

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de métallurgie

Thèse de Doctorat D-LMD en Métallurgie

Option : Sciences des matériaux

Pour l'obtention du diplôme Docteur en Métallurgie

Présentée par :

Khawla AMARA

**Couplage microstructure – propriétés dans les joints
AZ31 soudés par friction malaxage (FSW)**

Soutenue publiquement : le 16 / 11 / 2023, devant le jury composé de :

Merzak LARIBI	professeur ENP	Président
Riad BADJI	Directeur de Recherche, CRTI	Directeur de thèse
Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur, ENP	Codirecteur de thèse
Mohamed CHITROUB	Professeur, ENP	Examineur
Nabil KHERROUBA	Maitre de Recherche, CRTI	Examineur
Maamar HAKEM	Maitre de Recherche, CRTI	Examineur

ENP 2023

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de métallurgie

Thèse de Doctorat D-LMD en Métallurgie

Option : Sciences des matériaux

Pour l'obtention du diplôme Docteur en Métallurgie

Présentée par :

Khawla AMARA

**Couplage microstructure – propriétés dans les joints
AZ31 soudés par friction malaxage (FSW)**

Soutenue publiquement : le 16 / 11 / 2023, devant le jury composé de :

Merzak LARIBI	professeur ENP	Président
Riad BADJI	Directeur de Recherche, CRTI	Directeur de thèse
Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur, ENP	Codirecteur de thèse
Mohamed CHITROUB	Professeur, ENP	Examineur
Nabil KHERROUBA	Maitre de Recherche, CRTI	Examineur
Maamar HAKEM	Maitre de Recherche, CRTI	Examineur

ENP 2023

ملخص

في هذه الدراسة، تم استخدام عملية اللحام بالدمج الإحتكاكي FSW لإنتاج اللحامات المتجانسة من سبائك المغنزيوم AZ31 باستخدام عوامل اللحام المحسنة، من سرعة اللحام وسرعة دوران أداة اللحام المقدرة بـ 43 م/د و 950 دورة/د على التوالي. الغرض من هذه الدراسة هو تقييم تأثير عملية اللحام FSW و المعالجة الحرارية بعد اللحام PWHT على تطور البنية المجهرية و مقاومة التآكل في منطقة ZN ، في نطاق درجة حرارة 200°C إلى 400°C لمدة ساعة (01)، ساعتين (02) و أربع ساعات (04). تشير النتائج إلى أن اللحام FSW يؤدي إلى صقل البنية المجهرية، بفضل إعادة التبلور الديناميكي، وتجزئة المعادن البينية Al_8Mn_5 إلى جزيئات دقيقة موزعة عشوائياً على حدود الحبيبية، مما أدى إلى تحسين مقاومة التآكل بشكل كبير في ZN . عند درجات حرارة أقل من 300°C ، يتغير متوسط حجم الحبوب بشكل طفيف. بينما، عند درجات حرارة أعلى من 300°C يتسبب PWHT في تكبير غير طبيعي لحجم الحبوب في منطقة اللب ZN . بينما يتمتع MB بالاستقرار الحراري بغض النظر عن درجة الحرارة ووقت الاحتفاظ أثناء المعالجة الحرارية TPWH . وجد أن نسبة Al/Mn تتطور خلال PWHT مما يشير إلى أن Al_8Mn_5 أصبحت أكثر ثراء في إحتوائها على Al .

كشفت قياسات التحليل الطيفي للمعاوقة الكهروكيميائية SIE التي أجريت في محلول 3,5 % NaCl أن مقاومة التآكل في منطقة اللب ZN تتخفف مع زيادة درجة الحرارة في حتى 300°C . وجد أنه كلما قل الحجم الحبيبي، زادت مقاومة التآكل التي تشير إلى أن الحدود الحبيبية تلعب دوراً كحاجز أمام التآكل. تم تأكيد ذلك من خلال القياسات المحتملة للحدود الحبيبية بواسطة الفحص المجهرى لقوة مسبار كلفن KPFM حيث أظهرت الحدود الحبيبية سلوكاً كاثودياً وقيم فولتا عالية بالنسبة إلى قيم مصفوفة Mg. تم تعيين مقاومة التآكل العالية على مستوى منطقة اللب NZ عند درجة حرارة 300°C لمدة ساعة.

الكلمات المفتاحية: سبائك المغنزيوم AZ31 ، اللحام بالدمج الإحتكاكي FSW ، المعالجة الحرارية بعد اللحام PWHT ، البنية المجهرية ، الصلابة الدقيقة ، السلوك الكهروكيميائي.

Abstract

In this investigation, the friction stir welding process was used to join AZ31 magnesium alloy sheets obtained with the optimized parameters ($V = 43$ mm/min, $\omega = 950$ tr/min). The study aimed to evaluate the effect of the FSW and the post-weld heat treatment (PWHT) on the microstructural evolution and corrosion resistance of the nugget zone NZ in the temperature range of 200°C-400°C for 1, 2, and 4 hours of holding time. The results indicate that the FSW results in grain refinement, through dynamic recrystallization, and fragmentation of the Al_8Mn_5 intermetallic compounds into fine particles randomly distributed at the grain boundaries, and significant improvement of corrosion resistance in the NZ.

At temperatures below 300°C, the average grain size changes slightly. However, at temperatures above 300°C, PWHT leads to abnormal grain growth in the NZ. The BM, on the other hand, is thermally stable at all PWHT temperatures and holding times. It was found that the Al/Mn stoichiometric ratio evolves during PWHT, indicating that Al_8Mn_5 becomes richer in Al. Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) measurements carried out in a 3.5% NaCl solution revealed that corrosion resistance in the NZ increases with increasing PWHT temperature up to 300°C. It was found that the smaller the grain size, the greater the corrosion resistance, indicating that grain boundaries act as a corrosion barrier. This was confirmed by potential measurements at the grain boundaries using Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM), where the grain boundaries exhibited cathodic behavior and high Volta potential values compared to the Mg matrix values. High corrosion resistance in the NZ was attributed to PWHT at a temperature of 300°C for 1h.

Keywords: AZ31 magnesium alloy, FSW friction stir welding, post-weld heat treatment, microstructure, micro-hardness, electrochemical behavior.

Résumé

Dans cette étude, le procédé de soudage par friction-malaxage FSW a été utilisé pour assembler des tôles d'alliage de magnésium AZ31 obtenues avec les paramètres optimisés ($V = 43 \text{ mm/min}$, $\omega = 950 \text{ tr/min}$). L'étude vise à évaluer l'effet du FSW et du traitement thermique post-soudage (PWHT) sur l'évolution microstructurale et la résistance à la corrosion de la zone du noyau ZN dans la plage de température de 200°C - 400°C pendant un temps de maintien de 1, 2 et 4 heures. Les résultats indiquent que le FSW entraîne un affinement de la microstructure, grâce à la recristallisation dynamique, et à la fragmentation des intermétalliques Al_8Mn_5 en fine particules distribuées aléatoirement au joints de grains ce qui a amélioré considérablement la résistance à la corrosion dans la ZN. À des températures inférieures à 300°C , la taille moyenne des grains évolue légèrement. Tandis que, à des températures supérieures à 300°C , le PWHT entraîne un grossissement anormal des grains dans la ZN alors que le MB présente une stabilité thermique quel que soit la température et le temps de maintien du PWHT. Il a été constaté que le rapport stœchiométrique Al/Mn évolue au cours des PWHT indiquant que les Al_8Mn_5 deviennent plus riches en Al. Les mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique (SEI) réalisées dans une solution de NaCl à 3,5 % ont révélé que la résistance à la corrosion dans la ZN diminue avec l'augmentation de la température du PWHT jusqu'à 300°C . Il a été noté que plus la taille des grains est réduite plus la résistance à la corrosion est importante montrant que les joint de grains jouent un rôle de barrière à la corrosion. Ceci a été confirmé par les mesures de potentiel aux joints de grains par la microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) où les joints de grains ont présenté un comportement cathodique et des valeurs de potentiel Volta élevées par rapport aux valeurs de la matrice Mg. Une résistance à la corrosion élevée a été attribuée à la ZN du joint après PWHT à une température de 300°C pendant 1h.

Mots clé : alliage de magnésium AZ31, soudage par friction malaxage FSW, traitement thermiques post soudage PWHT, microstructure, micro-dureté, comportement électrochimique.

A l'hommage du Pr.Mabrouk BOUABDALLAH

Vous êtes présents dans notre mémoire

*A mes parents ;
A Selma, Rahma et Abdallah.*

Remerciement

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de thèse, Dr. Riad BADJI, qui est à l'origine de cette thèse ainsi que mon co-directeur de thèse Pr. Mabrouk BOUABDALLAH pour leur soutien, leurs décisions efficaces pendant les moments difficiles et pour leur présence et suivi tout au long de ma thèse.

Je remercie aussi le président de jury Pr. Merzak LARIBI et les membres de jury Pr. Mohamed CHITROUB, Dr. Nabil KHERROUBA et Dr. Maamar HAKEM pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de bien vouloir porter intérêt à cette thèse.

Mes sincères remerciements vont aux Mrs. OUACHER, SAMSON, BOUKHALF, KERKACHE, HOUARI, et tous les ingénieurs et techniciens du département d'outillages et rénovation (D.R.O) de la société nationale des véhicule industrielles (S.N.V.I) pour leur accueil, leur passion et leur aide dans la conception de l'outil et la réalisation de l'opération de soudage. Ce travail n'aurait pas pu être mené sans leur intervention. Mes vifs remerciements vont aussi aux ingénieurs de société '' Entreprise Nationale de Grands Travaux Pétrolier (ENGTP)'' . Je tiens à remercier aussi Dr. Mouloud AISSANI du centre de recherche en technologies industrielles CRTI pour sa présence pendant la réalisation des soudures à la SNVI et à GTP.

Mes vifs remerciements vont aussi aux Dr. HADDAD du CRTI qui a accepté de m'accueillir au sein du laboratoire de la division de corrosion, protection et durabilité des matériaux ainsi que les ingénieurs Malek HEBIB, Azzedine CHEBILI et Sarah YAHI.

Je remercie aussi Dr. CHENITI et tous les ingénieurs de la division de Mécanique et de développement des matériaux (DMEDM) et de l'atelier de fabrication et caractérisation (AFC), Zahra ROUIBI, Amine SOUALLILI, Selma HANIFI, Zakia HIRECHE, Mohand HAMMAMI, Amina HAMMOUD et Nawel GOUSMI pour leur aide scientifique, leur présence et leur soutien morale.

Je tiens à remercier Dr. Walid BEDJAOUI, camarade du cursus d'ingénieur et de doctorat et qui est devenu collègue au CRTI, je suis très reconnaissante pour ses conseils précieux, son encouragement et son soutien.

Je remercie aussi Dr. MIMOUNI de l'ERMA de dar El-Beida, Mr. A. LAZAR de BCL de Blida, Dr. BRAHIM du C.R.T.I et toute personne qui m'a aidé de près ou de loin.

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....	18
I.1. Introduction	21
I.2. Généralité sur l'alliage de Magnésium AZ31	21
I.2.1. Désignation et classification de l'AZ31	21
I.2.2. Rôle des éléments d'alliage.....	22
I.2.3. Métallurgie de l'alliage AZ31	23
I.2.3.1. Diagramme d'équilibre	23
I.2.3.2. Macles	25
I.2.3.3. Intermétalliques dans l'AZ31	26
I.3. Soudage par friction malaxage (FSW)	28
I.3.1. Description du procédé FSW	28
I.3.2. Paramètres de soudage	29
I.3.2.1. Géométrie de l'outil	31
I.3.2.2. Vitesse de rotation et vitesse d'avance	32
I.3.2.3. Angle de tilt et force axiale	33
I.3.3. Evolution de la microstructure dans soudures FSW	34
I.3.4. Propriétés mécaniques des soudures FSW	36
I.4.5. Traitements thermiques post-soudage.....	38
I.5. Mécanismes d'évolution de la microstructure dans les soudures FSW	40
I.5.1. Recristallisation dynamique	40
I.5.2. Recristallisation méta-dynamique.....	42
I.5.3. Recristallisation statique et croissance des grains.....	42
I.6. Corrosion dans les soudures FSW	42
I.7. Synthèse de la bibliographie	46
II.1. Introduction	49
II.2. Matériaux d'études	49
II.3. Soudage par friction malaxage	49
II.3.1. Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage.....	49

II.3.2.	Outil de soudage FSW	50
II.3.3.	Machine de soudage FSW.....	52
II.3.4.	Protocole de soudage FSW	53
II.3.5.	Paramètres de soudage	55
II.3.6.	Mesure de la température pendant le soudage	57
II.3.7.	Prédiction de la température maximale dans la ZN	58
II.4.	Traitements thermiques post-soudage PWHT.....	59
II.5.	Techniques de caractérisation de surface	59
II.5.1.	Préparation métallographique	59
II.5.2.	Observation par microscope optique.....	60
II.5.3.	Observation par microscope électronique à balayage.....	60
II.5.4.	Diffraction des rayons X.....	60
II.5.5.	Microscope à force atomique	61
II.6.	Essai de Micro-dureté.....	62
II.7.	Tests électrochimiques	62
II.7.1.	Cellule électrochimique	62
II.7.2.	Potentiel à circuit ouvert OCP	63
II.7.3.	Polarisation potentiodynamique PDP	64
II.7.4.	Spectroscopie d'impédance électrochimique SIE.....	64
II.8.	Conclusion.....	67
III.1.	Introduction	70
III.3.	Caractérisation du joint AZ31-FSW optimisé.....	70
III.3.1.	Aspect macroscopique du joint FSW-AZ31 optimisé	70
III.3.2.	Caractérisation microstructurale des différentes zones.....	71
III.3.3.	Identification des phases par DRX	73
III.3.4.	Caractérisation des intermétalliques	74
III.3.5.	Estimation du degré d'activation des macles	76
III.3.6.	Profile de micro-dureté	78
III.3.7.	Comportement électrochimique.....	79
III.3.7.1.	Potentiel à l'abandon OCP	79
III.3.7.2.	Courbe de polarisation.....	80
III.3.7.3.	Spectroscopie d'impédance électrochimique	81
III.4.	Conclusion.....	86

IV.1.	Introduction	88
IV.2.	Effet du PWHT sur l'évolution de la microstructure	88
IV.2.1.	Aspect macrographique.....	88
IV.2.2.	Caractérisation microstructurale du MB pendant les PWHT.....	90
IV.2.2.1.	Évolution de la taille des grains.....	90
IV.2.2.2.	Évolution des intermétalliques dans le MB	92
IV.2.3.	Caractérisation microstructurale de la ZN durant PWHT.....	95
IV.2.3.1.	Évolution de la microstructure de la ZN	95
IV.2.3.2.	Estimation du degré d'activation des macles	99
IV.2.3.3.	Évolution des intermétalliques dans la ZN.....	102
IV.3.	Effet du PWHT sur l'évolution de la micro-dureté	105
IV.4.	Conclusion	107
V.1.	Introduction	109
V.2.	Effet du PWHT sur le comportement électrochimique du MB et de la ZN.....	109
V.2.1.	Potentiel à circuit ouvert OCP	109
V.2.2.	Polarisation potentiodynamique PDP	113
V.2.3.	Spectroscopie d'impédance électrochimique.....	118
V.3.	Effet de la microstructure sur la résistance à la corrosion.....	123
V.3.1.	Effet des joints de grains.....	123
V.3.2.	Mesure du potentiel Volta au niveau des joints de grains.....	124
V.3.3.	Effet des intermétalliques	129
V.4.	Conclusion.....	131
	Conclusion générale	135
	Perspectives	137
	Références bibliographiques	139
	ANNEXE 1	149
	ANNEXE2	152
	ANNEXE 3	153
	ANNEXE 4	154

Liste des figures

Chapitre I Revues bibliographiques

Figure I. 1 : Diagramme d'équilibre (a) binaire Mg-Al, (b) coupe isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Mg-Al-Zn.....	24
Figure I. 2 : (a) Carte de contraste de bande EBSD-Kikuchi révélant des macles recristallisés et des macles de traction (tensile twin) {10 -12}, (b) vue détaillée d'un macle recristallisé....	25
Figure I. 3: Image EPMA montre la coexistence de la seconde phase Mg ₁₇ Al ₁₂ dans l'alliage Mg-Al-Zn.	26
Figure I. 4 : (a) diagramme d'équilibre binaire Al-Mn, (b) morphologie des intermétalliques Al ₈ Mn ₅ , (c) IPF des intermétalliques Al ₈ Mn ₅	27
Figure I. 5 : Présentation du soudage par friction-malaxage.	28
Figure I. 6 : Illustration des phases opératoires de procédé FSW.....	29
Figure I. 7 : Différentes géométries (a) de l'épaulement, (b) du pion pour le FSW.....	31
Figure I. 8 : État de surface de la soudure pour les paramètres (ω, V) suivants ; (a) 1000-25, (b) 3000-75 et (c) 5000-125.	33
Figure I. 9 : Angle d'inclinaison entre l'outil et les pièces à souder.....	34
Figure I. 10 : Macrographie typique d'un joint FSW.	35
Figure I. 11 : Microstructure des différentes zones du joint AZ31 soudé par FSW ; (a) MB, (b) ZAT, (c) ZATM, (d) Noyau.	36
Figure I. 12 : Profils de micro-dureté typiques des joints soudés par FSW réalisés avec différents paramètres de soudage (a) 1000 tr/min, 1200 mm/min et 2000 tr/min, 1200 mm/min, et (b) 1000 tr/min, 300 mm/min et 1000 tr/min, 600 mm/min.	37
Figure I. 13 : Evolution de la microstructure dans le noyau après (a) FSW et PWHT à (b) 300°C, (c) 400°C, (d) 500°C pendant 1heure.	39
Figure I. 14 : Profil de micro-dureté du joint FSW après PWHT.....	39
Figure I. 15 : Evolution de la microstructure durant une recristallisation dynamique.....	41
Figure I. 16 : Courbes de Nyquist du MB et de la ZN du joint AZ31B-O après 1 h d'immersion dans une solution de NaCl à 3,5 % dans différentes conditions du procédé friction malaxage.....	44
Figure I. 17 : (a) Image MEB de l'intermétallique Al ₈ Mn ₅ (rapport stœchiométriques Al/Mn = 1,6), (b) distribution du potentiel le long l'intermétallique Al ₈ Mn ₅ , (c) topographie AFM de la distribution de potentiel AFM contenant l'intermétallique Al ₈ Mn ₅	45

Chapitre II Matériels et procédures expérimentales

Figure II. 1 : Tôle de magnésium AZ31 de 8,6 mm préparée pour le soudage FSW.....	50
Figure II. 2 : (a) Outil de soudage, (b) Epaulement et (c) pion.....	51
Figure II. 3 : Fraiseuse Ruku-Ruku de type RUM 5 utilisée pour le procédé FSW.	53
Figure II. 4 : Perçage.....	54
Figure II. 5 : Différentes phases de soudage FSW (a) plongée, (b) déplacement et (c) retrait.	55

Figure II. 6 : Evaluation du domaine de soudabilité de l'alliage AZ31.	56
Figure II. 7 : Aspect surfacique du (a) joint FSW-AZ31, (b) cliché de radiographie X du joint FSW AZ31.	57
Figure II. 8 : Schéma illustratif de la position des thermocouples.	57
Figure II. 9 : Évolution de la température du côté AS à 12 mm T1, T2 et T3.....	58
Figure II. 10 : Dispositif expérimental ; (a) cellule électrochimique, (b) électrode de travail.	63
Figure II. 11 : Extrapolation de courbe de Tafel.....	64
Figure II. 12 : Diagramme d'impédance ; (a) Représentation de Nyquist, (b) circuit équivalent correspondant, représentation de Bode (c) phase et (d) module.....	65
Figure II. 13 : Simulation de la courbe de Nyquist par le logiciel ZSimpWin.	67

Chapitre III Caractérisation des joints FSW optimisés

Figure III. 1: Macrostructure du joint FSW-AZ31.	70
Figure III. 2 : (a) Microstructure optique du MB. (b) Distribution de la taille des grains.....	71
Figure III. 3 : (a) Microstructure optique de la ZN. (b) distribution de la taille moyenne des grains.	72
Figure III. 4 : (a) Microstructure optique du ZATM. (b) distribution de la taille moyenne des grains.	72
Figure III. 5 : Microstructure optique de la ZAT : (a) après soudage FSW, (b) PWHT à 350°C-1h.	73
Figure III. 6 : Spectres de diffraction des rayons X du MB. ZAT. ZATM. ZN du FSW-AZ31.	74
Figure III. 7 : Image MEB du (a) MB. (b) ZN. (c) ZATM et (d) ZAT du FSW-AZ31.	75
Figure III. 8 : Spectre de DRX des différentes zones du joint soudé FSW.	77
Figure III. 9 : Profile de distribution de micro-dureté du joint FSW-AZ31.....	78
Figure III. 10 : Potentiel à circuit ouvert OCP des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5 % NaCl.....	79
Figure III. 11 : Courbe de polarisation des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.	80
Figure III. 12 : Courbe de Nyquist (a) MB (b) ZATM et (c) ZN ; différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.	82
Figure III. 13: Courbe de (a) module et de (b) Bode des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.	84
Figure III. 14 : Macrographie du joint AZ31 après une immersion de 2h dans une solution de 3.5 % NaCl.	85

Chapitre IV Effet des PWHT sur l'évolution de la microstructure et de la micro-dureté du joint AZ31

Figure IV. 1 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 1 heure aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.	89
Figure IV. 2 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 2 heures aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.	89

Figure IV. 3 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 4 heures aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.	90
Figure IV. 4 : Microstructure du MB différentes traitements thermiques post-soudage (a) 200°C. (b) 300°C et (c) 400°C pendant 1h. (d) 200°C. (e) 300°C et (f) 400°C pendant 2h. (g) 200°C. (h) 300°C et (i) 400°C pendant 4h.	91
Figure IV. 5 : Évolution de la taille moyenne des grains du MB en fonction de la température et du temps de maintien des PWHT.	92
Figure IV. 6: Effet de la température du traitement thermique sur la distribution et la taille des intermétalliques Al-Mn dans le MB à (a) 200°C.1h. (b) 250°C.1h. (c) 250°C.2h. (d) 300°C.1h. (d) 250°C.4h. (e) 350°C.4h.	93
Figure IV. 7 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 1h.....	95
Figure IV. 8 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 2h.....	96
Figure IV. 9 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 4h.....	96
Figure IV. 10 : Évolution de la taille moyenne des grains dans la ZN pendant les PWHT....	97
Figure IV. 11 : Microstructure de la ZN après PWHT à 350°C pendant (a) 1h, (c) 2h, (e) 4h et à 400°C pendant (b) 1h, (d) 2h et (f) 4h.	99
Figure IV. 12: Degré d'activation des macles dans la ZN après PWHT (a) macles de contraction (10 -11). (b) macles d'extension (10 -12).....	100
Figure IV. 13 : Grains recristallisés et formation des macles dans la ZN à 400°C pendant 4h.	102
Figure IV. 14 : Evolution de la taille des intermétalliques Al-Mn à (a) 200°C-1h. (b) 300°C-1h (c) 250°C-4h. (d) 350°C-4h. (b) distribution des éléments d'alliage dans la ZN à 200°C.1h.	103
Figure IV. 15: Évolution de la micro-dureté en fonction du temps et de la température des traitements thermiques dans la marge de 200°C-400°C ; dans le (a) MB, (b) ZN.	105
Figure IV. 16 : Tracé de la relation Hall-Petch de la ZN après traitement thermique dans la gamme de température de 200°C - 400°C.....	106

Chapitre V Effet du PWHT sur le comportement électrochimique du joint AZ31

Figure V. 1 : Evolution du potentiel à circuit ouvert OCP dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante du MB après PWHT (a) pendant 1h. (b) pendant 2h. (c) pendant 4h.	110
Figure V. 2 : Evolution du potentiel à circuit ouvert OCP dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante de la ZN après PWHT (a) pendant 1h. (b) pendant 2h. (c) pendant 4h.	111
Figure V. 3 : Image macrographique du joint AZ31 après PWHT à (a) 200°C pendant 1h et (b) 400°C pendant 1h montrant la propagation de la corrosion filiforme.....	112
Figure V. 4 : Courbe de polarisation (Tafel) du MB après PWHT pendant (a) 1h. (b) 2h. (c) 4h et de la ZN après PWHT pendant (d) 1h. (e) 2h et (f) 4h.....	114
Figure V. 5 : Evolution de "Ecorr" et "Icorr" dans la ZN en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT.	118

Figure V. 6 : Courbe de Nyquist et de Bode (module et phase) du MB après PWHT dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante (a.d) 1h. (b.e) 2h. (c.f) 4h.....	120
Figure V. 7 : Courbe de Nyquist et de Bode (module et phase) de la ZN après PWHT dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante (a.d) 1h. (b.e) 2h. (c.f) 4h.....	121
Figure V. 8 : Circuit équivalent ; (a) type (I). (b) type (II).....	122
Figure V. 9 : Evolution de la taille des grains et de la résistance de transfert de charge en fonction de la température et du temps de maintien du PWHT dans la ZN.....	124
Figure V. 10 : Analyse par AFM à sonde Kelvin (KPFM) d'une surface de 20x20 μm^2 du MB: (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel Volta. (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.11-b.....	125
Figure V. 11 : Analyse par AFM à sonde Kelvin (KPFM) d'une surface de 20x20 μm^2 de la ZN: (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel Volta. (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.12-b.	126
Figure V. 12 : Analyse par microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) montrant une surface de 30x30 μm^2 de la ZN (300°C.1h) : (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.13-b.	128
Figure V. 13 : Analyse par microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) montrant une surface de 20x20 μm^2 : (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution du potentiel Volta. (c) distribution de potentiel le long de long de la ligne L1 pour l'intermétallique	129

Liste des tableaux

Chapitre I Revues bibliographiques

Tableau I. 1: Lettres de code pour le système de désignation des alliages de magnésium.....	21
Tableau I. 2 : Résumé des matériaux d'outils, des géométries et des variables de soudage utilisés pour le FSW de plusieurs alliages de magnésium.	30
Tableau I. 3 : Taille moyenne des grains du MB et de la ZN du joint AZ31B-O dans différentes conditions du procédé friction malaxage[84].....	43

Chapitre II Matériels et procédures expérimentales

Tableau II. 1: Composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31.	49
Tableau II. 2: Caractéristiques et géométries de l'outil de soudage.....	50
Tableau II. 3 : Composition chimique du Z200.....	51
Tableau II. 4 : Composition chimique de l'acier rapide HSS.....	52
Tableau II. 5 : Paramètres de soudage des joints optimisés.	56
Tableau II. 6 : Températures maximales calculées dans la ZN.....	59
Tableau II. 7 : Paramètres opératoire de l'analyse des phases par DRX.....	61
Tableau II. 8 : Quelques éléments de circuit électrique connus et leurs impédances respectives.	66

Chapitre III Caractérisation des joints FSW optimisés

Tableau III. 1: Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans le MB, la ZN, la ZATM et la ZAT du FSW-AZ31.	75
Tableau III. 2 : Degré d'activation des macles dans le MB, la ZN, la ZATM et la ZAT du FSW-AZ31.	77
Tableau III. 3 : Paramètres électrochimiques des différentes zones du joint AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.	80
Tableau III. 4 : Paramètres électrochimiques de Nyquist des différentes zones du joint AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.	83

Chapitre IV Effet des PWHT sur l'évolution de la microstructure et de la micro-dureté du joint AZ31.

Tableau IV. 1 : Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans du MB sous certaines conditions de PWHT.....	94
Tableau IV. 2 : Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans la ZN sous certaines conditions de PWHT.....	104

Chapitre V Effet du PWHT sur le comportement électrochimique du joint AZ31

Tableau V. 1 : Valeurs d'OCP pendant les PWHT du MB.....	111
Tableau V. 2 : Valeurs d'OCP pendant les PWHT de la ZN.....	112
Tableau V. 3 : paramètres électrochimiques du MB pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de PDP par l'extrapolation de Tafel.....	116
Tableau V. 4 : paramètres électrochimiques de la ZN pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de PDP par l'extrapolation de Tafel.....	117
Tableau V. 5 : Paramètres électrochimiques du MB pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de Nyquist.....	132
Tableau V. 6 : paramètres électrochimiques de la ZN pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de Nyquist.....	133

Introduction générale

Introduction générale

Les alliages de magnésium sont dotés de nombreuses propriétés intéressantes telles que ; leur légèreté, leur coulabilité, leur formabilité à chaud, leur faible toxicité, leurs conductivités électrique et thermique élevées et leur capacité à l'amortissement. Grace à ces propriétés, ces alliages sont largement utilisés dans plusieurs applications industrielles en termes d'apport économique, durabilité et praticité.

Dans le contexte d'allègement des structures, d'amélioration du rendement énergétique et de la réduction des émissions des gaz CO₂, la faible densité (33% moins par rapport aux alliages d'aluminium) et la haute résistance des alliages de Mg en font une solution attrayante pour les modes de transport tels que ; l'automobile, l'aérospatial, la marine ...etc. [1]–[4]. Bien que les alliages de magnésium possèdent des propriétés attrayantes, mentionnées ci-dessus, ils présentent quelques difficultés de fabrication, principalement leur faible soudabilité par le soudage par fusion, ce qui réduit leur champ d'application dans le domaine de l'ingénierie. En tant que technique efficace et performante, le soudage par friction-malaxage (FSW) a le potentiel d'être une bonne alternative qui évite la formation de défauts de solidification et de fissures qui en résultent lors du soudage par les procédés conventionnels [5]–[9]. En effet, il améliore la soudabilité, les propriétés mécaniques, en termes de ductilité/résistance, et la tenue à la corrosion des joints soudés.

Le soudage par friction malaxage, communément dit "Friction Stir Welding" (FSW), est un procédé d'assemblage à l'état solide c.à.d. que la température maximale atteinte au niveau des soudures pendant le soudage n'atteint pas la température de fusion des matériaux à souder. Ce procédé est inventé et breveté par "The welding institute" TWI en 1991. La littérature fait état de nombreux travaux de recherche traitant l'effet des paramètres de soudage et de géométrie de l'outil sur la microstructure, la texture cristallographique, les propriétés mécaniques, les contraintes résiduelles et la résistance à la corrosion des soudures par friction-malaxage des alliages de Mg. La relation microstructure-propriétés dépend fortement des cycles thermomécaniques et thermiques induits pendant le FSW et au cours des traitements thermiques post soudage PWHT. En effet, le FSW et le PWHT entraînent de nombreuses modifications microstructurales en fonction de l'état thermomécanique dans les soudures FSW.

Cette thèse est une étude fondamentale qui contribue à la compréhension des évolutions microstructurales dans les soudures homogènes. Elle contribue à ;

- L'optimisation des paramètres de soudage de l'alliage de magnésium AZ31 ;
- La compréhension de l'évolution microstructurale, mécanique et électrochimique dans les joints FSW-AZ31.
- L'étude de l'effet des traitements thermiques post-soudage PWHT du joint FSW-AZ31 sur l'aspect microstructural et sur le comportement électrochimique.

Le manuscrit est organisé en (05) chapitres, comportant une revue bibliographique, protocole expérimentale, et résultats et discussion :

Dans le contexte de l'étude bibliographique que nous présenterons en chapitres I, nous nous intéressons aux généralités sur l'alliage de magnésium AZ31. Une synthèse des travaux antérieurs décrivant l'influence du soudage FSW sur les propriétés des soudures.

Le chapitre II présente le matériel et décrit les différentes techniques expérimentales, notamment la description détaillée du protocole de soudage FSW.

Le chapitre III présente la caractérisation du joint FSW-AZ31. Un intérêt particulier est porté aux détails de la microstructure des différentes zones à savoir le métal de base (MB), la zone affectée thermiquement (ZAT), la zone affecté thermo-mécaniquement (ZATM) et la zone du noyau(ZN) (taille moyenne des grains, la taille et la nature des intermétalliques). Ces informations ont été utilisées pour prédire l'influence du procédé FSW sur la microstructure, l'évolution de la micro-dureté et du comportement électrochimique.

Le chapitre IV présente l'effet des traitements thermiques post-soudage sur l'évolution de la microstructure (taille moyenne des grains, le degré d'activation des macles, la taille et la nature des intermétalliques) et de la micro-dureté dans la ZN des soudures AZ31.

Le chapitre V porte sur l'évaluation du comportement électrochimique de la ZN des joints FSW-AZ31 comparé au MB, afin d'observer la performance électrochimique de ces zones. Par la technique KPFM, nous mettrons en évidence l'effet des joints de grains sur la résistance à la corrosion via les mesures du potentiels Volta.

Chapitre I

Revue bibliographique

I.1. Introduction

Dans ce chapitre, des généralités sur l'alliage de magnésium AZ31 sont présentées ainsi qu'une description du procédé de soudage par friction malaxage. En outre, nous décrirons les mécanismes microstructuraux qui peuvent prendre action lors du soudage FSW ainsi que pendant les traitements thermiques post-soudage PWHT. La relation microstructure-résistance à la corrosion dans les joints FSW a été détaillée dans la dernière section de ce chapitre.

I.2. Généralité sur l'alliage de Magnésium AZ31

Le magnésium est un élément d'importance majeure grâce à sa légèreté qui lui permet de remplacer l'acier et l'aluminium dans plusieurs domaines comme l'automobile, l'aéronautique, l'aviation, etc. Mais, il ne peut pas être considéré comme un élément de structure sans être allié aux d'autres éléments pour améliorer sa résistance, ductilité et sa tenue à la corrosion.

I.2.1. Désignation et classification de l'AZ31

Les alliages de magnésium peuvent être classés en fonction des éléments d'alliage. Le système de désignation définie par ASTM B951 (Practice for codification of unalloyed magnesium and magnesium alloys, cast and wrought), contient trois parties dont le tableau I.1 présente un exemple de nomenclature d'un alliage de magnésium.

Tableau I. 1: Lettres de code pour le système de désignation des alliages de magnésium.

Élément d'alliage	Désignation	Exemple de nomenclature de l'alliage AZ31			
Aluminium	A	<div style="text-align: center;"> <p>AZ31M-H24</p> <p><u>2 lettres</u> <u>2 chiffres</u> <u>1 lettre</u> <u>1 lettre + 1 chiffre</u></p> <p>Élément d'alliage principaux A : Al Z : Zn</p> <p>Teneur des élément d'alliage principaux 3 : 3% d'Al 1 : 1% de Zn</p> <p>Indiquent les limites d'impuretés spécifiées, telles que Fe, Mn et Cu.</p> <p>Indiquant le traitement thermique utilisé.</p> </div>			
Zinc	Z				
Manganèse	M				
Silicium	S				
Yttrium	W				
Zirconium	K				
Argent	Q				
Thorium	H				
Terre rares	E				

La première partie est formée de deux lettres majuscules indiquant les deux principaux éléments d'alliage, classés par ordre décroissant d'importance de teneur en éléments d'alliage, comme le montre le tableau I.1. La deuxième partie est constituée des pourcentages en poids de ces deux éléments arrondis au nombre entier le plus proche et énumérés dans le même ordre que les lettres de code. Selon la composition chimique. La troisième partie consiste en une lettre assignée commençant par "A" pour distinguer les alliages ayant la même désignation nominale. Parfois, une lettre et un chiffre suivent pour indiquer la désignation du traitement de l'alliage.

