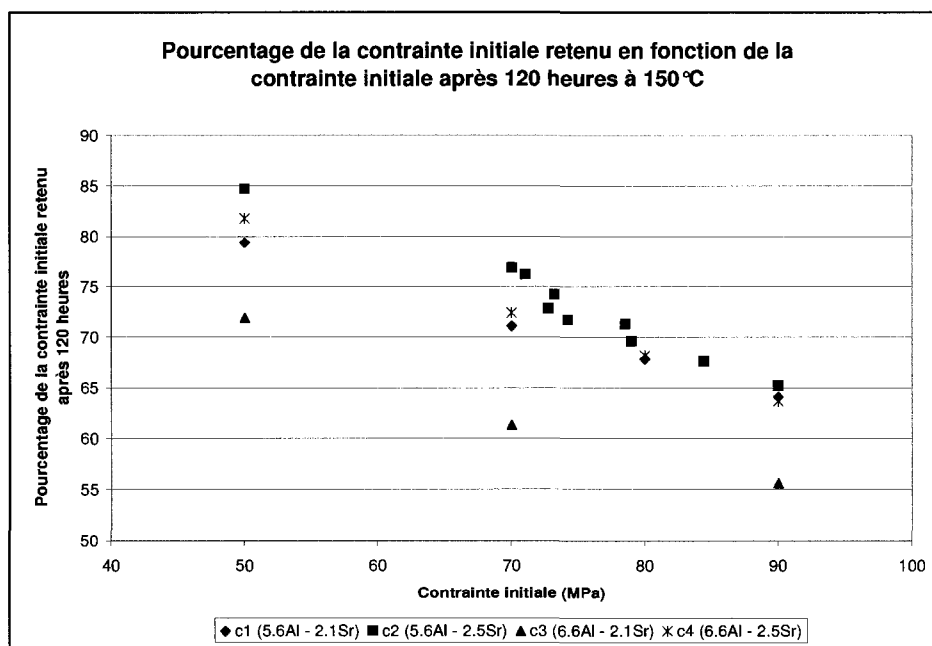


Figure 3.4 Le pourcentage de la contrainte initiale retenue en fonction de la contrainte initiale appliquée après 120 heures à 150°C.

On note donc, que la variation de la teneur en aluminium et en strontium a un effet sur la rétention aux efforts de boulonnage des alliages AJ62x. On constate qu'une diminution du ratio de la teneur en aluminium sur la teneur en strontium (Al/Sr) a pour effet d'accroître la capacité de l'alliage à retenir la charge initiale. L'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} est celui qui possède le ratio (Al/Sr) le plus faible (2,2). Il s'agit également de l'alliage qui a retenu le plus fort pourcentage de la contrainte initiale pour des contraintes initiales de 50 et 70 MPa. Par contre, pour des contraintes initiales supérieures à 70 MPa, le pourcentage de la contrainte initiale retenue pour l'alliage C2_{5,6/2,5} est similaire à celui des alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5}. Le ratio (Al/Sr) des alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} est de 2,7 et 2,6 respectivement. On constate que leur capacité à retenir la charge initiale est à mi-chemin entre celle de l'alliage C2_{5,6/2,5} et celle de l'alliage C3_{6,6/2,1} qui lui, possède un ratio (Al/Sr) égal à 3,1. Ces résultats corroborent ceux obtenus par Baril et al. (2004) qui indiquaient qu'une diminution du ratio (Al/Sr) avait pour effet d'accroître la capacité de l'alliage à retenir la charge initiale appliquée.

Dans leur travaux, Sohn et al. (2000) avaient observé qu'une augmentation de la teneur en Ca dans les alliages AM50 favorisait une augmentation de la résistance à la chute de la contrainte (K_0). Une augmentation de la teneur en Ca dans les alliages AM50 entraîne la présence de la phase Al₂Ca aux joints de grains α -Mg. Cette phase, qui possède un point de fusion élevé (1079°C) serait responsable de la bonne résistance aux efforts de boulonnage pour des contrainte se situant entre 40 et 70 MPa et des températures qui varient entre 125 et 175°C.

La section 3.2 de ce mémoire présente la caractérisation microstructurale des alliages AJ62x étudiés dans le cadre de ce projet. L'effet du ratio (Al/Sr) sur la nature des constituants présents aux joints de grains α -Mg est mis en évidence et permet de mieux comprendre les résultats présentés jusqu'ici.

Tableau 3.3 Le pourcentage de la contrainte initiale retenue dans les échantillons après 120 heures

Contrainte initiale [σ_0] (MPa) / Composition chimique	Pourcentage de la contrainte initiale retenue après 120 heures			
	C1 _{5.6/2.1}	C2 _{5.6/2.5}	C3 _{6.6/2.1}	C4 _{6.6/2.5}
50.0	79.4	84.7	71.9	81.8
70.0	71.1	76.9	61.3	72.4
71.0		76.2		
73.0		72.8		
74.0		71.7		
78.5		71.3		
79.0		69.6		
80.0	67.8			68.2
84.0		67.6		
90.0	64.1	65.2	55.6	63.7

3.1.2 Effet de la contrainte initiale appliquée sur la rétention aux efforts de boulonnage

L'objectif de la seconde série d'essais était d'évaluer l'effet de la contrainte initiale appliquée sur la rétention aux efforts de boulonnage. Les résultats obtenus ont permis de tracer les courbes illustrées à la figure 3.5. Ces essais ont été réalisés à 150°C sur des échantillons de composition chimique C2_{5.6/2.5}. Comme nous le verrons à la section 3.2 de ce mémoire, la nature des phases présentes aux joints de grains de l'alliage C2_{5.6/2.5} est différente de celle des alliages C1_{5.6/2.1}, C3_{6.6/2} et C4_{6.6/2.5}. Basé sur les observations de Sohn et al. (2000), il est permis de croire que la nature des phases présentes aux joints de grains de l'alliage C2_{5.6/2.5} pourrait être à l'origine de ses performances plus élevées

par rapport aux alliages C1_{5.6/2.1}, C3_{6.6/2} et C4_{6.6/2.5}. Pour cette raison, ces essais ont été réalisés sur l'alliage C2_{5.6/2.5} afin de mieux connaître son comportement.

Les contraintes initiales appliquées avant l'immersion des échantillons dans le bain d'huile étaient de 40, 60 et 80 MPa, de façon à ce que la contrainte maximale après l'immersion atteigne environ 50, 70 et 90 MPa respectivement. Les paramètres expérimentaux employés lors de ces essais sont contenus dans le tableau 3.4. Comme à la section précédente, l'analyse des résultats a été réalisée à partir des courbes du logarithme népérien de la contrainte en fonction du temps (figure 3.6). Les résultats ainsi obtenus sont donnés dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4 Paramètres expérimentaux pour déterminer l'effet de la contrainte initiale appliquée, alliage C2_{5.6/2.5}.

Alliage	Contrainte initiale visée après immersion (MPa)	Température (°C)	Contrainte retenue après 120 hrs (MPa)	K ₀	Pente
C2 _{5.6/2.5}	50	150	43	0,863	-2,056x10 ⁻⁴
C2 _{5.6/2.5}	70	150	53	0,785	-2,445x10 ⁻⁴
C2 _{5.6/2.5}	90	150	58	0,661	-2,620x10 ⁻⁴

On constate en observant les résultats obtenus qu'une augmentation de la contrainte initiale appliquée entraîne une augmentation de la contrainte retenue après 120 heures. Par contre, on note que pour une contrainte initiale de 90 MPa, la contrainte retenue après 120 heures est de 58 MPa. Ce n'est que 5 MPa de plus que la contrainte retenue après 120 heures pour une contrainte initiale de 70 MPa. On note également que l'application d'une contrainte initiale plus importante entraîne une augmentation de la

chute initiale de la contrainte et une augmentation du taux de réduction de la contrainte. Il est donc permis de croire que pour une durée plus importante, la contrainte retenue pour une contrainte initiale de 90 MPa serait moins importante que la contrainte retenue pour une contrainte initiale de 70 MPa. Ces résultats corroborent ceux obtenus par Baril et al (2004).

Lors des essais de rétention aux efforts de boulonnage, les échantillons sont soumis à une déformation totale constante. La déformation totale est égale à la somme de la déformation élastique et de la déformation plastique. Pour les matériaux élastiques linéaires comme le magnésium, la déformation élastique est proportionnelle à la contrainte via le module d'élasticité (module d'Young). Si la contrainte et la température sont suffisamment élevées, l'échantillon subira du fluage. Étant donné que la déformation totale est maintenue constante, une portion de la déformation élastique totale se transforme en une déformation plastique. Ce phénomène a pour effet de diminuer la contrainte dans l'échantillon. Pour une température donnée, le fluage sera d'autant plus important que la contrainte appliquée sera élevée. C'est ce qui explique que le taux de diminution de la contrainte est plus important pour une contrainte initiale de 90 MPa que pour une contrainte initiale de 70 MPa.

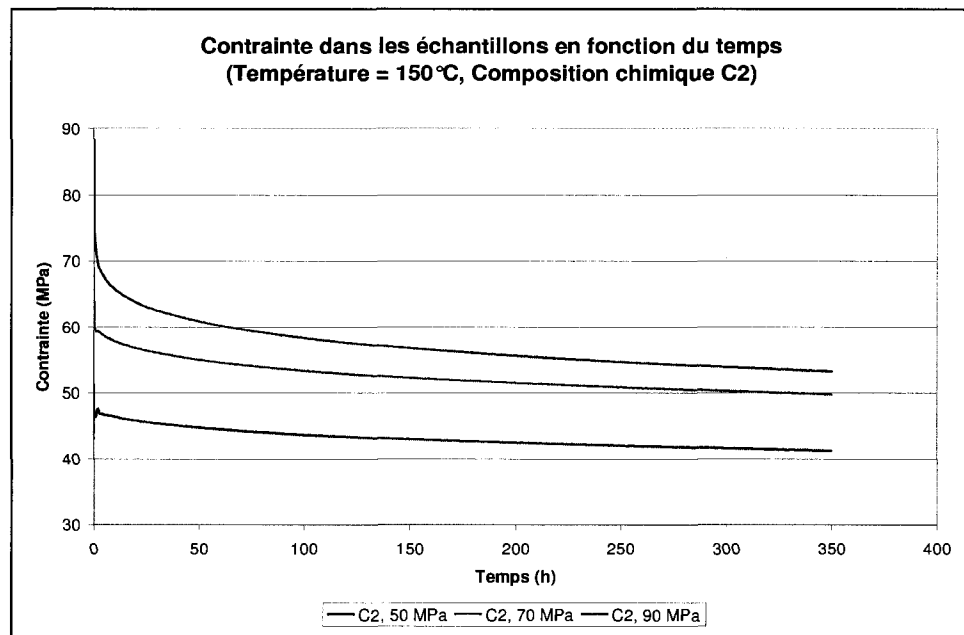


Figure 3.5 Effet de la contrainte initiale sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une composition chimique C2_{5.6/2.5} et une température = 150 °C.

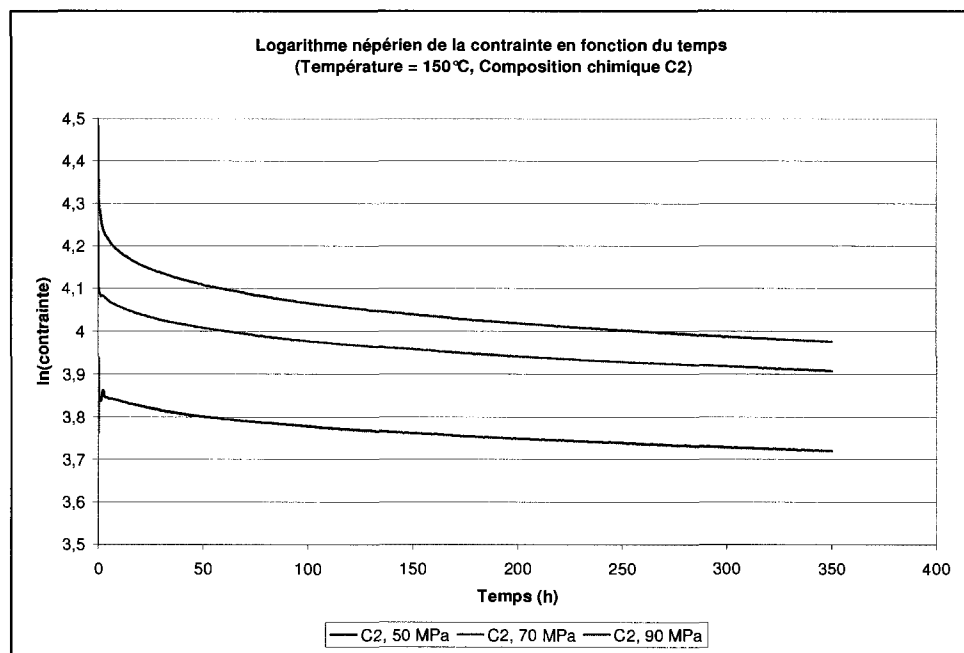


Figure 3.6 Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une composition chimique C2_{5.6/2.5} et une température = 150 °C.

