

Chapitre IV : Matériaux et méthodes expérimentales

1- Choix de l'alliage et préparation métallographique :

Notre étude a été portée sur un alliage Mg-8%mass.Al préparé à partir des métaux très purs. L'analyse qualitative par EDS nous a donné le spectre des éléments contenant dans notre alliage (*Figure 28*), où nous constatons l'existence de deux éléments le Mg et l'Al avec une concentration approximative de 92% mass en Mg et 8%mass Al.

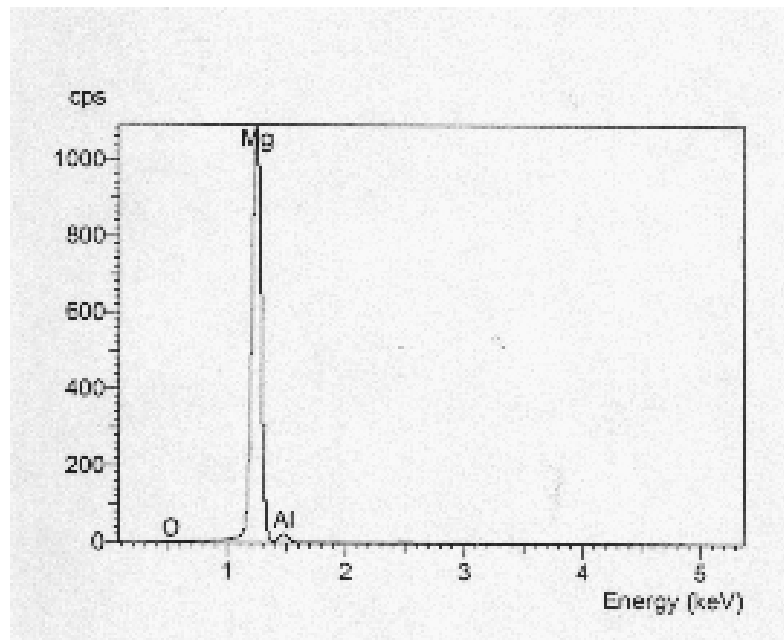


Figure28 : Analyse qualitative par EDS du lingot Mg-8%mass.Al.

Le lingot obtenu a subi un recuit d'homogénéisation dans un four programmable pendant 7 jours à $T=420^{\circ}\text{C}$, et ensuite une trempe dans l'eau glacée. Les températures de recuit de recristallisation et de précipitation discontinue sont choisies à partir de diagramme d'équilibre Mg-Al.

Dans le but de faire des observations microscopiques, les échantillons sont polis mécaniquement sur une polisseuse de type Analis avec papiers abrasifs de différent

granulométries du 180 au 1000, ensuite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée de granulométrie 4.1 et 0.5 μm , nettoyés chaque fois à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par un réactif, qui est une solution concentrée de 4% acide nitrique dans l'éthanol et dont la durée d'attaque est de 1min.

Un autre réactif a été aussi utilisé et a donné un bon résultat, il s'agit de : 20 ml acide acétique + 1ml HNO_3 + 60 ml éthylène glycol + 20 ml eau pour une durée d'attaque de 2 min.

2- Méthodes expérimentales utilisées :

Microscopie optique (MO)

L'examen à la microscopie optique est effectué par un appareil de type « hund » sur une surface déjà préparée. Cette technique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains, forme et répartition des précipités etc. ...) durant les traitements thermiques et thermomécaniques, et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissements.

Microscope électronique à balayage (MEB):

La microscopie électronique à balayage est très utilisée pour observer la morphologie des précipités et de certaines phases. Pour notre cas la structure des précipités est lamellaire c'est pour quoi, il est préférable d'utiliser le MEB comme moyen d'observation.

Pour notre cas on a utilisé un microscope électronique à balayage de type Jeol JSM-5900LV. On note que l'échantillon à examiner au MEB est préparé de la même manière que celui observé au microscope optique, c'est-à-dire une surface polie puis attaquée par un réactif chimique.