I.2.2. Rôle des éléments d'alliage

En raison de ses faibles propriétés mécaniques et sa résistance à la corrosion limitée, le magnésium a été allié dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques, telles que la résistance et la ductilité, ainsi que la résistance au fluage et à la corrosion. Les majeurs éléments d'alliages de Mg sont :

- **Aluminium** : est un élément d'alliage principal, il permet d'améliorer les propriétés mécaniques à la fois par durcissement de la solution solide et par la précipitation de la phase secondaire β -Mg₁₇Al₁₂ par l'ajout de l'Al à des teneurs inférieures à 6% [10]. L'addition de l'aluminium jusqu'à 10% conduit à la formation des précipités β -Mg₁₇Al₁₂ autour des joints de grain [11]. Cet élément diminue la taille moyenne des grains des alliages de la série Mg-Al, ce qui augmente la micro-dureté. La phase Mg₁₇Al₁₂ améliore le potentiel de corrosion et réduit sa vitesse de corrosion.
- **Manganèse** : est généralement ajouté pour encapsuler les impuretés néfastes pour la résistance à la corrosion (Fe, Ni, Ti, ...) dans les alliages de magnésium [12]. Il apportera une bonne tenue face à la corrosion galvanique qui règne entre les intermétalliques (cathodiques) de type Al-Mn et la matrice (anodique) [13]. Il a un rôle très important dans l'affinement des grains [14]
- **Zinc** : L'ajout du Zn jusqu'à 3 à 4 % conduit à un affinement des grains, un renforcement de la solution solide et à la précipitation. Ainsi, il augmente significativement la résistance mécanique et l'allongement et améliore la résistance à la corrosion. Un ajout élevé de Zn conduit à la formation de constituants eutectiques, et entraîne ainsi une détérioration des propriétés mécaniques et de la résistance à la corrosion [15], [16], [7] .

- **Terres rares (RE)** : Les alliages de Mg à forte teneur en éléments RE (tels que l'yttrium, le cérium, le néodyme, le terbium, l'erbium, le dysprosium, le gadolinium, etc.) sont couramment utilisés pour les applications à haute température. Les éléments RE peuvent former une variété de précipités avec le Mg pendant le traitement thermique de mise en solution et de vieillissement [17], [18]. Ces précipités sont thermiquement stables, ce qui améliore considérablement la résistance à haute température et la résistance au fluage des alliages de Mg. En outre, les éléments RE peuvent servir de modificateurs de texture pour les alliages de Mg.
- **Lithium** : l'ajout de Li affine la microstructure et améliore les propriétés mécaniques des tôles extrudées d'alliage AZ31. L'ajout d'une teneur de 5% de Li affaiblit l'anisotropie et augmente considérablement la ductilité [19].

I.2.3. Métallurgie de l'alliage AZ31

I.2.3.1. Diagramme d'équilibre

Les éléments d'alliage principaux de l'AZ31 sont l'aluminium et le zinc, dont le diagramme d'équilibre binaire Mg-Al est montré sur la figure I.1. La phase α -Mg est caractérisée par une limite de solubilité de l'Al dans le Mg est jusqu'à 12,9% à 437°C et elle décroît jusqu'à la température ambiante où elle est de 2,3%. Le composé intermétallique β -Mg₁₇Al₁₂ (phase β) précipite d'une façon incohérente dans la matrice. Le zinc est ajouté en petite quantité car la solution solide enrichie en aluminium ne peut contenir plus d'élément d'alliage mais la phase β peut en dissoudre selon le diagramme d'équilibre ternaire.

I.2.3.2. Macles

Le maclage est un mécanisme de déformation important aux basses températures dans les alliages de magnésium. On distingue deux types de macles ; les macles d'extension $\{10 - 12\}$, et les macles de contraction $\{10 - 11\}$ ou $\{10 - 13\}$. En outre, des macles d'extension peuvent se produire à l'intérieur de macles de contraction, formant ainsi des macles doubles.

Les macles de contraction ou les macles doubles apparaissent généralement après une déformation à des contraintes importantes et génèrent des régions de déformation inhomogènes et localisées, ils constituent des sites privilégiés de germination pour la recristallisation (figure I.2) [21], [22]. Cependant, en raison de la faible accumulation de dislocations dans les macles d'extension, ceux-ci sont peu enclins à la nucléation pendant la recristallisation statique. La migration des macles d'extension activée thermiquement se produit largement pendant le recuit à haute température. Les macles ont tendance à être consommés par la matrice pendant le recuit à haute température [23]. En outre, les macles possèdent une énergie de déformation stockée plus importante que celle de la matrice et donc sont considérés comme sites favorables de nucléation pendant la déformation à chaud [24]. Alors que, les macles de traction $\{10 - 12\}$ semblent ne pas être des sites favorables pour la nucléation et la croissance.

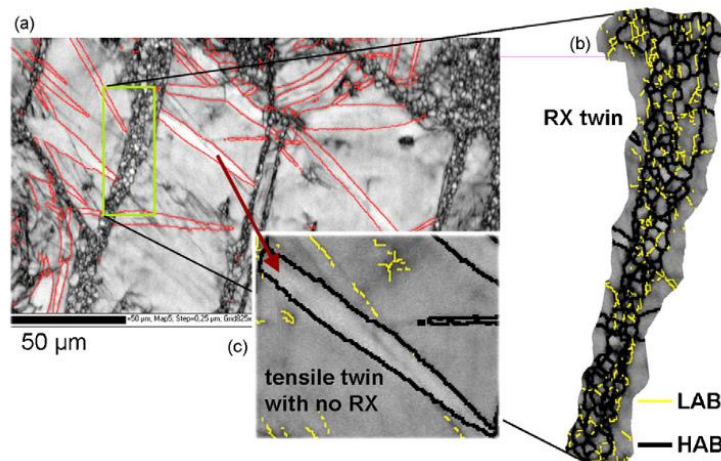


Figure I. 2 : (a) Carte de contraste de bande EBSD-Kikuchi révélant des macles recrystallisés et des macles de traction (tensile twin) $\{10 - 12\}$, (b) vue détaillée d'un macle recrystallisé [24].

I.2.3.3. Intermétalliques dans l'AZ31

Mg₁₇Al₁₂ : la figure I.3 représente une image EPMA d'un alliage Mg-Al-Zn. La zone noire représente la matrice Mg tandis que les zones blanches représentent les précipités β -Mg₁₇Al₁₂. Ce précipité expose une forme lamellaire dans les alliages AZ31 distribué le long des joints de grains [25], il se dissout dans la matrice de magnésium à des températures relativement élevée qui sont de l'ordre de 437 °C pour l'AZ31[20]. Dans une solution de 3.5% NaCl, les précipités Mg₁₇Al₁₂ montrent un comportement cathodique [26]. Ils sont plus noble que la matrice du magnésium et ils se comporte comme une barrière contre la corrosion tout le long des joints de grains[27],[28].

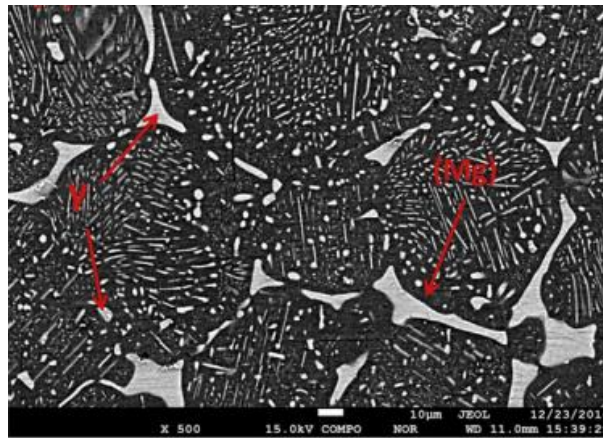


Figure I. 3: Image EPMA montre la coexistence de la seconde phase Mg₁₇Al₁₂ dans l'alliage Mg-Al-Zn[20], [25].

Al-Mn : Plusieurs intermétalliques de type Al-Mn se forment dans les alliages de magnésium contenant du Mn, tels que Al₆Mn, Al₄Mn, Al₁₁Mn₄ et Al₈Mn₅[29], [30]. Yao et al. [31] ont constaté qu'une teneur de Mn qui dépasse 0,3% favorise la formation des intermétalliques Al-Mn. Ces intermétalliques sont stables sur une grande plage de température en raison de leurs températures de fusion relativement élevée. Selon le diagramme d'équilibre sur la figure I.4-a, la température de fusion de l'intermétallique Al₈Mn₅ est ~ 989°C, ce qui est supérieure à la température de fusion de l'alliage de Mg AZ31 ~ 610°C. Ils présentent plusieurs morphologies ; à facettes (figure I.4-b)[30], ou contiennent des pores (figure I.4-c)[20]. Al-Mn sont des intermétalliques à potentiel cathodique. Ils agissent soit en tant que barrière à la corrosion, soit en tant que cellule galvanique avec la matrice accélérant la

corrosion. Le rôle qui domine le processus de corrosion dépend de la quantité, de la taille et de la distribution de ces intermétalliques[32]–[35].

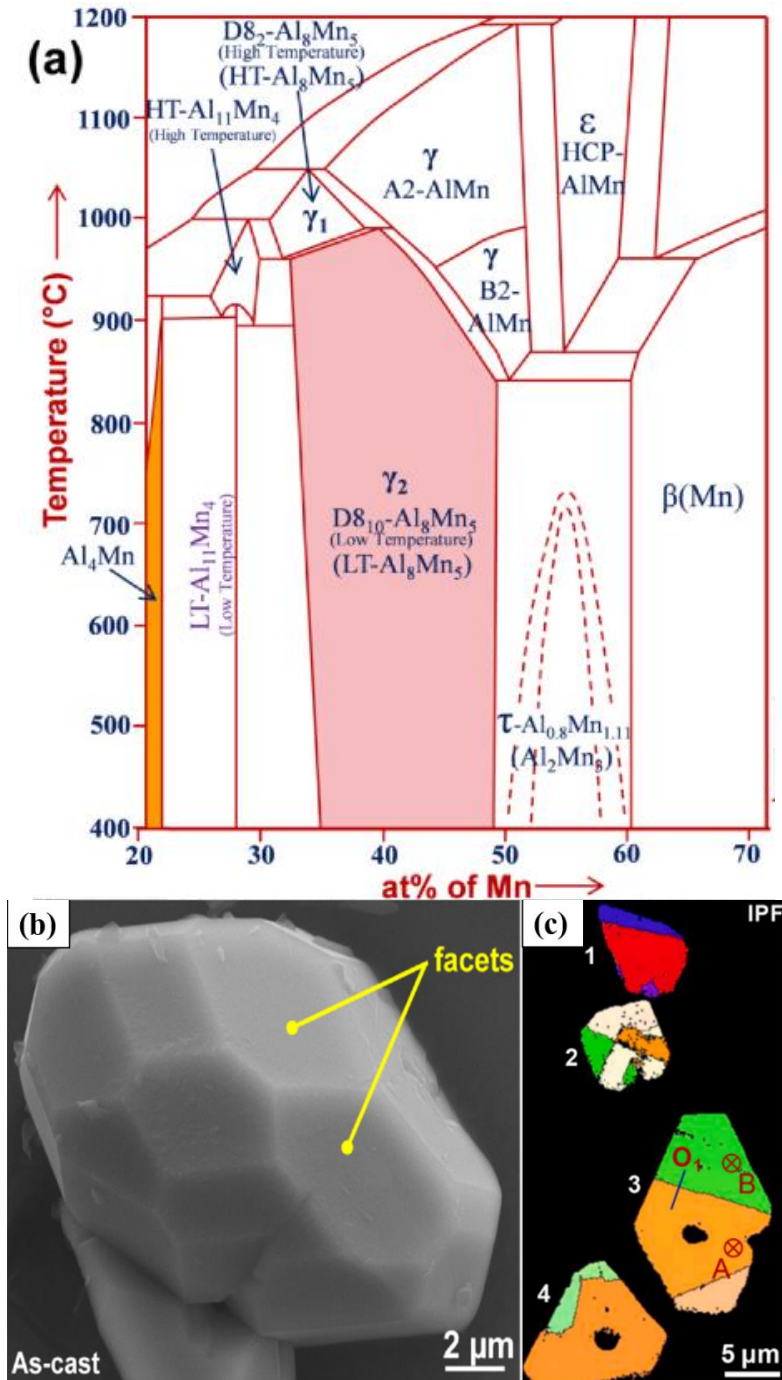


Figure I. 4 : (a) diagramme d'équilibre binaire Al-Mn, (b) morphologie des intermétalliques Al_8Mn_5 , (c) IPF des intermétalliques Al_8Mn_5 [30],[20].

I.3. Soudage par friction malaxage (FSW)

I.3.1. Description du procédé FSW

La figure I.5 illustre un schéma du procédé FSW. L'outil utilisé est non consommable, il est composé d'un pion et d'un épaulement.

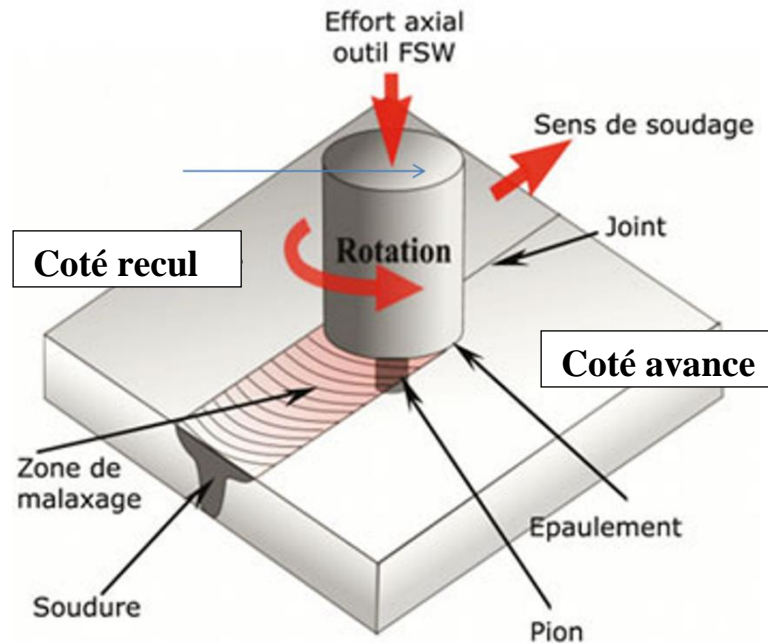


Figure I. 5 : Présentation du soudage par friction-malaxage.

La soudure FSW obtenue n'est pas symétrique, deux cotés ont été distingués comme illustré sur la figure I.5. Le côté de la soudure dans lequel le mouvement d'avance coïncide avec le sens de rotation de l'outil est reconnu comme *Advancing Side* (coté avance). Tandis que, le côté dans lequel le mouvement d'avance est inversée par rapport à la direction de rotation de l'outil est reconnu comme *Retreating Side* (coté recul).

La soudure FSW peut être réalisée en trois phases opératoires illustrées sur la figure I.6, [36], [37].

- **La phase de plongée :** L'outil est amené à un mouvement de rotation, s'insère entre les pièces mise en contact pour être soudées. Un frottement entre l'épaulement et la surface des pièces produit un échauffement local et donc un ramollissement de la matière pour faciliter la plongée sous l'effet d'un mouvement de translation verticale.
- **La phase de soudage :** L'outil est déjà en mouvement de rotation, subit un mouvement d'avance, le long du plan de joint des pièces. Pendant cette phase, le matériau à souder se trouve dans un état pâteux ce qui résulte un malaxage aisé par le pion, la matière est

alors ramenée de l'avant vers l'arrière du pion pour consolider le vide laissé par ce dernier afin de réaliser le joint de soudure.

- **La phase de retrait :** À la fin de l'opération de soudage, l'outil est retiré de la zone de soudure par un mouvement de translation vertical et un trou persiste alors à la fin du joint correspondant à l'emplacement de l'outil.

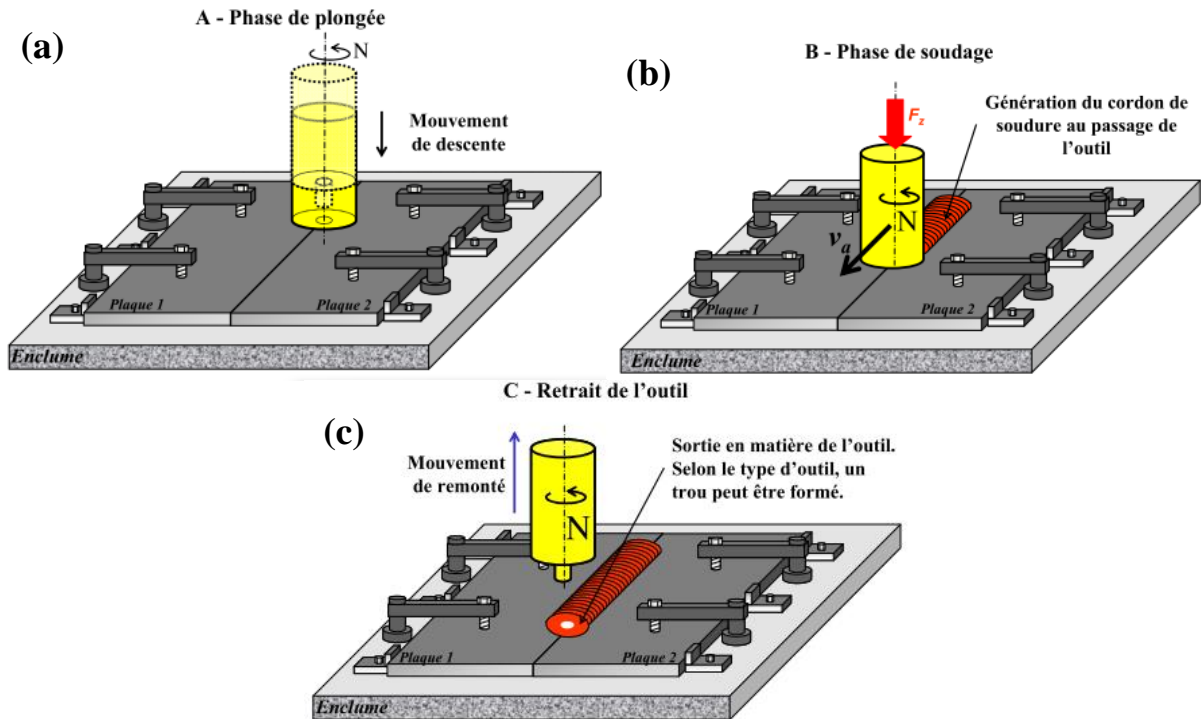


Figure I. 6 : Illustration des phases opératoires de procédé FSW.

I.3.2. Paramètres de soudage

La technique FSW induit une quantité de chaleur importante avec une déformation plastique complexe au cours du soudage. Les principaux paramètres qui ont une influence primordiale sur la distribution de la température et le flux de matière et ainsi sur les propriétés de la soudure FSW sont les suivants : la géométrie de l'outil, les vitesses de rotation et d'avance, l'angle d'inclinaison et la force axiale. Le tableau I.2 donne un aperçu des paramètres influençant les propriétés de la soudure à partir de la littérature.

Tableau I. 2 : Résumé des matériaux d'outils, des géométries et des variables de soudage utilisés pour le FSW de plusieurs alliages de magnésium.

Matériau	Géométrie de l'outil	Paramètres de soudage	Remarques	Ref.
6061 T651 15 mm	Ep; $\varnothing = 18$ mm Pion; $\varnothing = 8$ mm, l = 13 mm Fileté.	$V_a = 180$ mm/min $\omega = 1000$ tr/min	Efficacité du joint de 84%	[38]
AZ31 10 mm	Ep; $\varnothing = 28$ mm Pion; $\varnothing = 10$ mm, l = 9,5mm Cylindrique.	$V_a = 100$ mm/min $\omega = 200$ tr/min $\alpha = 0^\circ$	Microstructure homogène ; Excellente résistance à la corrosion ; Efficacité du joint ~ 85,3%.	[39]
AZ91-E 10 mm	Epaulement : $\varnothing = 15$ mm Pion : $\varnothing = 4$ mm, l = 4 mm. Cylindrique fileté.	$V_a = 50$ mm/min $\omega = 1000$ tr/min $\alpha = 1,5^\circ$	Excellente résistance à la corrosion en raison de l'Al dissoute dans la matrice Mg.	[40]
AZ31 8,6 mm	Epaulement : $\varnothing = 20$ mm Pion : $\varnothing = 8$ mm, l = 7,8 mm. Conique fileté.	$V_a = 43$ mm/min $\omega = 950$ tr/min $\alpha = 1^\circ$ F = 2KN	Affinement de microstructure dans la ZN ; Excellente résistance à la corrosion.	[41]
AZ31B 6,4 mm	Epaulement : $\varnothing = 24$ mm Pion : $\varnothing = 8$ mm, l = 5,8 mm. Cylindrique fileté.	$V_a = 100$ mm/min $\omega = 800$ - 2000tr/min	Efficacité du joint de 92,2 %	[42]
AZ31B 6,35 mm	Epaulement stationnaire concave ; $\varnothing = 18$ mm Pion ; $\varnothing = 6,35$ mm, l = 5,98 mm Conique fileté.	$V_a = 50$ mm/min $\omega = 700$ –900 tr/min $\alpha = 2,5^\circ$	Efficacité du joint de 97 %	[43]
AZ31 6.3 mm	Epaulement : $\varnothing = 24$ mm Pion : $\varnothing = 8$ mm, l = 59 mm.	$V_a = 100$ mm/min $\omega = 3500$ tr/min $\alpha = 2,8^\circ$	Microstructure à grains fins; Efficacité du joint de 86 %	[44],[45]
AZ31B 6 mm	Epaulement stationnaire concave ; $\varnothing = 18$ mm Pion ; $\varnothing = 6$ mm, l = 5,7 mm Fileté.	$V_a = 40$ mm/min $\omega = 1600$ tr/min $\alpha = 0^\circ$ F = 3KN	Microstructure à grains fins dans le noyau ; Efficacité du joint de 96,7 %	[46]
AZ31B 4 mm	Epaulement : $\varnothing = 12$ mm Pion : $\varnothing = 4$ mm, l = 4 mm.	$V_a = 90$ mm/min $\omega = 1500$ tr/min $\alpha = 0^\circ$	Microstructure à grains fins dans le noyau ; Efficacité du joint de 93 %	[47]
AZ31 4 mm	Epaulement : $\varnothing = 16$ mm Pion : $\varnothing = 4$ mm, l = 3,8 mm	$V_a = 50$ mm/min $\omega = 1500$ tr/min $\alpha = 2,5^\circ$	Amélioration des propriétés d'amortissement	[48]
AZ31B-H24 2 mm	Epaulement : $\varnothing = 16$ mm Pion : $\varnothing = 3.175$ mm, l = 1,65 mm	$V_a = 1200$ mm/min $\omega = 1000$ tr/min $\alpha = 2,5^\circ$	Affinement des grains ; Limite d'élasticité élevée et faible ductilité ;	[49]

I.3.2.1. Géométrie de l'outil

La géométrie de l'outil est un paramètre très important qui influence la génération de la chaleur, l'écoulement du matériau et donc la qualité des soudures [50]. La géométrie et les dimensions de l'outil (pion et épaulement) pour le soudage par friction malaxage sont choisies en fonction de l'épaisseur des pièces à souder. L'outil se compose d'un épaulement et d'un pion, les différentes géométries de l'épaulement et du pion sont présentés sur les figures I.7-a et I.7-b respectivement.

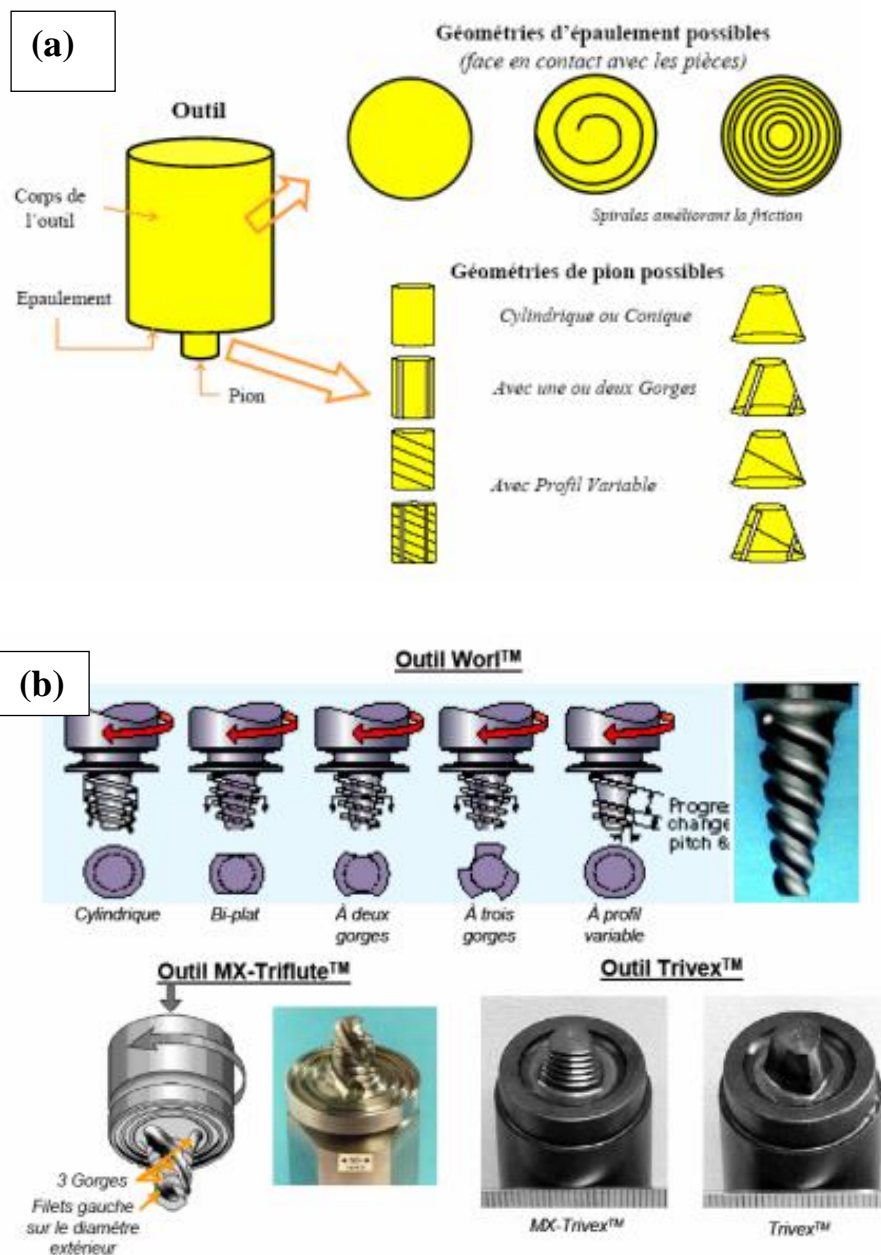


Figure I. 7 : Différentes géométries (a) de l'épaulement, (b) du pion pour le FSW [51].

- **Epaulement** : L'épaulement maintient la matière et l'empêche d'être repoussée, grâce à son diamètre optimal. En effet, un petit diamètre provoque des défauts dus au manque d'apport de chaleur, et un diamètre supérieur réduit les propriétés mécaniques et élargit les zones ZAT et ZATM. De plus, les propriétés mécaniques du joint soudé sont optimales lorsque le rapport diamètre épaulement/épaisseur des pièces à souder est de 3 [52],[53].
- **Pion** : La géométrie du pion doit être contrôlée vu sa contribution à la formation d'une partie de la chaleur lors du malaxage. La figure I.7-b ci-dessus présente quelques formes possibles des pions utilisés dans la littérature. Le diamètre du pion est généralement égal à l'épaisseur des pièces à souder et sa longueur est légèrement inférieure à l'épaisseur des pièces soudées. Des soudures ayant des propriétés mécaniques optimales sont obtenues lorsqu'on utilise des pions coniques ou vis. Cependant, les pions cylindriques peuvent conduire à la formation de défauts tels que des fissures, des porosités, etc., et conduire à une diminution de la résistance à la traction des soudures FSW [54], [55].

I.3.2.2. Vitesse de rotation et vitesse d'avance

La vitesse de rotation a une influence directe sur l'apport de la chaleur par friction. À des vitesses optimales, les soudures sont saines caractérisées par une structure affinée, une meilleure résistance à la traction et une dureté élevée. L'augmentation ou la diminution de la valeur de ce paramètre provoquent des défauts dus à l'excès ou au manque de la quantité de chaleur nécessaire.

On peut noter que la vitesse de rotation et la vitesse d'avance de l'outil ont un effet significatif sur la réduction de la taille des grains dans la ZN. L'augmentation de la vitesse de rotation semble réduire considérablement la taille des grains [44],[45]. On peut également noter qu'à une vitesse de rotation donnée, l'augmentation de la vitesse d'avance diminue également la taille des grains [56]. Lorsque la vitesse de rotation est de 880 tr/min et la vitesse de soudage passe de 60 à 80 mm/min, la taille moyenne des grains de la ZN varie de 6,18 μm à 5,4 μm [57].

La vitesse de soudage optimale est limitée et liée à la vitesse de rotation de l'outil par le rapport ω/V (où ω est la vitesse de rotation et V la vitesse de soudage). Liu et al. [58] ont

rapporté que l'évolution de la taille des grains ne dépend pas de la vitesse de rotation et la vitesse d'avance mais de la quantité de chaleur produite lors du FSW. Cependant, La variation de la température est le principal facteur de contrôle de la croissance des grains près de la ligne de soudage.

La figure I.8 montre la surface des soudures obtenues avec le même rapport de vitesse. La surface devient lisse et plate avec l'augmentation de la vitesse de rotation et de la vitesse de soudage. Des défauts de rainure sont générés dans une région locale de la zone noyau préparée par une vitesse de rotation et d'une vitesse de soudage faibles. Cela est principalement dû au faible apport de chaleur généré pendant le FSW entraînant une mauvaise fluidité du matériau thermoplastique autour de l'outil dans la zone de soudage. En fin de compte, le mauvais écoulement de la matière plastique ne peut pas remplir à temps la cavité laissée par l'outil qui avance, et des défauts de rainurage (groove) sont produits [58].



Figure I. 8 :État de surface de la soudure pour les paramètres (ω, V) suivants ; (a) 1000-25, (b) 3000-75 et (c) 5000-125[58].

I.3.2.3. Angle de tilt et force axiale

Angle de tilt ou angle d'inclinaison (figure I.9) du pion par rapport à la surface des pièces à souder est un paramètre très important. Une inclinaison souhaitable varie entre 0° à 3° permet de maintenir le métal adouci par le pion sous l'épaule et de le déplacer efficacement de l'avant vers l'arrière en provoquant une augmentation de la quantité de chaleur et donc faciliter l'écoulement et diminuer les défauts au sein de la soudure.

De plus, la profondeur de pénétration de l'épaulement dans la pièce augmente au fur et à mesure que le matériau au-dessous de l'épaulement s'adouci. Lorsque la profondeur de pénétration est trop faible, l'épaulement de l'outil n'interagit pas avec la surface de la pièce. Ainsi, l'épaulement rotatif ne peut pas déplacer efficacement le matériau de l'avant vers l'arrière du pion, ce qui entraîne une génération des soudures avec rainure de surface ou tunnel interne. Lorsque la profondeur est trop grande, l'épaulement plonge dans la pièce, créant une bavure excessive. Dans ce cas, une soudure fortement concave est réalisée, entraînant un amincissement local des tôles soudées [36].

Afin de contrôler la profondeur de l'épaulement dans les pièces, une force axiale varie entre 3 et 7 KN est souhaitable [46]. En augmentant la force axiale les grains du noyau s'affinent, les vides au sein de la soudure diminuent et la résistance à la traction est améliorée, cela est dû à la forte friction entre l'épaulement et les surfaces des pièces à souder et donc un ramollissement et écoulement aisés du matériau.

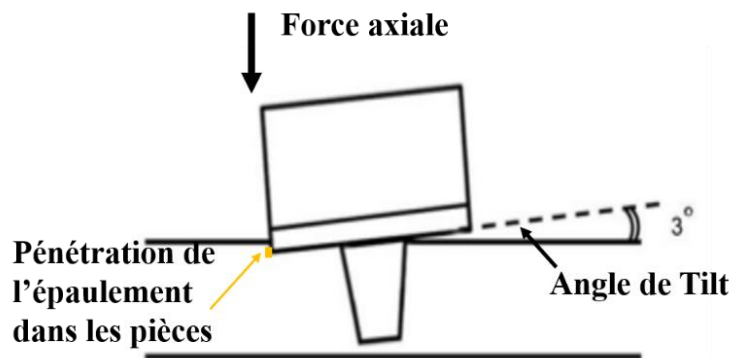


Figure I. 9 : Angle d'inclinaison entre l'outil et les pièces à souder.

I.3.3. Evolution de la microstructure dans soudures FSW

Pendant le soudage par friction malaxage (FSW), la microstructure de la zone soudée est fortement influencée par la distribution de la température et de la déformation plastique [42] qui entraînent les processus de recristallisation et de restauration. De ce fait, la zone de soudage, selon les distinctes caractéristiques thermomécaniques, peut être divisée en quatre zones. La figure I.10 présente une macrographie typique d'un joint soudé par FSW.

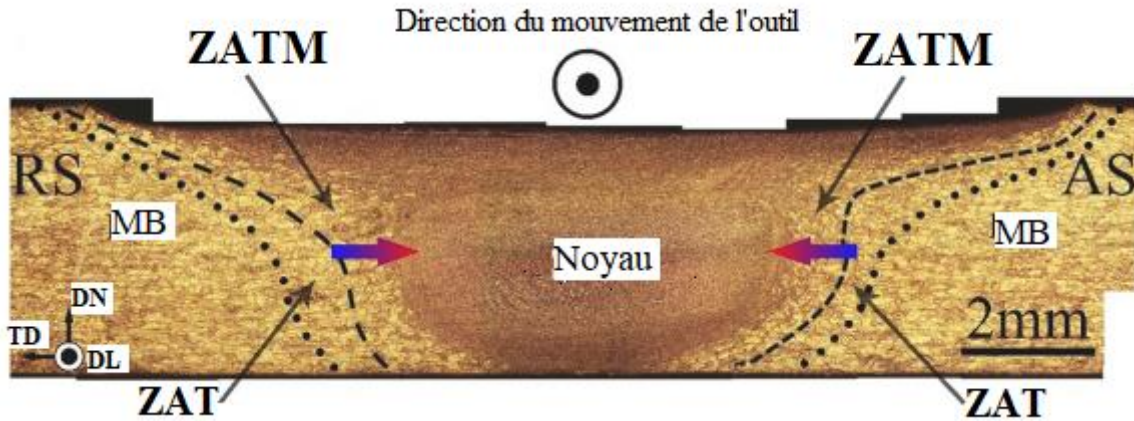


Figure I. 10 : Macrographie typique d'un joint FSW [59].

MB (Métal de base) (figure I.11-a) : c'est la zone qui a conservé sa microstructure et ses propriétés après le soudage[60].

