

EFFET DE L'AUGMENTATION DE ZN ET DU MAINTIEN A LA TEMPERATURE AMBIANTE APRES MISE EN SOLUTION SUR LES PHENOMENES DE PRECIPITATION DANS UN ALLIAGE AL-ZN-MG-CU

L. BOUMAZA, L. HADJADJ ET S. CHEKROUD

Unité de recherche Sciences des Matériaux et Applications –
Université des Frères Mentouri de Constantine, Algérie.

Reçu le 15/03/2013 – Accepté le 04/04/2014

Résumé

D'après la littérature la séquence de précipitation dans les alliages du système Al-Zn-Mg-Cu est fonction de plusieurs paramètres, notamment les concentrations relatives des solutés, la température du traitement thermique appliqué et l'addition d'autres éléments tels que le Cu ou le Li. Le but de ce travail est essentiellement de suivre la précipitation dans deux alliages de système Al-Zn-Mg-Cu notés AZGU2 et AZGU4 et d'étudier l'effet de l'augmentation de Zn et le maintien à la température ambiante sur les phénomènes de précipitation et de dissolution dans ces alliages.

Mots clés : Précipitation, homogénéisation, DSC, microdureté, Zn.

Abstract

According to the literature the precipitation sequence in Al-Zn-Mg-Cu system alloys is function of several parameters, notably the relative concentrations of solutes, the heat treatment temperature applied and the addition of other elements such as the Cu or the Li. The aim of this work is essentially to follow the precipitation in two alloys of Al-Zn-Mg-Cu system called AZGU2 and AZGU4 and to study the effect of the increase of Zn and the natural ageing at room temperature on phenomena of precipitation and dissolution in these alloys.

Keywords: Precipitation, homogenization, DSC, microhardness, Zn.

ملخص

وفقا للأدب تسلسل هطول الأمطار في سبائك نظام آل الزنك، الماغنسيوم والنحاس يعتمد على عدة معايير، بما في ذلك تركيزات النسبية من المواد المذابة، تطبيق درجة حرارة المعالجة الحرارية وإضافة عناصر أخرى مثل النحاس أو لي. الهدف من هذا العمل هو أساسا لرصد هطول الأمطار في ودراسة تأثير زيادة الزنك والاحتفاظ بها درجة الحرارة المحيطة على AZGU2 و AZGU4 اثنين من نظام آل الزنك، الماغنسيوم والنحاس تصنيفا. ظواهر هطول الأمطار وذوبان في هذه السبائك.

الكلمات المفتاحية: هطول الأمطار، والتجانس، DSC، صلابة متناهية الصغر، والزنك.

I. INTRODUCTION

L'utilisation des alliages à base d'aluminium grâce à leurs formidables propriétés mécaniques, notamment ceux de la série 7000 (Al-Zn-Mg avec ou sans Cu), dans les différents domaines de l'industrie a incité les chercheurs à les étudier intensivement depuis fort longtemps [1-7]. Toutefois les phénomènes de transformation de phases et les mécanismes qui les régissent restent un sujet d'actualité et des recherches très poussées s'imposent. En effet, des zones d'ombre et des interrogations restent toujours posées concernant, notamment, le nombre et la nature des phases qui apparaissent dans ces alliages ainsi que les traitements thermiques et/ou thermomécaniques qui s'imposent pour l'obtention des propriétés mécaniques requises. Les phénomènes de transformation de phases dans ces alliages sont les plus complexes parmi ceux de tous les alliages à base d'aluminium. En effet, bien qu'ils fassent toujours l'objet d'études et cela depuis plus d'une soixantaine d'années, ces alliages Al-Zn-Mg(Cu) posent toujours des énigmes concernant surtout le rôle des différents micro-constituants et des traitements thermiques appliqués. D'après la littérature [5, 6] la séquence de précipitation la plus généralement admise dans ce système d'alliages est la suivante :

solution solide sursaturée(SSS) \rightarrow Zones GP(ZGP) \rightarrow η' \rightarrow η .