3.1.3 Effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage

L'effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage a été évalué sur des échantillons de composition chimique C2_{5,6/2,5}. Cet alliage a été choisi pour effectuer ces essais pour les mêmes raisons que celle mentionnées à la section 3.1.2. Les essais ont été réalisés pour une durée de 350 heures à 150 et 175°C avec une contrainte initiale visée après immersion des échantillons dans le bain d'huile égale à 70 MPa. Pour cette série d'essais, la température maximale était limitée à 175°C afin de représenter les conditions en service de ces alliages. Le tableau 3.5 présente les paramètres expérimentaux de cette série d'essais.

Les résultats obtenus à partir de ces essais ont permis de tracer les courbes de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps (figure 3.7). Les courbes du logarithme népérien de la contrainte en fonction du temps ont également été tracées afin de déterminer les paramètres qui les caractérisent (figure 3.8). Les paramètres obtenus sont données dans le tableau 3.6.

Tableau 3.5 Paramètres expérimentaux pour déterminer l'effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage, alliage C2_{5,6/2,5}.

Alliage	Contrainte initiale visée (MPa)	Température (°C)	Contrainte retenue après 120 hrs (MPa)	K ₀	Pente
C2 _{5,6/2,5}	70	150	53	0,785	-2,445 x10 ⁻⁴
C2 _{5,6/2,5}	70	175	43	0,573	-5,611 x10 ⁻⁴

La contrainte initiale appliquée sur les échantillons avant leur immersion dans le bain d'huile était 60 MPa. On constate qu'une augmentation de la température du bain d'huile a pour effet d'accroître la contrainte maximale après l'immersion des échantillons dans le bain d'huile. Pour l'essai réalisé à 150°C, la contrainte est passée de 60 à 69 MPa après l'immersion de l'échantillon dans le bain d'huile. Par contre, pour l'essai réalisé à 175°C, la contrainte est passée de 60 à 77 MPa. Ce phénomène est dû à la différence entre le coefficient de dilatation thermique de l'acier et celui du magnésium. En effet, l'acier possède un coefficient de dilatation linéique égal à $11,8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ tandis que celui du magnésium est égal à $25,2 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Ainsi, l'échantillon de magnésium tend à se déformer davantage que le boulon instrumenté. L'échantillon de magnésium est alors contraint de se déformer et par conséquent, cela entraîne une augmentation de la contrainte en compression dans l'échantillon. Ce phénomène est d'autant plus important que la température du bain d'huile est élevée.

En examinant les résultats obtenus, on constate que la chute rapide de la contrainte (K_0) initiale croît avec l'augmentation de la température du bain d'huile. Effectivement, le paramètre K_0 est moins élevé à 175°C ($K_0 = 0,573$) qu'à 150°C ($K_0 = 0,785$). On remarque également que le taux de réduction de la contrainte augmente avec une augmentation de la température. Ainsi, le pourcentage de la contrainte initiale retenue après 350 heures diminue avec une augmentation de la température des essais. Pour l'essai réalisé à 150°C, le pourcentage de la contrainte initiale retenue est de 77%. À 175°C, il est égal à 56%.

Cette diminution de la résistance aux efforts de boulonnage lorsque la température de l'essai augmente serait attribuée à deux phénomènes. Le premier phénomène correspond à l'augmentation de la diffusion des atomes aux joints de grains. Ainsi, une augmentation de la température de l'essai favorise une diminution de la résistance des

joints de grains à la déformation (K_0). Le second phénomène serait associé à une diminution de la capacité des atomes d'aluminium en solution solide dans la matrice α -Mg à bloquer le mouvement des dislocations. Sous l'effet de l'agitation thermique, l'oscillation des atomes d'aluminium permet le désencrage des dislocations (Pekguleryuz et Luo, 1996).

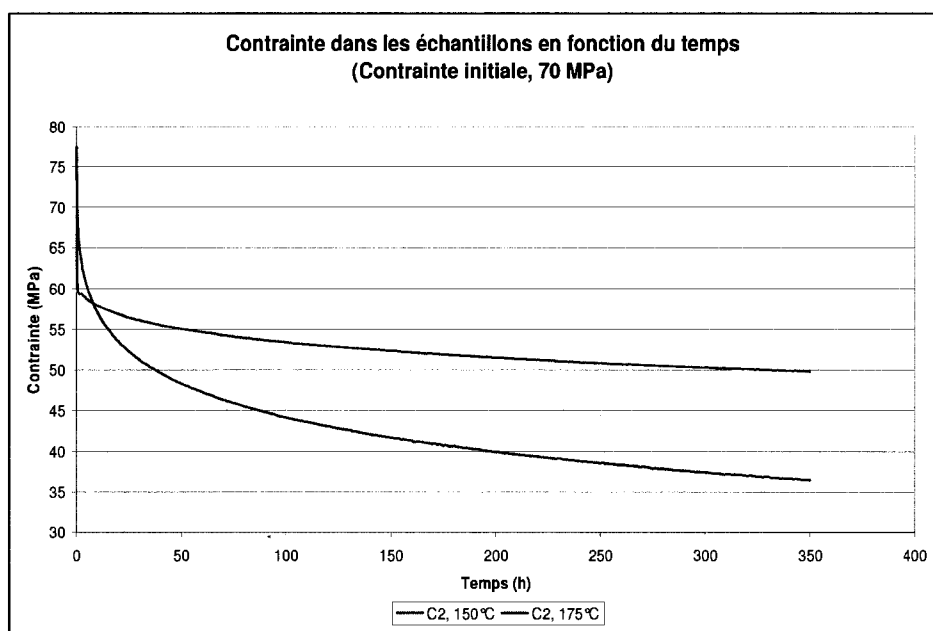


Figure 3.7 Effet de la température sur la rétention aux efforts de boulonnage pour une composition chimique C2_{5.6/2.5} et une contrainte initiale visée = 70 MPa.

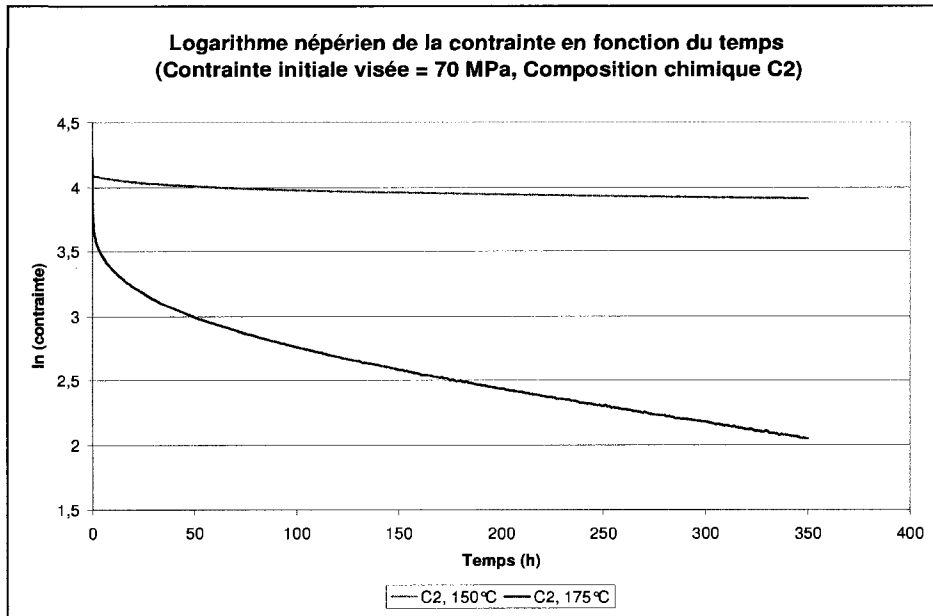


Figure 3.8 Logarithme népérien de la contrainte dans les échantillons en fonction du temps pour une composition chimique C2_{5,6/2,5} et une contrainte initiale visée = 70 MPa.

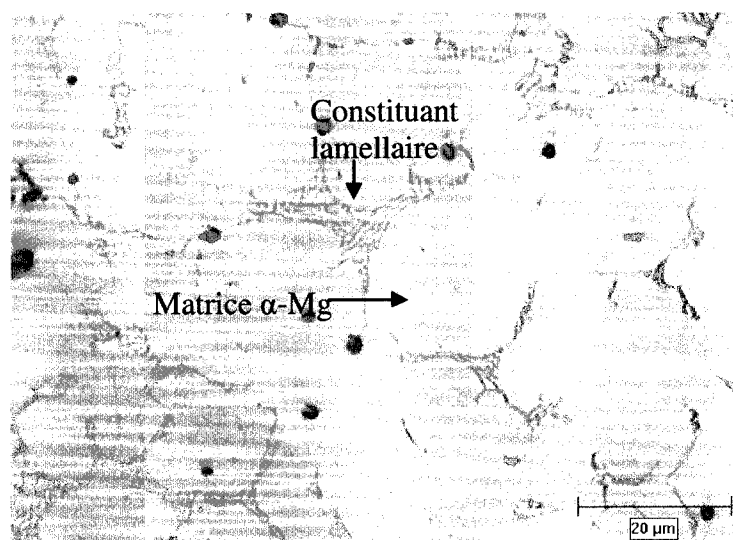
3.2 MICROSCOPIE OPTIQUE

Des observations au microscope optique ont été réalisées sur les alliages AJ62x avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures à 175°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Les échantillons ont été ainsi sélectionnés puisqu'il s'agissait des conditions expérimentales les plus sévères. Ces observations ont permis de vérifier s'il y avait de la microségrégation de l'aluminium aux joints de grains α -Mg.

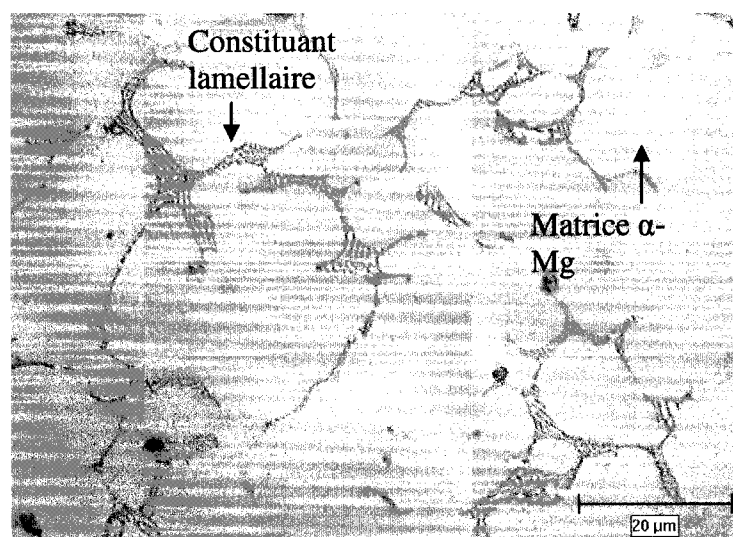
Lors de l'attaque chimique de la surface à observer, la dissolution du matériau varie en fonction de sa composition chimique (Des Matériaux, 1986). Dans le cas présent, une teneur plus élevée en aluminium à proximité des joints de grains par rapport au centre

des grains se traduirait par la présence de microreliefs. Ces microreliefs peuvent être mis en évidence en faisant varier la mise au point du microscope.

Les figures 3.9 et 3.10 présentent des micrographies typiques prises à partir des alliages C3_{6.6/2.1} et C2_{5.6/2.5} respectivement. Parmi les alliages étudiés dans le cadre de ce projet, l'alliage C3_{6.6/2.1} est celui qui possède la plus forte teneur en aluminium (6.6% massique) tandis que l'alliage C2_{5.6/2.5} est celui qui possède la plus faible teneur en aluminium (5.6% massique). Le phénomène de microségrégation aux joints de grains α -Mg n'a pas été observé autant pour l'alliage C2_{5.6/2.5} que pour l'alliage C3_{6.6/2.1}. Cependant, il est possible que ce phénomène ne puisse pas être observé si la variation de composition chimique n'est pas assez importante. De plus, le traitement thermique de 500 heures à 175°C n'a pas eu pour effet d'accroître la taille des grains des alliages étudiés. Pour tous les alliages, la taille des grains α -Mg se situait entre 5 et 30 μm et demeurerait inchangée après le traitement thermique. Des fines bandes ont été observées au pourtour d'un constituant non lamellaire situé aux joints de grains dans l'alliage C2_{5.6/2.5}. Ces bandes étaient présentes avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage et apparaissent plus foncées que le constituant non lamellaire. Ces bandes seront mises en évidence à la section 3.3 de ce mémoire. Cette section présente les résultats des observations en imagerie au microscope électronique à balayage (MEB). Le pouvoir de grossissement et de résolution du MEB est plus élevé que celui du microscope optique. Cette caractéristique rend possible la caractérisation des éléments de matière plus petits comme les fines bandes observées ici. Pour ces raisons, la microstructure des alliages sera présentée à la section 3.3.