ZAT (zone affectée thermiquement) présentée sur la figures (figure I.11-b) : cette zone ne subit pas de déformation plastique, mais ce sont les propriétés du métal de base qui sont affectées par l'élévation de la température [60].

ZATM (zone affectée thermo-mécaniquement) : elle est caractérisée par une déformation plastique modérée permet de déclencher une recristallisation dynamique partielle (figure I.11-c). La température élevée conduit à l'évolution de la précipitation. Encore, la combinaison du mouvement d'avance et de rotation de l'outil provoque une asymétrie de cette zone par rapport à son axe (figure I.10). Les grains sont allongés et orientés suivant l'écoulement de la matière autour de l'outil et construisent la forme microstructurale du noyau[46], [61].

Noyau (nugget) : c'est le centre de la soudure et le siège de l'opération de malaxage, il est caractérisé par des transformations structurales dues aux déformations plastiques importantes et aux températures élevées. En effet, les grains sont affinés par recristallisation dynamique et leur taille dépend de la variation de la température(figure I.11-d) [62]. Les précipités présents peuvent se dissoudre et les intermétalliques sont broyés et répartis par la grande déformation plastique.

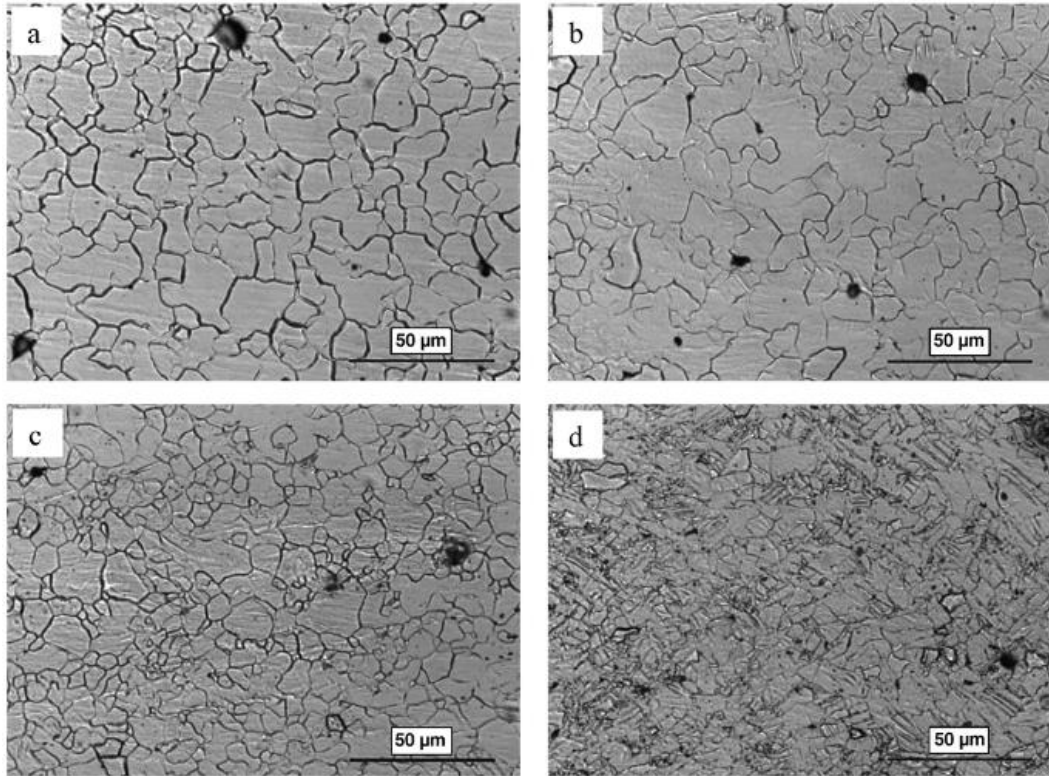


Figure I. 11 : Microstructure des différentes zones du joint AZ31 soudé par FSW ; (a) MB, (b) ZAT, (c) ZATM, (d) Noyau [60].

Pendant le soudage par friction malaxage, une quantité de chaleur importante associée à une déformation plastique se produit au sein de la zone soudée. La déformation plastique implique un état thermodynamiquement instable (microstructure altérée et propriétés mécaniques modifiées) et une haute énergie emmagasinée. Cette énergie, et sous l'effet de la température atteinte au niveau du joint de soudure, est considérée comme l'énergie motrice faisant déclencher la recristallisation dynamique. Les précipités et les intermétalliques ayant une température de fusion inférieures à la température de soudage, tels que les $Mg_{17}Al_{12}$, se dissolvent, alors que les intermétalliques ayant montrant une stabilité thermique aux températures supérieures à la température de soudage tels que les Al-Mn sont broyés et redistribués sous l'effet du malaxage [49].

I.3.4. Propriétés mécaniques des soudures FSW

La micro-dureté dans les joints AZ31 obtenue par FSW est attribuée à la taille des grains, la densité des dislocations et la distribution des intermétalliques. Plusieurs publications [60], [63], [64] ont attribué l'amélioration de la micro-dureté dans les joints de magnésium à

l'affinement des grains. Selon la relation de Hall-Petch, une taille de grains plus fine correspond à une micro-dureté ou une résistance plus élevée, car les joints de grains imposent plus de restriction au mouvement des dislocations [49]. Liu et al. [39] ont rapporté que la micro-dureté est attribuée à la densité des dislocations et les contraintes résiduelles.

Yang et al. [44] ont établi l'effet de la vitesse de rotation (ω) sur l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques. Ils ont rapporté qu'une vitesse de rotation élevée permet d'améliorer les propriétés mécaniques du joint FSW AZ31. L'augmentation de la résistance à la traction est attribuée à l'affinement de grains par recristallisation dynamique.

Cependant, Commin et al. [65] et Li et al. [39] ont étudié l'effet du rapport ω/V . Un rapport élevé introduit une faible variation de la micro-dureté due à la taille des grains. Cependant, un rapport faible introduit une variation élevée de la micro-dureté attribuée à la densité des dislocations et les contraintes internes.

Selon la figure I.12, Chowdhury et al. [49] ont constaté que la micro-dureté diminue dans le noyau à cause du changement de l'état structural par recristallisation dynamique par rapport au MB. La micro-dureté est influencée par la quantité de chaleur, elle dépend de la taille des grains. Ainsi, la micro-dureté augmente avec l'augmentation de la vitesse d'avance et la diminution de la vitesse de rotation.

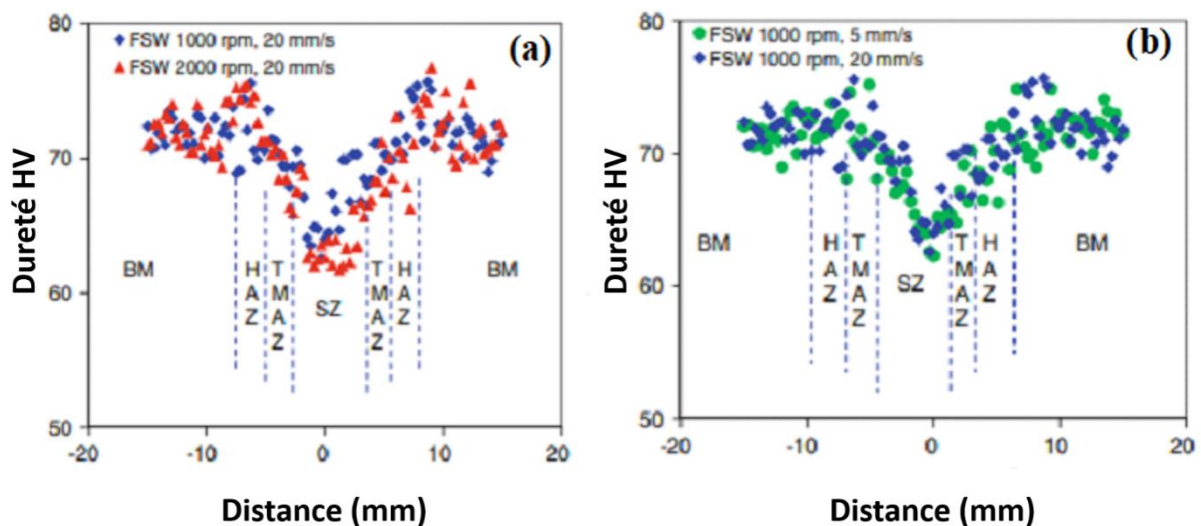


Figure I. 12 : Profils de micro-dureté typiques des joints soudés par FSW réalisés avec différents paramètres de soudage (a) 1000 tr/min, 1200 mm/min et 2000 tr/min, 1200 mm/min, et (b) 1000 tr/min, 300 mm/min et 1000 tr/min, 600 mm/min [49].

I.4.5. Traitements thermiques post-soudage

Les traitements thermiques post-soudage (PWHT) ont été effectués afin de déterminer leur effet sur la performance mécanique des joints FSW (la résistance à la traction, micro-dureté et ductilité).

Li et al. [66] ont étudié l'effet de la température et du temps de maintien du PWHT sur l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages AZ31 soudés par FSW. Les résultats montrent qu'un traitement de recuit à 200 °C pendant 30 minutes permet d'obtenir une microstructure plus homogène et de meilleures propriétés mécaniques globales. L'allongement est passé de 7,5 % à 13,0 % et la résistance a légèrement augmenté. De plus, l'amélioration de la plasticité est due à la formation des macles de tension, et à l'augmentation de l'homogénéité de la microstructure.

Wang et al. [67] ont effectué des PWHT dans l'intervalle de température 150°C-450°C pendant 1 heure. Il a été constaté que le traitement thermique (300°C - 1 h) était plus bénéfique pour améliorer les propriétés mécaniques et homogénéiser la taille des grains. La limite d'élasticité et la résistance à la traction ont et ont atteint les valeurs respectivement de 34% et 17%.

Singh et al. [68], dans leur travail, ont évalué l'effet des PWHT, à une température de 260°C pendant 15 min, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des joints FSW de l'alliage AZ31. Ils ont constaté que le PWHT permettait d'homogénéiser les grains et d'améliorer les propriétés mécaniques. La résistance à la traction et l'allongement du joint ont été améliorés de 4,74% et 15,78% respectivement après le PWHT par rapport aux joints soudés. La micro-dureté la plus élevée de la zone du noyau a diminué d'environ 6,84 % (de 73 HV à 68 HV) après le traitement thermique.

Han et al. [69] ont réalisé des PWHT à 300°C, 400°C, et 500°C pendant 1h sur des joints AZ31 obtenue par FSW. Le PWHT à 300°C résulte en une microstructure à distribution hétérogène des grains dans le noyau et qui s'affinée au fur et à mesure que la température du PWHT augmente (figure I.13). La ZATM est caractérisée par un grossissement anormal des grains. Pendant les PWHT, le noyau s'adoucit significativement à mesure que la température augmente. La micro-dureté diminue d'une valeur de 65 HV dans le noyau après soudage jusqu'à d'environ 50 HV après PWHT, comme présenté sur la figure I.14, en raison du grossissement des grains observés. Alors que l'allongement et la résistance à la traction sont

améliorés pour des températures de 300°C et 400°C et la limite d'élasticité diminue avec l'augmentation de la température.

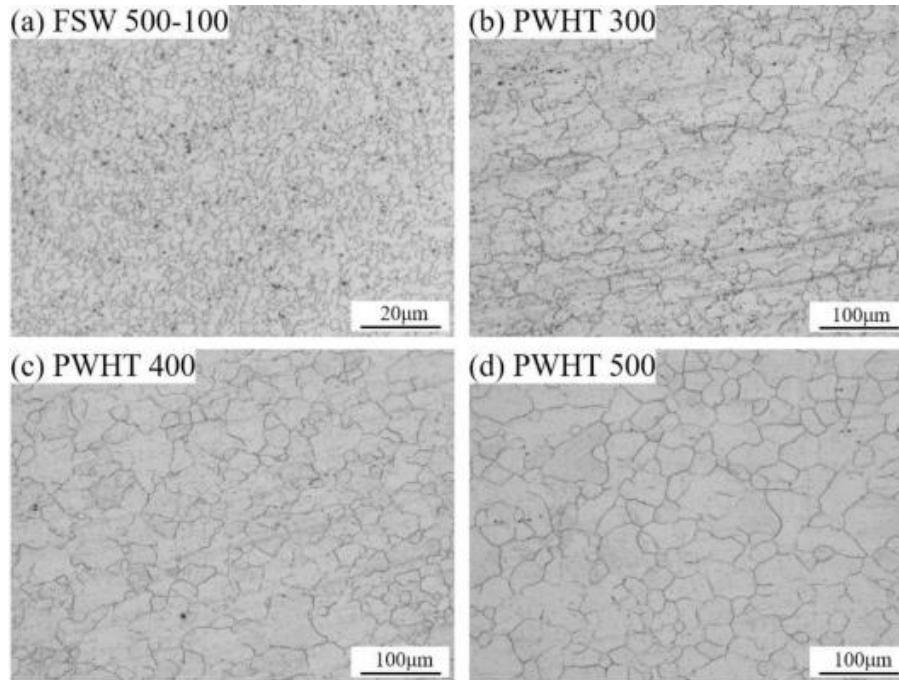


Figure I. 13 : Evolution de la microstructure dans le noyau après (a) FSW et PWHT à (b) 300°C, (c) 400°C, (d) 500°C pendant 1heure [69].

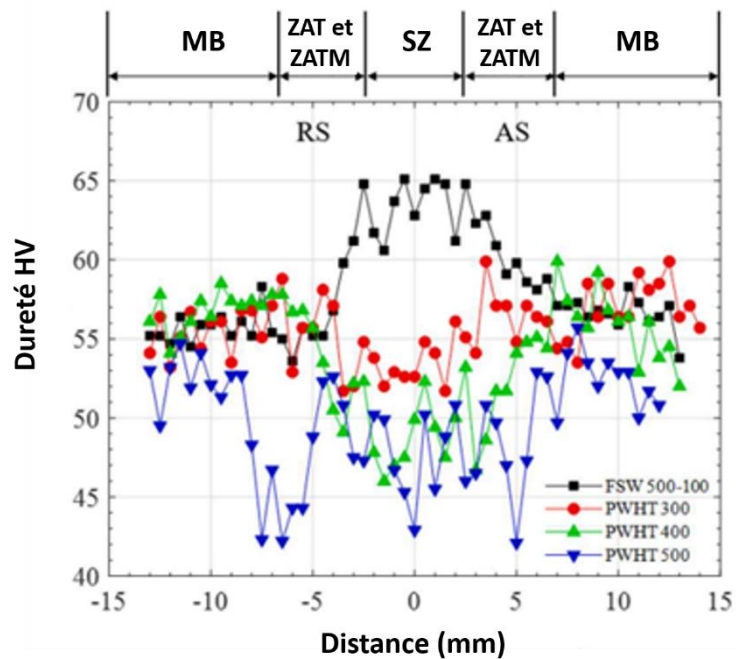


Figure I. 14 : Profil de micro-dureté du joint FSW après PWHT [69].

I.5. Mécanismes d'évolution de la microstructure dans les soudures FSW

Pendant le soudage par friction malaxage, une quantité de chaleur importante associée à une déformation plastique se produit au sein de la zone soudée. La déformation plastique implique un état thermodynamiquement instable (microstructure altérée et propriétés mécaniques modifiées) et une haute énergie emmagasinée. Cette énergie, et sous l'effet de la température atteinte au niveau de la soudure, est considérée comme l'énergie motrice faisant déclencher deux mécanismes principaux : restauration (réarrangement des dislocations) ou recristallisation (migration des joints de grains). La dominance d'un mécanisme dépend de l'énergie de défaut d'empilement, le taux de déformation, la pureté de l'alliage, et la température du traitement [59], [70].

I.5.1. Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique, comme illustré sur la figure I.15, est un mécanisme d'affinement de la microstructure se déroulant par la nucléation de grains sans déformation et leur croissance ultérieure jusqu'à empiètement complet. La recristallisation dynamique dans le magnésium et ses alliages peut se produire par deux principaux mécanismes ; recristallisation dynamique continue et recristallisation dynamique discontinue. Un processus de la recristallisation dynamique continue se procède par absorption continue de dislocations dans les joints des sous-grains (joints à angle faible) qui aboutira finalement à la formation de joints à angle élevé, ce mécanisme est prédominant dans les matériaux de magnésium déformés, en particulier dans les plages de températures intermédiaires et basses.

Tandis que le processus de la recristallisation dynamique discontinue se produit par la nucléation et la croissance de nouveaux grains. La microstructure obtenue est composée de grains recristallisés et de grains déformés considérés comme une source d'une force motrice pour la recristallisation statique pendant les traitements thermiques de recuit antérieur. Selon plusieurs facteurs comme la microstructure initiale, les intermétalliques et les macles, la recristallisation dynamique peut être accélérée, retardée ou arrêtée. Elle est également favorisée par la faible énergie de défaut d'empilement du magnésium et la forte diffusivité des joints de grains [24], [71].

La nucléation des grains recristallisés se produit au niveau de diverses inhomogénéités microstructurales telles que les macles et les bandes de cisaillement localisées. En plus, la taille des grains est fortement dépendante de la température et le taux de déformation. Si le

taux et la température de déformation diminuent et la température de déformation augmente, un plus grand nombre de joints de sous-grains se transforment à joints à angle élevé par conséquent la taille du grain recristallisé est réduite. Les sites de nucléation pour la recristallisation sont souvent distribués de manière non aléatoire en association avec l'inhomogénéité des microstructures déformées, comme les gradients de déformation, la phase secondaire, l'orientation des grains, la taille des grains, etc.[72].

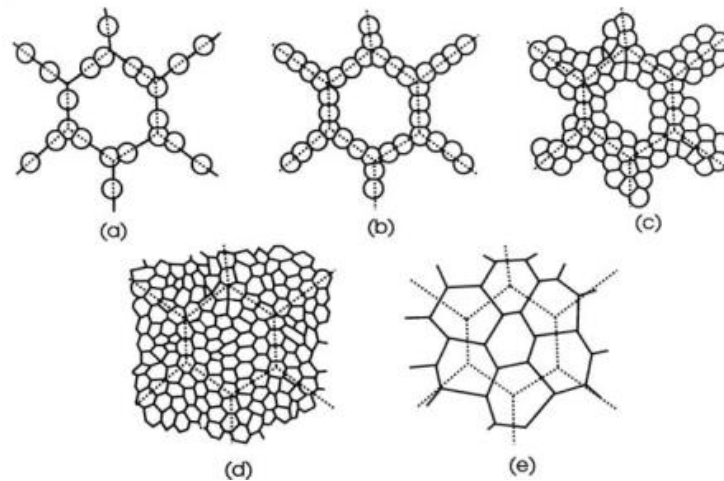


Figure I. 15 :Evolution de la microstructure durant une recristallisation dynamique.

Le soudage par friction malaxage est procédé thermomécanique caractérisée par une déformation plastique sévère à haute température. Ainsi, la déformation et la recristallisation se produisaient simultanément pendant le FSW. Dans les soudure AZ31, le mécanisme principal était une recristallisation dynamique continue due à la transformation progressive des limites à angle faible en limites à angle élevé, selon une découverte rapportée par des études antérieures [73], [74]. Cependant, d'autres chercheurs ont attribué l'affinement du grain à la recristallisation dynamique discontinue qui se produit par la nucléation et la croissance de nouveaux grains [45], [75]. Dans une étude récente, Mengran et al. [76] ont révélé que la recristallisation dynamique continue et la recristallisation dynamique discontinue se produisaient pendant le soudage par friction-malaxage et que la CDRX était le mécanisme dominant. L'abaissement de la température du FSW de $0,85T_m$ à $0,64T_m$ a conduit à une augmentation significative de la charge de l'outil, c'est-à-dire à une augmentation des contraintes imposées. Cela a renforcé le maillage et a augmenté la contribution de la recristallisation continue à l'évolution de la microstructure [74].

I.5.2. Recristallisation méta-dynamique

La recristallisation méta-dynamique se produit lors des cycles de refroidissement du soudage FSW classique. Sa cinétique varie d'une zone à une autre en fonction des caractéristiques thermomécaniques de chaque zone. À mesure que l'outil avance le long de la ligne de soudage, la soudure reste chaude pendant un certain temps derrière l'outil. Par conséquent, la microstructure continue à évoluer dans les zones de la soudure jusqu'à ce que cette dernière soit complètement refroidie. La microstructure se refroidit avec une vitesse comprise entre 10 et 60°C/s en fonction de la nature du matériau [62], l'épaisseur et les paramètres de soudage FSW. Plus la soudure est chaude, plus la recristallisation méta-dynamique a le temps de se produire. Trois types de structures recristallisées peuvent subir une recristallisation méta-dynamique lors des cycles de refroidissement par : (i) croissance des grains recristallisés contenant une densité modérée de dislocations ; (ii) croissance extensive de petites nucléations préexistantes, qui sont presque exemptes de dislocations, dans les régions hétérogènes ; (iii) par restauration statique dans un matériau non recristallisé ayant une forte densité de dislocations.

I.5.3. Recristallisation statique et croissance des grains

Les traitements thermiques de recuit sont souvent appliqués après une déformation à chaud pour faire relaxer les contraintes internes et agglomérer les précipités. Par conséquent, une recristallisation statique peut également se produire au cours des traitements de recuit, ce qui affecte davantage la microstructure recristallisée antérieurement. La fraction volumique et le type des macles au niveau des grains déformés ont une influence primordiale sur le processus de recuit. Il a été rapporté que les macles sont des sites favorables pour la nucléation et la croissance [77]. La température de recuit pour l'alliage de magnésium AZ31 laminé à chaud est d'environ 350°C pendant 1 heure [78]. L'augmentation de la température de recuit et du temps de maintien favorise fortement le déroulement de la recristallisation statique, la croissance des grains et la réduction de la densité des macles.

I.6. Corrosion dans les soudures FSW

De nombreux articles ont rapporté que l'affinement du grain de l'alliage AZ31 s'est produit par le biais d'une déformation plastique sévère telle que le FSW [58], [79], le procédé d'extrusion dans un canal angulaire égal (ECAP) [80] et laminage [81], améliorant de manière

significative sa résistance à la corrosion. Cependant, d'autres études ont été moins précises dans l'évaluation de l'effet du raffinement microstructural sur la résistance à la corrosion de l'alliage AZ31 [82], [83]. En effet, le tableau I.3 montre que l'évolution de la taille moyenne des grains dans le noyau et le MB du joint AZ31B-O dans différentes conditions du procédé friction malaxage (FSP). Il est clairement montré que le procédé friction malaxage a affiné la microstructure dans les joints FSP de l'alliage AZ31B-O. La taille moyenne des grains est réduite de 29 μm dans le MB jusqu'à 15,9 μm pour les conditions optimisées à une passe et jusqu'à 10,2 μm pour les conditions optimisées à trois passes.

Tableau I. 3 : Taille moyenne des grains du MB et de la ZN du joint AZ31B-O dans différentes conditions du procédé friction malaxage [84].

Code	SP3	SP4	SP5	SP6	SP7	SP8	MP1	MP2	MB
Vitesse de rotation ω (tr/min)	800	800	1000	1000	1250	1600	1000	1000	-
Vitesse d'avance V(mm/min)	50	80	50	80	50	80	50	80	-
Nombre de passe	1	1	1	1	1	1	3	3	
Taille moyenne des grains (μm)	16,3	15,9	20,1	19,4	24,5	23,6	11,2	10,2	28,5

La figure I.16 présente les courbes de Nyquist des joints AZ31B-O, obtenus par les paramètres présentés dans le tableau I.4, dans une solution de NaCl à 3,5% pendant 1 heure. La résistance de transfert de charge plus élevée, donnée par le diamètre de la courbe de Nyquist, indique une résistance supérieure à la corrosion pour les joints FSP par rapport au MB. Seifiyan et al. [84] ont conclu que l'amélioration de la résistance à la corrosion est attribuée à la formation d'un film protecteur passif, soutenue par l'affinement de la microstructure et la présence des intermétalliques/précipités fins après le procédé FSP.

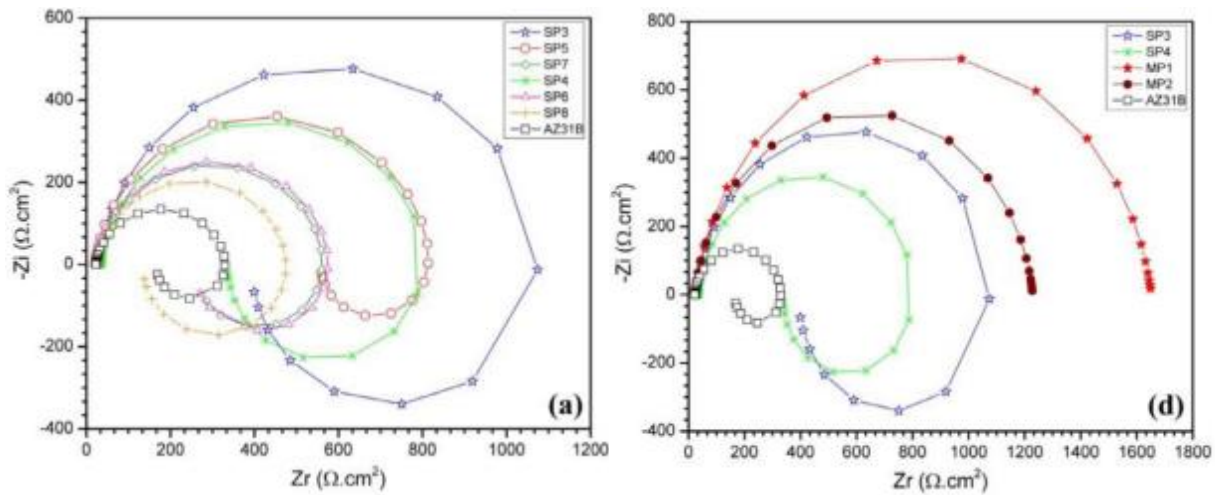


Figure I. 16 : Courbes de Nyquist du MB et de la ZN du joint AZ31B-O après 1 h d'immersion dans une solution de NaCl à 3,5 % dans différentes conditions du procédé friction malaxage [84].

la réponse électrochimique de l'alliage AZ31 contenant une faible quantité d'éléments d'alliage dépend fortement de la réduction de la taille moyenne des grains [85]. Cependant, Hasani et al. [40] ont nié l'effet de la taille des grains du joint FSW de l'alliage AZ91 et ont attribué l'amélioration de sa résistance à la corrosion aux atomes d'Al dissous du $Mg_{17}Al_{12}$. Les joints de grains à faible concentration d'Al se corrodent plus rapidement que les régions riches en Al le long des joints de grains. La bonne résistance est donc attribuée à la présence de ces zones riches en Al qui semblent agir comme une barrière contre la propagation des piqûres.

Aung et al. [86] ont étudié l'effet des macles et de la taille des grains sur la résistance à la corrosion de l'alliage AZ31-H24. La présence de macles dans la microstructure peut augmenter les valeurs de résistance à la corrosion. Ils font apparaître davantage de joints de grains qui agissent comme une barrière à la corrosion [87]. Néanmoins, d'autres études montrent qu'une élimination progressive des macles améliore la résistance à la corrosion de l'alliage AZ31B [86].

Cependant, la distribution des précipités $Mg_{17}Al_{12}$ est le principal facteur qui améliore la performance de corrosion du noyau dans les joints de l'alliage AZ31, préparés à une grande vitesse par le procédé friction malaxage FSP, suivi par la taille des grains [61]. L'augmentation de la résistance à la corrosion de l'AZ91 soudé par friction-malaxage a été attribuée à l'augmentation de la fraction des composés intermétalliques $Mg_{17}Al_{12}$. Autrement, la présence de particules intermétalliques cathodiques telles que le $Mg_{17}Al_{12}$ et les Al_8Mn_5

contribue à la diminution de la vitesse de corrosion [13]. En raison d'une distribution plus homogène des phases secondaires, la résistance à la corrosion de l'alliage AZ80 est améliorée [88]. Bland et al. [89] ont signalé que les particules intermétalliques riches en Al, petites et rapprochées, améliorent la cinétique cathodique globale et la résistance à la corrosion de l'alliage AZ31.

La distribution du potentiel mesurée par AFM et le profil de potentiel le long de l'intermétallique Al_8Mn_5 (données sur la figure I.17) ont montré que cet intermétallique a un potentiel d'environ 250 mV qui est plus positif que la matrice Mg [34].

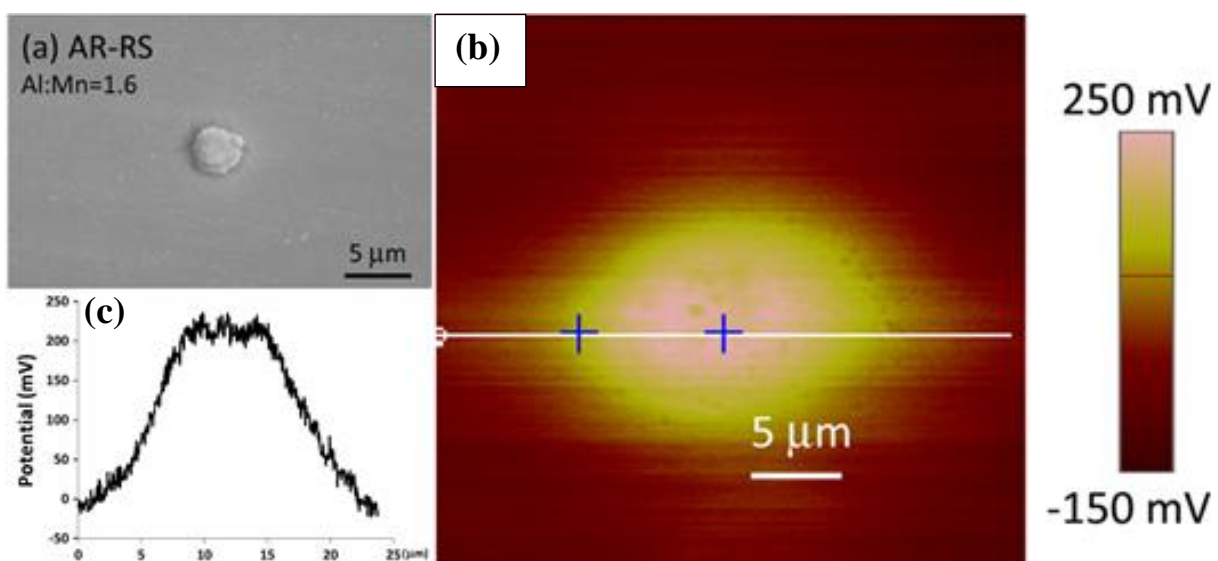


Figure I. 17 : (a) Image MEB de l'intermétallique Al_8Mn_5 (rapport stœchiométriques Al/Mn = 1,6), (b) distribution du potentiel le long l'intermétallique Al_8Mn_5 , (c) topographie AFM de la distribution de potentiel AFM contenant l'intermétallique Al_8Mn_5 [34].

En augmentant la quantité des intermétalliques Al_8Mn_5 , la résistance à la corrosion est progressivement améliorée. Ces intermétalliques peuvent atténuer la corrosion microgalvanique dans les alliages Mg-Al [31]. Cependant, la présence des intermétalliques discontinues $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ et Al-Mn accélère la vitesse de corrosion de l'alliage AZ31 extrudé [40], [90]. Lorsque leur taille et la distance entre eux augmentent, la corrosion microgalvanique devient plus sévère [91]. La dissolution et la taille des phases secondaires entraînent un changement de la force motrice de la corrosion. La résistance à la corrosion de l'alliage AZ91 obtenue par friction malaxage est attribuée à l'augmentation de la fraction les

précipités continue $Mg_{17}Al_{12}$. Cependant, la dissolution excessive de ce précipité dans la matrice Mg entraîne une diminution de l'efficacité de leur rôle barrière contre la corrosion dans cet alliage.

La formation du film protecteur superficiel $Mg(OH)_2$ contribue à l'amélioration de la résistance à la corrosion dont cette dernière dépend de l'épaisseur et la stabilité de l'oxyde $Mg(OH)_2$. Il est influencé par le taux des éléments d'alliage, les intermétalliques, les joints de grains et les contraintes internes. La résistance à la corrosion de l'alliage de magnésium sur lequel des films ont été développés a été améliorée de manière efficace [92]. La passivité améliorée peut être due à l'enrichissement de traces de solution solide à la surface, en particulier

I.7. Synthèse de la bibliographie

Dans ce chapitre, nous avons abordé les relations microstructure-propriétés et le développement microstructural au cours des processus thermomécaniques FSW et thermiques PWHT font partie des sujets de recherche les plus récents. Les points suivants résument l'état actuel des connaissances ;

- L'alliage de magnésium AZ31 est un alliage de structure utilisé dans plusieurs applications pour sa légèreté (le Magnésium est plus léger que l'aluminium de 33% et que l'acier de 67%).
- Le soudage par friction malaxage est le procédé adéquat pour l'assemblage des alliages de magnésium, car il permet d'obtenir des soudures ayant des propriétés mécaniques et structurales proches de celles du métal de base. Le souci des défauts sera éliminé par un meilleur choix de certains paramètres primordiaux tels que ; la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse de soudage et la géométrie de l'outil qui déterminent la quantité de chaleur nécessaire. Or, un mauvais choix des paramètres affecte directement la quantité de chaleur produite et par suite cause la formation des défauts.
- Le joint soudé comporte quatre zones principales, le métal de base MB, la ZAT, la ZATM et le noyau lesquels ont subi une forte déformation plastique associée à une température élevée et présente une structure totalement recristallisée ou restaurée. La ZATM prévoit les mêmes mécanismes se produisent partiellement.
- Le procédé de soudage par friction malaxage est un procédé d'assemblage thermomécanique qui implique des modifications de la microstructure et des propriétés

mécaniques aux différentes zones du joint soudé. Cette hétérogénéité peut sensibiliser l'alliage à divers modes de corrosion.

- L'effet du traitement thermique post-soudage (PWHT) sur la microstructure et les propriétés mécaniques des joints AZ31 obtenus par FSW a été rapporté. Il a été conclu que les meilleures propriétés mécaniques (résistance à la traction et micro-dureté) sont liées à une microstructure plus homogène avec des grains fins. Ce résultat a été obtenu dans la plage de température de 200°C-300°C pour des temps de maintien variant entre 0,5 h et 1 h. Le PWHT peut modifier la microstructure, la taille de la seconde phase et sa quantité relative.
- Dans les alliages de magnésium ZA31, les joints de grains (densité des joints de grains, dislocations et macles) jouent un rôle d'une barrière qui ralentit l'amorçage de la corrosion inter-granulaire. Le métal de base est plus susceptible à la corrosion que la zone soudée
- D'après la littérature, il existe de nombreuses conclusions contradictoires concernant l'effet des caractéristiques microstructurales, telles que les joints de grains et la seconde phase, qui possèdent une influence primordiale sur la résistance à la corrosion dans les alliages de magnésium AZ31. Le rôle de la seconde phase sur le mécanisme de corrosion des alliages AZ31 a fait l'objet d'une grande attention. Cependant, les informations concernant la mesure du potentiel aux joints de grains doivent être approfondies.
- La littérature disponible indique que les caractéristiques microstructurales telles que la taille des grains, les macles et la distribution des intermétalliques affectent de manière significative la résistance à la corrosion des alliages de Mg. Une grande attention a été portée au rôle des phases secondaires sur le mécanisme de corrosion des alliages de magnésium mais peu se sont intéressés à l'étude du potentiel et de l'effet des joints de grains sur la résistance à la corrosion.