Plusieurs études ont suggéré l'existence des zones GPII dans la séquence de précipitation [7-9]. D'autres chercheurs ont mentionné dans leurs travaux la présence d'une autre phase dénommée T de composition $(Al,Zn)_{49}Mg_{32}$ et qui peut faire son apparition pour les alliages ayant subi des traitements thermiques à des températures supérieures à 200°C et/ou dont le rapport Zn : Mg est très faible [9-11] pour certains auteurs. Pour d'autres chercheurs cette phase d'équilibre T, précédée d'une phase métastable T', fait partie d'une autre séquence de précipitation dans ces alliages de la série 7000 pour certaines compositions ou nuances (SSS \rightarrow zones GP \rightarrow T' \rightarrow T) [12, 13]. Les zones GP sont cohérentes avec la matrice et sont ordonnées (type CuAu(I)), elles sont constituées de plans riches en Zn et de plans riches en Mg [8]. Les deux phases intermédiaire η' et d'équilibre η sont hexagonale et ont des compositions chimiques et elles sont sujettes à des controverses bien que pour la phase d'équilibre η la structure la plus généralement admise soit de composition $MgZn_2$ [2,14]; de même les paramètres de mailles de ces deux phases diffèrent d'une étude à une autre [15, 16]. D'après la littérature les domaines d'existence de chaque phase de cette séquence sont respectivement [20 – 120 °C] pour les zones GP, [120 – 250 °C] pour la phase η' et [150 – 300 °C] pour les particules η [17]. En outre, le doute persiste quant à l'apparition et la croissance de la phase η' directement à partir des zones GP; et ce passage ZGP \rightarrow η' est encore non éclairci [18], bien que d'autres travaux plus récents suggèrent que η' provient directement des ZGP [13]. L'effet des traitements thermiques et/ou thermomécaniques ainsi que la composition chimique de l'alliage semblent avoir un rôle crucial dans la séquence de précipitation dans ces alliages.

II. MATERIAUX ETUDIES ET METHODES EXPERIMENTALES UTILISEES :

Notre étude concerne l'alliage quaternaire du système Al-Zn-Mg-Cu :

Cette étude porte sur deux alliages: Al-8% mass. Zn-2.54% mass. Mg-1.45% mass. Cu (noté AZGU2) et Al-5.68% mass. Zn-2.55% mass. Mg- 1.55% mass. Cu (noté AZGU4), ils ont été fournis par le Laboratoire de Microscopie Ionique de l'Université de Rouen (France).

Après homogénéisation de 2 h à 480 °C et trempe à l'eau froide, les échantillons ont subi un maintien à la température ambiante pour différents temps (2, 6, 24, 72, 168 et 4680 h). La microscopie optique, l'analyse calorimétrique différentielle et la microdureté Vickers sont les principales techniques d'analyse utilisées pour suivre les phénomènes de précipitation dans ces alliages. L'évolution microstructurale a été suivie à l'aide d'un microscope métallographique à grand champ OLYMPUS de type BX51M, après attaque chimique par le réactif de Keller. Le calorimètre différentiel utilisé est un modèle SETARAM de type DSC131. Les cycles thermiques appliqués consistent en un chauffage de l'ambiante jusqu'à la température d'homogénéisation (480 °C) avec une vitesse de 10 °C/min, un maintien de 5 min à cette température et enfin un refroidissement jusqu'à l'ambiante. Les mesures de la microdureté ont été faites par la méthode Vickers à l'aide d'un microduremètre semi automatisé Zwick, avec une charge de 300 g.

III. RESULTATS ET DISCUTIONS

A. Microscopie optique :

Les micrographies de la figure 1 des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après mise en solution et trempe montrent que la taille des grains diminue avec l'augmentation de Zn dans le cas de l'alliage AZGU2.