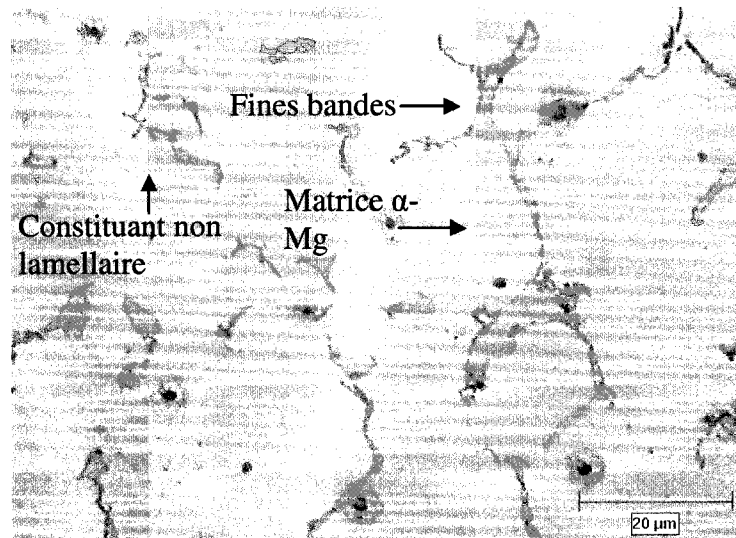


(a)

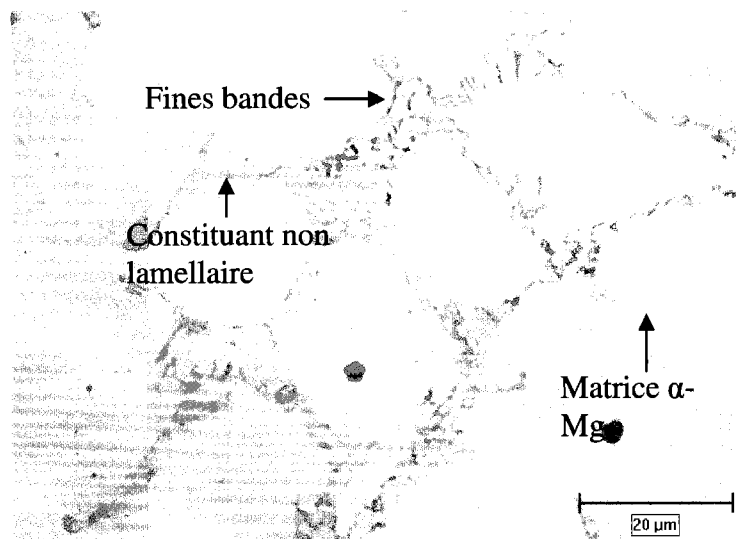


(b)

Figure 3.9 Micrographies optiques de l'alliage C3_{6.6/2.1} (a) brut de coulée et (b) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175°C et 90MPa. La taille des grains est demeurée inchangée après le traitement thermique (5 et 30 µm).



(a)



(b)

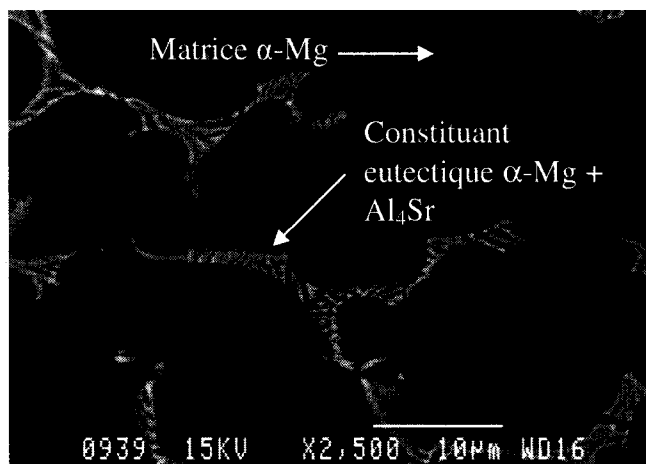
Figure 3.10 Micrographies optiques de l'alliage C2_{5.6/2.5} (a) brut de coulée et (b) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175 °C et 90MPa. Présence de fines bandes foncées au pourtour du constituant non lamellaire. La taille des grains est demeurée inchangée après le traitement thermique (5 et 30 μm).

3.3 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE

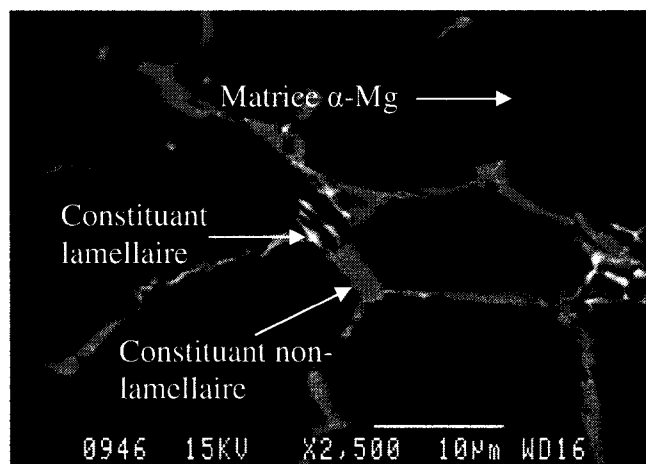
Le pouvoir de résolution et le grossissement du microscope électronique à balayage (MEB) ont permis de distinguer les différentes phases présentes aux joints de grains α -Mg des alliages étudiés dans le cadre de ce projet. La microstructure des alliages de composition chimique C1_{5,6/2,1}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} se caractérise par la présence d'un constituant eutectique lamellaire situé aux joints de grains α -Mg (figure 3.11). Selon Landriault (2004), ce constituant eutectique est composé de lamelles de α -Mg en alternance avec des lamelles de Al₄Sr. Sur ces photos, prises en électrons rétrodiffusés, les lamelles qui apparaissent en gris pâle correspondent à la phase Al₄Sr et celles dont la couleur est identique à celle de la matrice correspondent à la phase α -Mg. Aucun précipité de Mg₁₇Al₁₂ n'a été observé dans ces alliages. La taille des grains α -Mg se situe entre 5 et 30 μm .

La teneur en aluminium et en strontium dans les alliages AJ62x a un effet important sur la nature des constituants présents aux joints de grains α -Mg. Parmi les quatre alliages étudiés, l'alliage C2_{5,6/2,5} est celui qui possède le ratio (Al/Sr) le plus faible. Le ratio (Al/Sr) est de 2.2 pour l'alliage C2_{5,6/2,5} tandis qu'il est de 2.7, 3.1 et 2.6 pour les alliages C1_{5,6/2,1}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} respectivement. L'augmentation de la teneur en strontium par rapport à celle en aluminium favorise la présence d'un constituant non-lamellaire aux joints de grains α -Mg. L'image obtenue à partir de l'alliage de composition chimique C2_{5,6/2,5} (figure 3.11b) révèle la présence d'un constituant lamellaire qui semble être lié au constituant non-lamellaire et qui pourrait correspondre aux fines bandes observées au microscope optique (section 3.2). L'intensité de cette phase est plus élevée que l'intensité du constituant non-lamellaire. Cela indique que ces deux phases

possèdent une composition chimique différente. Comme pour les trois autres alliages, la taille des grains de l'alliage C2_{5.6/2.5} se situe entre 5 et 30 μm . Ces résultats corroborent ceux obtenus au microscope optique.

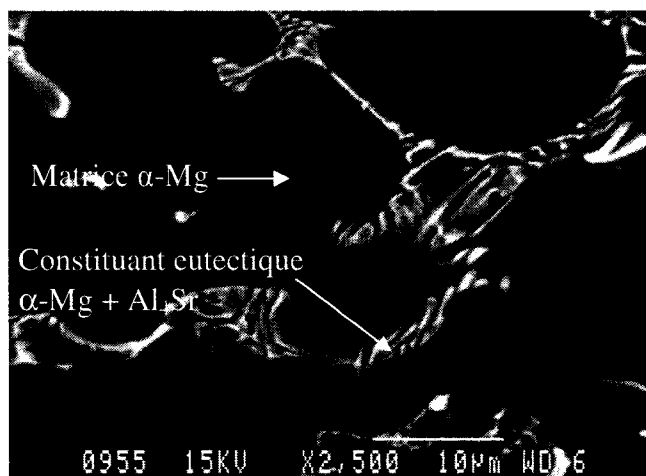


(a)

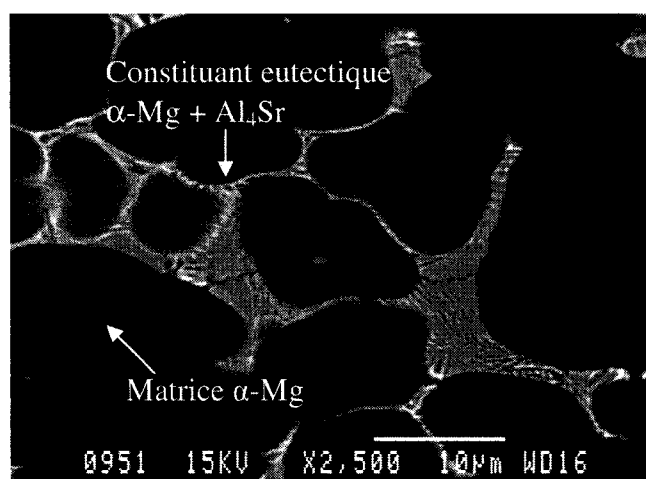


(b)

Figure 3.11 Images en électrons rétrodiffusés (15keV) des échantillons de composition chimique (a) C1_{5.6/2.1}; constituant eutectique $\alpha\text{-Mg} + \text{Al}_4\text{Sr}$ situé aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$ et (b) C2_{5.6/2.5}; constituant lamellaire et constituant non-lamellaire situés aux joints de grains $\alpha\text{-Mg}$.



(c)

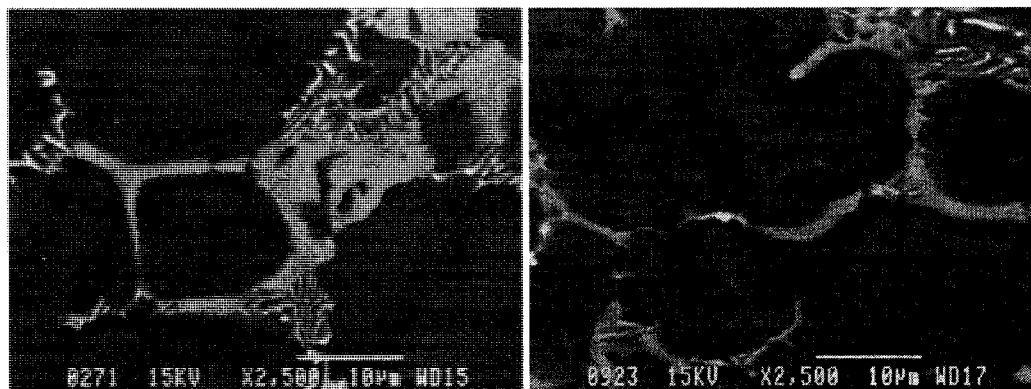


(d)

Figure 3.11 (suite) Images en électrons rétrodiffusés (15keV) des échantillons de composition chimique (c) C3_{6.6/2.1} et (d) C4_{6.6/2.5}; constituant eutectique α -Mg + Al₄Sr situé aux joints de grains α -Mg.

La microscopie électronique à balayage a également été utilisée pour évaluer la stabilité de la microstructure des alliages AJ62x au cours des essais de rétention aux efforts de boulonnage. Des images ont été prises avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage. à partir des échantillons d'alliage C2_{5,6/2,5} et C3_{6,6/2,1}. Dans les deux cas, les essais ont été réalisés à 175°C, pendant 500 heures et sous une contrainte initiale de 90 MPa. À cette échelle, il n'y a aucune indication que la fraction volumique et la morphologie de chacune des phases aient changée au cours des essais. Le contraste n'a pas révélé de ségrégation d'aluminium à proximité des joints de grains α -Mg. Voir images 3,12 et 3,13.

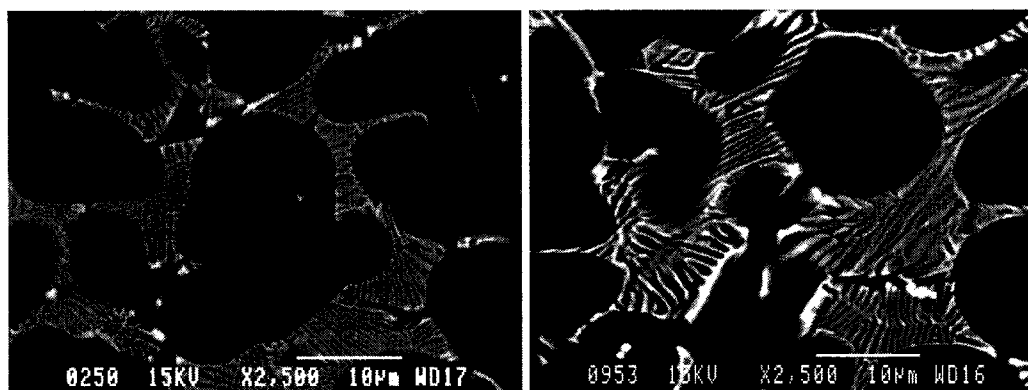
Des profils de concentration chimique ont été effectués au microscope électronique en transmission (TEM) suite à des essais de rétention aux efforts de boulonnage pour vérifier la stabilité des phases situées aux joints de grains α -Mg. Ces résultats seront présentés à la section 3.6.2.



(a)

(b)

Figure 3.12 Images en électrons rétrodiffusés (15keV) de l'alliage de composition chimique $C2_{5.6/2.5}$ avant (a) et après (b) les essais de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175 °C et 90MPa. Aucune indication d'un changement de morphologie ou de fraction volumique des phases présentes. Le contraste n'indique pas de ségrégation d'aluminium aux joints de grains α -Mg.