Chapitre II

Matériels et procédures expérimentales

II.1. Introduction

Dans le cadre de cette thèse, des tôles laminées de l'alliage de Magnésium AZ31 ont été utilisées pour le soudage par friction malaxage. Ces tôles d'environ 8 mm d'épaisseur ont été soudées par une fraiseuse de type Ruku-Ruku au niveau de SONACOME de Rouiba pour produire des soudures FSW. Dans ce chapitre, les matériaux d'étude et le protocole de soudage seront décrits en détails ainsi que les différentes techniques de caractérisation de surface et de mesure électrochimique.

II.2. Matériaux d'études

Le matériau de base utilisé dans cette étude est l'alliage de Magnésium AZ31. Des analyses de la composition chimique ont été effectuées au niveau du laboratoire des analyses chimiques du CRTI. Les résultats sont présentés dans le tableau II.1. Ils confirment que le taux des éléments d'additions de l'AZ31 s'inscrit dans l'intervalle de composition chimique admissible. Toutes les compositions sont indiquées en pourcentage massique (%).

Tableau II. 1: Composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31.

Elément	Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Si
Wt. (%)	95.8	2.9	0.871	0.356	0.05	0.0255

L'AZ31 est caractérisé par un pourcentage massique, de Mn, relativement important qui favorise la formation des intermétalliques Al-Mn et un pourcentage massique de Fer inférieur à 1% ce qui réduit l'effet nocif durant les tests de corrosion.

II.3. Soudage par friction malaxage

II.3.1. Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage

Les tôles telles que reçues, d'épaisseur de 8,6 pour l'AZ31, ont été découpées en petites tôles de dimension (200 mm x 100 mm), comme illustré dans la figure II.1. La longueur des plaques est perpendiculaire à la direction du laminage.

Avant d'entamer l'opération de soudage, nous avons procédé à un usinage afin d'éliminer les anomalies de la surface et les chanfreins, suivi d'un nettoyage des surfaces à souder de la graisse et des impuretés. Après le soudage, les plaques assemblées ont des dimensions de 200 x 200 mm².

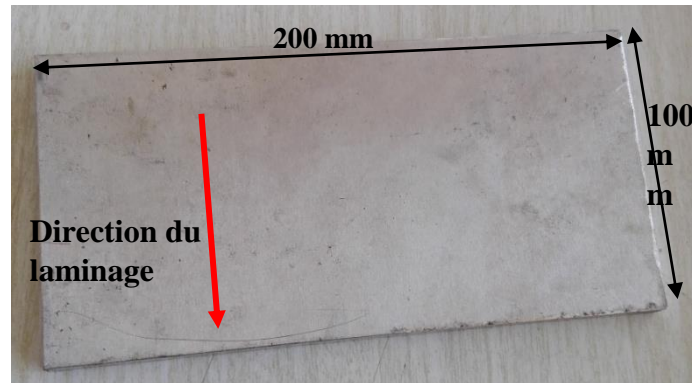


Figure II. 1 : Tôle de magnésium AZ31 de 8,6 mm préparée pour le soudage FSW.

II.3.2. Outil de soudage FSW

L'outil utilisé pour le soudage par friction malaxage, innové et breveté par un groupe de chercheur du CRTI [93], a été conçu au niveau du département rénovation et outillage DRO de la SNVI - Rouiba. Il comporte cinq parties séparables ; porte outil, ressort, arbre, épaulement et pion. Les plans techniques des différents composants de l'outil sont donnés en Annexes 1 et 2. Seuls l'épaulement et le pion qui ont une influence sur la qualité des soudures dont leurs géométries et leurs caractéristiques sont présentés dans le tableau II.2 et sur la Figure II.2-a.

Tableau II. 2: Caractéristiques et géométries de l'outil de soudage.

Epaulement		Pion			
Diamètre (mm)	Nuance	Diamètre (mm)	Longueur (mm)	Forme	Nuance
20	Z200	7	7.5	Conique fileté	H-13

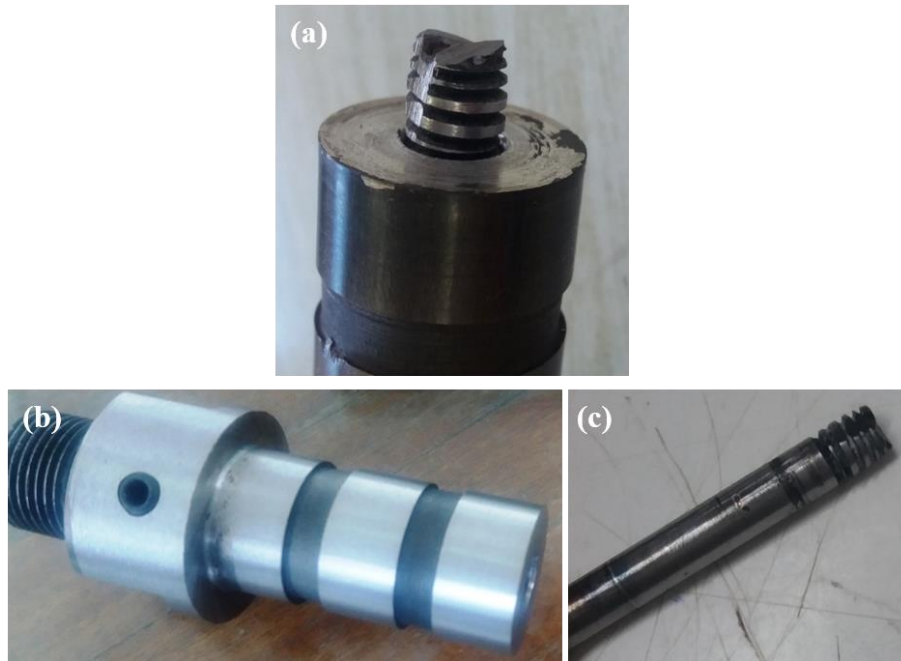


Figure II. 2 : (a) Outil de soudage,(b) Épaulement et (c) pion.

a. Épaulement

La figure II.2-b présente l'épaulement utilisé. Il a été conçu pour améliorer l'échange thermique avec l'air ambiant qui lui entoure et assurer son refroidissement. Il est usiné à partir d'un acier à outil de la nuance Z200 dont sa composition chimique est présentée sur le tableau II.3. Cette nuance est choisie pour sa résistance à l'usure et sa tenue à la coupe.

Tableau II. 3 : Composition chimique du Z200.

C	Si	Mn	Cr	Dureté (Brinell)
2	0,2	0,3	12	250

b. Pion

Comme montré sur la figure II.2-c, le pion a une forme conique fileté (filetage gauche dans le sens de rotation des aiguilles d'une montre) avec deux gorge dont le diamètre supérieur est de 7mm et le diamètre inférieur est de 5mm avec une longueur réglable, fabriqué d'un acier rapide HHSS (High Speed Steel) ; H13. Sa composition chimique est présentée sur le tableau II.4. Le pion a subi un traitement thermique à une température de 1050°C pendant 20 min suivi d'une trempe à huile.

Tableau II. 4 : Composition chimique de l'acier rapide HSS.

Fe	C	Cr	W	Mo	V
Base	0,9	4,0	6,0	5,0	2,0

L'outil est ainsi monté à un ensemble (ressort-arbre-porte outil). L'ensemble se glisse à l'intérieur du porte outil par une clavette le long d'une rainure. Ensuite, la porte outil, caractérisé par cône morse CM 2, est utilisée pour fixer l'outil. L'intégralité est montée dans la fraiseuse par l'intermédiaire d'un cône morse CM 4. La force axiale exercée par la machine est assurée par le taux de compression du ressort.

$$F = \Delta l * k \quad (\text{II.1})$$

Où :

K représente la constante de raideur du ressort ($K= 109 \text{ N/mm}$), Δl est en mm, représente la distance verticale parcourue par la table de bas en haut. Les caractéristiques du ressort utilisé sont présentées dans l'annexe 3.

II.3.3. Machine de soudage FSW

Nous avons réalisé nos soudures à l'aide de la fraiseuse japonaise Ruku-Ruku présenté sur la figure II.3, c'est une fraiseuse universelle à coulisseau de type RUM 5. La tête universelle, munie d'un cône morse CM 4 et un cône de broche CN 50, offre la possibilité d'être pivotée jusqu'à 45° , ce qui nous permet de l'incliner selon l'angle voulu. La table qui porte les pièces à souder se déplace dans les sens transversal et longitudinal à l'aide d'une coulisse. Les caractéristiques principales de cette fraiseuse sont :

- Puissance du moteur : 9 KW ;
- Vitesse de rotation : 26 jusqu'à 1800 tr/min ;
- Vitesse d'avance : 2,5 jusqu'à 1230 mm/min ;
- Surface utile de la table : 1700 mm x 500 mm.

Le système de bridage utilisé, est primordial pour bien maintenir les deux pièces à souder. Il permet de les fixer solidairement dans le but de résister aux forces importantes appliquées par l'outil.

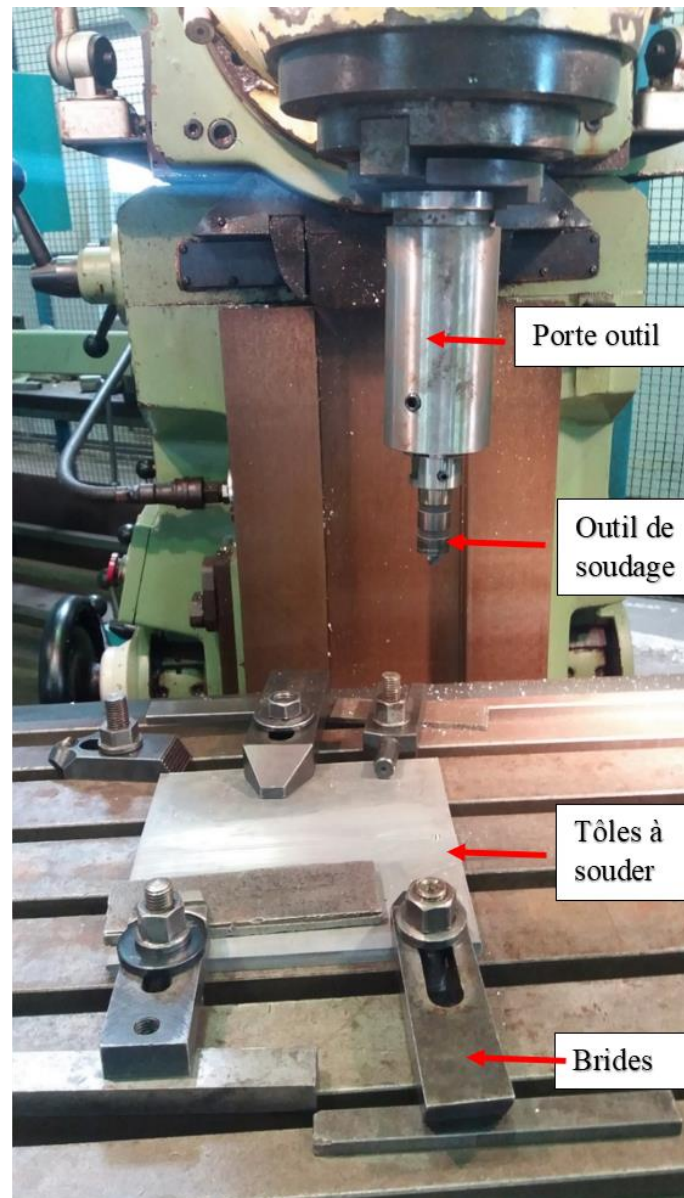


Figure II. 3 : Fraiseuse Ruku-Ruku de type RUM 5 utilisée pour le procédé FSW.

II.3.4. Protocole de soudage FSW

Afin de réaliser le soudage des tôles d'aluminium et de magnésium par friction malaxage, nous avons suivi les étapes suivantes :

- En premier lieu, les deux tôles à souder ont été découpées et nettoyées.
- Par la suite, ces tôles ont été bridées solidairement, verticalement et latéralement afin de supporter l'effort important de distorsion appliqué par l'outil pendant le soudage comme illustré ci-dessus sur la figure II.3 ;

- Ensuite, nous avons utilisé un foret de 7 mm de diamètre pour percer un trou de 0.5 à 0.7 mm de profondeur, à 1cm de l'extrémité. La figure II.4 montre le perçage d'un trou qui correspond à l'emplacement du pion ;
- Le pion est fixé à l'épaulement par une vise à un cône M18 (outil présenté sur la figure II.2), la longueur sortante de pion doit être inférieure à l'épaisseur des deux pièces par 0,5 à 0,7 mm ;
- La machine a été ajustée aux paramètres de soudage suivant : vitesse de rotation ω , vitesse d'avance V_a , et l'angle d'inclinaison α de la tête portant l'outil.

Une fois l'étape de préparation des tôles et du réglage de la machine de soudage sur les paramètres choisis, nous avons abordé l'étape de soudage qui se déroulait comme suit :

- La première phase est la phase de plongée (figure II.5-a), le pion prend sa position dans le trou obtenu par perçage, ensuite l'outil est mis en rotation dans le sens des aiguilles d'une montre avec une vitesse de rotation ω . L'outil continue à pénétrer à travers l'interface des deux tôles jusqu'à ce que l'épaulement soit en contact avec la surface supérieure des deux pièces à souder. L'outil est maintenu quelque seconde en place pour assurer la distribution de la chaleur, obtenue par friction, et le ramollissement de la matière tout autour du pion. C'est la phase dwell ;
- La phase de soudage : L'outil se déplace parallèlement au plan de contact et perpendiculairement à la direction du laminage avec une vitesse V_a (figure II.5-b) ;
- La phase de retrait : La figure II.5-c correspond à la phase de retrait de l'outil. Il est retiré et nettoyé par une brosse métallique pour se débarrasser de la matière collante sous l'effet de la température.



Figure II. 4 : Perçage.

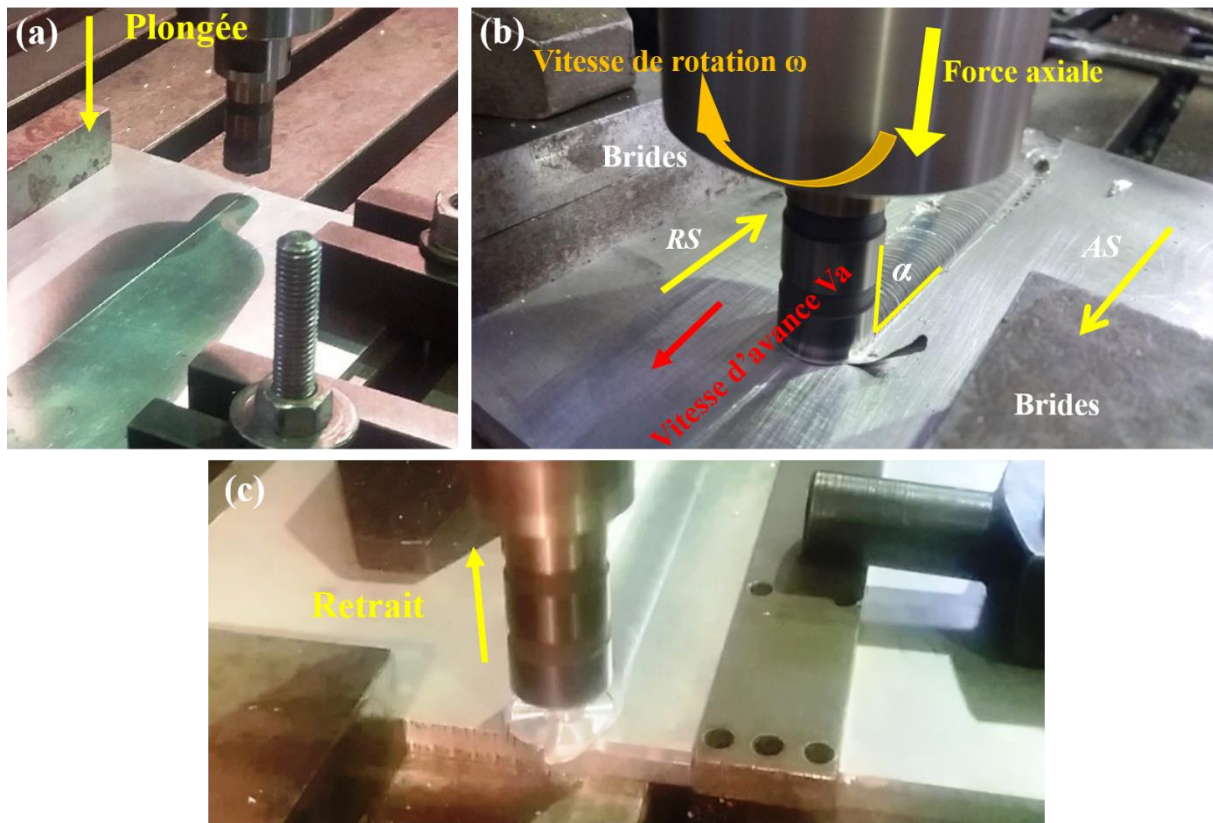


Figure II. 5 : Différentes phases de soudage FSW (a) plongée, (b) déplacement et (c) retrait.

II.3.5. Paramètres de soudage

Plusieurs combinaisons de paramètres ont été essayées en vue d'optimiser les paramètres de soudage pour obtenir de meilleurs joints. La figure II.6 présente le domaine de soudabilité. Le domaine encadré en noire représente les joints réussis, hors ce domaine tous les joints soudés présentaient des défauts tels que des cavités, des tunnels, des fissures ..., etc. La formation de ces défauts dépend largement des paramètres de soudage (vitesse de rotation, vitesse d'avance, la force axiale et l'inclinaison de l'outil) et de la géométrie de l'outil (épaulement et pion).

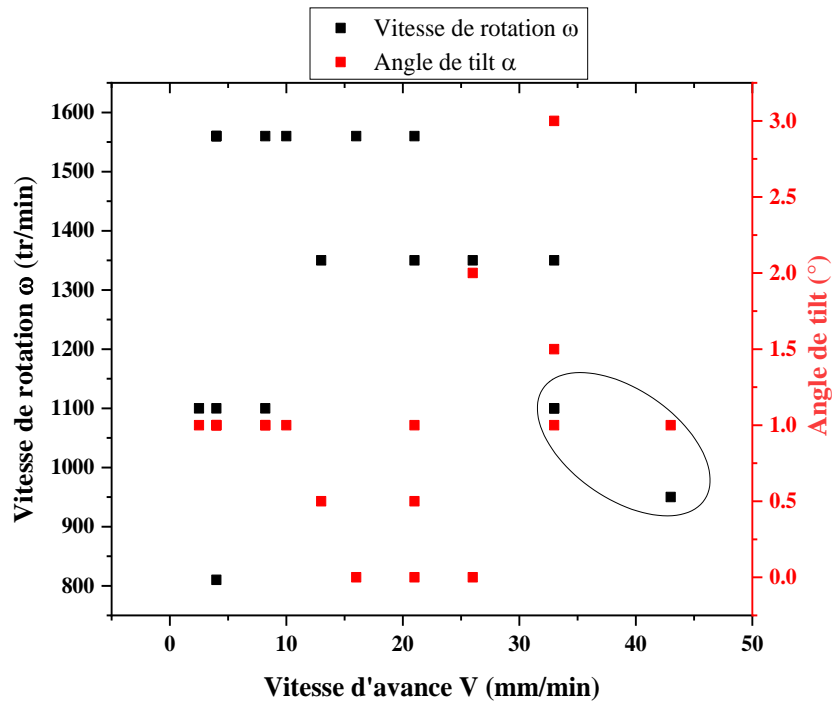


Figure II. 6 : Evaluation du domaine de soudabilité de l'alliage AZ31.

Le joint optimisé AZ31 a été obtenu avec les paramètres de soudage présentés sur le tableau II.5.

Tableau II. 5 : Paramètres de soudage des joints optimisés.

Joints	Epaisseur	V_a (mm/min)	ω (tr/min)	α (deg)	F_{axiale} (KN)
FSW-AZ31	8,6 mm	43	950	1	2

Les cordons de soudure obtenus, d'une longueur de 200 mm, ont été ainsi contrôlés par la technique de radiographie X au sein de E.R.M.A de Dar El-Beida qui permet la détection des défauts interne s'ils y ont lieu. Le joint FSW-AZ31 (figure II.7-a), présentent un aspect surfacique soyeux, étaient sains et exempts de défauts internes. C'est confirmé par le test de radiographie montré sur la figure II.7-b.

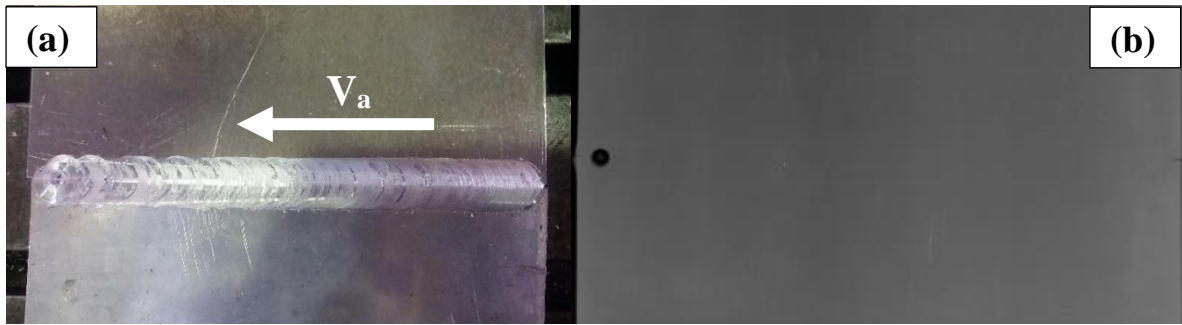


Figure II. 7 : Aspect surfacique du (a) joint FSW-AZ31, (b) cliché de radiographie X du joint FSW AZ31.

II.3.6. Mesure de la température pendant le soudage

Pour mesurer la température maximale atteinte lors du soudage FSW, six (06) thermocouples de type K ont été placés sur les surfaces supérieures des tôles à souder du côté avance (AS), trois (03) thermocouple ont été placé parallèlement à la ligne de contact des deux pièces à souder et à une distance de 12 mm. La Figure II.8 illustre l'emplacement des thermocouples.

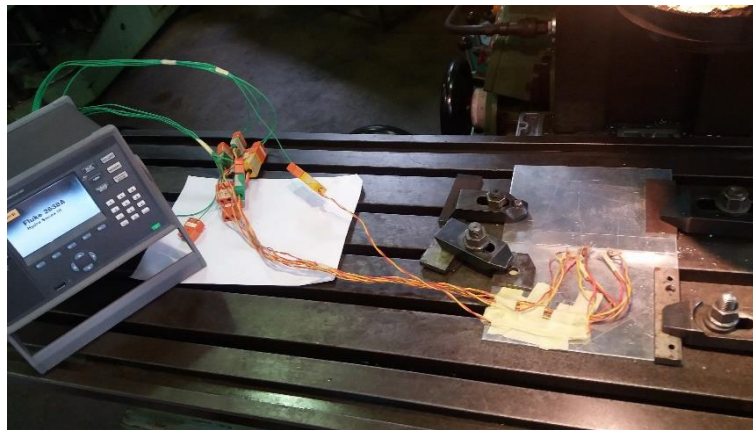


Figure II. 8 : Schéma illustratif de la position des thermocouples.

La figure II.9 montre les cycles de température typique produite pendant le soudage FSW de l'AZ31 pour une vitesse de rotation de 950 tr/min, une vitesse d'avance de 43 mm/min et un temps d'arrêt (dwell time) de 30 secondes.

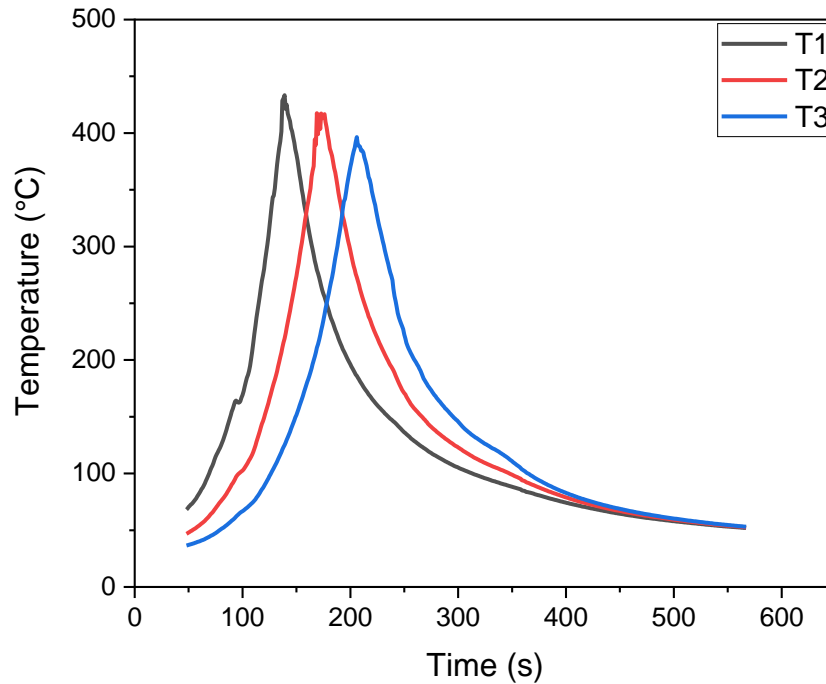


Figure II. 9 :Évolution de la température du côté AS à 12 mm T1, T2 et T3.

L'enregistrement des températures indique que la température maximale en dehors du joint est de 425°C. Au fur et à mesure que l'outil avançait, la température diminuait progressivement. Ce qui indique que le joint a subi un cycle de chauffage et un cycle de refroidissement. Il est très important de mentionner que la température réelle dans la soudure (la Zone du Noyau) est supérieure à la température mesurée par les thermocouples (la température dans la Zone de Noyau est d'au moins 425°C). Les profils de température représentent l'histoire thermique de l'alliage AZ31 pendant le procédé FSW et qui joue un rôle très important dans le contrôle de la microstructure résultante et les propriétés liées.

II.3.7. Prédiction de la température maximale dans la ZN

Afin de prédire la température atteinte dans la zone du noyau et évaluer l'influence des paramètres de soudage, le pic de température peut être estimé par l'équation empirique suivante[65]:

$$\frac{T}{T_f} = k \left(\frac{\omega^2}{V} \cdot \frac{1}{10^4} \right)^\alpha \quad (\text{II.2})$$

Où : T_f représente la température de fusion, elle est de 610°C pour l'AZ31, T est la température maximale atteinte pendant le FSW dans la ZN, ω représente la vitesse de rotation de l'outil (radians), V est la vitesse d'avance de l'outil (mm/min) et k et α sont des constantes

qui sont égales à 0,8052 et 0,0442 respectivement. L'équation (II.2) ci-dessus indique que la vitesse de rotation et la vitesse d'avance sont les principaux facteurs qui contribuent à la génération de la chaleur pendant le processus FSW. Les températures maximales calculées à partir de l'équation II.2, sont établies dans tableau II.6 suivant :

Tableau II. 6 : Températures maximales calculées dans la ZN.

Joint	Vitesse de rotation (tr/min)	Vitesse d'avance (mm/min)	Température (°C)
FSW-AZ31	950	43	571

II.4. Traitements thermiques post-soudage PWHT

Après soudage par friction malaxage, seuls les joints AZ31 ont été découpés et traités thermiquement pendant 1 heure, 2 heures et 4 heures à des températures comprises entre 200°C et 400°C avec un pas séquentiel de 50°C. Ces traitements, réalisés au moyen d'un four de type Nabertherm GmbH, ont été poursuivis par un refroidissement à l'air ambiant. Après les traitements thermiques post soudage PWHT, les échantillons traités sont sujet de différentes techniques de caractérisation de surface.

II.5. Techniques de caractérisation de surface

II.5.1. Préparation métallographique

La préparation métallographique des échantillons a été effectuée sur une section transversale perpendiculaire à la direction de la soudure. Elle consistait en un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 4000. Un polissage de finition a été effectué sur un disque en feutre sous une suspension de particules ayant une taille moyenne de 0,25 µm. Les échantillons ont été nettoyés à l'éthanol pour éliminer les particules incrustées. Afin de révéler la microstructure, les surfaces des échantillons préparés ont été attaquées par les réactifs suivants:

- Picral pour l'AZ31 (4,2 g d'acide picrique, 10 ml d'acide acétique, 70 ml d'éthanol et 10 ml d'eau distillée).

II.5.2. Observation par microscope optique

La microscopie optique permet d'identifier la microstructure du matériau à savoir les joints de grain, taille des grains et la forme des précipités dans certain cas. Deux types d'observation macrographique et micrographique.

- L'observation macrographique du joint de soudure a été faite à l'aide d'un microscope optique (Nikon SMZ745T).
- L'observation microscopique des différentes zones a été réalisée à l'aide d'un microscope optique (Nikon Elipse LV100ND) avec des grossissements allant de x100 jusqu'à x1500. Les images optiques peuvent être ainsi analysées par le logiciel ImageJ qui nous permet d'évaluer la taille moyenne des grains après soudage et traitements thermiques post-soudage.

Toutes les techniques de caractérisation suivantes sont portées localement dans chaque zone ou bien globalement prenant en compte toute la surface transversale selon la nécessité. Les zones caractérisées sont le MB, la ZAT, la ZATM et la ZN.

II.5.3. Observation par microscope électronique à balayage

Pour résoudre les limites de la microscopie optique et pousser l'analyse de la composition élémentaire des intermétalliques présents dans les différentes zones des joints FSW, la microscopie électronique à balayage a été utilisée. Il s'agit d'un MEB de type Zeiss Gemini 300 de haute résolution muni d'une variété de détecteurs. Les détecteurs utilisés sont : le détecteur SE In-Lens dans la colonne pour la détection sensible de la surface, détecteur chambre SE2 Everhart-Thornley, détecteur EsB dans la colonne pour la détection des électrons rétrodiffusés détecteur BSD. Les images MEB ont été prises à une tension d'accélération entre 15 et 20 kV à une distance de travail entre 10 et 13 mm avec des grossissements peuvent aller jusqu'à 2000x. Le MEB Zeiss Gemini 300 est couplé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS) et équipé d'un détecteur X-Flash 6/60 de Bruker révélant l'analyse élémentaire de la seconde phase.

II.5.4. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet l'analyse quantitative et qualitative des phases. À cet effet, un diffractomètre de type D8 DISCOVER de Bruker et le logiciel DIFFRAC.EVA

ont été utilisés pour l'acquisition et le traitement des spectres de diffraction et l'identification des phases. L'analyse DRX a été conduite sur les différentes zones de la soudure (MB, ZAT, ZATM et le noyau), obtenues par les différents paramètres opératoires optimisés, décrites dans le tableau II.6, et sous différentes conditions de temps et température du traitement thermique post-soudage. L'analyse consiste à identifier les différentes phases cristallines présentes dans les différentes zones du joint. L'étendue des différentes zones a été identifiée par attaque chimique comme il a été décrit dans le paragraphe II.5.1. L'analyse a été réalisée en utilisant un collimateur de diamètre de 2 mm et un faisceau ponctuel. Les paramètres de l'analyse par DRX sont présentés sur le tableau II.7 suivant :

Tableau II. 7 : Paramètres opératoire de l'analyse des phases par DRX.

Radiation	Co
Configuration	θ - 2θ
Longueur d'onde (λ)	1.78 Å
Filtre	Ni
Tension	40
Intensité	40
2θ	20° à 120°
Pas d'acquisition	0.02°
Temps d'acquisition	0.5s

II.5.5. Microscope à force atomique

Le microscope à force atomique ((Atomic Force Microscopy AFM) est un microscope à sonde locale de très haute résolution qui est constituée d'une pointe fine portée à l'extrémité d'un cantilever. Cette sonde permet d'analyser une surface point par point. L'AFM se sert d'un Laser pour analyser la déviation du cantilever, entraînée par l'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon. Un détecteur en photodiodes enregistre la position instantanée du laser réfléchi sous forme d'une image. L'AFM est dotée de plusieurs modes de balayage selon la technique désirée.

Dans notre travail, nous avons utilisé un AFM de type BRUKER SCANAsyst Icône. La technique Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM) fonctionne en mode PeakForce. Elle permet de cartographier, à haute résolution, la topographie de la surface et de mesurer la

distribution du potentiel aux joints de grains et intermétalliques. La pointe SPM Nano-probe de type PFQNE-AL est utilisée pour la technique KPFM. Elle est caractérisée par une longueur de 39-45 μm et une fréquence de résonance de 300 kHz. La topographie de la surface de l'échantillon a été obtenue lorsque le cantilever a été soulevé de 75 à 100 nm. L'AFM est munie d'un logiciel du logiciel Nanoscope IV software qui permet l'acquisition et le traitement des images enregistrées.

II.6. Essai de Micro-dureté

La mesure de la micro-dureté Vickers a été réalisée au moyen d'un micro-duromètre de type INNOVA TEST 9000 en appliquant une charge de 100g (HV 0.1) pendant 15 secondes. Deux types de mesures ont été pris à savoir:

- Des mesures locales dans chaque zone et la valeur finale relevée est la moyenne de trois mesure pour assurer la reproductibilité des résultats ;
- Des mesures en profil à la mi-hauteur du joint.

II.7. Tests électrochimiques

Les tests électrochimiques ont été portées selon les standards ASTM-G01[94].Elles ont été répétées au moins trois fois afin de garantir la reproductibilité des résultats.

II.7.1. Cellule électrochimique

La cellule électrochimique est le système électrochimique où toutes les réactions chimiques se produisent. Les tests électrochimiques ont été réalisés, à la température ambiante, dans une cellule à trois électrodes à l'aide d'un potentiostat AMETEK -PARSTAT 3000 contrôlé par le logiciel VersaStudio. Ces tests servent à étudier le comportement électrochimique des différentes zone (MB, ZATM et ZN) du joint FSW-AZ31et celui des zones MB et ZN après PWHT. L'installation du dispositif électrochimique est présentée sur la figure II.10.