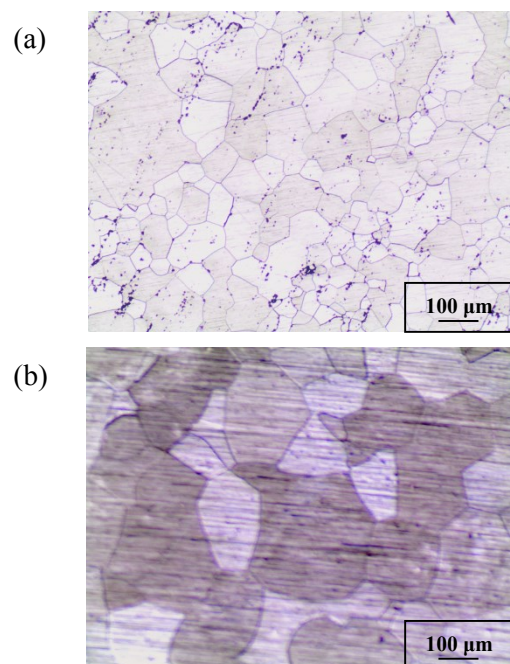


FIG. 1. Micrographies des deux alliages AZGU2 (a) et AZGU4 (b).

B. L'analyse calorimétrique différentielle DSC :

Les courbes obtenues durant le chauffage en DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 après homogénéisation et trempe à l'eau (fig.2) pour l'état homogène de trempe les courbes de DSC présentent pratiquement les mêmes allures à savoir la présence de cinq pics exothermiques suivis d'un dernier et large pic endothermique, avec toutefois une nette différence entre les pics des deux alliages; en effet, les pics de l'alliage AZGU2 qui contient plus de Zn se trouvent être décalés vers les basses températures ceci d'une part, d'autre part, une autre différence apparaît concernant la hauteur des différents pics exothermiques notamment le deuxième et le quatrième pic (situés respectivement vers 160 °C et 250 °C), ceci est dû probablement à l'augmentation de Zn. On note ici que le quatrième pic situé respectivement vers 240 °C pour AZGU2 et vers 250 °C pour AZGU4 se trouve moins élevé par rapport aux pics qui l'entourent dans le cas de l'alliage AZGU4 ce qui traduit probablement que la diminution de Zn dans AZGU4 favorise l'apparition d'un type de précipités d'équilibre au dépend des autres types.

Pour cet état le premier pic exothermique situé entre 70 °C et 90 °C est dû à la précipitation des zones GP (en l'occurrence les zones GPI), le second pic situé vers 160 °C est dû à la précipitation des zones GPII et/ou des précipités intermédiaires η' ou T' , le reste des pics est dû à la précipitation des phases d'équilibre qui seraient deux ou trois types de la phase η et/ou la phase T . Ces pics exothermiques sont suivis de pics endothermiques dus à la dissolution des différentes phases précipitées.

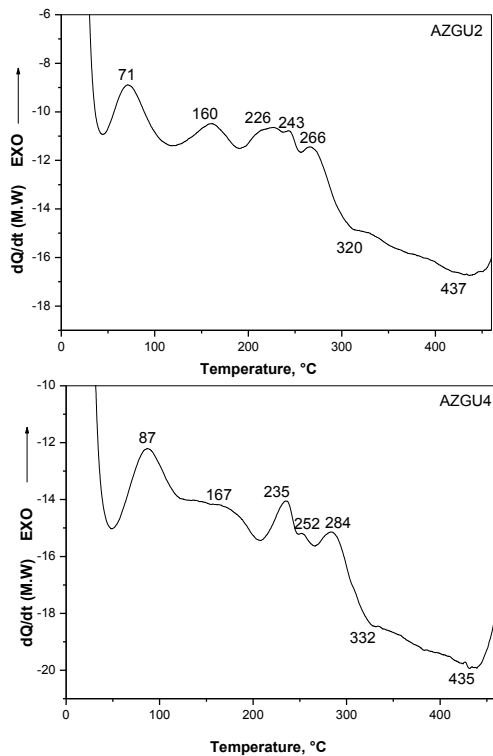


FIG. 2. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation et trempe.

courbes ressemblent beaucoup à celles de l'état homogène de trempe avec une diminution remarquable dans l'intensité des premier pics donc les mêmes remarques et conclusions s'imposent.