(a)

(b)

Figure 3.13 Images en électrons rétrodiffusés (15keV) de l'alliage de composition chimique $C3_{6.6/2.1}$ avant (a) et après (b) les essais de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 175 °C et 90MPa. Aucune indication d'un changement de morphologie ou de fraction volumique des phases présentes. Le contraste n'indique pas de ségrégation d'aluminium aux joints de grains α -Mg.

3.4 DIFFRACTION DES RAYONS X

La diffraction des rayons X a été utilisée parallèlement à la diffraction électronique (section 3.6.3) dans le but d'identifier la structure cristalline du constituant non-lamellaire observé dans l'alliage C2_{5,6/2,5} et décrit à la section précédente. L'échantillon de composition chimique C2_{5,6/2,5} qui a été utilisé pour effectuer ces mesures était le même qui avait été utilisé pour les observations au MEB. Aussi, des mesures ont été prises à partir de l'échantillon d'alliage C3_{6,6/2,1} afin de comparer les spectres obtenus. Il faut rappeler que le constituant non-lamellaire n'a pas été observé dans cet alliage.

La figure 3.14 illustre les spectres obtenus à partir des alliages C2_{5,6/2,5} et C3_{6,6/2,1}. En comparant les deux spectres obtenus, on remarque que certaines raies sont présentes sur le spectre de l'alliage C2_{5,6/2,5} mais qu'elles sont absentes du spectre de l'alliage C3_{6,6/2,1}. Ces plans cristallins, dont la position des raies est identifiée dans le tableau 3.6, pourraient appartenir au constituant non-lamellaire. Des recherches dans la littérature n'ont pas permis d'identifier cette phase. Landriault (2004) avait également obtenue les mêmes raies en effectuant des mesures à partir des alliages AJ52x.

La loi de Bragg (équation 3.1) a été utilisée pour calculer la distance d_{hkl} entre chacun des plans cristallins dont la raie correspond au constituant non-lamellaire. Les valeurs obtenues (tableau 3.6) ont été utilisées pour effectuer des tentatives d'indexation mais aucune solution n'a été trouvée. Par contre, ces valeurs ont été utilisées à la section 3.6.3 à titre de comparaison avec les valeurs de d_{hkl} obtenues en diffraction électronique. Le tableau 3.6 contient également certaines valeurs obtenues par Landriault (2004) à partir du constituant non-lamellaire. Les valeurs obtenues dans le cadre de ce projet sont similaires à celles obtenues par Landriault (2004). Il y a un écart maximale d'environ 2% entre les deux séries de valeurs.

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

Figure 3.14 Spectre XRD obtenu à partir de l'alliage a) C2_{5.6/2.5} et b) C3_{6.6/2.1}. Le spectre de l'alliage C2_{5.6/2.5} présente des raies non présentes sur le spectre de l'alliage C3_{6.6/2.1}.

Tableau 3.6 Position des raies de diffraction associées aux plans cristallins du constituant non-lamellaire; alliage C2_{5,6/2,5}.

Raie	Position 2 θ (°)	Distance d entre les plans cristallins (nm)	Position 2 θ (°) (Landriault 2004)	Distance d entre les plans cristallins (nm) (Landriault 2004)
1	24,9	0,357	24,9	0,357
2	30,1	0,297	30,7	0,291
3	35,9	0,249	35,4	0,253
4	38,7	0,233		
5	50,3	0,181		

3.5 MICROSONDE ÉLECTRONIQUE DE CASTAING (EMPA)

La spectrométrie par dispersion des longueurs d'onde (WDS) a permis de déterminer la composition chimique du constituant non lamellaire observé précédemment dans l'alliage C2_{5.6/2.5} (section 3.3). Ces analyses ont été effectuées sur dix plages différentes afin de s'assurer que le volume d'émission était contenu dans la phase à caractériser. Le diamètre moyen des régions analysées a été mesuré préalablement au MEB et était approximativement de 15 μm . Le détail des résultats obtenus est donné en annexe (tableau 2). Les valeurs obtenues d'une analyse à l'autre étaient constantes. Il est donc permis de croire que le volume d'émission était contenu dans la phase à analyser. Le tableau 3.7 présente la moyenne des résultats des dix analyses. Les résultats obtenus suggèrent que les proportions de Mg, d'Al et de Sr du constituant inconnu sont de 71, 22 et 7% (atomique) respectivement. Cela correspond à une stoechiométrie d'environ $\text{Mg}_{10}\text{Al}_3\text{Sr}$.

Le tableau 3.7 présente aussi les résultats des analyses effectuées dans la matrice α -Mg. On voit que le strontium n'est pas soluble dans la matrice α -Mg. La teneur en aluminium dans la matrice α -Mg est d'environ 2% atomique (~2,2% massique). D'autres analyses ont été effectuées à partir de cet alliage à l'aide de la spectrométrie des rayons-X au microscope électronique en transmission. Les résultats obtenus sont présentés à la section 3.6.2.2 de ce mémoire.

Tableau 3.7 Composition chimique de l'alliage C2_{5,6/2,5} déterminée à l'aide d'une microsonde électronique de Castaing (EMPA) à l'Université McGill. L'erreur sur ces mesures a été calculée à l'aide de l'équation 2.29.

Phase	Mg		Al		Sr	
	(% at.)	(% massique)	(% at.)	(% massique)	(% at.)	(% massique)
Matrice α -Mg	98,0 $\pm$ 1,6	97,8 $\pm$ 1,6	2,0 $\pm$ 0,4	2,2 $\pm$ 0,4	0	0
Constituant non lamellaire	71,0 $\pm$ 1,4	59,0 $\pm$ 1,2	22,0 $\pm$ 1,2	20,0 $\pm$ 1,2	7,0 $\pm$ 1,0	21,0 $\pm$ 1,4

3.6 MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION

3.6.1 Imagerie

3.6.1.1 Alliage AJ62 + Al

La figure 3.15 montre une micrographie prise au microscope électronique en transmission (TEM) d'un alliage AJ62 dont la composition chimique est 6,5% Al et 2,1% Sr. Le ratio (Al/Sr) de cet alliage (Al/Sr = 3,1) est similaire à celui de l'alliage C3_{6,6/2,1} (Al/Sr = 3,0) étudié aux sections 3.1, 3.2 et 3.3. La lame mince a été préparée à partir d'un échantillon utilisé pour des essais de rétention aux efforts de boulonnage à 150°C, pendant 500 heures et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Tel que mentionné à la section 2.2.2, la lame mince a été préparée à l'aide d'un faisceau ionique focalisé (FIB). Le système d'imagerie du FIB a permis de sélectionner une région qui contenait un joint de grains α -Mg. Le joint de grains est identifié sur l'image par une ligne en pointillés. Sur cette micrographie, la phase α -Mg du constituant eutectique lamellaire

possède la même orientation cristallographique que la phase α -Mg du grain situé dans le coin

inférieur gauche. Pour le confirmer, des clichés de diffraction ont été obtenus dans les mêmes conditions d'inclinaison dans ces deux régions. La seconde phase du constituant eutectique semble donc précipiter au pourtour des grains α -Mg. Selon Landriault (2004), cette phase correspondrait au composé Al_4Sr .

Des observations en imagerie ont été réalisées dans le grain α -Mg situé dans le coin inférieur gauche (figure 3.15) en s'éloignant de l'axe de zone $\bar{B} = [0112]$ de façon à être dans la condition 2F-1g (section 2.6.1) selon les familles de plans (2110) et (0111). Ces observations n'ont pas révélé d'empilements de dislocations à proximité du constituant eutectique lamellaire situé au joint de grains. Selon Vagarali et Langdon (1981), le système de glissement observé pour le magnésium pur dans une gamme de températures se situant entre 120 et 180°C et sous une contrainte se situant entre 40 et 100 MPa est le système de glissement basal $\langle 11\bar{2}0 \rangle \{0001\}$. Selon le critère d'invisibilité, $\bar{g} \cdot \bar{B} = 0$ et $\bar{g} \cdot \bar{B} \cdot \bar{u} = 0$ (section 2.6.1.1) ces dislocations pourraient être visibles dans ces conditions d'observation. De plus, cette région ne semble pas contenir des précipités autres que le constituant eutectique. La distance interlamellaire du constituant eutectique est d'environ 200-500 nm.

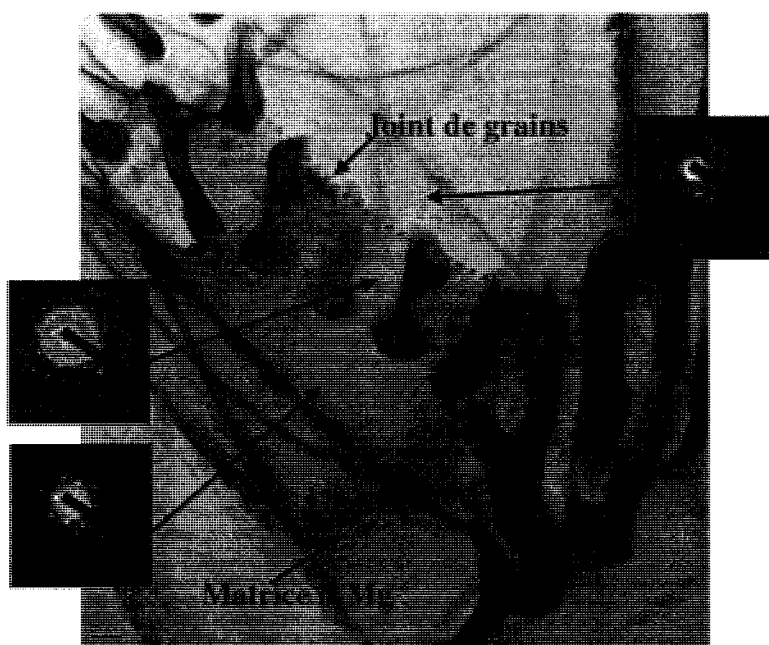


Figure 3.15 Microstructure de l'alliage AJ62 + $Al_{6.5/2.1}$ observée au MET après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Fond clair; $\bar{B} = [0112]$ et $g = (2110)$.

3.6.1.2 Alliage AJ62 + Sr

La figure 3.16 illustre une vue générale de l'alliage AJ62+Sr de composition (5,8% Al – 2,8% Sr) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Le ratio (Al/Sr) de cet alliage ($Al/Sr = 2,1$) est similaire à celui de l'alliage $C2_{5.6/2.5}$ ($Al/Sr = 2,2$) étudié aux sections 3.1 et 3.2. La microstructure est constituée de la matrice α -Mg et du constituant non lamellaire observé

au MEB. La microstructure contient également d'autres précipités qui semblent être liés au constituant non lamellaire. Ces précipités pourraient correspondre aux fines lamelles observées au MEB à la figure 3.11 b). Contrairement aux lamelles observées dans l'alliage AJ62 + Al_{6.5/2.1}, les lamelles observées dans l'alliage AJ62+Sr ne sont pas en alternance avec la phase α -Mg. La chimie de ces lamelles ainsi que celle du constituant non lamellaire sera présentée à la section 3.6.2 de ce mémoire.

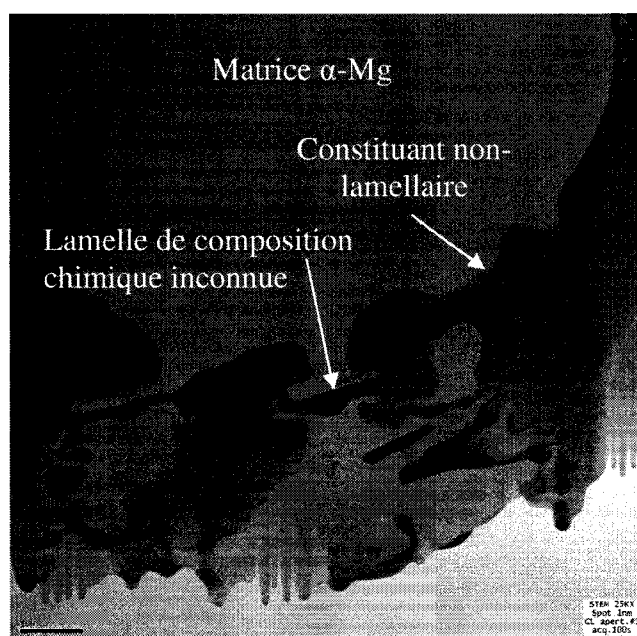


Figure 3.16 Vue générale de l'alliage AJ62 + Sr_{5.8/2.8} observée en STEM (fond clair) après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. Il y a présence de lamelles de composition chimique inconnue liées au constituant non lamellaire.

3.6.2 Spectrométrie des rayons X (EDS) en STEM

Cette section présente les résultats des analyses effectuées à l'aide de la spectrométrie des rayons X (EDS) en STEM. L'épaisseur des régions analysées a été mesurée par illumination convergente et se situait entre 50 et 250 nm. En contrepartie, le critère de la lame mince indiquait que pour les phases en présence dans les échantillons à analyser, il

fallait tenir compte de l'absorption et de la fluorescence pour des épaisseurs égales et supérieures à 289 nm (section 2.6.5). Cette valeur a été obtenue à partir de l'équation

$$2.40 \text{ avec } \rho = 1,74 \text{ g/cm}^3, \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{Mg}^{Al} = 4376.5 \text{ cm}^2/\text{g} \text{ et } \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_{Al}^{Al} = 397.5 \text{ cm}^2/\text{g}. \text{ Pour cette}$$

raison, aucune correction n'a été effectuée pour l'absorption et la fluorescence. Il était également important de s'assurer que le volume d'émission des rayons X était contenu dans les phases d'intérêt. Tel que mentionné à la section 2.6.4 de ce mémoire, la taille du faisceau à la sortie de la lame mince devait être maximale lorsque les analyses étaient effectuées à partir de la phase Al_4Sr . Pour une épaisseur de la lame mince égale à 250 nm, ce qui représente l'épaisseur maximale dans le cas présent, la taille du faisceau à la sortie de la lame mince est approximativement de 62 nm (figure 2.9). Cette résolution spatiale est suffisamment élevée pour les analyses à effectuer dans le cadre de ce projet. Par exemple, les lamelles de la phase Al_4Sr dont la largeur est approximativement égale à 200nm correspondent aux plus petits éléments à analyser.