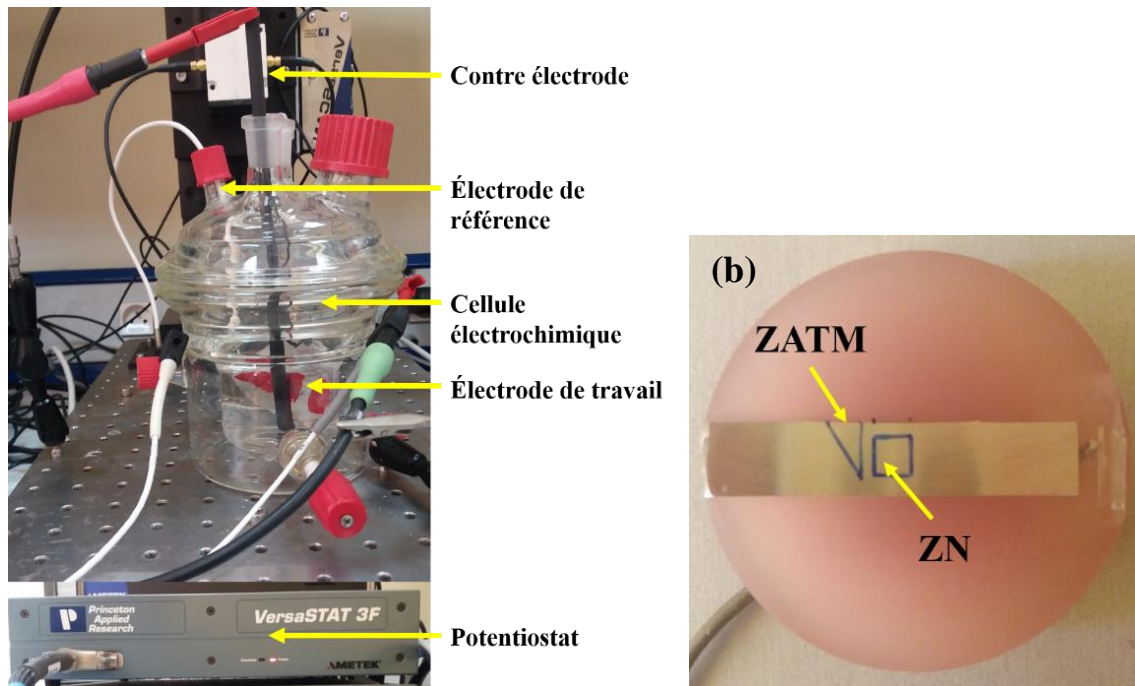


Figure II. 10 :Dispositif expérimental ; (a) cellule électrochimique, (b) électrode de travail.

Le dispositif expérimental est composé de :

- **Electrode auxiliaire** : il s'agit d'une tige de graphite.
- **Electrode de référence** : il s'agit de l'électrode stable de calomel saturée Ag/AgCl (0,192V), par rapport à laquelle le potentiel appliqué peut être mesuré avec précision.
- **L'électrode de travail** : les échantillons soumis aux tests électrochimiques ont été enrobé à froid. Le contact électrique entre l'échantillon et le potentiostat est assuré par un fil de cuivre soigneusement attaché à l'échantillon avant l'enrobage. Comme montré dans la figure II.10-b. Chaque électrode de travail (zone) a été isolée et immergée à température ambiante ($21 \pm 2^\circ\text{C}$) dans une solution à 3,5 % NaCl et pH = 8 pendant 1 heure. Les surfaces exposées pour les tests électrochimiques sont de 0.25 cm^2 pour le MB et la ZN et de 0.1 cm^2 pour la ZATM.

II.7.2. Potentiel à circuit ouvert OCP

La mesure du potentiel à circuit ouvert (OCP) est une méthode standard pour obtenir le potentiel de corrosion du matériau dans des environnements corrosifs. Le potentiel OCP représente le potentiel auquel la corrosion commence à se produire, il est défini comme le potentiel établi entre l'électrode de travail et la solution corrosive par rapport à une électrode

de référence, qui est placée dans l'électrolyte à proximité de l'électrode de travail. Pour ce fait, les différentes zones des joints FSW ont été isolées et immergées dans la solution corrosive pendant une heure jusqu'à ce que le potentiel OCP se stabilise. Les mesures d'OCP seules ne permettent pas de comprendre la cinétique de corrosion, les mesures de polarisation potentiodynamique ont été utilisées pour déterminer le potentiel et le courant de corrosion pendant le processus de corrosion.

II.7.3. Polarisation potentiodynamique PDP

Il s'agit d'une technique électrochimique qui consiste à balayer le potentiel de l'électrode de travail avec une vitesse de balayage sur une plage de potentiel relativement large et à contrôler/enregistrer le courant produit en fonction du potentiel. La figure II.11 montre le tracé de cette technique qui est une courbe I ($A \cdot cm^{-2}$) vs. E (V), connue sous le nom de courbe de polarisation ou sur laquelle une analyse de Tafel est effectuée pour obtenir le potentiel de corrosion, le courant de corrosion.

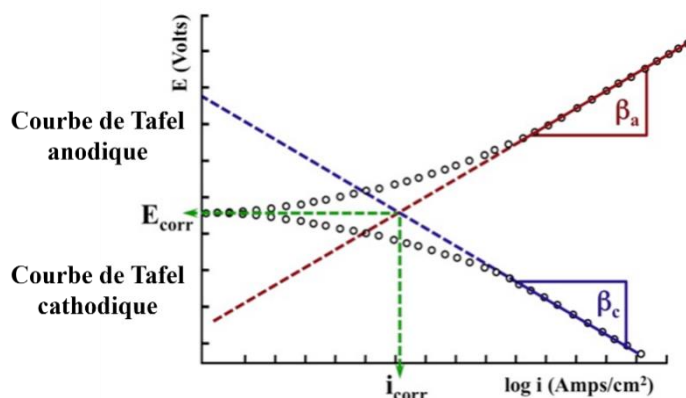


Figure II. 11 : Extrapolation de courbe de Tafel.

Les électrodes de travail décrits dans le paragraphe II.7.1 sont polarisés dans l'intervalle de potentiel de -0.250 mV et $+0.250$ mV avec une vitesse de balayage de 0.1667 $mV \cdot s^{-1}$. Il convient de tracer les tangentes à la courbe obtenue dans les domaines anodique et cathodique où l'on observe un début de linéarité à l'aide du logiciel VersaStudio en utilisant l'ajustement de Tafel, l'intersection donne le courant et le potentiel de corrosion.

II.7.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique SIE

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique qui quantifie les propriétés liées à l'interface milieu/métal qui résiste au flux d'électrons et aux réactions d'oxydation. Cette technique s'applique dans l'étude des propriétés des films d'oxyde, des

conditions d'interface métal/solution et de la dégradation des revêtements sur les métaux. Elle consiste à appliquer une perturbation, qui s'agit d'un potentiel ou d'un courant alternatif, au système électrochimique d'intérêt et mesurer la réponse du système à cette perturbation en fonction de la fréquence. Ce signal alternatif est balayé sur une large gamme de fréquences, générant un spectre d'impédance du système d'intérêt. Deux représentations sont utilisées pour décrire l'impédance électrochimique comme montré sur la figure II.12.

- La représentation de Nyquist (figure II.12-a) dont R_s : résistance de la solution, R_{ct} : résistance de transfert de charge, $|Z|$: le module d'impédance et ω est la fréquence ;
- La représentation de Bode : déphasage et module (figure II.12-b et c respectivement).

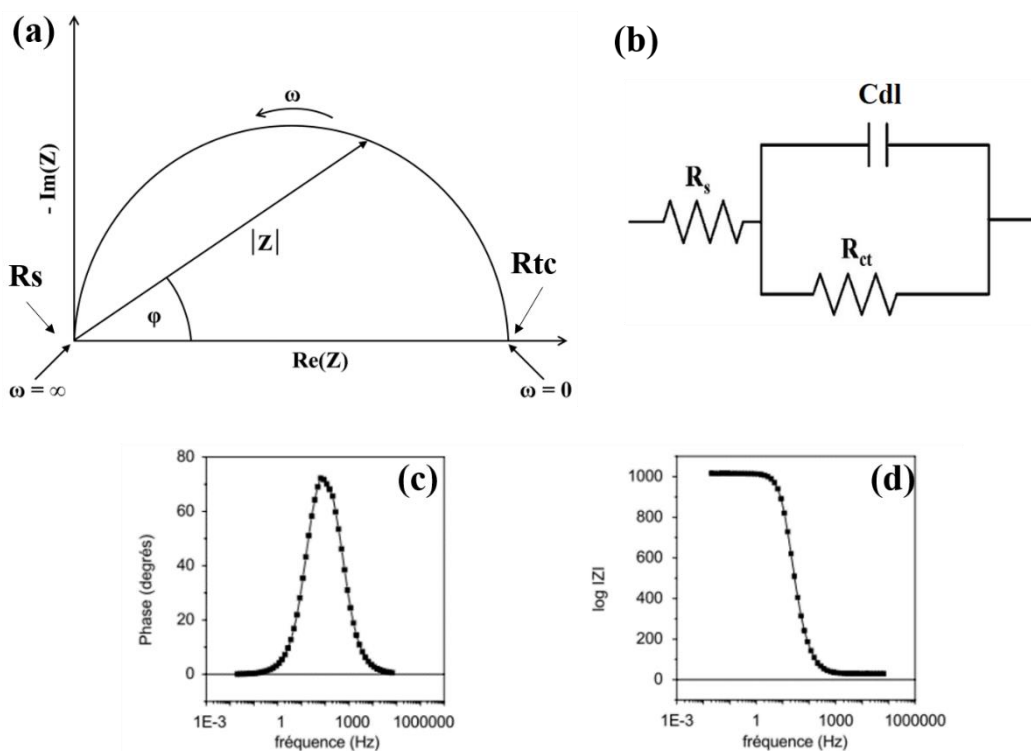


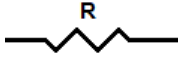
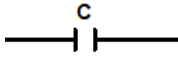
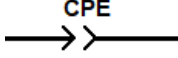
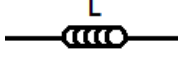
Figure II. 12 : Diagramme d'impédance ; (a) Représentation de Nyquist, (b) circuit équivalent correspondant, représentation de Bode (c) phase et (d) module.

Les mesures de la spectroscopie d'impédance électrochimique sont effectuées dans la solution de 3.5% NaCl après les mesures de l'OCP, sur une gamme de fréquence allant de 100 KHz jusqu'à 10 mHz avec 10 points par décade.

La compréhension du système électrochimique à partir l'analyse quantitative et qualitative des diagrammes de Nyquist et Bode nous permet de construire le circuit électrique équivalent (figure II.12-b) qui peut décrire le processus de corrosion à l'interface

métal/milieu. Les data de SIE sont stimulées avec le circuit équivalent et les valeurs des composants de la surface sont obtenues à partir de l'ajustement de la courbe de Nyquist. Le tableau II.8 présente quelques composants électriques nécessaires pour notre étude.

Tableau II. 8 : Quelques éléments de circuit électrique connus et leurs impédances respectives.

Élément électrique	Description	Symbole	Accord d'impédance
Résistance (R)	Représente le transfert d'électron à travers une interface.		$Z=R$
Capacitance (C)	Représente la capacité parfaite à une interface.		$Z=1/j\omega C$
Élément à phase constante (CPE)	Représente une capacité non-idéale		$Z=1/ (j\omega)^{\alpha}Q$
Inductance (L)	Représente l'inductance magnétique.		$Z=j\omega L$

CPE : constante phase element est utilisée au lieu des condensateurs pour tenir compte de l'inhomogénéité de la surface. Elle représente la capacité électrique de la double couche. Les éléments à phase constante peuvent être calculés à l'aide de l'équation suivante :

$$C = Y_0 (\omega_{\max})^{n-1} \quad (\text{II.3})$$

Où :

n est la constante de phase (n est un nombre entre 0 et 1), Y_0 élément de phase constante, et ω_{\max} représente la fréquence à laquelle la composante imaginaire atteint sa valeur maximale.

Le logiciel Zimpwin 3.22 a été utilisé pour affiner et analyser les spectres de Nyquist afin d'en extraire les caractéristiques électriques (résistance, capacitance...etc.). L'affinement consiste à une modélisation électrique équivalente correspondra au système étudié. La figure II.13 illustre cette simulation.

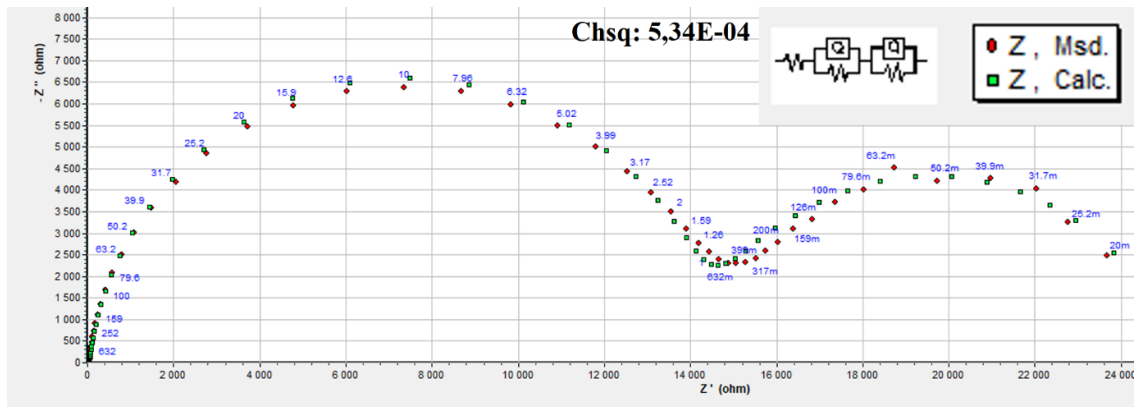


Figure II. 13 : Simulation de la courbe de Nyquist par le logiciel ZSimpWin.

II.8. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons utilisé le procédé FSW pour réaliser des assemblages homogènes de l'alliage de magnésium AZ31. Le joint obtenu est sain et exempt de défauts et fait l'objet d'une caractérisation microstructurale, mécaniques (micro-dureté) et électrochimique.

Les assemblages homogène AZ31 ont subi un traitement thermique post-soudage PWHT en vue de d'homogénéisée la microstructure et /ou améliorer les propriétés liées. Ainsi, l'effet du PWHT sur l'évolution microstructurale et le comportement électrochimique correspondant dans la ZN fait l'objet des chapitres qui suivent.

Résultats et discussion

Chapitre III

Caractérisation du jointFSWAZ31.

III.1. Introduction

Ce chapitre se concentre sur la caractérisation du joint optimisé FSW-AZ31. L'évolution de la microstructure induite par le procédé de soudage FSW a été identifiée dans différentes régions (MB, ZN, ZATM et ZAT). Ces informations ont été utilisées pour prédire l'influence procédé FSW sur la distribution de la micro-dureté et le comportement électrochimique à travers les zones des deux joints optimisés.

Le joint optimisé FSW-AZ31 d'épaisseur 8.6 mm a été soudé avec une vitesse d'avance $V = 43 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ et une vitesse de rotation $\omega = 950 \text{ tr/min}$.

III.3. Caractérisation du joint AZ31-FSW optimisé

III.3.1. Aspect macroscopique du joint FSW-AZ31 optimisé

La figure III.1 montre une section transversale représentative de la macrostructure du joint FSW-AZ31. La macrostructure est asymétrique par rapport aux deux côtés AS et RS. Elle est composée de (04) quatre principale zone ; ZN, ZATM, ZAT et MB. La ZN est représentée au centre du joint. Elle prend la forme conique fileté du pion et ses dimensions. Elle est délimitée par la ZATM des deux côtés AS et RS. Cependant, la ZAT qui est généralement observée à la limite de la ZATM sur les deux côtés, n'apparaît pas sur cette macrostructure contrairement à ce qui a été observée dans la littérature[69].

La macrostructure du joint FSW-AZ31 est caractérisée par une hétérogénéité structurelle à travers les zones qui est fortement attribuée à la distribution irrégulière du flux thermique et au taux de déformation plastique pendant le processus FSW qui ont un effet direct sur la microstructure et la morphologie des grains [95].

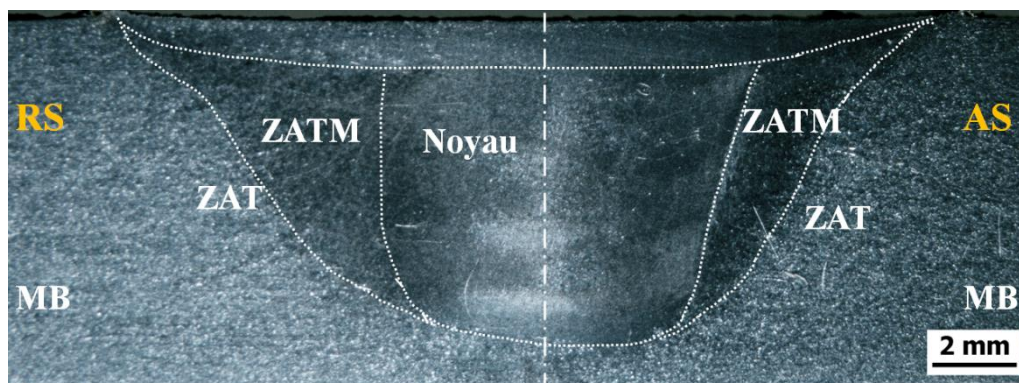


Figure III. 1: Macrostructure du joint FSW-AZ31.

III.3.2. Caractérisation microstructurale des différentes zones

- Microstructure du MB

La figure III.2-a montre la micrographie optique, observé sur le plan (ND \perp RD), de l'alliage de magnésium AZ31B tel que reçu après attaque dans une solution de picrale. Le MB présente une microstructure avec des grains ayant principalement une forme polygonale [96]–[98]. La microstructure est constituée de petits grains équiaxes et de gros grains révélant une microstructure non uniforme. La taille moyenne des grains (figure III.2-b) est d'environ 10 μm . de plus, cette microstructure contient des particules sombres en forme de batonnets qui pourraient être des intermétalliques de type Al-Mn. Cette microstructure montre des signes de macles comme le montre les flèches en blanc. Ceci est dû au processus antérieur de déformation.

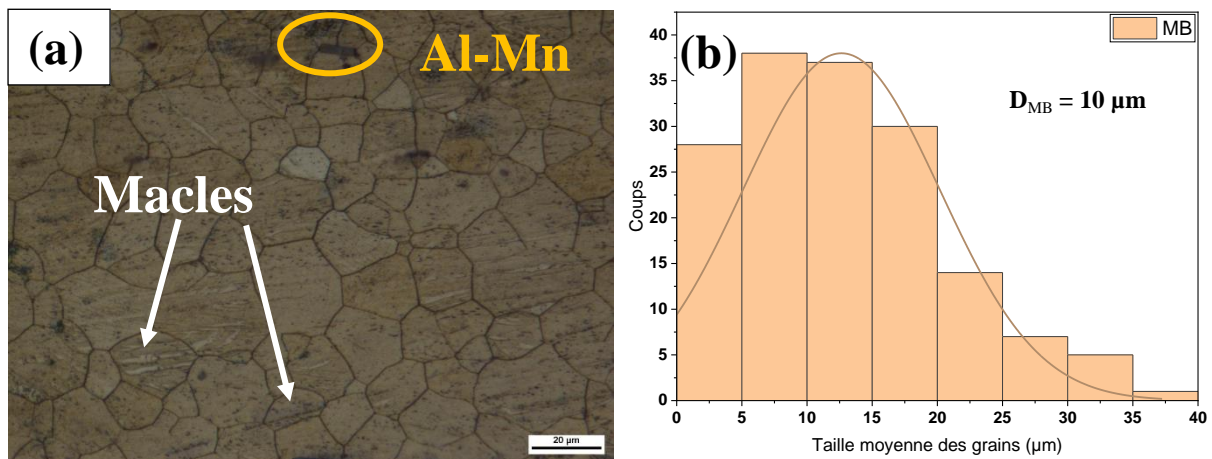


Figure III. 2 : (a) Microstructure optique du MB. (b) Distribution de la taille des grains.

- Microstructure de la ZN

Les figures III.3-a et b montrent la microstructure optique prise au milieu de la ZN du joint FSW-AZ31 et la distribution de sa taille moyenne des grains respectivement. La microstructure de la ZN est caractérisée par des grains fins recristallisés et équiaxes ce qui indique que cette zone a subi une recristallisation dynamique. De plus, la taille moyenne des grains est de 6.35 ± 0.64 . Le taux de déformation et la quantité de chaleur engendrée par le FSW ont un impact direct sur la taille des grains. Le double effet de la température et de la vitesse de déformation fait que le matériau subit une recristallisation dynamique. Le FSW a

donc permis d'obtenir une réduction de la taille moyenne des grains d'environ 50% par rapport à celle du MB.

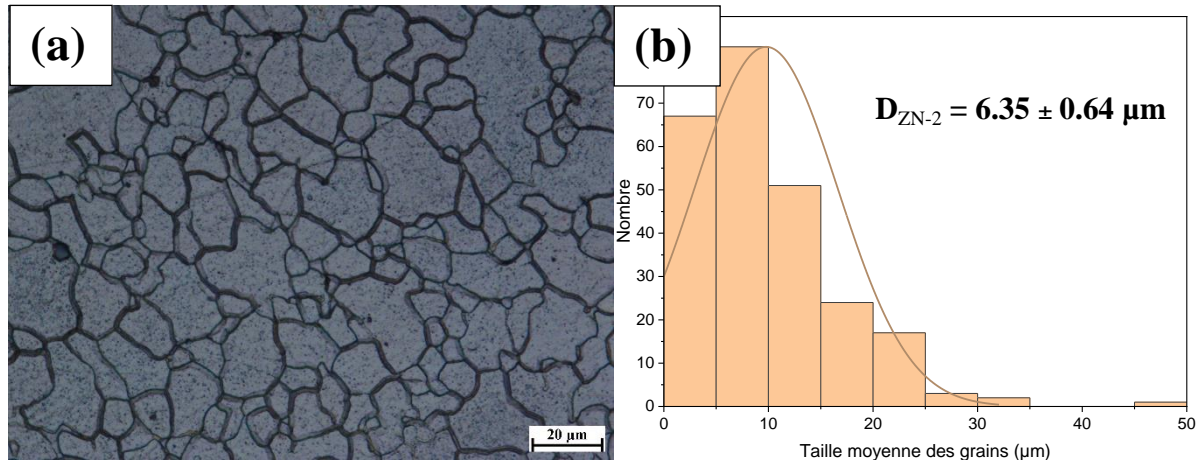


Figure III. 3 : (a) Microstructure optique de la ZN. (b) distribution de la taille moyenne des grains.

- Microstructure de la ZATM

La figure III.4-a et b représente la microstructure et la distribution de la taille des grains de ZATM respectivement. Cette zone est caractérisée par des grains déformés et allongés dans la direction du malaxage entre lesquels de petits grains recristallisés apparaissent. Cette zone a subi une quantité de chaleur et un taux de déformation modérée conduisant au déclenchement d'une recristallisation partielle. Elle a une taille moyenne de $13.72 \pm 1.65 \mu\text{m}$.

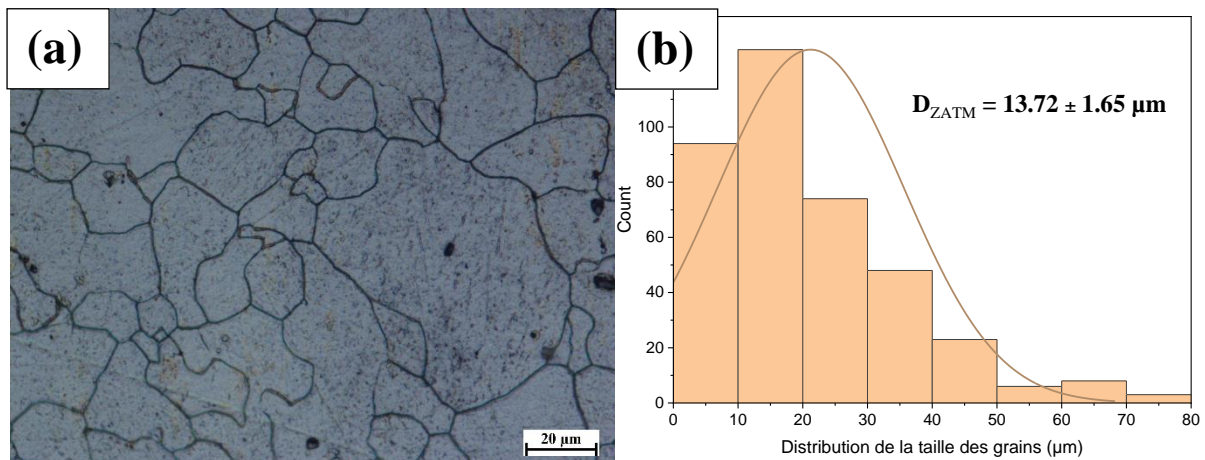


Figure III. 4 : (a) Microstructure optique du ZATM. (b) distribution de la taille moyenne des grains.

- Microstructure de la ZAT

La figure III.5-a présente la microstructure de la ZAT. Cette dernière est caractérisée par une microstructure similaire à celle du MB avec une taille moyenne des grains de $18.9 \pm 0.5 \mu\text{m}$. Elle est étroite dans le cas du présent alliage AZ31 et aucune modification microstructurale significative par rapport au MB n'a été observée.

Elle ne devient distinctive qu'après des traitements thermiques post soudage, PWHT, dont la température dépasse les 350°C . Au-delà de cette température, la ZAT s'identifie par un grossissement anormal des grains (figure III.5-b). Ainsi, cette zone n'a pas pu être identifiée et caractérisée au cours de cette étude.

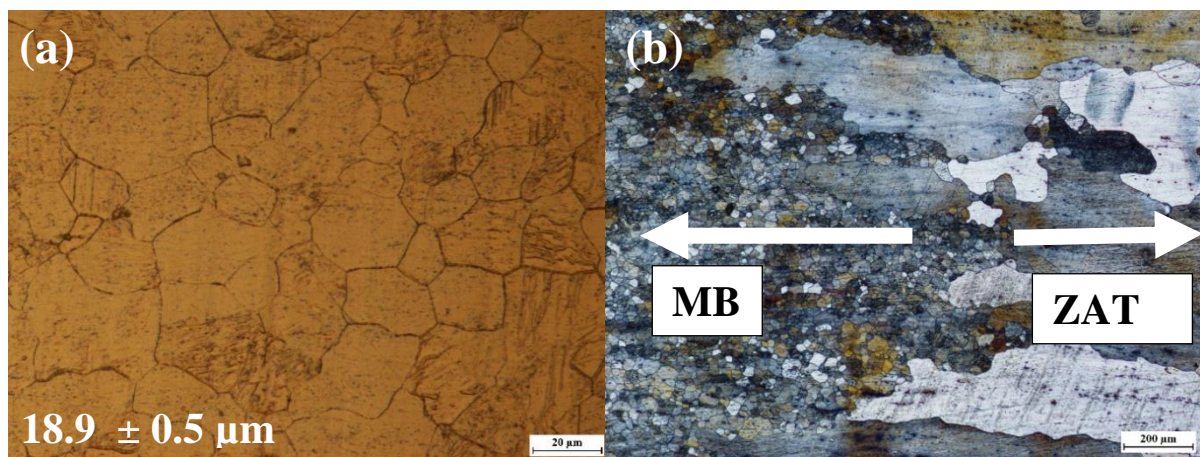


Figure III. 5 : Microstructure optique de la ZAT : (a) après soudage FSW, (b) PWHT à 350°C -1h.

III.3.3. Identification des phases par DRX

L'analyse du diagramme XRD (figure III.6) a montré que la microstructure est constituée de la phase α -Mg et des composés intermétalliques Al_8Mn_5 . Les pics de diffraction des Al_8Mn_5 se trouvent dans l'intervalle de 2θ entre 43° et 54° . Les pics ayant une faible intensité indiquant la faible quantité de ces intermétalliques dans la matrice Mg. Les intermétalliques Al_8Mn_5 ne se dissolvent pas pendant le FSW en raison de leur température de fusion qui est supérieure à la température de fusion de l'alliage AZ31 [30].

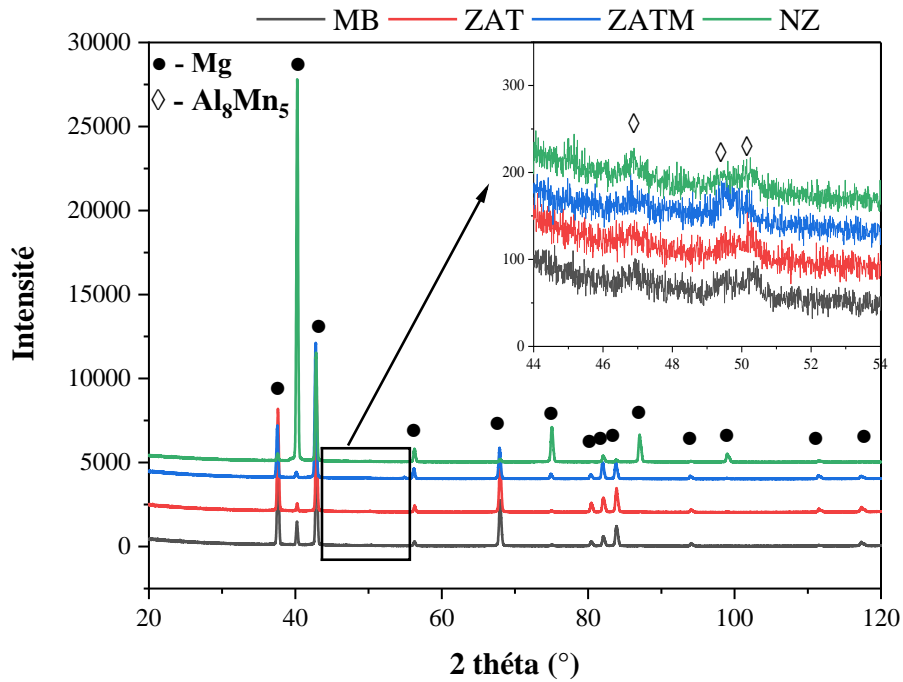


Figure III. 6 : Spectres de diffraction des rayons X du MB. ZAT. ZATM. ZN du FSW-AZ31.

III.3.4. Caractérisation des intermétalliques

Pour mettre en évidence la présence et la nature de cet intermétallique détecté par DRX. Une observation par MEB en mode électron secondaire (SE) a été utilisée. La Figure III.7 présente les images MEB du MB, de la ZN, de la ZATM et de la ZAT.

L'analyse dispersive en énergie (Energy Dispersive Spectroscopy ou EDS) a été effectuée. Cette analyse a montré que les particules sont des phases riches en Al et en Mn. Le tableau III.1 présente la composition chimique élémentaire des particules analysées par EDS. Ces particules correspondent à des composés intermétalliques Al₈Mn₅ avec un rapport atomique moyen (Al/Mn) qui se trouve dans l'intervalle de 1.6-1.9.

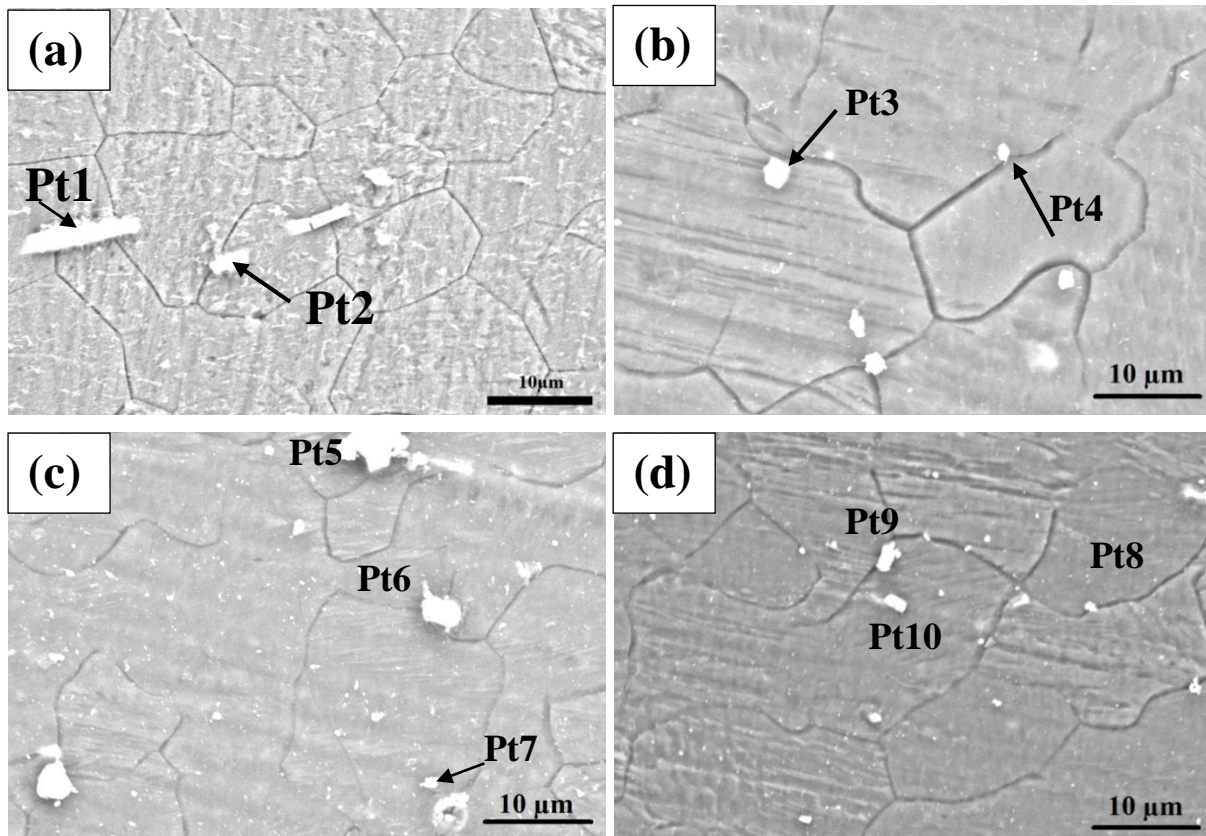


Figure III. 7 : Image MEB du (a) MB. (b) ZN. (c) ZATM et (d) ZAT du FSW-AZ31.

Tableau III. 1: Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans le MB, la ZN, la ZATM et la ZAT du FSW-AZ31.

Zones	Points	Al	Mn+Fe	Mg	Si	Zn	$R=Al/(Mn+Fe)$	Phase possible
MB	Pt1	57.46	30.79	10.17	0.89	0.68	1.87	Al_8Mn_5
	Pt2	25.97	20.18	52.28	1.23	0.34	1.29	Al_8Mn_5
ZN	Pt3	50.96	31.79	16.63	-	0.62	1.60	Al_8Mn_5
	Pt4	33.50	18.12	47.95	-	0.42	1.85	Al_8Mn_5
ZATM	Pt5	52.00	31.46	15.69	-	0.85	1.65	Al_8Mn_5
	Pt6	20.48	10.88	68.20	-	0.44	1.88	Al_8Mn_5
	Pt7	35.46	19.89	44.17	-	0.48	1.78	Al_8Mn_5
ZAT	Pt8	1.53	0.76	69.07	28.26	0.37	-	Mg_2Si
	Pt9	54.18	25.81	18.41	-	0.51	2.15	Al_8Mn_5
	Pt10	36.18	0.81	61.48	-	0.39	-	$Mg_{17}Al_{12}$

Des particules blanches en forme de bâtonnet ont été observées dans le MB tandis que dans la ZN, les particules blanches sont fines et de forme polygonale. Pendant le processus FSW, les particules d' Al_8Mn_5 dans la ZN sont fragmentées en fines particules et distribuées aléatoirement aux joints de grains. Leurs tailles moyennes sont passées de 7 μm dans la MB à 2 μm dans la ZN. Puisque les intermétalliques Al_8Mn_5 ont une haute température de fusion. Le processus FSW n'a pas conduit à leur dissolution mais les a transformés en particules polygonales minuscules et dispersées dans la microstructure. Similairement à la ZN, les particules blanches dans la ZATM et la ZAT sont un peu plus grosses d'une taille moyenne de 5 μm sont distribués aléatoirement au joints de grains. Ces particules ont un rapport stochiométrique (Al/Mn) varie entre 1.65 et 1.88, elles correspondent aussi aux intermétalliques Al_8Mn_5 .