Les courbes de la figure 4 correspondent au maintien à l'ambiante pendant 24 h, on note l'apparition d'un pic exothermique vers 88 °C pour les deux alliages, ce pic correspond à la dissolution des zones GP apparues lors du maintien à l'ambiante pendant 24 h avec toujours un décalage vers les hautes températures des pics exothermiques de l'alliage AZGU4 contenant moins de Zn. En outre le second pic exothermique situé vers 160 °C devient plus large pour l'alliage AZGU4 traduisant probablement l'apparition de plus

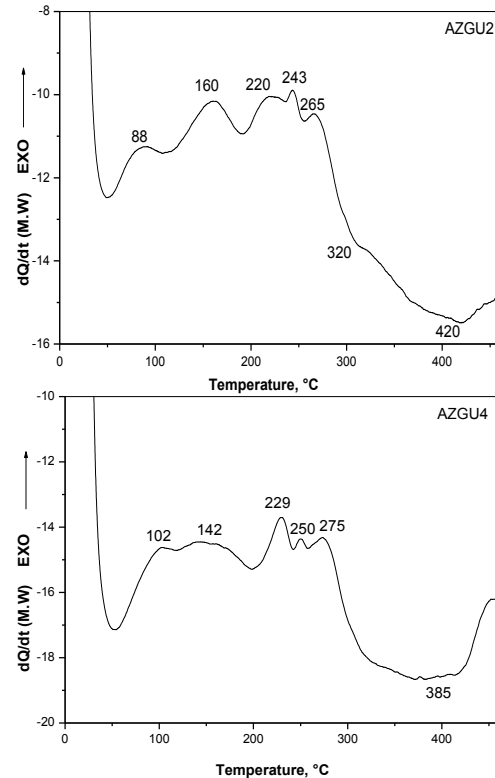


FIG. 3. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation, trempe et maintien à l'ambiante pendant 2 h.

La figure 3 présente les courbes obtenues en DSC pour nos deux alliages après maintien à l'ambiante pendant 2 h, ces

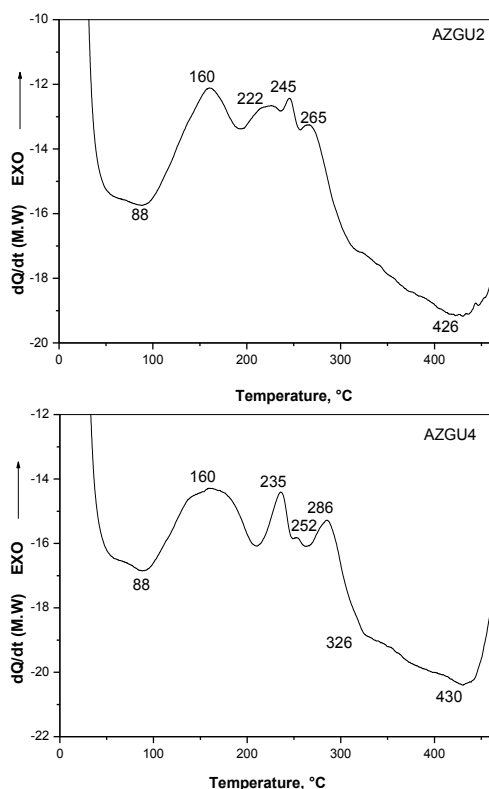


FIG. 4. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation, trempe et maintien à l'ambiante pendant 24 h.