Le volume de génération des rayons X a été estimé en utilisant l'équation 2.39. Pour les analyses effectuées dans la matrice α -Mg et pour une épaisseur de la lame mince égale à 250 nm, le volume estimé de génération des rayons X est approximativement égale à

12,5 nm. De même, pour les analyses effectuées dans le composé Al_4Sr , le volume estimé de génération des rayons X est égal à environ 24,6 nm. Puisque la largeur des lamelles de Al_4Sr est approximativement égale à 200 nm, il est permis de croire que le volume de génération des rayons X est contenu dans ces lamelles.

3.6.2.1 Alliage AJ62 + Al

La figure 3.17 a) montre un profil linéaire de concentration chimique qui a été effectué à travers le joint de grains présent dans l'échantillon d'alliage AJ62 + $\text{Al}_{6,5/2,1}$ décrit à la section précédente. La figure 3.17 b) montre que la teneur en aluminium dans la matrice $\alpha\text{-Mg}$ est relativement stable. La teneur moyenne en aluminium dans les deux grains est de $4,5 \pm 0,4\%$ massique (4.1% at.). Les résultats obtenus n'indiquent pas de variation significative de la teneur en aluminium à proximité des lamelles riches en aluminium après un essai de rétention aux efforts de boulonnage de 500 heures, à 150°C et sous une contrainte initiale de 90 MPa. La figure 3.17 b) indique que le strontium n'est pas soluble dans la matrice $\alpha\text{-Mg}$. L'augmentation soudaine de la teneur en aluminium et en strontium observée sur la figure 3.17 b) serait causée par la présence des lamelles du constituant eutectique présent aux joints de grains. Les résultats indiquent une plus faible teneur en aluminium et en strontium dans la première lamelle par rapport à la seconde. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la matrice $\alpha\text{-Mg}$ enrobait partiellement la lamelle. La composition chimique de ces lamelles sera analysée à la section suivante.

Des analyses ponctuelles ont été effectuées sur des lamelles de la seconde phase du constituant eutectique présent dans l'échantillon d'alliage AJ62 + $\text{Al}_{6,5/2,1}$. La figure 3.18 montre les lamelles analysées et les résultats obtenus sont dans le tableau 3.8. Les ratios de la teneur en aluminium sur la teneur en strontium ($C_{\text{Al}}/C_{\text{Sr}}$, %at.) se situent aux

alentours de 4. Ce ratio correspond à celui du composé Al_4Sr . La teneur en magnésium dans les lamelles est stable et se situe entre 11 et 13%. Notons que la solubilité maximale du magnésium dans le composé Al_4Sr est de 25% (Makhmudov et al. 1981). Les résultats obtenus indiquent que le ratio $C_{\text{Al}}/C_{\text{Sr}}$ ne varie pas selon la teneur en magnésium. Cela suggère que le magnésium est présent sous forme de solution solide dans le composé Al_4Sr .

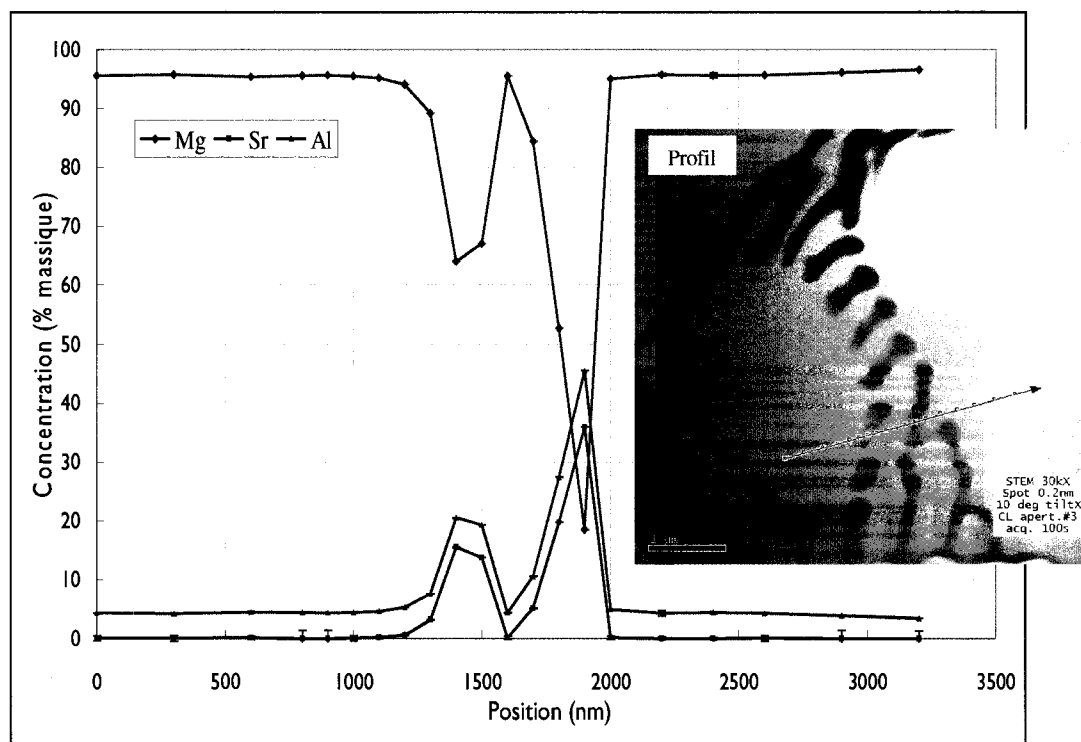


Figure 3.17 Profil linéaire de concentration chimique obtenu. La teneur moyenne en aluminium dans les grains est $4,5 \pm 0,4\%$ massique (4.1% at.) tandis que le strontium n'est pas soluble dans la matrice $\alpha\text{-Mg}$.

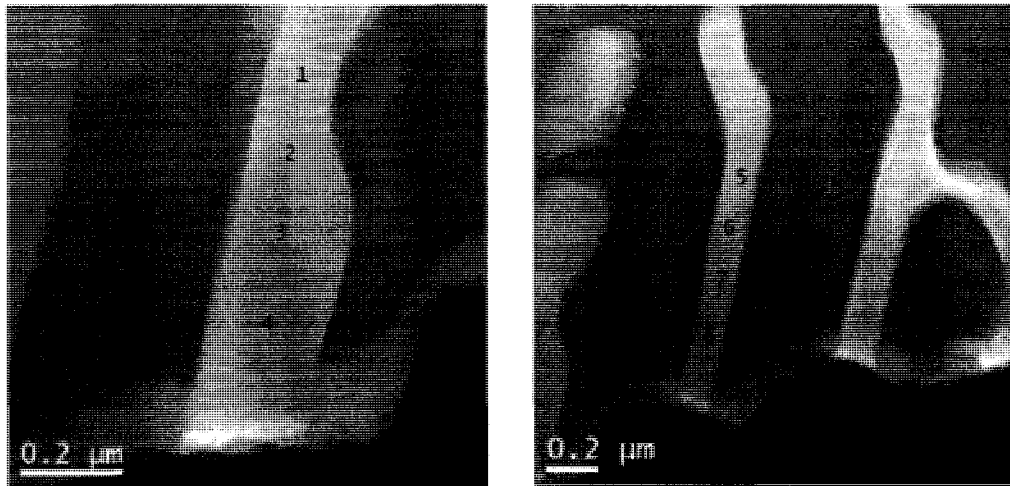


Figure 3.18 Micrographies (STEM) indiquant les points d'analyse sur quelques lamelles de composition Al-Sr.

Tableau 3.8 Résultats des analyses effectuées sur les lamelles de composition Al-Sr, échantillon d'alliage AJ62 + Al_{6.5/2.1}

Analyse	Concentrations (%at.)			
	Mg	Al	Sr	Al/Sr
1	12.5	70.3	17.2	4.1
2	11.9	71.4	16.7	4.3
3	11.0	71.7	17.3	4.2
4	10.9	70.8	18.3	3.9
5	13.6	69.8	16.6	4.2
6	12.8	70.3	16.9	4.1
7	12.9	70.2	16.9	4.1
8	12.1	71.1	16.8	4.2
Moyenne	12.2	70.7	17.1	4.1

3.6.2.2 Alliage AJ62 + Sr

La figure 3.19 montre un profil linéaire de composition chimique réalisé à travers la matrice α -Mg et le constituant non lamellaire inconnu présent dans l'échantillon

d'alliage AJ62 + $\text{Sr}_{5,8/2,8}$. Les résultats obtenus sont contenus dans le tableau 3.10 et indiquent que la teneur en aluminium dans la matrice α -Mg est stable et qu'elle est d'environ ($4,0 \pm 0,4\%$ massique). Cette valeur est moins élevée que celle obtenue pour l'alliage AJ62 + $\text{Al}_{6,5/2,1}$ ($4,5 \pm 0,4\%$ massique). Cela provient du fait que la teneur en Al dans l'alliage AJ62 + $\text{Al}_{6,5/2,1}$ (6,5% massique) est plus élevée que la teneur en Al dans l'alliage AJ62 + $\text{Sr}_{5,8/2,8}$ (5,8% massique). Le constituant non lamellaire possède quant à lui une composition chimique relativement stable, soit 57% Mg, 21% Al et 22% Sr (massique). Le Sr semble être l'élément le plus stable avec une teneur variant entre 21 et 24% (massique) contre une variation de 49 à 60% (massique) et 18 à 28% (massique) pour le Mg et l'Al respectivement. La moyenne de ces résultats mène à des proportions de Mg, d'Al et de Sr de 69, 23 et 8% (atomique) respectivement. À partir de ces résultats, on peut conclure que la stoechiométrie du constituant non lamellaire inconnu est d'environ $\text{Mg}_9\text{Al}_3\text{Sr}$. Ces résultats sont présentés au tableau 3.9 et sont comparés aux résultats obtenus à l'aide de la microsonde. On voit que les résultats obtenus au EDS sont fortement similaires aux résultats obtenus à l'aide de la microsonde $\text{Mg}_{10}\text{Al}_3\text{Sr}$. Cependant, la différence entre ces deux résultats est négligeable étant donné l'erreur absolue sur les mesures (tableau 3.9). Cette stoechiométrie est similaire à celle obtenue par Pekguleryuz et Baril (2001), soit : $\text{Mg}_{13}\text{Al}_3\text{Sr}$.

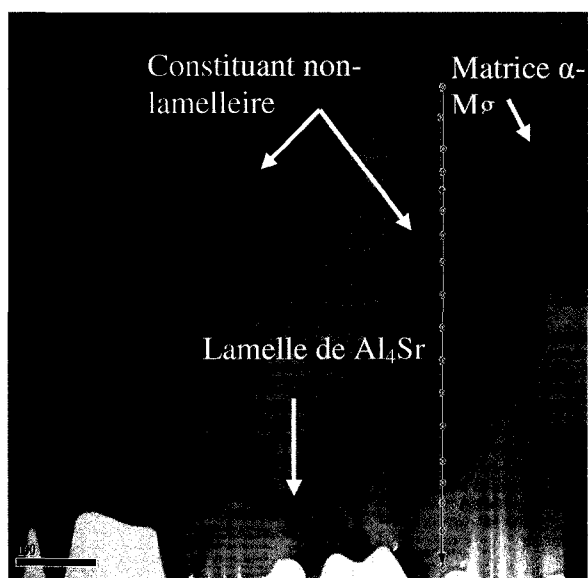
Les échantillons qui ont été utilisés pour effectuer ces travaux proviennent de blocs cylindres qui ont été coulés sous pression. Ces systèmes ne sont donc pas à l'équilibre. Cela peut également expliquer l'écart entre la composition chimique obtenue expérimentalement et celle trouvée par Pekguleryuz et Baril (2001). Ces derniers avaient utilisé des échantillons coulés sous pression destinés aux essais pour la détermination des propriétés mécaniques des alliages AJ62x.

Tableau 3.9 Résultats des analyses effectuées en spectrométrie des rayons X (STEM) et à la microsonde partir du constituant non lamellaire inconnu, échantillon AJ62 + Sr_{5,8/2,8}. L'erreur sur ces mesures a été calculée à l'aide de l'équation 2.28.