En outre, le $Mg_{17}Al_{12}$, s'il est présent dans les MB, devrait se dissoudre à cause de la température élevée pendant le FSW [99]. Ou au moins, le nombre des particules $Mg_{17}Al_{12}$ restant dans la ZN a encore diminué [100]. Aussi, des précipités Mg_2Si sont présents dans la ZAT.

III.3.5. Estimation du degré d'activation des macles

Les diagrammes de diffraction des rayons X (XRD) des différentes zones (MB, ZAT, ZATM et ZN) du joint FSW-AZ31 avec l'identification des plans cristallographiques sont représentés sur la figure III.8 afin d'interpréter l'effet du procédé de soudage sur le degré d'activation des macles.

Étant donné que le FSW est considéré comme un processus de déformation à chaud qui entraîne une réorientation du réseau. Lee et al. [101] ont reporté que le degré d'activation des macles peut être déduit à partir de la variation de l'intensité du pic du spectre de DRX d'un matériau après déformation. L'intensité du pic (0002) dans le spectre de DRX mesuré sur le plan ND-RD de la ZN est considérablement élevée ; cependant, les intensités des pics (10-11) et (10-12) de cette zone sont très faibles (figure III.8). De même, le BM, la ZAT et la ZATM ont des intensités du pic (0002) plus faible par rapport aux pics (10-11) et (10-12).

Le tableau III.2 présente le degré d'activation des macles de contraction et d'extension respectivement. Le degré d'activation des macles de contraction est mesuré par l'intensité relative du pic (0002), qui est exprimée comme le rapport entre le pic (10-11) et le pic (0002)

(dénoté comme $I(10\bar{1}1) / I(0002)$). Tandis que le degré d'activation des macles d'extension est mesuré par l'intensité relative du pic (0002), et exprimée comme le rapport entre le pic (10-12) et le pic (0002) (dénoté comme $I(10\bar{1}2) / I(0002)$).

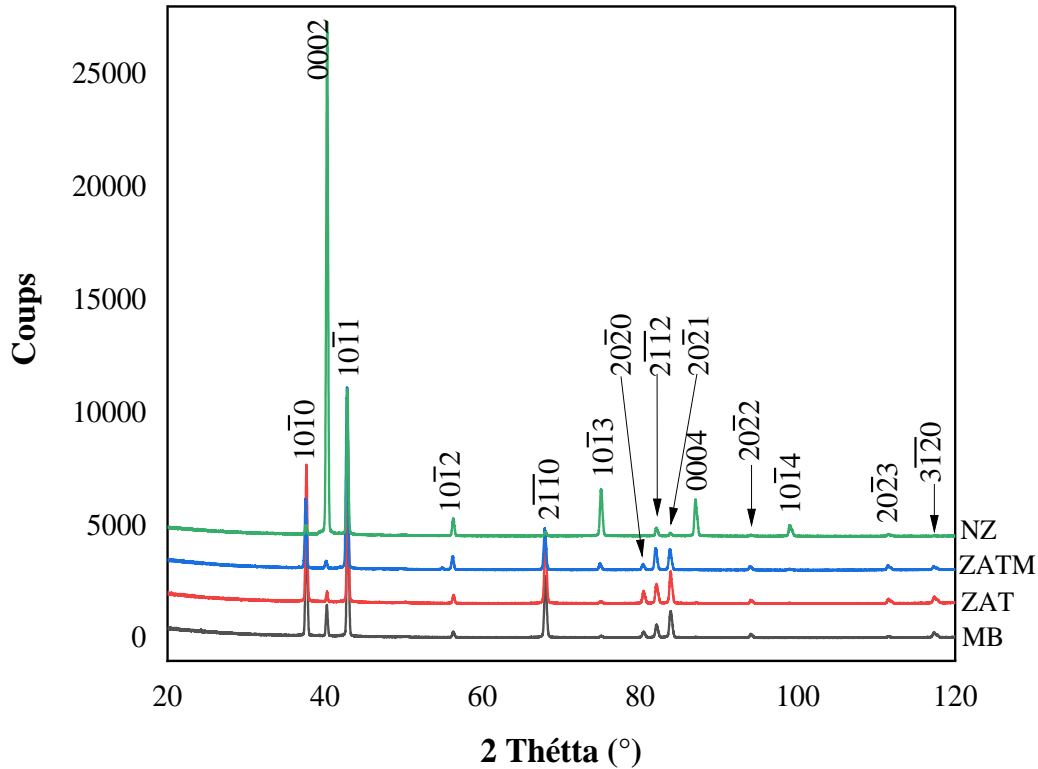


Figure III. 8 : Spectre de DRX des différentes zones du joint soudé FSW.

Tableau III. 2 : Degré d'activation des macles dans le MB, la ZN, la ZATM et la ZAT du FSW-AZ31.

Zones	$I(10\bar{1}1)$	$I(10\bar{1}2)$	$I(0002)$	Macles de contraction $R=I(10\bar{1}1)/I(0002)$	Macles d'extension $R=I(10\bar{1}2)/I(0002)$
ZAT	7094	382	470	15.09	0.8127
ZATM	8008	605	352	22.75	1.719
ZN	6398	783	22625	0.2827	0.0346
MB	6812	254	1385	4.93	0.1834

Par conséquent, la formation des macles de contraction entraîne une diminution de l'intensité du pic (0002). Ce rapport d'intensité dans le MB avant soudage est d'environ ~ 4.9 .

Après FSW, ce rapport augmente dans la ZAT et la ZATM à des valeurs de 12.6 et 18.4 respectivement et diminue dans la ZN jusqu'à la valeur de 0.3. La diminution de la valeur de ce rapport dans la ZN implique la suppression des macles de contraction. Tandis que l'augmentation de ce rapport dans la ZAT et la ZATM est due à la formation de macles de contraction. La formation ou la suppression des macles est due principalement au mouvement atomique qui est liée à la température de déformation. Ce rapport est influencé par le taux de la déformation plastique et la quantité de chaleur générée durant le soudage FSW.

III.3.6. Profil de micro-dureté

La figure III.9 présente le profil de distribution de la micro-dureté du joint FSW FSW-AZ31. L'étendue de la ZN est d'environ 7 mm représentant ainsi le diamètre du pion. Le MB montre une valeur de micro-dureté de 55 HV. Les grains les plus fins et la micro-dureté la plus élevée sont trouvés dans la ZN, tandis que les grains relativement plus gros et la micro-dureté mesurée la plus faible ont été trouvés dans la ZAT, dans cette dernière la diminution de la micro-dureté est de 11%. Nous constatons que la micro-dureté dans la ZN augmente de 7% sur le côté AS et diminue de 6% sur le côté RS par rapport au MB. La micro-dureté mesurée dans la ZATM est de 58 HV, soit une augmentation de 7%.

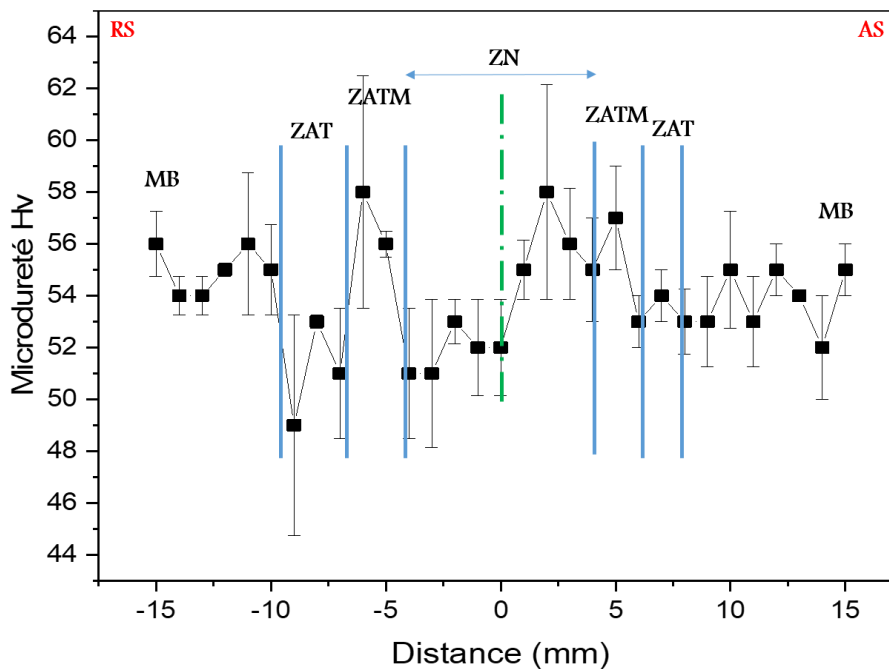


Figure III. 9 : Profil de distribution de micro-dureté du joint FSW-AZ31.

Le changement de la taille des grains au cours des cycles de refroidissement est probablement à l'origine de l'adoucissement. La raison pour laquelle la région ramollie est dissymétrique est la transformation différente entre le côté AS et le côté RS par la différence du taux de déformation entre les deux coté [47], [102].

III.3.7. Comportement électrochimique

III.3.7.1. Potentiel à l'abandon OCP

Les mesures d'OCP des différentes zones du joint FSW-AZ31 ont été réalisées dans une solution de 3.5 % NaCl avec un pH = 8,7. Les zones MB, la ZATM et la ZN ont été immergées pendant 60 min ce qui nous permet de tracer les courbes d'OCP en fonction du temps d'immersion sur la figure III.10. L'allure est caractérisée par une montée progressive vers les potentiels les plus cathodiques qui peut être expliquée par la formation du film passif au bout de 3min. 5 min et 10 min pour le MB, la ZATM et la ZN respectivement. Ensuite, la courbe prend une descente à des potentiels plus stables ; de -1.551 V et -1.552 V pour la ZATM et MB respectivement. La ZN présente une augmentation du potentiel jusqu'à -1.508 V indiquant un renforcement du film passif. Les valeurs du potentiels OCP des trois zones sont présentées sur le tableau III.3.

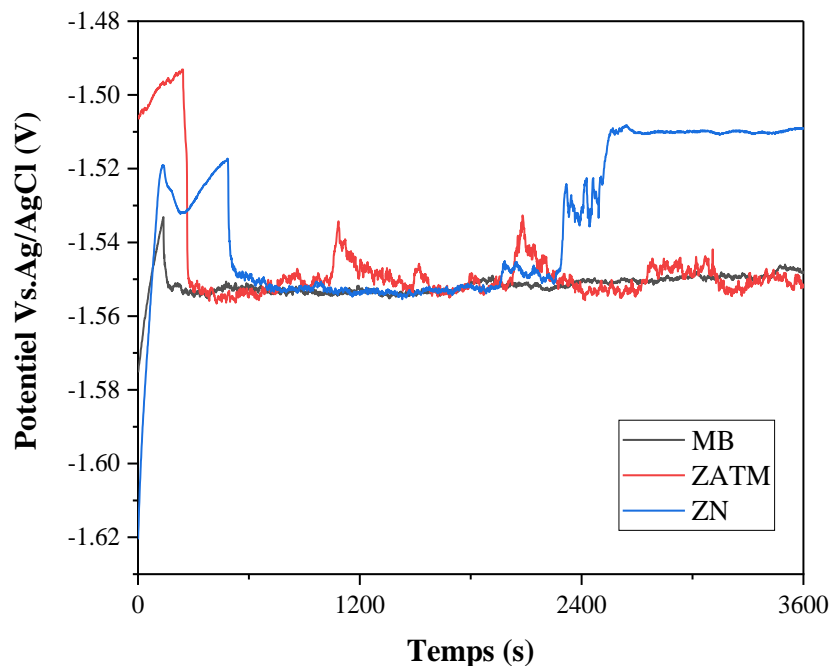


Figure III. 10 : Potentiel à circuit ouvert OCP des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5 % NaCl.

III.3.7.2. Courbe de polarisation

La figure III.11 présente les courbes de polarisation potentiodynamiques des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5 wt.% NaCl. L'extrapolation de Tafel des courbes de polarisation permet d'obtenir les paramètres électrochimiques au point où les réactions anodiques et cathodiques sont en équilibre. Les paramètres électrochimiques sont présentés sur le tableau III.3.

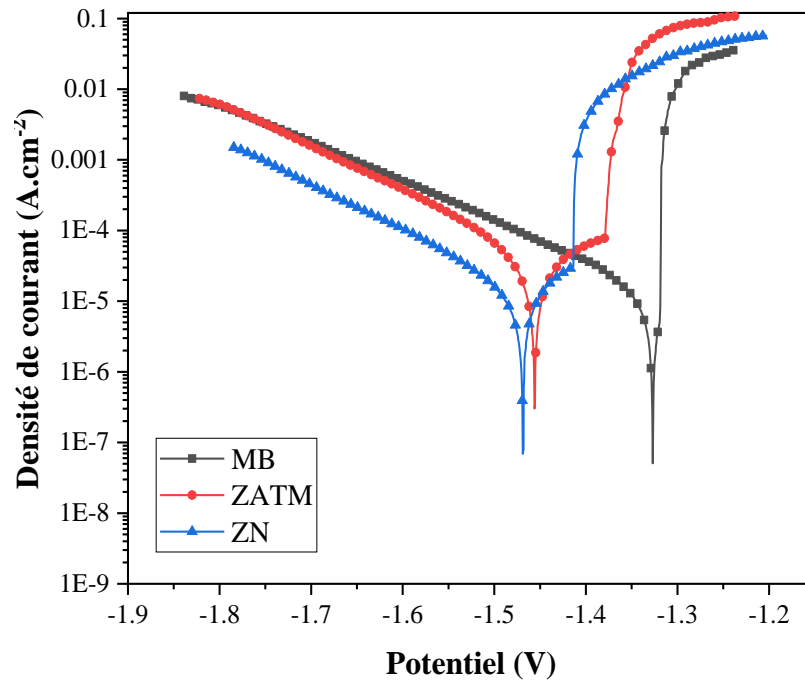


Figure III. 11 : Courbe de polarisation des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.

Tableau III. 3 : Paramètres électrochimiques des différentes zones du joint AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.

	OCP (V)	Eb (V)	Ecorr (V)	Icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	β_c (mV)	β_a (mV)	Eb-Ecorr (V)
MB	-1.552	-	-1.327	52	138	-	-
ZATM	-1.551	-1.378	-1.456	49.1	156	192	0.078
ZN	-1.508	-1.413	-1.468	16.7	160	124	0.055

Le MB est caractérisé par un potentiel de corrosion de (-1.427 V) et une densité de courant de corrosion de ($52 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$). Le MB a montré un potentiel de corrosion le plus noble qui est supérieures par des valeurs de 41 mV et 29 mV à ceux de la ZATM et de la ZN

respectivement. Alors que la ZN a présenté la densité de courant la plus faible ($16.7 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$) comparée à celles de la ZATM ($49.1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$) et du MB ($52 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$). Les potentiels de ruptures (breakdown E_b) de la ZATM et la ZN, rapportés sur le tableau III.3 sont d'environ de -1.378V et -1.413V respectivement. Ce qui signifie le point où le film quasi passif à la suite de l'exposition au milieu corrosif est localement compromis. Le potentiel de rupture de la ZATM était plus actif. En outre, l'existence d'un palier de passivation $|E_b - E_{\text{corr}}|$ (tableau III.3) sur la branche anodique confirme la formation de la couche d'oxyde sur la surface. Plus le palier $|E_b - E_{\text{corr}}|$ est large plus la couche d'oxyde formé est résistante.

La diminution accrue de la densité de courant de $49 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ dans la ZATM jusqu'à $17 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ dans la ZN a été attribuée à la nature inhomogène entre les deux zones en terme de taille des grains pour laquelle la réponse électrochimique a été enregistrée.

III.3.7.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) a été mesurée après une heure d'immersion dans une solution de 3.5% NaCl. La figure III.12 montre les diagrammes de Nyquist du MB, ZATM et la ZN associés aux circuits équivalent correspondants. Les diagrammes de Nyquist du MB et de la ZATM sont constitués d'une boucle capacitive aux hautes et moyennes fréquences, et d'une boucle inductive au début des basses fréquences, tandis que le diagramme de Nyquist de la ZN est constitué de deux boucles capacitives. Le diamètre de la boucle est associé à la résistance au transfert de charge R_{tc} , c'est-à-dire la résistance du film passif formé sur la surface dans la solution agressive.

La boucle inductive du MB et du ZATM pourrait être attribuée au phénomène de dissolution du métal dans le processus de corrosion, elle est corrélée à la rupture du film passif produit par la corrosion par piqûre. Le changement de la taille de la boucle inductive peut suggérer la diminution de l'épaisseur et la détérioration de la couche d'oxyde [103]. On peut suggérer que le degré de la réponse inductive de SIE dépend de l'épaisseur de la couche d'oxyde formée [104].

D'après les formes des boucles de Nyquist (figure III.12), le FSW influe le comportement de la couche d'oxyde dans le joint FSW-AZ31. Aux basses fréquences, la boucle inductive dans le MB et la ZATM se transforme en boucle capacitive dans la ZN

indiquant un renforcement de la couche passive par la formation d'une autre couche passive qui est caractérisée par une valeur de $R_{tc} = 1911 \Omega \cdot \text{cm}^2$.

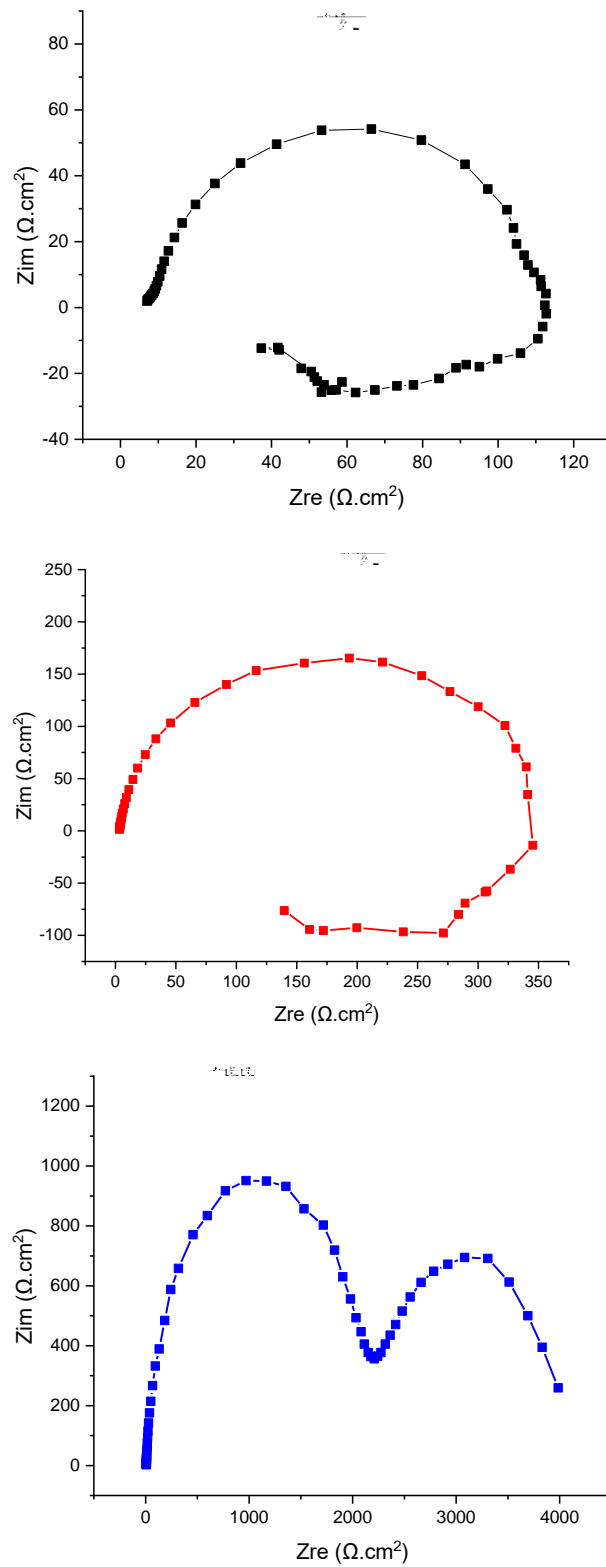


Figure III. 12 : Courbe de Nyquist (a) MB (b) ZATM et (c) ZN ; différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.

Tableau III. 4 : Paramètres électrochimiques de Nyquist des différentes zones du joint AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.

	MB	ZATM	ZN
Rs ($\Omega.cm^2$)	7.89	3.13	6.77
CPE.Y₀ ($F.cm^{-2} sn^{-1}$)	1.53E-04	1.64E-05	9.00E-06
Freq. power n	0.9496	0.929	0.9307
C ($F.cm^{-2}$)	1.83E-02	6.10E-04	1.06E-04
R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	102	350	2093
CPE.Y₀ ($F.cm^{-2} sn^{-1}$)	/	/	1.35E-03
Freq. power n	/	/	0.8926
C ($F.cm^{-2}$)	/	/	6.09E-04
R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	/	/	1911
R_f ($\Omega.cm^2$)	58	182	/
L ($H.cm^2$)	75	122	/

Le tableau III.4 présente les paramètres d'ajustement des tracés de Nyquist des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans 3.5 % de NaCl, obtenues à l'aide du logiciel ZSimpwin. On peut conclure que les valeurs R_{ct} peuvent être classées comme suit : MB (102 $\Omega.cm^{-2}$) < ZATM (350 $\Omega.cm^{-2}$) < ZN (2093 $\Omega.cm^{-2}$). L'augmentation de la résistance à la corrosion dans la ZN est due à l'affinement de la microstructure par recristallisation dynamique où la taille moyenne des grains passe de 10 μm dans le MB à 6 μm dans la ZN[41].

En plus, les intermétalliques Al₈Mn₅ précipitent à la fois dans les joints de grains et à l'intérieur du grain. Elles sont cathodiques par rapport à la matrice Mg. ce qui accélère la dissolution de la matrice Mg [25]. Cependant. la taille des intermétalliques fragmentés pendant le FSW réduit l'énergie de surface causé ce qui réduit la réactivité à la corrosion et la vitesse à la corrosion entre les intermétalliques et la matrice Mg voisine [25].

La figure III.13-a et la figure III.13-b présentent les courbes du module d'impédance et la phase de Bode des différentes zones du joint FSW-AZ31, respectivement. Le comportement capacitif indique une augmentation de l'impédance dans les régions à basse fréquence, ce qui correspond à une résistance à la corrosion élevée. D'après la figure III.13-a,

la résistance de polarisation de la ZN est plus importante comparée à celle de la ZATM et du MB. Ces résultats contrastent avec les résultats de la polarisation potentiodynamique.

Un élément à phase constante (CPE) est utilisé en parallèle à R_{tc} (figure III.12) au lieu d'un condensateur pur. Le CPE est largement utilisé dans les circuits électriques équivalents pour le fitting des données d'impédance expérimentales en raison de la distribution inhomogène des grains, des intermétalliques et des macles. La valeur de "n" est associée à la distribution non uniforme du courant résultant à la fois du degré de rugosité de la surface et est également bien connue que le CPE est considéré comme un condensateur pur si $n = 1$ et comme une résistance pure si $n = 0$. D'après le tableau III.4. les valeurs de n pour tous les échantillons suggèrent un comportement capacitif[56].

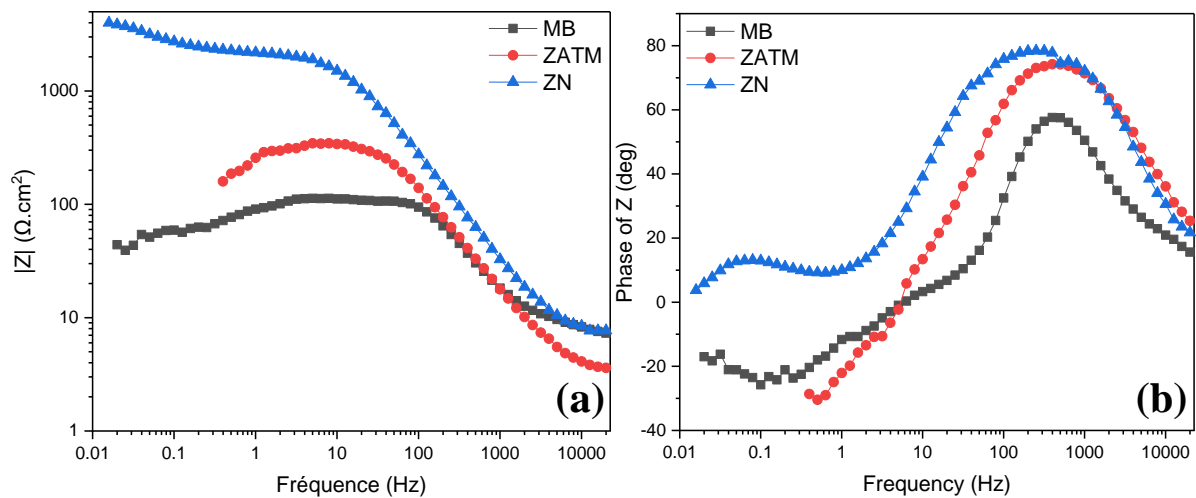


Figure III. 13: Courbe de (a) module et de (b) Bode des différentes zones du joint FSW-AZ31 dans une solution de 3.5% NaCl.

La résistance à la corrosion des différentes zones des joints AZ31-FSW (MB, ZATM et ZN) a été étudiée et comparée. Il est apparu qu'après le FSW, la résistance à la corrosion de la ZN était plus élevée que celle du MB et de la ZATM. Ceci est en accord avec les travaux précédents qui ont montré que la ZN est plus résistante que le MB [41], [56], [58], [105], [106], c'est-à-dire que le FSW améliore la résistance à la corrosion. Ceci est principalement attribué aux grains fins provenant de la recristallisation dynamique dans la ZN (densité des joints de grains élevée). dont les joints de grains peuvent agir comme des barrières contre la propagation de la corrosion à cause de leur comportement cathodique [90]. En raison de la

densité élevée des joints de grains. la surface de la ZN possède plus de sites de nucléation pour la formation d'un film d'oxyde stable et adhérent [137]. [138] ; c'est-à-dire que les joints de grains constituent le site le plus favorable à la nucléation du film d'oxyde à mesure que la taille des grains diminue. Comme décrit précédemment dans les résultats PDP (Tableau III.3), la plage de passivité sur la branche anodique confirme la formation du film passif sur la surface de la ZN et de la ZATM, ce qui se manifeste par la différence $|E_b - E_{corr}|$. Par conséquent, il est raisonnable de suggérer aussi que l'amélioration de la résistance à la corrosion peut être due à la passivité accrue à mesure que la taille des grains diminue [108].

La figure III.14 présente une observation optique du joint FSW-AZ3 après les tests de PDP. La corrosion se propage par corrosion filiforme. L'observation optique montre que la zone la plus résistante à la propagation de la corrosion est bien la ZN suivie par la ZATM et ensuite le MB. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la PDP et la SIE. La corrosion filiforme dépend fortement de la structure et de l'orientation des grains. En effet, Les ions de chlorure Cl^- ont tendance à se lier avec les atomes du métal à la surface de la ZATM que celle du ZN. La formation des piqûres est due à l'adsorption d'anions de chlorure à la surface de l'électrode et la rupture locale du film passif.

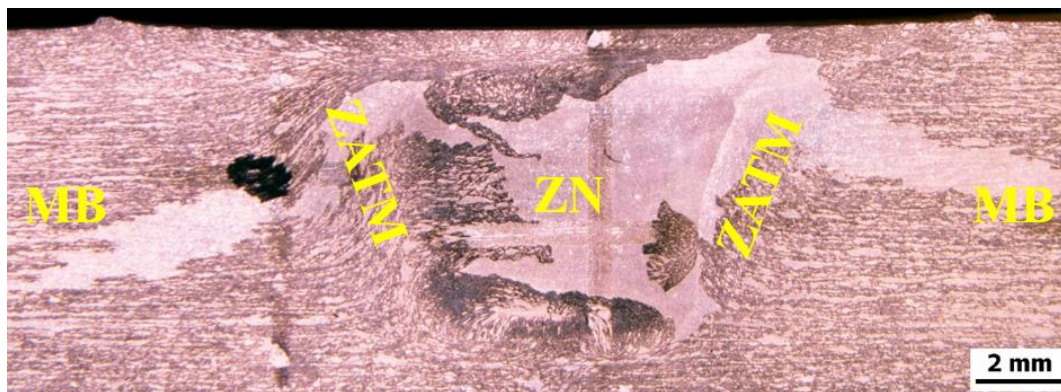


Figure III. 14 : Macrographie du joint AZ31 après une immersion de 2h dans une solution de 3.5 % NaCl.

III.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'effet de FSW sur la microstructure et la distribution de la micro-dureté dans le joint FSW FSW-AZ31 ainsi que le comportement électrochimique correspondant. Il a été révélé que l'hétérogénéité des propriétés mécaniques et les performances électrochimiques sont liées aux caractéristiques microstructurales. Les conclusions qui suivent peuvent être en tirées :

- Un fort apport thermique et un gradient important de température ont contribué à un affinement non uniforme du grain dans la ZN en raison de la recristallisation dynamique. La taille moyenne des grains dans la ZN est réduite d'environ 50%
- L'intermétallique Al_8Mn_5 est l'intermétallique principal présent dans toutes les zones du joint. Le FSW conduit leur broyage et leur redistribution aléatoirement au niveau des joints de grains.
- Al_8Mn_5 sont les principaux IMC avec une distribution aléatoire aux joints de grains.
- Distribution irrégulière du profil de micro-dureté due à l'hétérogénéité de la microstructure avec des valeurs maximales dans ZN et ZATM (58 HV).
- La résistance à la corrosion a été améliorée d'une manière significative dans la ZN en raison de l'affinement des gains dont les joints de grains peuvent agir comme des barrières contre la propagation de la corrosion à cause de leur comportement cathodique. En outre, le film passif formé contribue dans la résistance à la corrosion.

Chapitre IV

**Effet des PWHT sur l'évolution de la
microstructure et de la micro-dureté du
joint AZ31.**

IV.1. Introduction

Plusieurs conditions de température et de temps du PWHT ont été effectués sur le joint FSW-AZ31 pour homogénéiser la microstructure et suivre l'évolution des intermétalliques. Les traitements thermiques ont été effectués dans la gamme de température de 200°C-400°C avec un pas séquentiel de 50°C pendant 1h, 2h et 4h.

IV.2. Effet du PWHT sur l'évolution de la microstructure

IV.2.1. Aspect macrographique

Les figures IV.1, IV.2 et IV.3 montrent les images macrographiques du joint FSW-AZ31 après PWHT dans la gamme de température de 200°C-400°C pendant 1, 2 et 4 heures de maintien. Seules les températures de 200°C, 300°C et 400°C sont présentés sur les figures ci-dessous. Les joints traités thermiquement à 200 °C présentent des macrographies similaires en dimension et en contraste quel que soit le temps de maintien. La ZAT n'est pas visible. On peut observer que la croissance des grains commence au fond de la ZN à partir de 300°C. Le taux de croissance augmente en prolongeant la durée du maintien et la ZAT n'est pas encore identifiée. Au-dessus de 300°C, la ZN et la ZATM sont très sensibles à l'augmentation de la température du PWHT et la ZAT apparaît à la limite extrême de la ZATM sur les deux côtés AS et RS. La taille des grains croît considérablement et les grains sont allongés dans la direction du malaxage dans la ZATM et dans la direction du laminage dans la ZAT. La température du traitement thermique est le facteur principal affectant l'évolution microstructurale dans différentes zones des joints (ZN, ZATM et ZAT), tandis que le temps de maintien possède un léger effet. En effet la morphologie des grains dans chaque zone change en fonction de la température des traitements thermiques. Le MB présente une morphologie de grain uniforme dans toutes les conditions de du traitement thermique post-soudage.

Par conséquent, les macrographies des joints FSW-AZ31 sont intrinsèquement inhomogènes après PWHT. En effet, le gradient microstructural entre les différentes zones du joint FSW-AZ31 cause des variations importantes pendant PWHT. En outre, le MB présente une stabilité thermique alors que la ZN, la ZATM et la ZAT expérimentent un grossissement de grains à partir de 300°C.

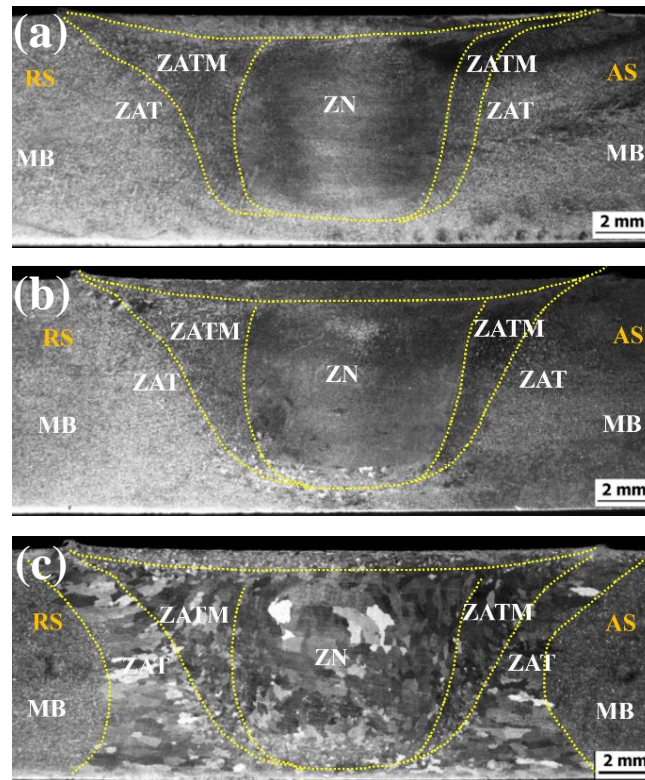


Figure IV. 1 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 1 heure aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.

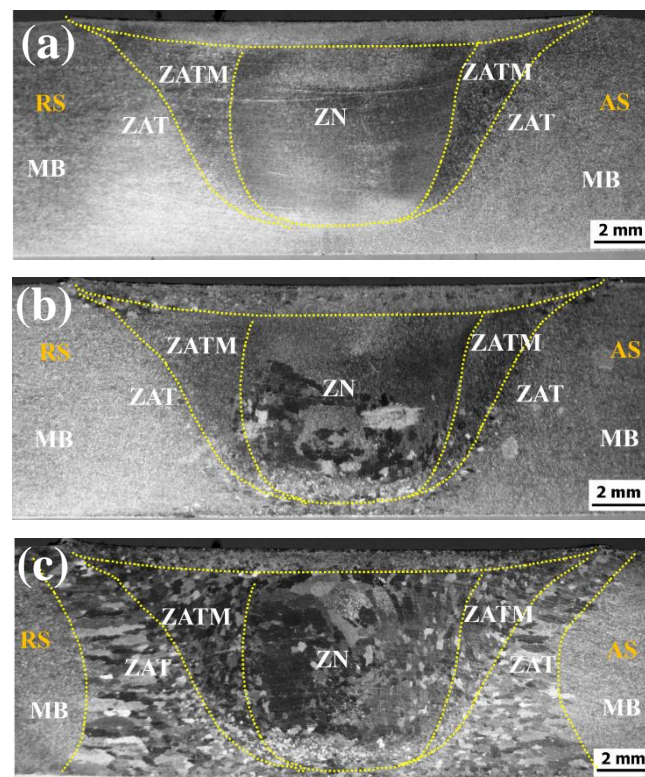


Figure IV. 2 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 2 heures aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.