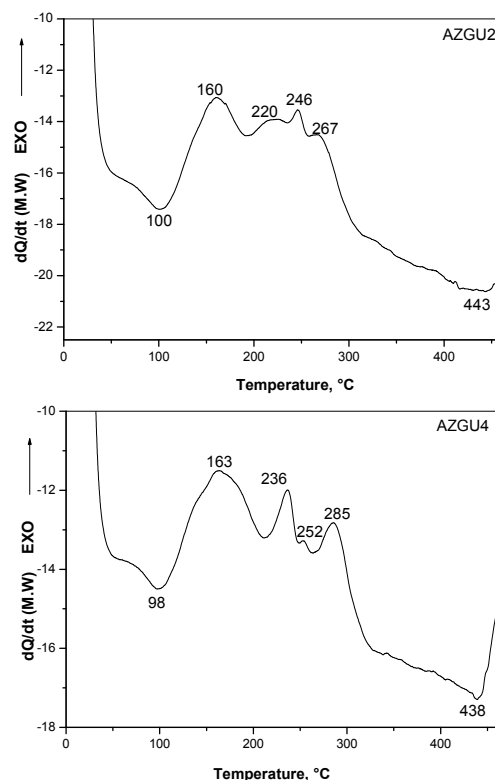


FIG. 5. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation, trempe et maintien à l'ambiante pendant 3 j.

de précipités intermédiaires ou même l'apparition des zones GPII dans l'alliage AZGU4 contenant moins de Zn. Concernant la hauteur des pics exothermiques on note toujours la protubérance du quatrième pic situé vers 245 °C pour l'alliage AZGU2. Une autre remarque concernant l'épaule qui semble apparaître vers 160 °C pour l'alliage AZGU4 et qui serait dû au recouvrement des pics correspondant aux VRC (amas de lacunes) et des précipités intermédiaires η' ou T' soit de la phase métastable et d'un type de précipité de la phase d'équilibre ceci est dû certainement à la quantité de Zn qui est plus grande dans l'alliage AZGU2 que dans AZGU4.

Pour les maintiens à l'ambiante pendant 3 j, 7 j et 6.5 mois (figures 5, 6 et 7 respectivement) on note les mêmes remarques précédentes avec l'augmentation et le décalage de plus en plus vers les températures plus élevées du pic correspondant à la dissolution des zones GP avec toutefois la disparition de l'épaule qui se situe vers 160 °C pour le maintien de 6.5 mois à l'ambiante.

C. Mesure de la microdureté :

La figure 8 présente les courbes de dureté des deux alliages pour l'état homogène de trempe, ces courbes correspondent aux maximums des pics de précipitation observés sur les courbes de DSC de la figure 2.

On note pour l'alliage AZGU2 que la courbe est conforme à la séquence de précipitation classique à savoir un maximum

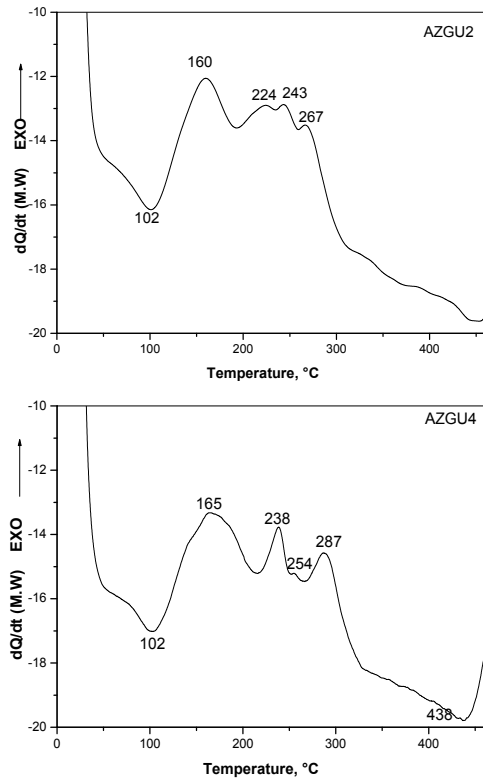


FIG. 6. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation, trempe et maintien à l'ambiante pendant 7 j.