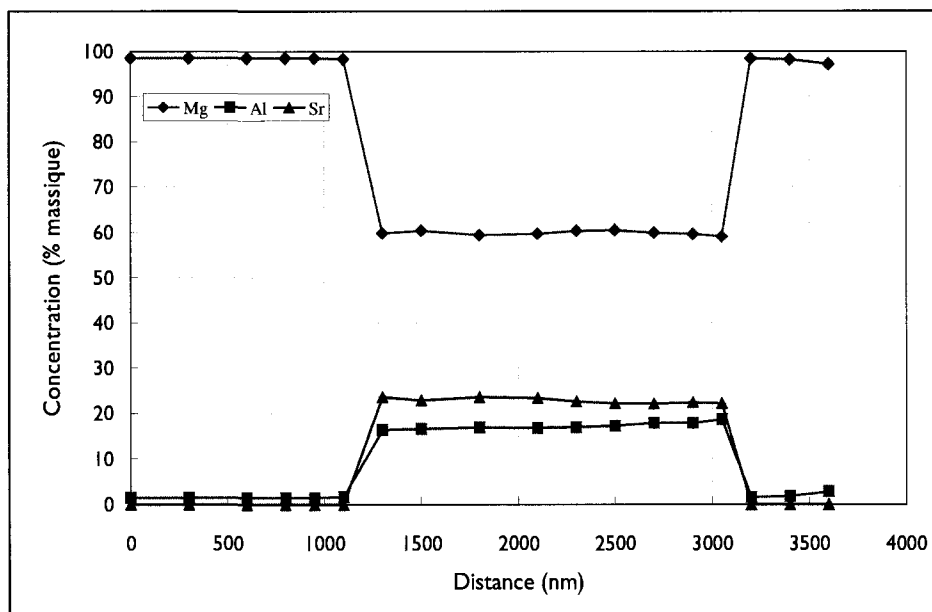
Élément	Constituent non lamellaire (% at.)	
	EDS	Microsonde
Mg	69,0 ± 1,1	71,0 ± 1,4
Al	23,0 ± 1,6	22,0 ± 1,2
Sr	8,0 ± 0,9	7,0 ± 1,0

Tableau 3.10 Résumé des compositions chimiques obtenues en spectroscopie des rayons X. L'erreur sur ces mesures a été calculée à l'aide de l'équation 2.28.

Propriétés	Alliage	
	AJ62 + Al _{6,5/2,1}	AJ62 + Sr _{5,8/2,8}
Al dans la matrice α-Mg (% massique)	4,5 ± 0,4	4,0 ± 0,4
Ratio Al/Sr dans les précipités Al-Sr (% massique)	4,1	4,8
Mg dans les précipités Al- Sr (% massique)	7,9 ± 0,5	5,1 ± 0,4



a)



b)

Figure 3.19 a) Image en STEM montrant le profil linéaire à travers la matrice α -Mg et le constituant non lamellaire dans l'échantillon d'alliage AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$ et b) profil linéaire de concentration chimique obtenu. La teneur moyenne en aluminium dans les grains est $4,0 \pm 0,4\%$ massique ($3,7\%$ at.) tandis que le strontium n'est pas soluble dans la matrice α -Mg.

3.6.3 Identification de la structure cristalline de la phase non lamellaire par diffraction électronique

La diffraction électronique a été utilisée pour déterminer le système cristallin de la phase non lamellaire observée dans l'alliage AJ62 + Sr_{5.8/2.8}. Pour y arriver, trois clichés de diffraction ont été obtenus par inclinaison contrôlée à partir de la phase inconnue. La figure 3.20 illustre les clichés de diffraction obtenus tandis que la figure 3.21 montre le point où l'analyse a été effectuée. Par rapport aux autres régions où le constituant non lamellaire se trouvait, la région où l'inclinaison contrôlée a été effectuée était plus grande et permettait d'incliner le porte échantillon aisément sans quitter la région d'intérêt.

Le tableau 3.11 présente les résultats expérimentaux obtenus lors de l'inclinaison contrôlée. Les vecteurs de diffraction $\bar{g}_i$ étaient mesurés sur les clichés de diffraction et les distances interplanaires ($d_{\text{cliché}}$) étaient calculées à partir de l'équation 3.2. La constante de caméra ($\lambda L = 9,03 \times 10^{-13} \text{ m}^2$) a été obtenue à partir de clichés de diffraction d'un échantillon de NiO. La façon dont cette constante a été obtenue est décrite en détail à la section 2.6.2.1 de ce mémoire. Puisqu'elles étaient similaires aux valeurs de distances interplanaires obtenues au MET, certaines valeurs obtenues au XRD (section 3.3) ont été ajoutées au tableau 3.11. Certaines cases du tableau 3.11 sont vides puisque dans ces cas précis, aucune valeur obtenue par diffraction des rayons X n'était similaire à celle obtenue par la diffraction électronique. Il n'était donc pas possible en diffraction des rayons X de distinguer les raies correspondantes. Le tableau 3.11 contient également des valeurs de distances interplanaires ($d_{\text{cliché}}$) obtenues en diffraction électronique par Plamondon (2008, communication privée) à partir du constituant non lamellaire.

$$\lambda L = dg \quad (3.2)$$

Puisque le système cristallin du constituant non lamellaire n'est pas connu, la première étape consiste à en supposer un. Landriault (2004) a obtenu par inclinaison contrôlée des clichés de diffraction à partir de cette phase. Les tentatives d'indexation des clichés de diffraction ont mené à la conclusion que le système cristallin de cette phase n'est pas cubique. Cependant, un des axes de zone obtenus possédait une symétrie carrée. À partir de cette information, l'hypothèse qui a été posée était que le système cristallin de cette phase est quadratique simple. Pour le système quadratique, les vecteurs **a** et **b** sont égaux mais différents du vecteur **c**. Les angles α , β et γ entre les vecteurs sont tous de 90° .

Tableau 3.11 Résultats expérimentaux obtenus lors de l'inclinaison contrôlée.
Constante de caméra $\lambda L = 9,03 \times 10^{-13} \text{ m}^2$.

Axe de zone	$\bar{g}_i$	$ \bar{g}_i $ (nm)	$d_{\text{cliché}}$ (nm)	d_{XRD} (nm)	$d_{\text{cliché}}$ (nm) (Plamondon, 2008)	Angles mesurés ($^\circ$)		
						$< \bar{g}_1 - \bar{g}_2$	$< \bar{g}_1 - \bar{g}_3$	$< \bar{g}_2 - \bar{g}_3$
Axe 1	$\bar{g}_1$	2,44	0,369	0,357	0,358	90	51	39
	$\bar{g}_2$	2,95	0,295	0,297	0,292			
	$\bar{g}_3$	3,78	0,237	0,233	0,226			
Axe 2	$\bar{g}_1$	2,95	0,325	---	---	60	112	52
	$\bar{g}_2$	3,25	0,295	0,297	0,292			
	$\bar{g}_3$	3,25	0,295	0,297	0,292			
Axe 3	$\bar{g}_1$	3,25	0,295	---	---	80	54	134
	$\bar{g}_2$	3,78	0,237	0,233	0,226			
	$\bar{g}_3$	4,41	0,205	---	---			

Étant donné la symétrie rectangulaire de l'axe de zone 1, l'hypothèse qui a été émise au départ était que cet axe de zone correspondait à la direction du faisceau incident $\bar{B} = [101]$ pour un système quadratique simple dont les vecteurs de diffraction sont : $\bar{g}_1 = (020)$, $\bar{g}_2 = (101)$ et $\bar{g}_3 = (211)$.

À partir de cette hypothèse et en utilisant les distances interplanaires obtenues expérimentalement ($d_{\text{cliché}}$; tableau 3.11), il est possible de calculer les paramètres de maille a et c à l'aide de l'équation 3.3 qui est spécifique au système quadratique. Deux équations sont nécessaires pour déterminer les deux paramètres a et c . Il s'agit de poser dans chacune des équations le vecteur de diffraction $\bar{g}$ avec la distance interplanaire $d_{\text{cliché}}$ obtenue expérimentalement qui lui est associée. En utilisant les vecteurs de diffraction $\bar{g}_1 = (101)$ et $\bar{g}_2 = (211)$ avec les distances interplanaires $d_1 = 0,369$ nm et $d_2 = 0,306$ nm (tableau 3.11), on obtient des valeurs de 0,336 et 0,738 nm pour a et c respectivement.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.3)$$

À partir de l'équation 3.2, il est possible de poser l'équation 3.4 puisque le terme λL dans l'équation 3.2 est une constante. Pour qu'une solution soit valide, la relation 3.4 doit être respectée. Les valeurs obtenues pour les paramètres a et c ne permettent pas de respecter la relation 3.4.

$$\frac{g_1^2}{g_2^2} = \frac{d_2^2}{d_1^2} \quad (3.4)$$

Plusieurs itérations ont été effectuées à l'aide de la méthode décrite plus haut pour déterminer les paramètres de maille a et c . Une des tentatives d'indexation a été effectuée en conservant l'hypothèse que l'axe de zone 1 correspond à $\bar{B} = [101]$ mais que les vecteurs de diffraction sont : $\bar{g}_1 = (020)$, $\bar{g}_2 = (202)$ et $\bar{g}_3 = (222)$. De manière identique à celle décrite plus haut, on trouve que $a \approx 0,738$ nm et que $c \approx 0,947$ nm.

Le logiciel EMS a été utilisé pour identifier des solutions possibles pour les axes de zone 2 et 3 en utilisant les paramètres de maille trouvés plus haut. Une des solutions trouvées est que les axes de zone 2 et 3 correspondent à $[111]$ et $[112]$ respectivement. La figure 3.22 montre les axes de zone calculés par le logiciel EMS et le tableau 3.12 résume cette solution possible.

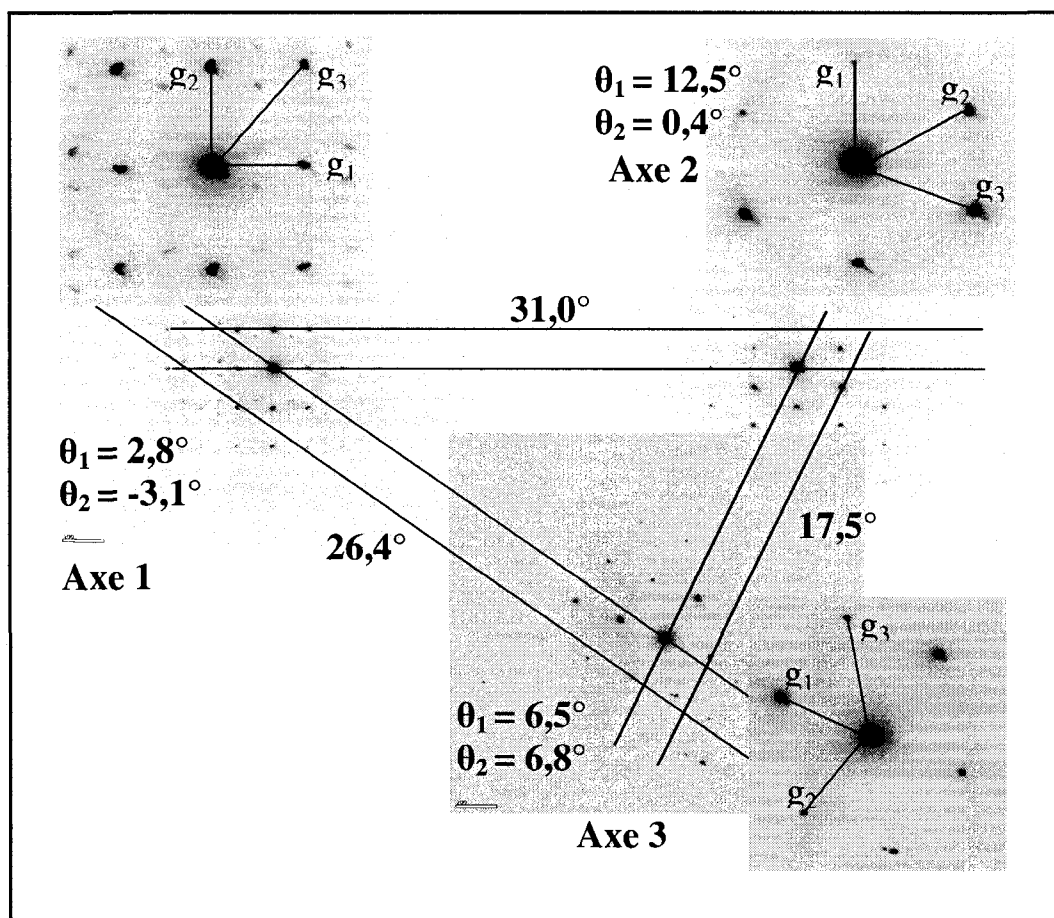


Figure 3.20 Incliné contrôlé sur la phase inconnue. Alliage: AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$.

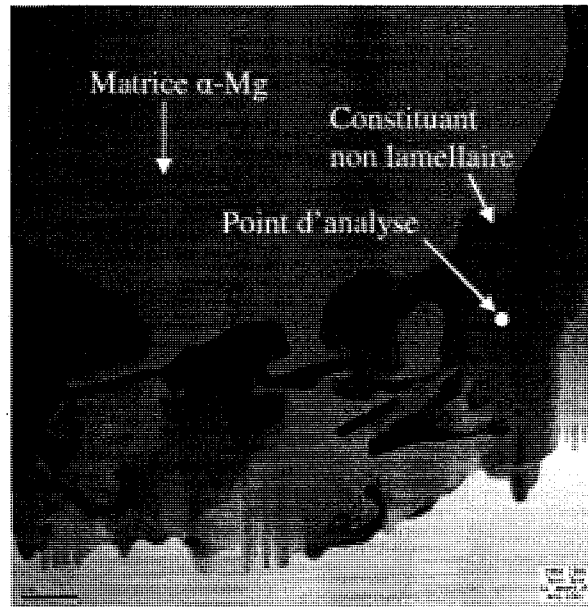


Figure 3.21 Point d'analyse pour l'inclinaison contrôlée. Alliage: AJ62 + $\text{Sr}_{5.8/2.8}$.