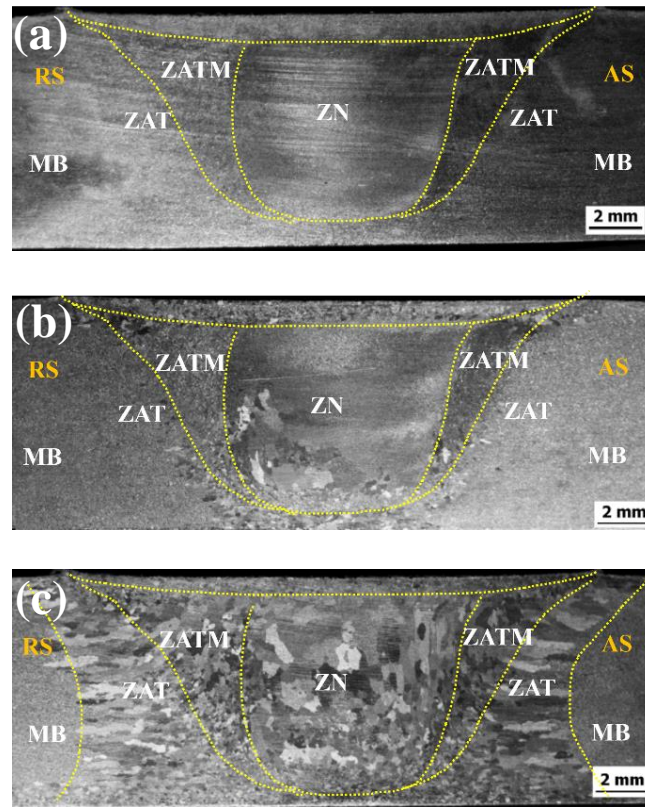


Figure IV. 3 : Macrostructure du joint AZ31 pendant 4 heures aux températures de (a) 200°C. (b) 300°C. (c) 400°C.

Dans ce qui suit, nos travaux de caractérisation microstructurale se portent uniquement sur les deux zones MB et ZN du joint AZ31 dans différentes conditions de traitements thermiques décrites dans le chapitre III.4.

IV.2.2. Caractérisation microstructurale du MB pendant les PWHT

IV.2.2.1. Évolution de la taille des grains

La figure IV.4 présente les différentes microstructures du MB aux températures de (200°C, 300°C et 400°C) maintenue pendant 1h, 2h et 4h. Le MB présente une microstructure à grains equiaxes quel que soit la température et le temps de maintien du traitement thermique.

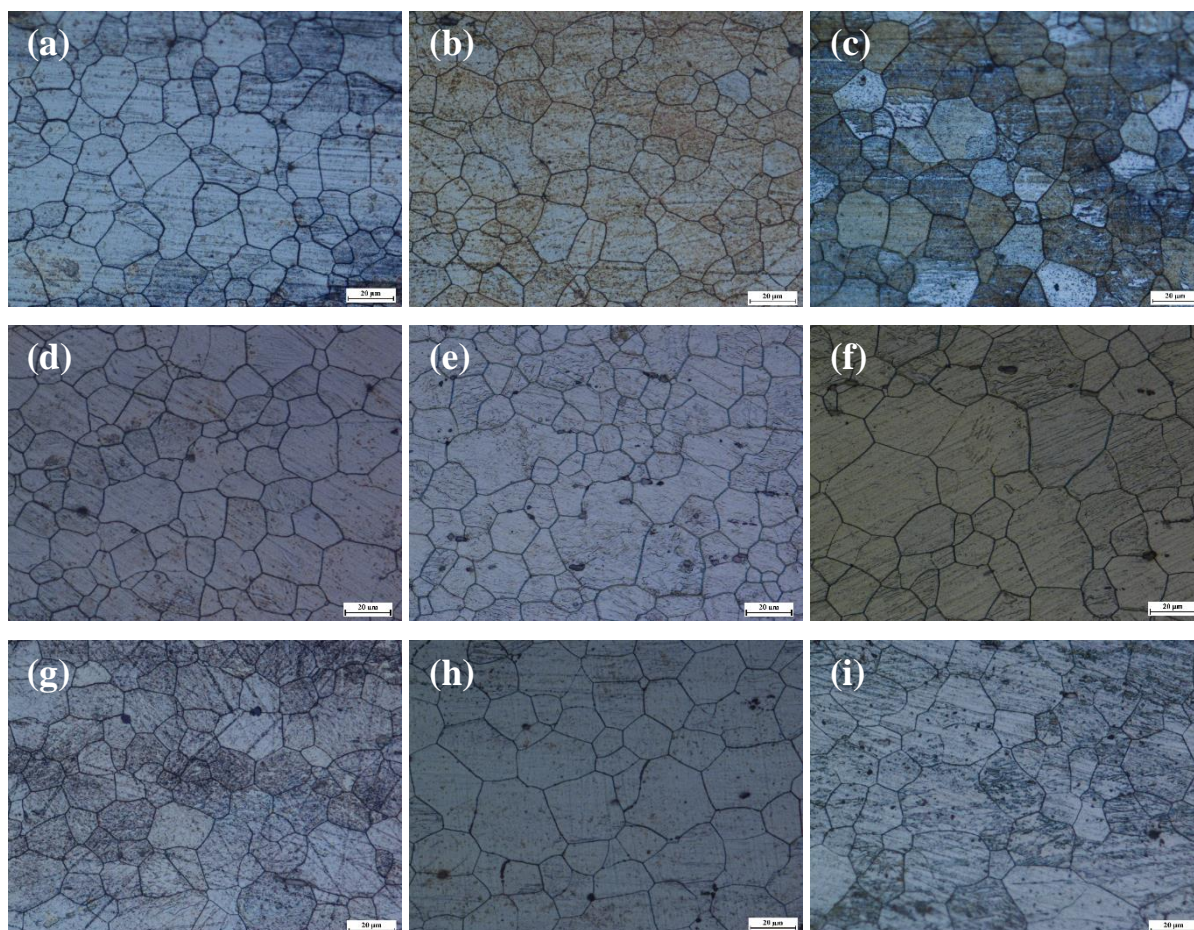


Figure IV. 4 : Microstructure du MB différents traitements thermiques post-soudage (a) 200°C. (b) 300°C et (c) 400°C pendant 1h. (d) 200°C. (e) 300°C et (f) 400°C pendant 2h. (g) 200°C. (h) 300°C et (i) 400°C pendant 4h.

L'alliage de magnésium AZ31 utilisé dans cette étude a été manufacturé par laminage à chaud. En effet, la forme équiaxe des grains de cet alliage tel que reçu c.à.d. la structure recristallisée du MB est due à la recristallisation dynamique pendant le processus du laminage à chaud ce qui va diminuer considérablement l'énergie stockée et par conséquent la force motrice pour la recristallisation statique pendant les traitements thermiques ultérieures. Cela indique que l'énergie d'activation de la recristallisation statique n'est pas suffisante pour favoriser la nucléation et la croissance de nouveaux grains. De plus, les macles vus sur la microstructure de cet alliage sont identifiés comme des macles de traction (principalement présents dans les plaques AZ31 brutes de laminage) [96]–[98] qui sont résistants à la nucléation pendant la recristallisation [83], [139]. Aussi, sa grande stabilité thermique dans une large gamme de température [110], conduisant à la diminution de l'énergie stockée, et donc la force motrice pour la recristallisation statique.

La figure IV.5 montre l'évolution de la taille moyenne des grains du MB en fonction du PWHT. La taille moyenne des grains varie légèrement entre 14 et 19 μm à mesure que la température varie de 200°C à 400°C et le temps varie d'une (01) heure à (04) heures.

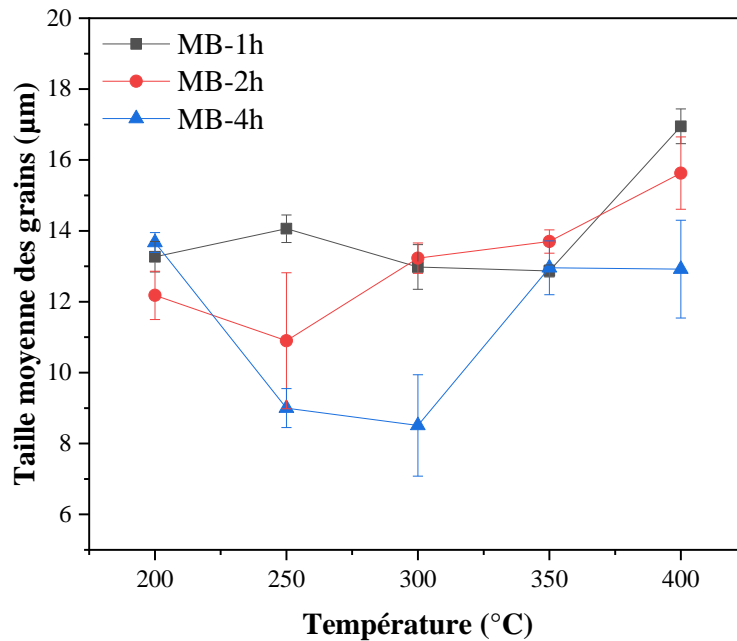


Figure IV. 5 : Évolution de la taille moyenne des grains du MB en fonction de la température et du temps de maintien des PWHT.

IV.2.2.2. Évolution des intermétalliques dans le MB

La figure IV.6 et le tableau IV.1 présentent les images MEB du MB obtenues par un détecteur BSD4 et l'analyse élémentaire par EDS des particules blanches, respectivement, sous certaines conditions de PWHT.

L'analyse montre que les particules blanches correspondent à des intermétalliques Al-Mn avec un rapport stœchiométrique R compris entre 1 et 3, la plupart des intermétalliques ont un rapport R entre 1.5 et 2 qui représente la plage d'existence des intermétallique Al_8Mn_5 . La taille de ces intermétalliques varie entre 1 et 11 μm avec une taille moyenne entre 2 et 3.7 μm . L'inter-Distance entre deux intermétalliques varie entre les valeurs minimales de 1.5 et 6 μm et des valeurs maximales de 19.65 et 53.96 μm . Ces intermétalliques sont maintenus stable dans la marge de température du traitement thermique.

Les intermétalliques Al_8Mn_5 n'ont pas été dissous au cours des PWHT. Ils sont en effet maintenus dans la matrice en raison de leur très grande stabilité dans la plage de température de 598°C - 642°C [111]. Il a été rapporté que ce type de précipité contribue à la

stabilité et à l'homogénéité de la microstructure du MB [112]. Cependant, au cours des traitements thermiques le rapport stœchiométrique Al/(Mn+Fe) de certains intermétalliques de types Al-Mn évolue indiquant que ces intermétalliques sont enrichies en Al qui pourrait être expliqué, plus probablement, par la formation des intermétalliques $Al_{11}Mn_4$ nouvellement précipité autour des intermétalliques Al_8Mn_5 [30]. [149].

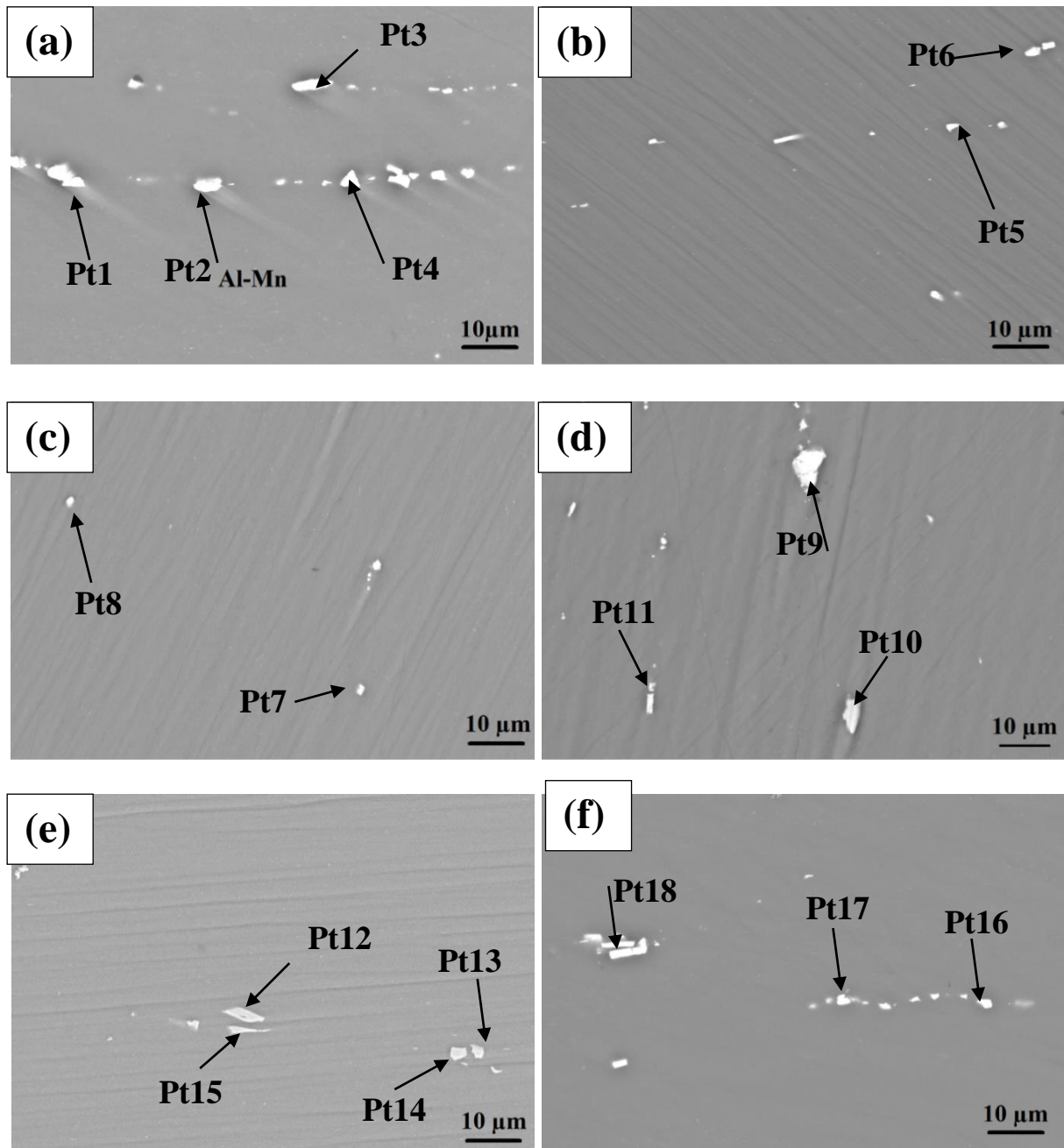


Figure IV. 6: Effet de la température du traitement thermique sur la distribution et la taille des intermétalliques Al-Mn dans le MB à (a) 200°C.1h. (b) 250°C.1h. (c) 250°C.2h. (d) 300°C.1h. (d) 250°C.4h. (e) 350°C.4h.

Tableau IV. 1 : Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans du MB sous certaines conditions de PWHT.

Zones	Points	Al	Mn+Fe	Mg	Si	Zn	R=Al/(Mn+Fe)
200°C.1h	Pt1	58.26	19.25	20.06	2.28	0.15	3.03
	Pt2	49.19	15.86	32.07	2.69	0.19	3.10
	Pt3	51.89	18.01	27.52	2.45	0.14	2.88
	Pt4	47.40	16.01	34.18	2.09	0.32	2.96
250°C.1h	Pt5	37.88	14.62	46.43	0.88	0.18	2.59
	Pt6	49.37	13.31	35.82	1.14	0.36	3.71
250°C.2h	Pt7	53.46	18.14	27.01	1.00	0.38	2.95
	Pt8	36.45	23.00	38.46	1.74	0.34	1.58
300°C.1h	Pt9	65.98	29.15	3.45	0.97	0.46	2.26
	Pt10	50.03	32.84	15.52	1.23	0.37	1.52
	Pt11	26.18	14.60	57.44	1.47	0.31	1.79
250°C.4h	Pt12	61.10	32.28	6.45	-	0.17	2.09
	Pt13	62.48	33.19	3.65	-	0.68	2.33
	Pt14	64.41	32.15	3.11	-	0.33	2.08
	Pt15	59.16	32.91	7.32	-	0.61	2.40
350°C.4h	Pt16	28.56	10.47	58.97	1.81	0.18	2.73
	Pt17	31.41	11.16	55.33	1.91	0.18	2.84
	Pt18	39.72	22.03	35.72	2.42	0.12	1.80

IV.2.3. Caractérisation microstructurale de la ZN durant PWHT

La caractérisation microstructurale se base sur l'évolution de la taille des grains, la taille, les intermétalliques et l'estimation du degré d'activation des macles.

IV.2.3.1. Évolution de la microstructure de la ZN

Les figures IV.7, IV.8 et IV.9 présentent les microstructures de la ZN aux différentes températures des PWHT pendant 1h, 2h et 4h respectivement. Les microstructures de la ZN pendant les PWHT sont assez différentes. Pour des températures dans la plage de 200°C-300°C, on observe une morphologie semblable, de grain uniforme et proche de celle de la ZN avant PWHT. Au-dessus de 300°C, la ZN présente une croissance anormale des grains avec une dispersion de petits grains au niveau des joints de grains ou à l'intérieur du grain grossi.

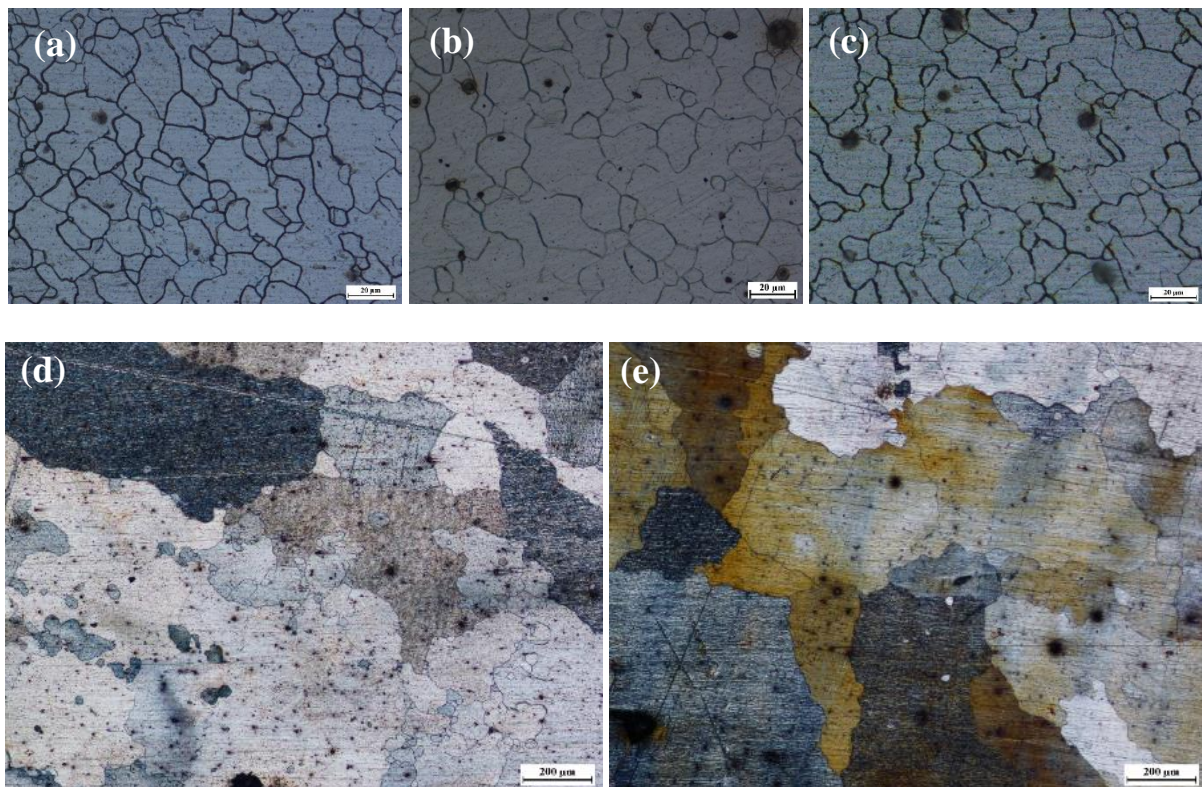


Figure IV. 7 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 1h.

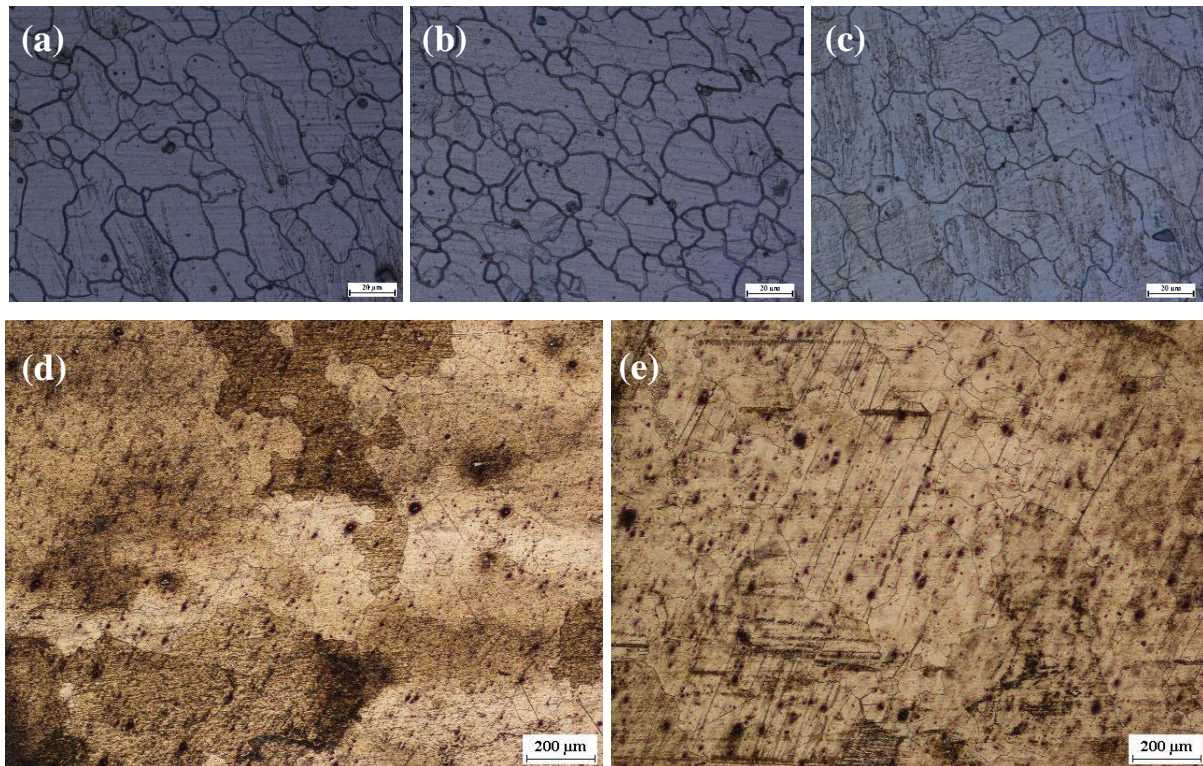


Figure IV. 8 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 2h.

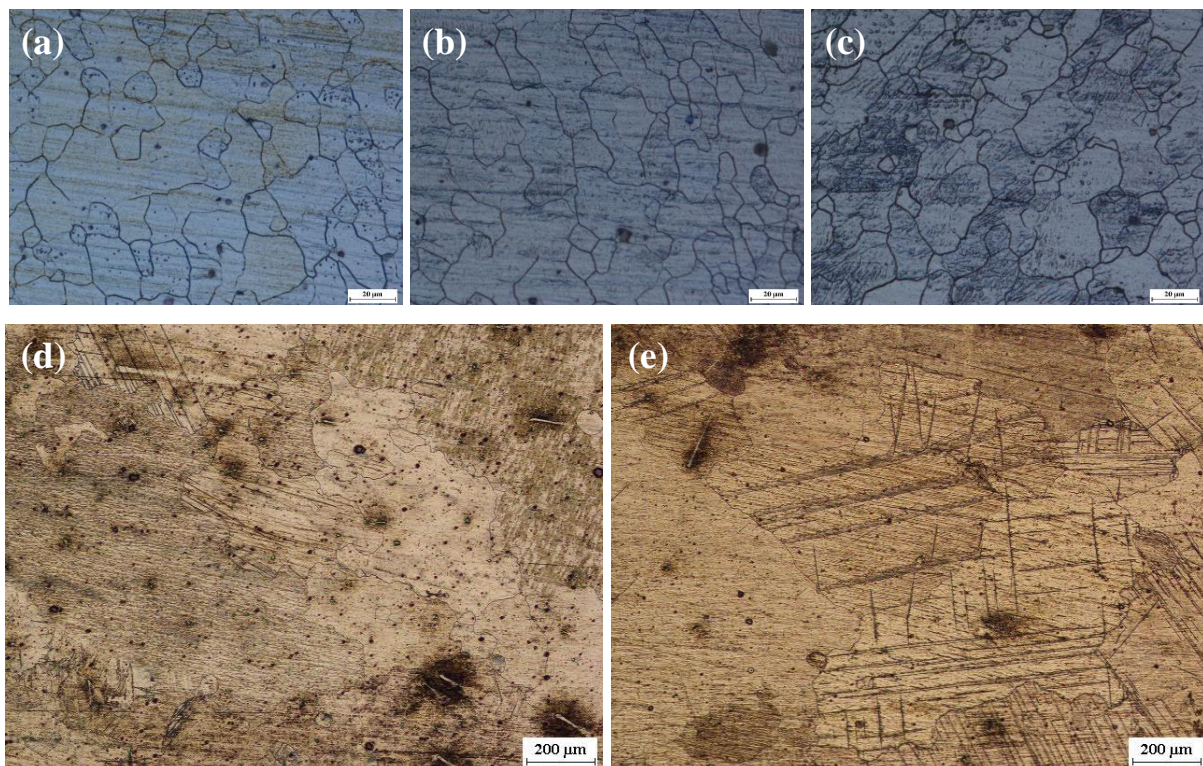


Figure IV. 9 : Microstructures de la ZN aux températures de (a) 200°C. (b) 250°C. (c) 300°C. (d) 350 °C et (e) 400°C pendant 4h.

Dans les microstructures de la ZN obtenues après PWHT, la taille moyenne des grains dépend fortement de la température du PWHT. La similitude des microstructures aux températures entre 200°C et 300°C (figure IV.7 (a.b.c), figure IV.8 (a.b.c), figure IV.9 (a.b.c)) nous permet de déduire que la température et le temps de maintien n'ont pas un effet significatif sur la taille moyenne des grains.

Au-dessus de 300°C, la croissance des grains est anormale et la microstructure devient hétérogène. La croissance des grains, comme le montrent la figure IV.7 (d.e), la figure IV.8 (d.e) et la figure IV.9 (d.e) se produit en consommant les grains environnants [69]. Le grossissement anormal des grains, dans l'intervalle de température [350°C-400°C], s'explique par la migration rapide de certains joints de grains. Il devrait entraîner une croissance sélective de grains spécifique ce qui implique une orientation préférentielle du grossissement de grains [114].

La figure IV.10 représente l'évolution de la taille moyenne des grains de la ZN en fonction de la température des PWHT pour des temps de maintien de 1, 2 et 4 heures.

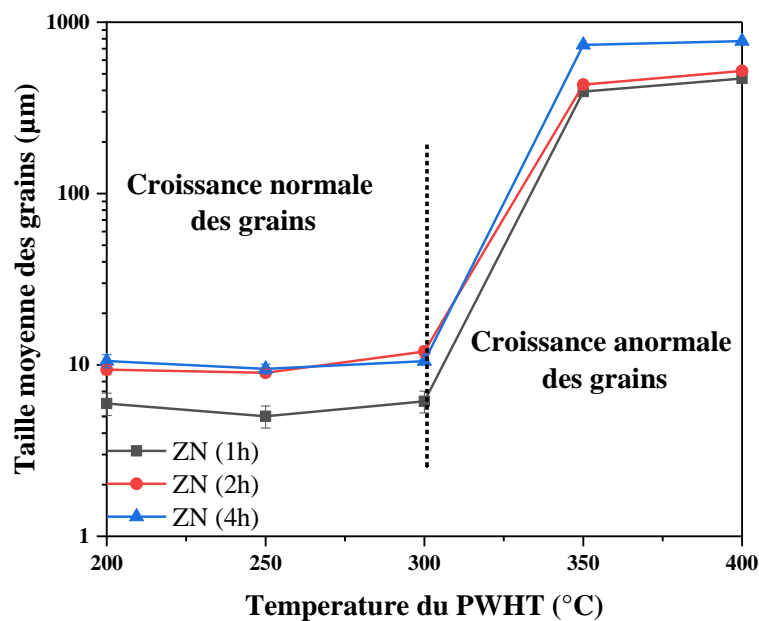


Figure IV. 10 : Évolution de la taille moyenne des grains dans la ZN pendant les PWHT.

Dans la plage de températures de 300°C à 400°C, la taille moyenne des grains a augmenté jusqu'à 470 µm, 530 µm et 776 µm pour 1h, 2h et 4h respectivement. Cependant, à des températures inférieures à 300°C, la taille des grains évolue légèrement dans la ZN et reste presque constante. Pour une température donnée, l'augmentation du temps de maintien du traitement thermique post-soudage de 1h jusqu'à 4h a entraîné une légère augmentation de la taille des grains dans la ZN. Une étude similaire confirme l'évolution de la taille des grains

observée dans ce travail [115]. Ainsi, dans le cas du soudage par friction, une déformation préalable inhomogène pourrait être l'une des raisons de la croissance anormale des grains [116].

Cependant, l'évolution de la taille moyenne des grains dans la ZN en fonction des différentes conditions du PWHT présentées sur la figure IV.10 ci-dessus, n'est pas représentatives de l'évolution globale de la taille des grains, en particulier dans l'intervalles de température de [350°C-400°C] et quel que soit la température et le temps de maintien.

La figure IV.11 présente des microstructures de la ZN après PWHT aux températures de 350°C et 400°C maintenues pendant 1h. L'observation microscopique de la ZN après les différents PWHT dans l'intervalle de température 300°C-400°C révèle que la ZN présente des grains équiaxes dont la taille varie entre 6 et 11 μm . On remarque qu'à partir de 350°C qu'il y a des grains fins au milieu des grains grossis due à la recristallisation statique.

On en déduit que la recristallisation statique et la croissance des grains ont eu lieu simultanément. Ainsi, l'augmentation de la température et le temps de maintien du PWHT favorise fortement l'apparition d'une recristallisation statique et d'une croissance des grains à des températures supérieures à 300°C.

En raison de la distribution irrégulière de la déformation plastique pendant le soudage FSW. Le PWHT peut provoquer une évolution microstructurale hétérogène. En particulier, aux températures supérieures à 300°C c.à.d. le grossissement de grains aux températures supérieures à 300°C peut être accompagné par une recristallisation statique. Ainsi, la variation des mécanismes microstructuraux dans la plage de température de 200°C-400°C est une conséquence de l'énergie d'activation de la mobilité des joints de grains [117].

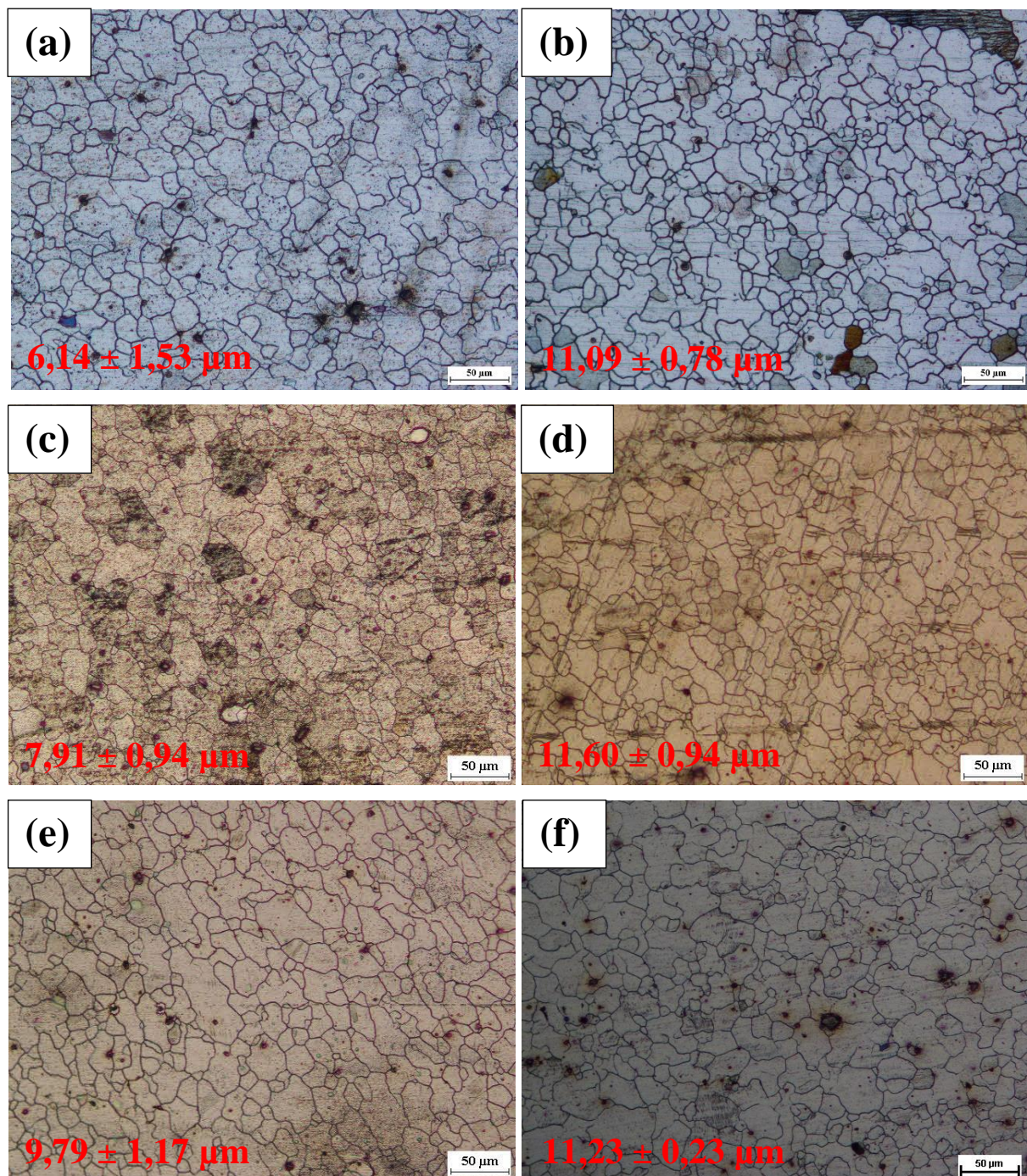


Figure IV. 11 : Microstructure de la ZN après PWHT à 350°C pendant (a) 1h, (c) 2h, (e) 4h et à 400°C pendant (b) 1h, (d) 2h et (f) 4h.