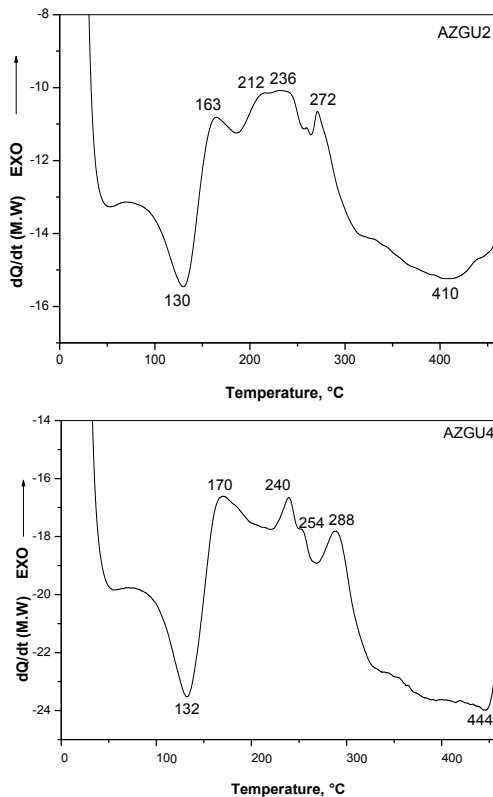


FIG. 7. Courbes de DSC des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation, trempe et maintien à l'ambiante pendant 6.5 mois.

de dureté obtenu pour la phase intermédiaire (pic situé vers 160 °C) après augmentation progressive à partir de l'état homogène de trempe en passant par une valeur intermédiaire correspondant aux zones GP puis une diminution progressive avec l'apparition et le grossissement des précipités d'équilibre.

Concernant l'alliage AZGU4 la courbe de dureté semble globalement suivre un cheminement classique comme celui de l'alliage AZGU2 avec toutefois une différence au niveau du pic de DSC situé vers 250 °C pour lequel la dureté semble augmenter ce qui peut être expliqué par le fait que ce pic moins important correspondrait à l'apparition de fins précipités à ce stade très avancé dans le cycle de transformation de phase dans cet alliage AZGU4 mais la nature exacte de ces précipités reste à déterminer.

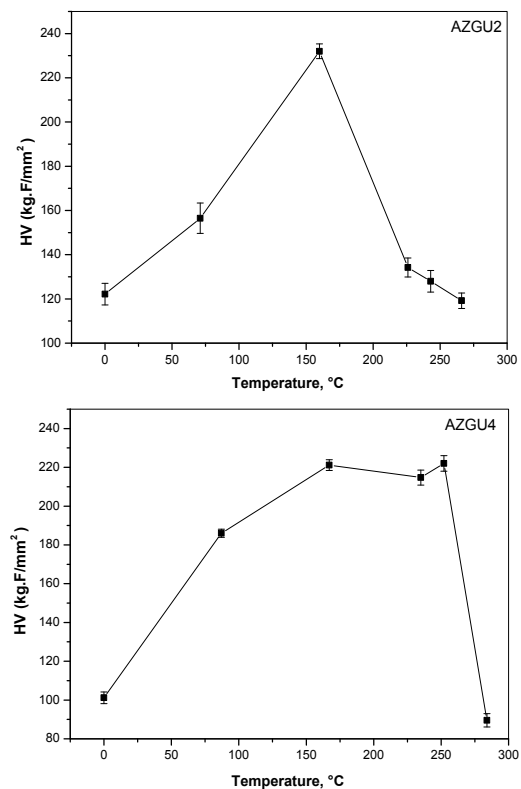


FIG. 8. Courbes de dureté Hv des deux alliages AZGU2 et AZGU4 obtenues après homogénéisation et trempe puis chauffage jusqu'à la température des pics de DSC plus un maintien de 15 min et enfin une trempe.