Tableau 3.12 Familles de plans possibles.

Axe de zone probable	$\bar{g}_i$	Famille de plans probable		
		h	k	l
Axe 1 [101]	$\bar{g}_1$	0	2	0
	$\bar{g}_2$	2	0	2
	$\bar{g}_3$	2	2	2
Axe 2 [111]	$\bar{g}_1$	2	0	2
	$\bar{g}_2$	2	2	0
	$\bar{g}_3$	0	2	2
Axe 3 [112]	$\bar{g}_1$	0	2	2
	$\bar{g}_2$	2	2	2
	$\bar{g}_3$	0	4	2

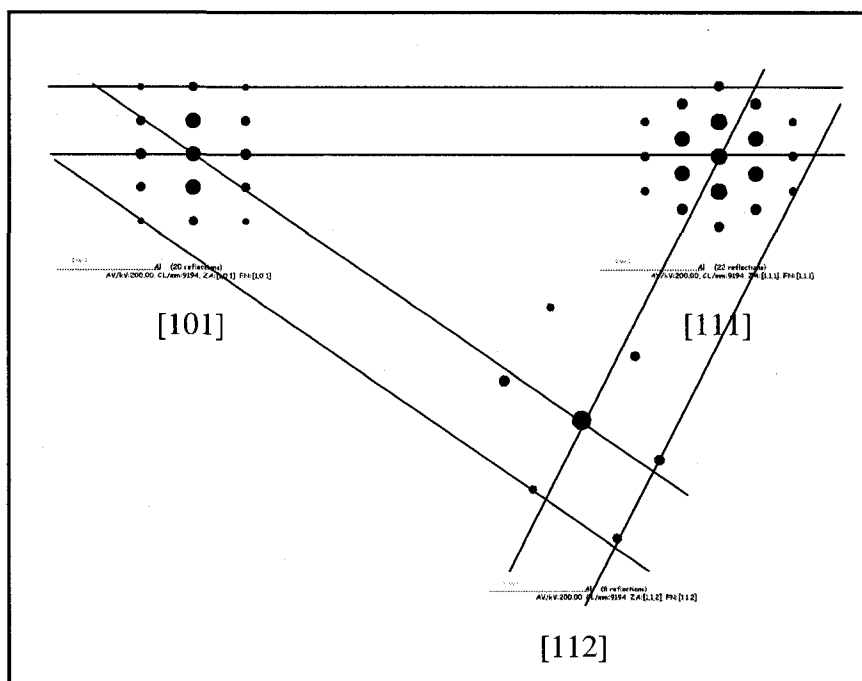


Figure 3.22 Solution obtenue à l'aide du logiciel EMS.

La validité de cette solution a été vérifiée en utilisant l'équation 3.4. Pour y arriver, les distances interplanaires ont été calculées à l'aide de l'équation 3.3 et en utilisant les indices de plans trouvés avec le logiciel EMS et les paramètres de maille a et c trouvés plus haut. Le tableau 3.13 présente les résultats obtenus. En comparant les ratios des carrés des distances interplanaires avec ceux des carrés des vecteurs de diffraction, on remarque que les valeurs obtenues sont similaires. L'écart le plus élevé est d'environ 9%.

Tableau 3.13 Validation de la solution trouvée à l'aide de la méthode des ratios.

	d_i^2/d_j^2		g_j^2/g_i^2	
Axe 1	d_2^2/d_1^2	0,62	g_1^2/g_2^2	0,68
	d_2^2/d_3^2	1,61	g_3^2/g_2^2	1,64
	d_3^2/d_1^2	0,39	g_1^2/g_3^2	0,42
Axe 2	d_2^2/d_1^2	0,80	g_1^2/g_2^2	0,82
	d_2^2/d_3^2	1	g_3^2/g_2^2	1
	d_3^2/d_1^2	0,80	g_1^2/g_3^2	0,82
Axe 3	d_2^2/d_1^2	0,77	g_1^2/g_2^2	0,73
	d_2^2/d_3^2	1,32	g_3^2/g_2^2	1,33
	d_3^2/d_1^2	0,58	g_1^2/g_3^2	0,54

La solution présentée plus haut doit également être validée en comparant les angles entre les trois axes de zone trouvés avec le logiciel EMS et les angles indiqués sur les deux goniomètres lorsque l'inclinaison contrôlée a été effectuée (tableau 3.14). L'angle θ_1 correspond à l'angle de rotation autour de l'axe du porte-échantillon tandis que l'angle θ_2 correspond à l'angle de rotation autour de l'axe perpendiculaire à l'axe du porte-échantillon.

La méthode de validation présentée ici a été utilisée par Landriault (2004) pour valider une solution obtenue pour un système quadratique; soit la phase Al_4Sr . Les angles expérimentaux sont calculés à l'aide de l'équation 3.5. Lorsque la lame mince est inclinée de façon à obtenir un cliché de diffraction d'un axe de zone $\bar{B}_1$ donné, le vecteur normal unitaire à la lame mince s'exprime selon l'équation suivante:

$$\bar{n}_1 = (\cos \theta_1 \sin \theta_2, -\sin \theta_1, \cos \theta_1 \cos \theta_2) \quad (3.5)$$

où θ_1 est l'angle de rotation autour de l'axe du porte-échantillon alors que θ_2 est l'angle de rotation autour de l'axe perpendiculaire à l'axe du porte-échantillon. En fait, l'angle θ_2 correspond à l'inclinaison de la platine du porte-échantillon.

L'angle φ entre les vecteurs normaux unitaires $\bar{n}_1$ et $\bar{n}_2$ est donné par la définition du produit scalaire (équation 3.6). Cet angle est équivalent à l'angle entre les deux axes de zone, $\bar{B}_1$ et $\bar{B}_2$.

$$\cos \varphi = \frac{\bar{n}_1 \cdot \bar{n}_2}{\|\bar{n}_1\| \times \|\bar{n}_2\|} \quad (3.6)$$

Les angles calculés entre les axes de zone déterminés plus haut (tableau 3.12) sont déterminés en utilisant l'équation suivante:

$$\cos \rho = \frac{a^2(u_1u_2 + v_1v_2) + c^2w_1w_2}{\left[\left\{ a^2(u_1^2 + v_1^2) + c^2w_1^2 \right\} \left\{ a^2(u_2^2 + v_2^2) + c^2w_2^2 \right\} \right]^{1/2}} \quad (3.7)$$

Les résultats obtenus (tableau 3.15) indiquent qu'il y a un faible écart entre les angles expérimentaux et les angles calculés. L'écart maximal a été obtenu pour l'angle qui se situe entre les axes de zone 2 et 3, soit de 6,4%.

Tableau 3.14 Angles lus sur les goniomètres

θ_i	Axe 1	Axe 2	Axe 3
θ_1	2,8°	12,5°	6,5°
θ_2	-3,1°	0,4°	6,8°

Tableau 3.15 Angles expérimentaux et angles calculés

	θ_{1-2}	θ_{1-3}	θ_{2-3}
Angles expérimentaux (éqs. 3.4 et 3.5)	31,0	26,4	17,5
Angles calculés (éq. 3.6)	30,9	25,0	18,7

Les résultats obtenus à partir des analyses en diffraction électronique et en diffraction des rayons X indiquent que le système cristallin du constituant non lamellaire pourrait être quadratique simple avec les paramètres de maille a et c égales à environ 0,738 nm et 0,947 nm respectivement.

En observant le cliché de diffraction de l'axe de zone 1 (figure 3.23), on remarque des taches de diffraction de faible intensité par rapport aux taches utilisées pour l'indexation. Ce phénomène pourrait s'expliquer par de la double diffraction. Toutefois, il semble peu probable dans le cas présent qu'il y ait eu une contribution d'une seconde phase dans l'obtention de ces clichés de diffraction. Le phénomène s'expliquerait d'avantage par le fait que la structure cristalline de la phase inconnue soit ordonnée. Si cette hypothèse s'avère fondée, elle pourrait expliquer le fait qu'il semble y avoir une interférence destructive pour les plans (100), (110) et (111). Il faut noter qu'aucune tache de faible intensité n'a été observée sur les clichés de diffraction des axes de zone 2 et 3.

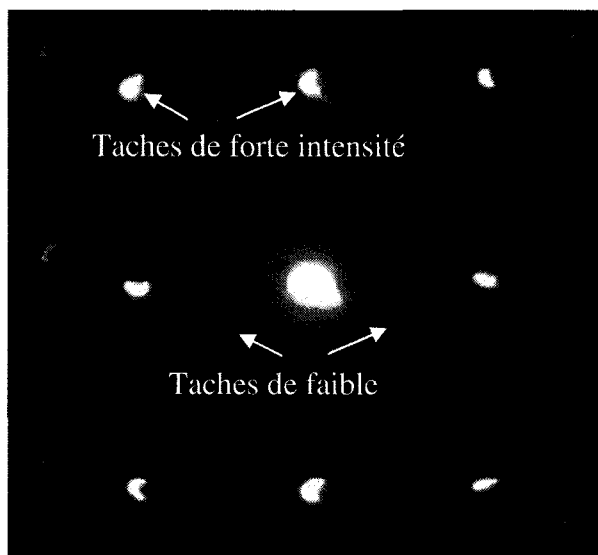


Figure 3.23 Taches de faible intensité observées sur le cliché de diffraction de l'axe de zone 1.

CONCLUSION

Les essais de rétention aux efforts de boulonnage effectués sur l'alliage AJ62x (Mg-6%Al-2%Sr) ont démontré que la composition chimique de cet alliage a un effet sur sa capacité à retenir la charge initiale appliquée pour des températures se situant entre 150 et 175°C et pour des contraintes initiales comprises entre 50 et 90 MPa. Quatre variantes de l'alliage AJ62x ont été étudiées. La teneur en aluminium variait de 5,6 à 6,6% (massique) tandis que la teneur en strontium variait de 2,2 à 3,1% (massique). Les quatre variantes ont été identifiées de C1 à C4 avec leur composition chimique respective en indice. Par exemple, C1_{5,6/2,1} réfère à l'alliage numéro un dont la composition chimique est (Mg-5,6%Al-2,1%Sr).

Les résultats obtenus indiquent que la résistance aux efforts de boulonnage des alliages AJ62x croît avec une diminution du ratio de la teneur en aluminium sur la teneur en strontium (Al/Sr). Par exemple, pour un essai réalisé à 150°C et pour une contrainte initiale de 70 MPa, le pourcentage de la contrainte retenue après 120 heures était de 71, 77, 61 et 72% pour les alliages C1_{5,6/2,1}, C2_{5,6/2,5}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} respectivement. L'alliage C2_{5,6/2,5}, qui possède le ratio (Al/Sr = 2.2) le moins élevé des quatre alliages, est celui qui a conservé le plus fort pourcentage de la contrainte initiale appliquée après 120 heures. À l'opposé, l'alliage C3_{6,6/2,1} (Al/Sr = 3.1) est celui qui possédait la plus faible capacité à retenir la charge initiale après 120 heures.

Pour une contrainte initiale appliquée de 90 MPa, la capacité que possède l'alliage C2_{5,6/2,5} à retenir la charge initiale après 120 heures est similaire à celle des alliages C1_{5,6/2,1} (Al/Sr = 2.7) et C4_{6,6/2,5} (Al/Sr = 2.6). Les résultats obtenus démontrent que l'écart entre la résistance aux efforts de boulonnage de l'alliage C2_{5,6/2,5} et celle des

alliages C1_{5,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} diminue progressivement lorsque la contrainte initiale devient supérieure à 70 MPa.

L'effet de la composition chimique des alliages AJ62x a également été caractérisé en fonction de la chute initiale de la contrainte et du taux de réduction de la contrainte. Une augmentation du ratio (Al/Sr) de l'alliage a pour effet d'accroître la chute initiale de la contrainte et le taux de réduction de la contrainte.

Les essais de rétention aux efforts de boulonnage réalisés à partir de l'alliage C2_{5,6/2,5} ont démontré qu'une augmentation de la température de 150 à 175°C a pour effet d'accroître la chute initiale et le taux de réduction de la contrainte. Une augmentation de la contrainte initiale appliquée a également pour effet d'accroître la chute initiale et le taux de réduction de la contrainte.

La microstructure des alliages mentionnés précédemment a été caractérisée avant et après les essais de rétention aux efforts de boulonnage afin de mieux comprendre les résultats obtenus. Les observations réalisées en imagerie au microscope optique et au microscope électronique à balayage ont démontré que la microstructure des alliages AJ62x est stable et qu'elle n'est pas altérée d'une façon significative après des essais de rétention aux efforts de boulonnage de 350 heures à 175°C et pour une contrainte initiale de 90 MPa.

La microstructure de l'alliage C2_{5,6/2,5} s'est avérée significativement différente de celle des alliages C1_{5,6/2,1}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5}. La microstructure des alliages C1_{5,6/2,1}, C3_{6,6/2,1} et C4_{6,6/2,5} se caractérise par la présence du constituant eutectique (α -Mg) – Al₄Sr aux joints de grains (α -Mg). La microstructure de l'alliage C2_{5,6/2,5} se caractérise quant à elle par la présence d'un constituant non-lamellaire aux joints de grains (α -Mg). Cette

différence microstructurale pourrait expliquer la meilleure résistance aux efforts de boulonnage de l'alliage $C2_{5.6/2.5}$ pour des contraintes initiales jusqu'à 70 MPa.