Mesure de microdureté:

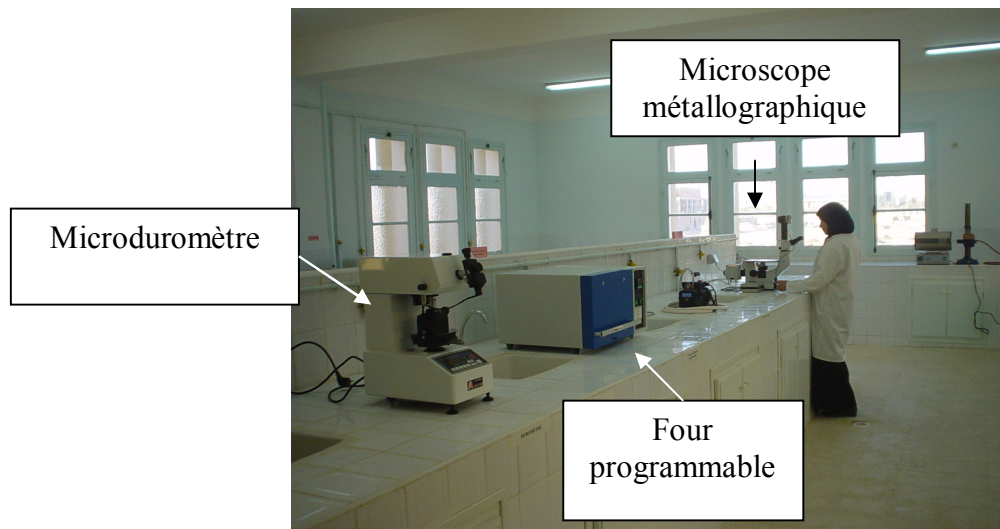
La dureté d'un métal est caractéristique de l'état structural. Le suivi de la microdureté permet donc de contrôler l'évolution de la restauration, de la recristallisation et la précipitation. Nous avons utilisé un microduromètre AFFRI avec une charge de 100g. Chacune des valeurs de microdureté représente la moyenne d'au moins cinq empreintes réparties dans différents grains.

La dureté Vickers HV est le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte rémanente. L'expression de HV s'écrit :

$$HV = 10854.F / 9,81 . d^2$$

Avec F est la charge appliquée en N et d la diagonale de l'empreinte en mm.

Bien qu'ayant les dimensions d'une contrainte (kgf/mm²), les duretés sont considérées par convention comme des nombres sans dimension.



Analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

Les mesures de calorimétrie ont été effectuées sur un appareil de type SETARAM DSC 92, qui utilise une méthode calorimétrique différentielle. L'échantillon est placé dans un creuset de céramique situé dans une enceinte thermique contenant également un creuset de référence. Nos échantillons sont préparés sous forme de disque (1,5mm de hauteur et 5mm de diamètre).

L'analyse calorimétrique différentielle reste une des meilleures techniques pour la détection des transformations de phase à l'état solide, grâce à la mesure de l'énergie mise en jeu lors d'un chauffage. En générale, on note l'apparition de deux types de pics : l'un exothermique lié aux processus de précipitation des phases d'équilibre et l'autre endothermique lié aux processus de dissolution de ces dernières.

Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X permet l'étude cristallographique des phases au sein des alliages métalliques.

Sachant qu'au cours de la décomposition des solutions solides sursaturées par le mode discontinue, l'intensité des raies de la phase mère diminue et celle des raies correspondant à la phase d'équilibre augmente.

Principe

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique est dirigé sur un matériau polycristallin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier. Il faut en effet que les ondes réfléchies soient en phase de sorte à interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur. Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données par la loi de Bragg : $d_{hkl} = \lambda / (2 \cdot \sin \theta)$

Où d_{hkl} est la distance interréticulaire séparant les plans définis par les indices de Miller (h,k,l), θ l'angle d'incidence et donc de réflexion par rapport à ces plans et enfin λ la longueur d'onde des photons X.

Exploitation des diffractogrammes

Le diffractogramme est un enregistrement de l'intensité diffractée en fonction de l'angle 2θ formé avec le faisceau direct. L'étude de diffractogramme permet de remonter à un grand nombre d'informations sur les caractéristiques structurales de l'échantillon telles que les structures cristallines des différentes phases, la présence des textures etc....

On a utilisé un diffractomètre automatisé de type Siemens D500 équipé par un goniomètre à poudre vertical, lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractogrammes avec les conditions suivantes de travail :

- La haute tension du générateur de rayon X à 35kV.
- L'intensité du courant à 15 mA.
- L'anticathode de cuivre.

Déformation plastique par laminage à froid :

Les échantillons sont découpés dans le matériau à l'état de réception, puis ils sont réduits d'un taux ε par laminage sur un laminoir manuel à la température ambiante, avec $\varepsilon = (e_0 - e)/e_0$ où e_0 et e sont respectivement l'épaisseur de l'échantillon avant et après déformation.

Analyse par EDS (Energy Dispersive Spectrometry) :

Cette technique d'analyse est une technique complémentaire à l'analyse au MEB car elle permet d'avoir des informations qualitatives sur la composition chimique, elle donne aussi une approximation sur les pourcentages des éléments.