IV. CONCLUSION

L'étude comparative des deux alliages AZGU2 et AZGU4 qui diffèrent par la quantité de Zn pour différents temps de maintiens à l'ambiante a montré que:

- l'augmentation de Zn cause la diminution de la taille des grains,
- la diminution de Zn cause l'apparition de plus de types de précipités intermédiaires dans la séquence de précipitation,
- la diminution de Zn cause la diminution de l'avant dernier pic de précipitation situé vers 243 °C pour AZGU2 et vers 252 °C pour AZGU4, cette diminution peut être

expliquée soit par l'apparition d'un type de précipité qui diffère par la nature de celui qui apparaît dans le cas de AZGU2 ou par la faible quantité de précipités qui apparaissent dans AZGU4 par rapport à ceux qui apparaissent dans AZGU2.

- globalement la dureté semble suivre une évolution classique à savoir, une augmentation progressive à partir de l'état homogène de trempe en passant par un maximum correspondant aux précipités intermédiaires puis une diminution progressive accompagnant l'apparition des différents précipités d'équilibre avec toutefois quelques petites différences entre les deux courbes de dureté des deux alliages au niveau de l'avant dernière valeur de dureté correspondant aux températures de 243 °C pour AZGU2 et 252 °C pour AZGU4 où on remarque une augmentation anormale dans le cas de AZGU4. Ceci peut être expliqué par l'apparition de précipités d'équilibre plus fins que ceux des autres phases d'équilibre ce qui cause une légère augmentation de la dureté ce qui serait dû à la diminution de Zn.

REFERENCES

- [1] A. Guinier, *Solide State Physics*, **9**, 293 (1959).
- [2] L. Hadjadj and R. Amira; "The effect of Cu addition on the precipitation and redissolution in Al–Zn–Mg alloy by the differential dilatometry ", *Journal of Alloys and Compounds*, 484 pp. 891-895, May 2009.
- [3] L. Hadjadj, R. Amira and M. Boucheur ; "Comparative study of the phenomena of precipitation in Al-Zn-Mg alloy by the differential scanning calorimetric and the dilatometry and interpretation of dilatometric effects ", *Intern. Journ. of Mod. Phys. B*, vol. 26, no. 19, pp. 1-8, July 2012.
- [4] A. Deschamps, "Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu", thèse de docteur de l'INPG 1997.
- [5] D. Dumont "Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000", thèse de docteur de l'INPG 2001.
- [6] R.M. Allen and J.B. Vander sande , *Acte Metall*, 28, 1185, (1980a).
- [7] R.M. Allen and J.B. Vander sande , *Acte Metall*, 28, 1197, (1980b).
- [8] P. Gomiero, A. Reeves, A. Pierre, F.Bley, F.livet, and H.Vichery, in *proc of the 4 th ICAA*, Atlanta, Ga , 1994, Georgia Institute of Technology 644, 1994.
- [9] N.Ryum .*Z.Metall Kinde* , 66, H.6.338. 1975.
- [10] E. Hornbogen, *Nucleation* , M. Decker Inc, New-York 309, 1969.
- [11] A. Par, M.F. Lank et A .Noudon *J.Appl. cryst* , 10, 151-155, 1977.
- [12] R.J.Livak and J.M. Papazian, *Scripta Metall*. 18. 483, 1984.
- [13] P.Nagy, E.Kovacs-casetenyi, T. Turmezey, G.Honyek, I.Kovacs and J. Lendvai, *Aluminium* , 84, 368, 1984.
- [14] S. K. Malomey, K. Hono, I.J. Polmear and S.P. Ringer, *Scripta Materialia*, 41,10 1030, 1999.
- [15] Y. Komura and K. Tokunaga, *Acta cryst.*, B36, 1548, 1980.
- [16] J. Gjønnes and C. J. Simensen, *Acta Metall.*, 18, 881, 1970.
- [17] M. Nicolas, A. Deschamps, " Characterisation and modelling of precipitate evolution in an Al–Zn–Mg alloy during non-isothermal heat treatments", *Acta Materialia* vol. 51, no. 20, pp. 6077-6094, 2003.
- [18] J. Lendvai, "Precipitation and Strengthening in Aluminium Alloys", *Materials Science Forum*, Vols. 217-222, pp. 43-56, May 1996.