La spectrométrie des rayons X (STEM; détecteur Oxford modèle INCAx – SIGHT et microsonde électronique de CASTAING (WDS)) a été utilisée pour quantifier la composition chimique des alliages étudiés. La teneur en aluminium dans la matrice (α -Mg) des alliages AJ62 + $Al_{6.5/2.1}$ et AJ62 + $Sr_{5.8/2.8}$ était de 4.5 et 4.0 % (massique) respectivement. Les analyses effectuées à partir du constituant non-lamellaire indiquent que la composition chimique de ce dernier est approximativement égale à Mg_9Al_3Sr .

La diffraction des rayons X a été utilisée parallèlement à la diffraction électronique pour tenter d'identifier la structure atomique du constituant non-lamellaire présent aux joints de grains (α -Mg) de l'alliage AJ62 + $Sr_{5.8/2.8}$. Les données obtenues à partir de ces deux techniques ont permis d'obtenir une solution qui correspond à une structure cristalline quadratique avec des paramètres de maille a et c égales à environ 0,738 et 0,947 nm respectivement. Cette solution a été obtenue à l'aide de trois clichés de diffraction reliés les uns aux autres par des lignes de Kikuchi. La solution obtenue dans le cadre de ce projet devrait être validée par l'obtention d'autres axes de zone et tenter de les indexer avec les paramètres de maille obtenus au cours du présent projet. Un des trois clichés de diffraction obtenus contenait des taches dont l'intensité était équivalente aux deux autres clichés de diffraction et des taches de plus faible intensité. Une hypothèse a été émise comme quoi cette phase pourrait être ordonnée. Des travaux supplémentaires devraient être effectués pour déterminer la nature exacte de ces taches de faible intensité.

RÉFÉRENCES

ASM International Handbook Committee (1990), Metals handbook, 10e édition, vol. 2, ASM International, Materials Parks, OH, 12

ASM International (1999), ASM Speciality Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, 12.

BARIL, E., LABELLE, P. and FISCHERWORRING-BUNK, "AJ (Mg-Al-Sr) Alloy System used for new engine block", SAE 2004-01-0659, 2004.

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.

BETTLES, C.J., FORWOOD, C.T., JONES, D.S. and GRIFFITHS, J.R., (2003), AMC-SC1: A New Magnesium alloy suitable for power train applications, CRC Cast Metals Manufacturing (CAST), CSIRO Manufacturing & Infrastructure Technology.

BLUM, W., WATZINGER, B. and WEIDINGER, P., "Creep resistance of Mg-base alloys," Proc of conf. on magnesium and their applications, "B.L. Mordike and K.U. Kainer, Eds, Verstoff-Informationsgesellschaft, Wolfberg, Germany, 1998 pp. 49-60.

DARGUSCH, M.S., DUMLOP, G.L. and PETTERSON, "Elevated Temperature Creep and Microstructure of Diecast Mg-Al alloys, "Creep resistance of Mg-Base alloys" Proc of Conf. on Magnesium alloys and their applications," B.L Mordike and K.U.

Kainer, Eds, Verstoff-Informationsgesellschaft, Wolfberg, Germany, 1998 pp. 277-282.

DICKSON, J.-I. (1998), Notes de cours – Mécanismes de déformation plastique, École Polytechnique de Montréal, Montréal, 125-157.

DORLOT, J.M., BAILON, J.P. et MASOUNAVE, J., Des Matériaux, 2 ième édition, (1986), Éditions de l'École Polytechnique de Montréal.

DUFFY, L.B. (1991), The development of magnesium sand casting alloys, Foundry Trade Journal, vol. 165, 319.

EMLEY, E.F. (1966), Principles of magnesium technology, Pergamon Press, London.

FILIPPOV, II. (1960), Liteznoje Proiswodstwo, vol.2, S10.

FOERSTER, G., Trans. 7th SDCE International Die Casting Cong., 1972, Paper No 9372.

GOLDSTEIN, J.I. and NEWBURY, D.E (1992), Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Kluwer Academic Publishers.

KING, J.F., FOWLER, G.A. and PLYTON, P. (1991), dans Proc. Conf. Light Weight Alloys for Aerospace Applications II, E.W. Lee et N.J. Kim éditeurs, TMS, États-Unis, 423.

LANDRIAULT, E., (1994), Mémoire de maîtrise, Contribution à la caractérisation de l'alliage Mg-5%Al-2%Sr (AJ52x) et son comportement à haute température, Montréal, Canada : École Polytechnique de Montréal.

LEMAITRE, J et CHABOCHE, J-L. (1994), Mechanics of Solids Materials, Cambridge University Press, 300-308.

LORETTO, M.H. (1994), Electron Beam Analysis of Materials, 2e edition, Chapman & Hall, Londre, 105.

LUO, A. and PEKGULERYUZ (1994), Review – Cast magnesium alloys for elevated temperature applications, Journals of Materials Science, vol.29, 5259-5271.

MEYERS, M.-A. and CHAWLA, K.K (1984), Mechanical Metallurgy Principles and Applications, Prentice-Hall, Etats-Unis, 659-683.

ODING, I. A., Creep and stress relaxation in metals (1965) (Edinburgh and London, UK : Oliver and Boyd Ltd., 1965), 280-317.

PAYNE R.J.M. and BAILEY,N. (1959-60), J. Inst. Metals, vol. 88, 417.

PEKGULERYUZ, M.O, Rapport technique, 2003, Noranda Inc, Centre de technologie, Canada.

PEKGULERYUZ, M.O and BARIL, E. (2001), Creep resistant magnesium diecast alloys based on alkaline earth elements, Materials Transactions, vol.42, no 7, 1258-1267.

PEKGULERYUZ, M.O. and LUO, A : ITM Inc. (1996), International Patent Application WO 96/25529.

PEKGULERYUZ, M.O and AVEDESIAN M.M. (1992), Magnesium alloying – some metallurgical aspects, DGM Informationsgesellschaft m.b.H (Germany), 213-220.

Ngan, A.H.W. and Smallman, R.E., Physical Metallurgy and Advanced Materials, Seventh edition, (2007), Butterworth-Heinemann, Linacre House, Jordan Hill, Oxford OX2 8DP, 30 Corporate Drive, Suite 400, Burlington, MA 01803.

REID, D., L'utilisation du magnésium dans l'industrie de l'automobile, Conférence sur les métaux légers, Trois-Rivières, (2003).

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

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

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

ANNEXE A

SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X (EDS) À PARTIR DU CONSTITUANT NON LAMELLAIRE

Tableau A.1 Résultats des analyses en spectroscopie des rayons X (EDS au MET) à partir du constituant non lamellaire (section 3.6.2.2). Les 53 analyses ont été effectuées à partir du constituant non lamellaire situé dans le coin inférieur gauche sur la figure 3.19.

Anal- yse	% Massique			% Atomique			Stoechiométrie		
	Mg	Al	Sr	Mg	Al	Sr	Mg	Al	Sr
1	59,5	17,9	22,6	72,6	19,7	7,6	10	3	1
2	60	18,1	21,8	72,8	19,8	7,4	10	3	1
3	59	18,4	22,5	72,1	20,3	7,6	9	3	1
4	59,3	18,4	22,3	72,3	20,2	7,6	10	3	1
5	59,9	18,5	21,6	72,5	20,2	7,3	10	3	1
6	60	18,8	21,2	72,5	20,4	7,1	10	3	1
7	59,4	19,5	21,1	71,7	21,2	7,1	10	3	1
8	59,2	19,5	21,4	71,6	21,2	7,2	10	3	1
9	58,5	20,3	21,1	70,8	22,1	7,1	10	3	1
10	57,7	21,2	21,1	69,8	23,1	7,1	10	3	1
11	56,1	22,3	21,6	68,3	24,5	7,3	9	3	1
12	54,9	21,7	23,3	67,8	24,2	8	8	3	1
13	60,1	19	20,9	72,4	20,6	7	10	3	1
14	56	21,9	22,1	68,4	24,1	7,5	9	3	1
15	55,4	21,1	23,5	68,4	23,5	8	9	3	1
16	55,3	20,9	23,7	68,5	23,4	8,1	8	3	1
17	57	20,4	22,6	69,8	22,5	7,7	9	3	1
18	55,2	21,9	22,9	67,9	24,3	7,8	9	3	1
19	57,1	20,8	22,1	69,7	22,9	7,5	9	3	1
20	54,2	22,9	22,8	66,8	25,4	7,8	9	3	1
21	56,6	21	22,4	69,3	23,1	7,6	9	3	1
22	55,4	21,5	23,1	68,3	23,9	7,9	9	3	1

23	54,1	23,3	22,6	66,4	25,8	7,7	9	3	1
24	56,5	20,6	22,9	69,4	22,8	7,8	9	3	1
25	55,2	22,4	22,4	67,6	24,8	7,6	9	3	1
26	57,4	20,9	21,7	69,8	22,9	7,3	10	3	1
27	56,8	20,8	22,5	69,5	22,9	7,6	9	3	1
28	54,6	22,1	23,3	67,4	24,6	8	8	3	1
29	56	20,9	23,1	68,9	23,2	7,9	9	3	1
30	54,7	21,3	24	67,9	23,8	8,3	8	3	1
31	57,1	20,1	22,8	70	22,2	7,8	9	3	1
32	56,8	21,1	22,1	69,3	23,2	7,5	9	3	1
33	57,1	20,8	22,1	69,7	22,9	7,5	9	3	1
34	56,8	20,5	22,8	69,6	22,6	7,7	9	3	1
35	55,2	22,7	22,1	67,5	25	7,5	9	3	1
36	57,2	20,5	22,3	69,9	22,6	7,5	9	3	1
37	57,2	20,6	22,2	69,9	22,6	7,5	9	3	1
38	54,2	22,7	23	66,9	25,2	7,9	8	3	1
39	57,7	20,5	21,9	70,2	22,4	7,4	10	3	1
40	56,6	20,6	22,9	69,4	22,8	7,8	9	3	1
41	56,4	21	22,6	69,2	23,1	7,7	9	3	1
42	56,8	21	22,2	69,4	23,1	7,5	9	3	1
43	53,7	24	22,3	65,9	26,5	7,6	9	3	1
44	49,4	28	22,7	61,1	31,1	7,8	8	4	1
45	56,3	21,6	22,1	68,8	23,8	7,5	9	3	1
46	56	21,7	22,3	68,5	24	7,6	9	3	1
47	56	21,7	22,3	68,5	24	7,6	9	3	1
48	55,4	21,8	22,8	68,1	24,1	7,8	9	3	1
49	56,5	21,1	22,4	68,1	23,3	7,6	9	3	1
50	56,5	21,1	22,4	69,1	23,3	7,6	9	3	1
51	57,3	20,6	22,1	69,9	22,6	7,5	9	3	1
52	57,6	20,4	21,9	70,2	22,4	7,4	9	3	1
53	57,6	20,7	21,7	70,1	22,7	7,3	10	3	1
Moyenne									
57	21	22	69	23	8	9	3	1	
Écart type									
1,9	1,6	0,7	2,0	1,9	0,3	0,6	0,1	0	

ANNEXE B

SPECTROMÉTRIE DES RAYONS X (WDS) À PARTIR DU CONSTITUANT NON LAMELLAIRE

Tableau A.2 Résultats des analyses à l'aide de la microsonde à partir du constituant non lamellaire (section 3.5). Les traits doubles indiquent les différentes plages où les analyses ont été effectuées.

Analyse	% Massique			% Atomique			Stoechiométrie		
	Mg	Al	Sr	Mg	Al	Sr	Mg	Al	Sr
1	58,6	19,1	22,3	71,5	21	7,5	9	3	1
2	58,8	19,9	21,3	71,1	21,7	7,1	10	3	1
3	58,5	19,8	21,8	71,1	21,6	7,3	10	3	1
4	58,7	20,7	20,6	70,7	22,4	6,9	10	3	1
5	59,2	19,8	21	71,4	21,6	7,0	10	3	1
6	58,7	19,7	21,6	71,2	21,5	7,3	10	3	1
7	59,4	19,3	21,3	71,9	21	7,1	10	3	1
8	58,9	20,8	20,3	70,7	22,5	6,8	10	3	1
9	58,6	19,8	21,6	71,1	21,7	7,3	10	3	1
10	59,7	19	21,3	72,1	20,7	7,1	10	3	1
11	58,3	20,7	21,1	70,4	22,5	7,1	10	3	1
12	57,3	21,4	21,3	69,4	23,4	7,2	10	3	1
13	59,2	19,8	21	71,4	21,6	7,0	10	3	1
14	58,2	19,8	22,1	70,9	21,7	7,5	10	3	1
15	59,8	18,9	21,3	72,3	20,5	7,1	10	3	1
16	59,1	19,8	21,1	71,4	21,5	7,1	10	3	1
17	57,3	20,9	21,8	69,8	22,9	7,4	9	3	1
18	59,6	18,9	21,5	72,1	20,7	7,2	10	3	1
19	58,2	19,8	22	70,9	21,7	7,4	10	3	1
Moyenne									
	58,7	19,9	21,4	71,1	21,7	7,2	10	3	1
Écart type									
	0,7	0,7	0,5	0,7	0,8	0,2	0,3	0	0