IV.2.3.2. Estimation du degré d'activation des macles

Les spectres de diffraction des rayons X dans la ZN après les PWHT avec l'identification des plans cristallographiques sont listés dans l'annexe 4.

Nous rappelons que le degré d'activation des macles de contraction est exprimé par le rapport entre l'intensité du pic (10-11) et l'intensité du pic (0002) (dénoté comme $(I(10-11)/I(0002))$) tandis que le degré d'activation des macles d'extension exprimé par est exprimé par le rapport entre l'intensité du pic (10-12) et l'intensité du pic (0002) (dénoté comme $(I(10-12)/I(0002))$) [101]. La figure IV.12 ci-dessous présente l'évolution du degré d'activation des macles en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT dans la ZN. La figure IV.12 montre bien deux phase d'évolution dans la ZN. En effet, aux basses températures (inférieures à 300°C), les macles sont moins actives tandis qu'aux hautes températures (supérieures à 300°C) la mobilité des macles devient plus importante.

Après le soudage FSW, la recristallisation dynamique peut être incomplète dans la ZN ce qui permet de conserver en partie la microstructure héritée de l'histoire thermomécanique qui présente un intérêt en terme de quantité des macles. L'augmentation du degré d'activation des macles est accompagnée par un grossissement de grains.

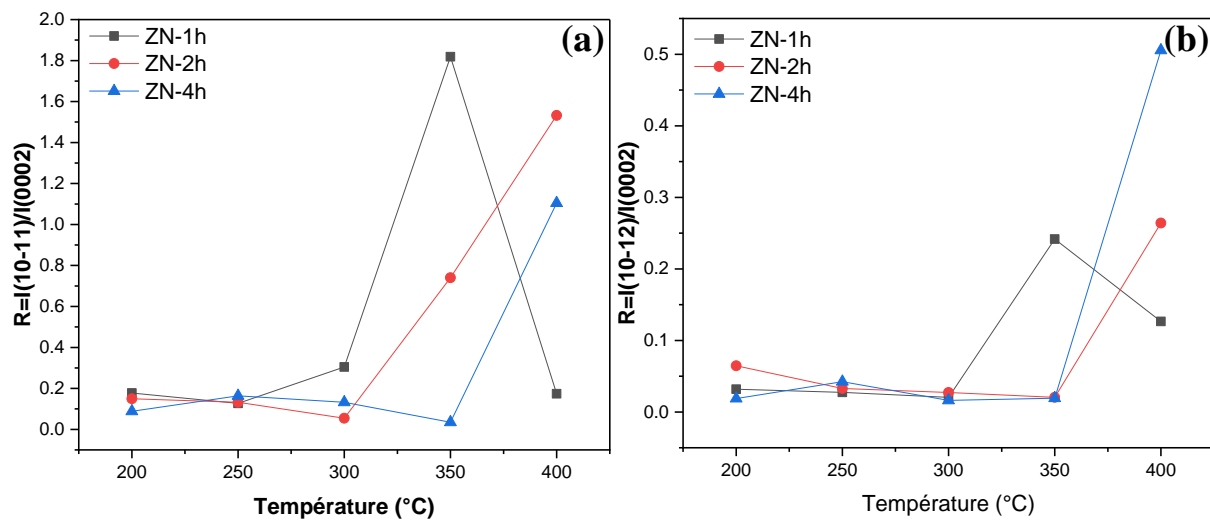


Figure IV. 12: Degré d'activation des macles dans la ZN après PWHT (a) macles de contraction (10 -11). (b) macles d'extension (10 -12).

À des températures supérieures à 300°C, le degré d'activation des macles augmente indiquant une création des macles thermiques (pendant PWHT) par le mouvement des joints de grains. Cette région de la ZN produit une grande force motrice pour la migration des joints de grains. Elle subissait une grande vitesse de déformation (la vitesse de malaxage à l'interface pion/matière), est en effet celle qui favorise d'avantage la genèse des macles. Aussi, la présence des macles joue un rôle de barrière contre le mouvement des dislocations en retardant ainsi la recristallisation statique et favorisant le grossissement des grains. Cette variation du degré d'activation des macles montre une très grande sensibilité à la température

du PWHT. Aux températures inférieures à 300°C, les macles d'extension et de contraction montre une certaine stabilité thermique ce qui a contribué à garder une microstructure à grains fins [118]. Tandis qu'aux températures supérieures à 300°C, la stabilité thermique est réduite indiquant un degré d'activation important ce qui pourrait être expliqué par la migration des macles activées thermiquement [119]. En outre, la mobilité thermique des macles dépend fortement de la température de recuit.

La figure IV.13 présente une microstructure de la ZN à une température de 400°C maintenu pendant 4 heures. La diminution de la taille moyenne des grains est à l'origine de la nucléation de nouveaux grains par recristallisation statique au détriment de gros grains (défavorisés par une énergie stockée plus importante). Le mouvement de joints de grains pendant les traitements thermiques semble donc favorable à la création des macles. Gleiter et al. [120] suppose que le maclage thermique ne se produit qu'à partir d'une certaine distance parcourue par les joints de grains. La migration des joints de grains favorise la genèse des macles thermiques. La croissance drastique des grains n'était pas une simple croissance des grains, mais qu'elle était accompagnée de la nucléation et de la croissance de grains nouvellement formés, ce qui est lié à la distribution inhomogène de la déformation stockée et de l'orientation cristallographique.

Dans l'intervalle de température de 200°C-300°C, la taille moyenne des grains n'évolue presque pas et les macles ne sont pas activées. Cette situation pourrait être expliquée par une restauration statique efficace où la mobilité des joints de grains est réduite. Cette restauration statique précède la recristallisation statique qui se développe lentement (fortement constaté dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement) ce qui implique une variation du mécanisme dans l'énergie d'activation de la mobilité des joints de grains. Aux températures supérieures à 300°C, la recristallisation statique et le grossissement de grains se produisent simultanément. La variation dans la nucléation de nouveaux grains dans certains grains est due à la différence dans la distribution de la déformation entre les grains voisins. La migration des joints de grains laisse derrière elle des macles qui sont plus actives à des températures supérieures à 300°C. La recristallisation statique est ainsi dépendante de l'activation des macles car ces derniers sont des sites préférentiels de la recristallisation.

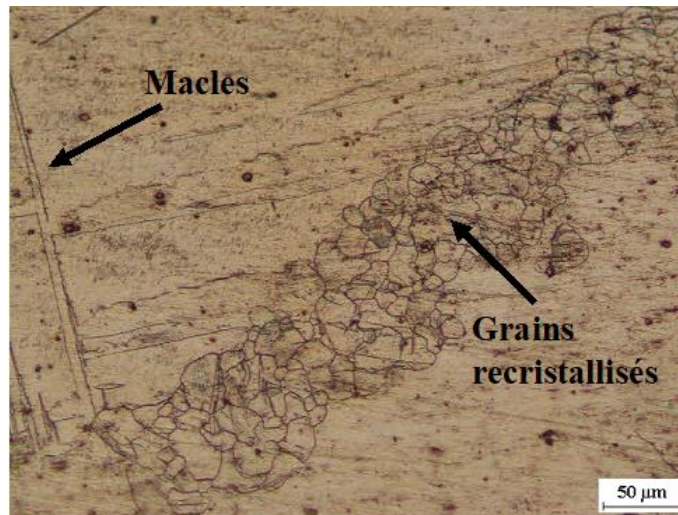


Figure IV. 13 : Grains recristallisés et formation des macles dans la ZN à 400°C pendant 4h.

Jusqu'à présent, il n'y a pas eu d'étude systématique sur la mobilité thermique des macles en fonction de la température et du temps de maintien des PWHT de joints FSW. L'origine de cette activation n'est pas connue à l'heure actuelle, mais il s'agit d'un élément important à explorer dans le cadre d'une étude ultérieure.

IV.2.3.3. Évolution des intermétalliques dans la ZN

La figure IV.14 (a-d) présente les images BSE de la ZN après les PWHT aux conditions suivantes : (200°C.1h), (300°C.1h), (250°C.4h) et (350°C.4h) respectivement. Des particules blanches de différentes morphologies sont observées telles que des formes en bâtonnets, polygonale avec des particules minuscules ou grossières. Ces intermétalliques se présentent sous forme d'amas continue ou discontinue avec une taille moyenne d'environ 2 à 5µm. Il s'agit des Al_8Mn_5 . Une analyse EDS met en évidence la composition chimique élémentaire de ces particules (tableau IV.2). En calculant le rapport stœchiométrique (Al/Mn+Fe), nous trouvons une valeur comprise entre 1.4 et 3.25. Nous remarquons que ce rapport évolue au cours des PWHT, et toute variation de ce rapport indique une variation de la stœchiométrie des intermétalliques Al-Mn. En effet, ce rapport augmente de 1.6 jusqu'à 3 ce qui pourrait être expliqué, plus probablement, par la formation des intermétallique $Al_{11}Mn_4$ nouvellement précipité autour des intermétalliques Al_8Mn_5 [30], [149].

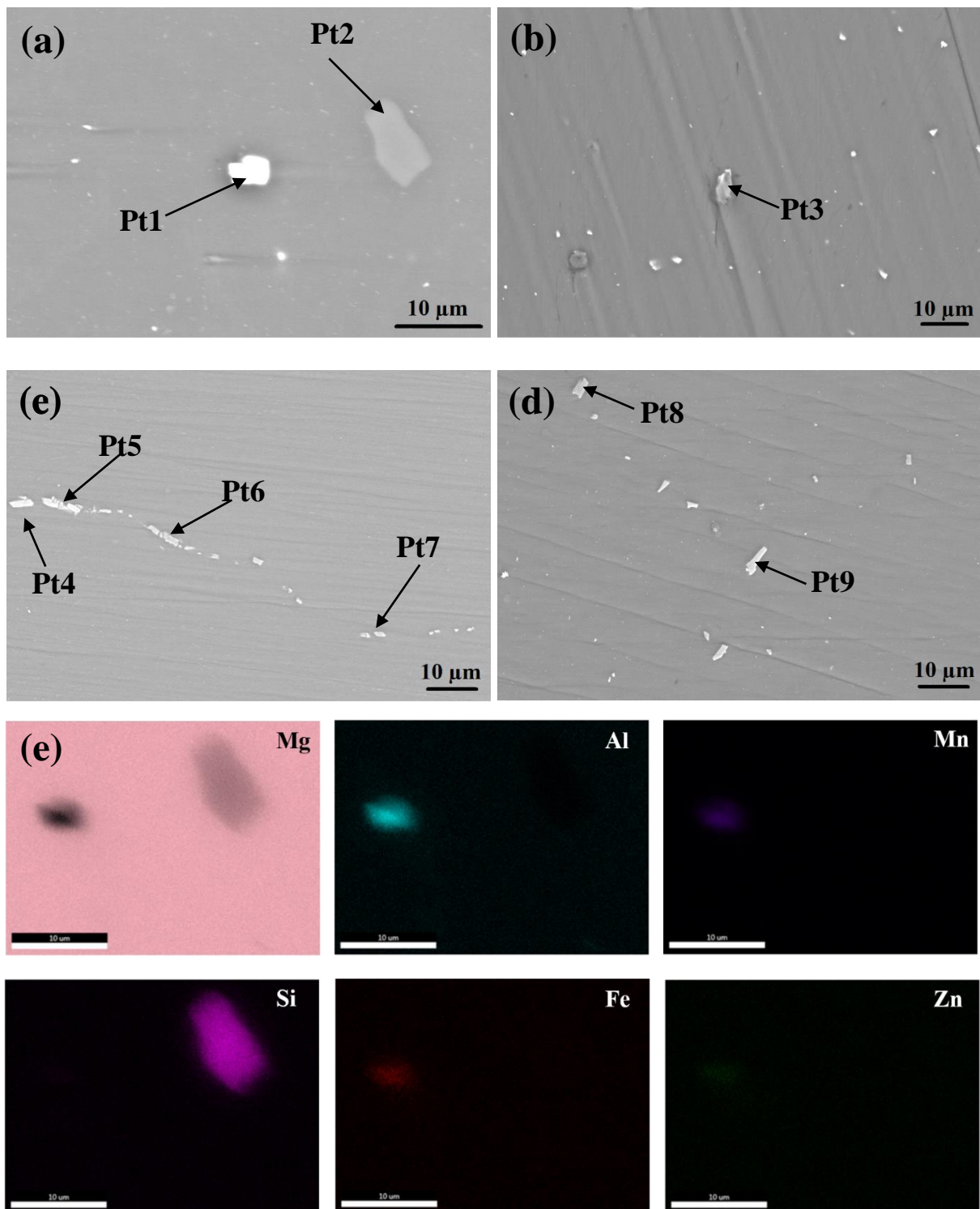


Figure IV. 14 : Evolution de la taille des intermétalliques Al-Mn à (a) 200°C-1h. (b) 300°C-1h (c) 250°C-4h. (d) 350°C-4h. (e) distribution des éléments d'alliage dans la ZN à 200°C.1h.

Tableau IV. 2 : Composition chimique élémentaire des points analysés par EDS dans la ZN sous certaines conditions de PWHT.

Zones	Points	Al	Mn+Fe	Mg	Si	Zn	R=Al/(Mn+Fe)
200°C.1h	Pt1	48.46	23.60	25.71	2.21	0.02	2.05
	Pt2	1.80	-	69.88	28.29	0.03	-
300°C.1h	Pt3	42.63	19.57	35.74	1.43	0.63	2.18
250°C.4h	Pt4	63.36	30.30	5.59	-	0.75	2.09
	Pt5	48.13	20.59	31.16	-	0.12	2.33
	Pt6	55.01	26.41	17.86	-	0.71	2.08
	Pt7	52.87	21.97	24.73	-	0.44	2.40
350°C.4h	Pt8	47.85	33.64	18.35	-	0.15	1.42
	Pt9	6.28	13.89	79.41	-	0.43	2.21

Les intermétalliques $Al_{11}Mn_4$ ont en général une forme globulaire dont la taille et la fraction des intermétalliques d' $Al_{11}Mn_4$ formés autour des particules d' Al_8Mn_5 augmentent avec l'augmentation de la température et le temps du maintien du PWHT. La cinétique de cette transformation est relativement lente. La dissolution des précipités $Mg_{17}Al_{12}$ enrichie la matrice en Al, ce pourrait contribuer à la formation des intermétalliques $Al_{11}Mn_4$. Étant donné que l'Al diffusé de la matrice de Mg vers l' Al_8Mn_5 participe à la transformation de l' $Al_8Mn_5 \rightarrow Al_{11}Mn_4$, on s'attend à ce que la teneur locale en Al dans le α -Mg ait un effet sur la transformation. La taille des précipités, en générale, pendant la déformation à chaud dépend de la vitesse de refroidissement (trempe), ce qui implique que la taille des précipités ne change pas si la vitesse de refroidissement ne change pas. Il a été également mentionné que la croissance des grains qui s'est produite dans le ZN après traitement thermique dans la plage de température de 300°C-400°C a été attribuée au minuscule intermétalliques Al_8Mn_5 [112].

Les intermétalliques d' Al_8Mn_5 ne se dissolvent pas pendant les PWHT. Elles sont maintenues stables dans la matrice Mg. Leurs tailles minuscules peuvent être un facteur favorisant le grossissement des grains tandis que les intermétalliques grossiers favorisent le grossissement anormal des grains [112]. En outre, le FSW et le PWHT n'affectent pas la présence des Al_8Mn_5 . De plus, de nombreux intermétalliques Al-Mn dispersés dans la microstructure ne sont pas identifiés en raison de leur petite taille.

IV.3. Effet du PWHT sur l'évolution de la micro-dureté

La figure IV.15 montre les courbes de distribution de la micro-dureté dans le MB (figure IV.15.a) et la ZN (figure IV.15.b) qui ont subi des PWHT pendant 1, 2 et 4 heures dans l'intervalle de température de 200°C-400°C. D'une manière générale ;

- L'évolution de la micro-dureté est conservé constante dans le MB dans la marge de température du traitement thermique et diminue dans la ZN en fonction de la température.
- Les valeurs maximales de micro-dureté sont mesurées à un temps de maintien de 2h.

L'évolution de la micro-dureté est fortement liée aux hétérogénéités métallurgiques. Le MB présente une stabilité thermique quel que soit les conditions des PWHT. La micro-dureté de la ZN est principalement associée à l'apport de chaleur pendant les PWHT et à la modification de la taille des grains qui s'ensuit ; un apport de chaleur plus faible conduit à une microstructure avec une taille de grain plus fine entraînant une micro-dureté ou une résistance plus élevée. Par conséquent, l'apport de chaleur plus important favorise le grossissement des grains. Ce qui entraîne une diminution de la micro-dureté.

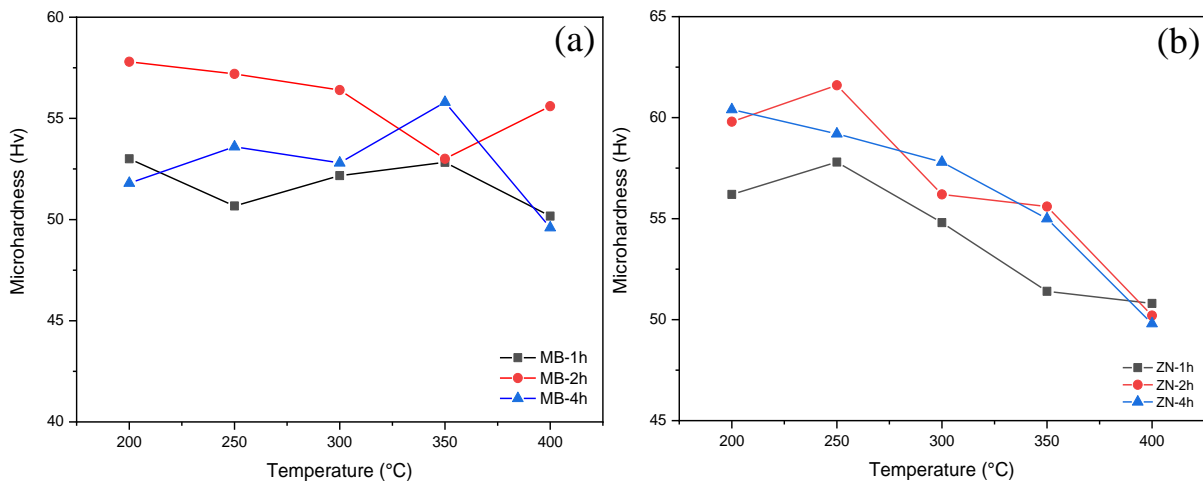


Figure IV. 15:Évolution de la micro-dureté en fonction du temps et de la température des traitements thermiques dans la marge de 200°C-400°C ; dans le (a) MB, (b) ZN.

L'évolution de la micro-dureté est principalement liée à l'évolution de la taille des grains observée. Avec une taille moyenne des grains uniforme dans le MB. Une faible variation de micro-dureté a été constatée. Mais avec une augmentation dramatique de la taille des grains dans la ZN. Des mesures de micro-dureté plus faibles ont été obtenues.

L'analyse expérimentale de la microstructure et de la micro-dureté nous permet d'étudier l'effet de durcissement dû à l'évolution de la taille des grains dans le MB et la ZN au cours des PWHT. Les valeurs moyennes de la taille des grains et de la micro-dureté dans

chaque zone aux différentes conditions de traitements thermiques et l'écart type correspondant ont été utilisées. Dans cette étude, nous pouvons observer que l'influence de la taille des grains sur la micro-dureté ne suit pas la relation de Hall-Petch car le facteur de corrélation est très faible (Figure VI.16). Ceci est dû à l'influence de la densité de dislocation et la densité des macles au cours des PWHT.

Après les PWHT, la micro-dureté dépend de la taille des grains où les joints de grains sont l'obstacle principal aux mouvements des dislocations. Selon la relation de Hall-Petch l'augmentation de la taille des grains réduit les valeurs de micro-dureté.

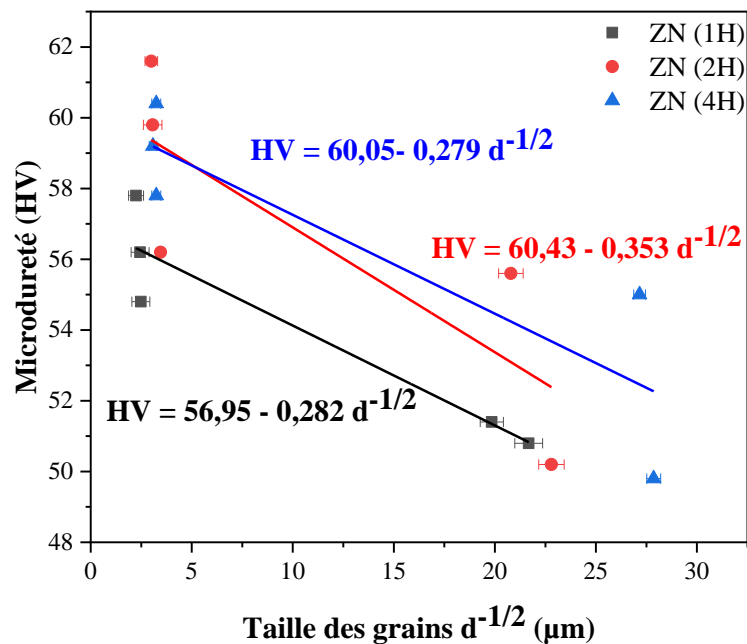


Figure IV. 16 : Tracé de la relation Hall-Petch de la ZN après traitement thermique dans la gamme de température de 200°C - 400°C.

À partir de la figure IV.16, le coefficient de détermination R^2 obtenue à partir de la régression linéaire de l'équation de Hall-Petch est de 0.76, 0.353 et 0.525 pendant les PWHT d'une 1h, 2h et 4h respectivement. Le résultat indique qu'avec l'augmentation du temps de maintien des PWHT d'autres facteurs comme la densité des dislocations peuvent avoir un effet important sur la micro-dureté. Yang et al. [45] ont rapporté que la micro-dureté est insensible à la l'augmentation de la taille de grain quand cette dernière est supérieure à 10 μm .

IV.4. Conclusion

Dans ce chapitre, l'analyse microstructurale du MB et de la ZN du joint FSW-AZ31 après les PWHT a été présentée. Les conclusions suivantes peuvent être en tirées :

- Dans le MB, la microstructure subit une stabilité thermique sur l'intervalle 200°C-400°C. le PWHT ne change rien en termes de microstructure, intermétalliques présents ou la micro-dureté. L'AZ31 n'est pas un alliage à durcissement structurale, il ne se durcit pas par traitement thermique.
- Quel que soit le temps de maintien du PWHT, la taille moyenne des grains dans la ZN reste inchangée dans la plage de température de 200°C à 300°C. Cependant, une croissance importante des grains est observée pour les températures supérieures à 300°C. Au-delà de cette température, la microstructure subit un grossissement de grain.
- L'analyse des phases par DRX confirme la présence des intermétalliques Al_8Mn_5 ainsi que la matrice α -Mg. Pendant le PWHT, le rapport Al/Mn évolue en raison de la formation d'intermétallique $Al_{11}Mn_4$ autour des particules Al_8Mn_5 , qui augmente avec la température de PWHT et le temps de maintien.
- Les macles sont thermiquement instables pendant le PWHT aux températures supérieures à 300°C. À partir de 350°C, l'activation des macles est assez importante. Une température de recuit élevée augmente considérablement leur mobilité thermique.
- La micro-dureté dans la ZN diminue au cours des PWHT. Elle ne dépend pas seulement de la taille des grains, d'autres facteurs tels que les macles et la densité des dislocations peuvent contribuer.

Chapitre V

Effet du PWHT sur le comportement électrochimique du joint AZ31

V.1.Introduction

Les PWHT provoque l'évolution de la microstructure par plusieurs mécanismes (stabilité thermique dans le MB, recristallisation et grossissement de grains dans la ZN). Une relation entre la taille des grains et les propriétés électrochimiques décrivant la résistance à la corrosion peut être établi, tout en considérant la contribution des intermétalliques et l'activation des macles. Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats du protocole électrochimique en expliquant l'influence des différents paramètres microstructuraux dans la ZN pendant les PWHT.

V.2.Effet du PWHT sur le comportement électrochimique du MB et de la ZN

V.2.1.Potentiel à circuit ouvert OCP

Les mesures du potentiel à circuit ouvert ont été réalisées dans une solution de 3.5% wt. NaCl à la température ambiante pendant 1 heure d'immersion. La figure V.1 et la figure V.2 présentent l'évolution du potentiel à circuit ouvert en fonction du temps du MB et de la ZN après les PWHT respectivement. Le tableau V.1 et le tableau V.2 résume les OCP du MB et de la ZN respectivement pendant différentes conditions, de temps et de température, du PWHT.

Pour le MB (figure V.1-a.b.c) et d'une manière générale, les valeurs de l'OCP évoluent légèrement pendant les PWHT. Quel que soit le temps de maintien, l'OCP présente la même variation en fonction de la température du PWHT. En effet, l'OCP augmente de -1.550 mV à 200°C jusqu'à -1.430 mV à 300°C puis diminue jusqu'à -1.556 mV à 400°C pendant 1h de PWHT. Il augmente de -1.551 mV à 200°C jusqu'à -1.542 mV à 300°C puis diminue jusqu'à -1.554 mV à 400°C pendant 2h de PWHT. Il augmente de -1.551 mV à 200°C jusqu'à -1.555 mV à 300°C puis diminue jusqu'à -1.545 mV à 400°C pendant 4h de PWHT. En générale, l'allure d'OCP est caractérisée par une montée successive qui peut être expliqué par la formation du film passif ensuite le potentiel libre commence à se stabiliser au bout de 10 mn dans certains cas du PWHT.

La stabilité thermique de la microstructure du MB pendant les PWHT rend les mesures d'OCP plus stables. De plus, la fraction et la composition élémentaire des intermétalliques Al_8Mn_5 ne change pas pendant les PWHT contribue aussi à la stabilité des potentiel OCP pendant l'immersion dans une solution de chlorure.

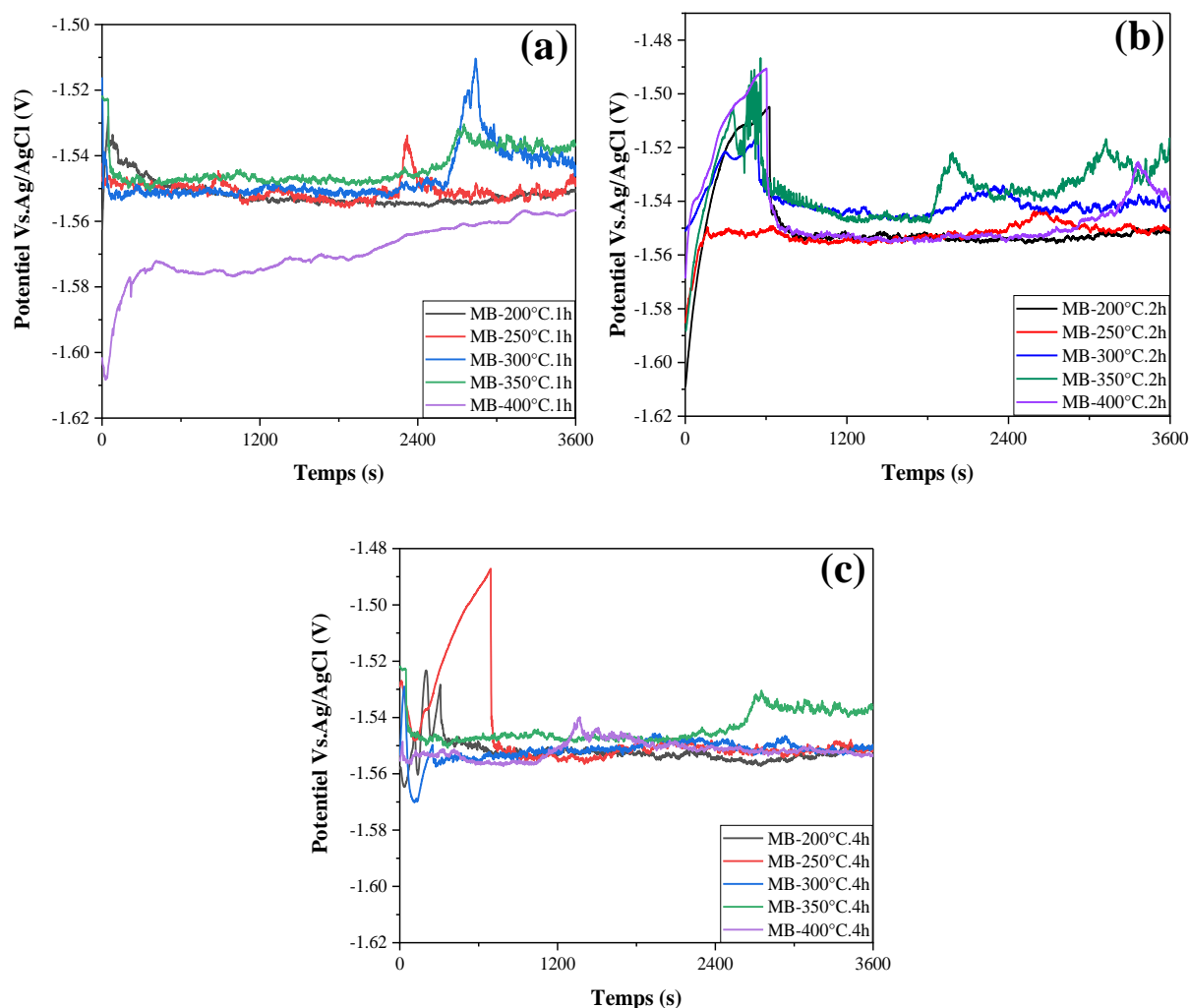


Figure V. 1 : Evolution du potentiel à circuit ouvert OCP dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante du MB après PWHT (a) pendant 1h, (b) pendant 2h, (c) pendant 4h.

Pour la ZN (figure V.2-a.b.c), la stabilisation des potentiels de la ZN après PWHT à 200°C et 250°C pendant 1h est atteinte après 20 min d'immersion, en augmentant le temps de maintien à 2h et 4h la stabilisation des potentiels OCP se décale qu'après 20 min et 10 min d'immersion. Les potentiels de la ZN après PWHT se trouvent entre -1.527 mV et -1.558 mV. Tandis que le potentiel se stabilise au bout de 10 min après PWHT dans l'intervalle de température de 300°C à 400°C pendant 2h et 4h. D'une manière générale, les potentiels OCP dans la ZN se décalent vers les potentiels les plus négatifs en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT et le potentiel d'OCP le plus noble est mesuré après PWHT à 200°C pendant 1h. Une nouvelle augmentation du potentiel OCP peut être observée sur les courbes du MB et de la ZN (figure V.1 et figure V.2), ceci pourrait s'expliquer par l'épaississement progressif du film d'oxyde [121].

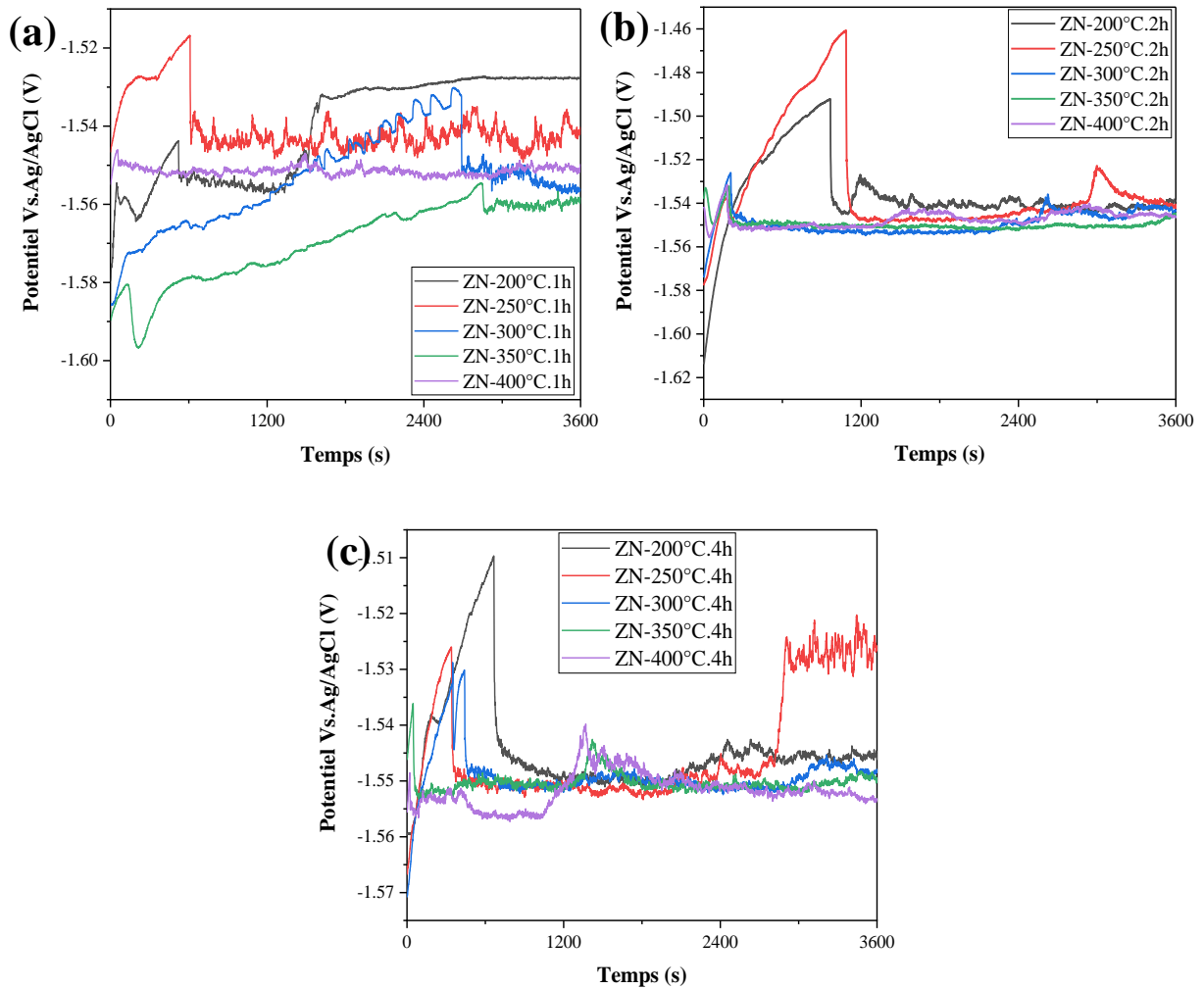


Figure V. 2 : Evolution du potentiel à circuit ouvert OCP dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante de la ZN après PWHT (a) pendant 1h, (b) pendant 2h, (c) pendant 4h.

Tableau V. 1 : Valeurs d'OCP pendant les PWHT du MB.

		200°C	250°C	300°C	350°C	400°C
MB	1h	-1.550	-1.460	-1.430	-1.535	-1.556
	2h	-1.551	-1.550	-1.542	-1.530	-1.54
	4h	-1.551	-1.551	-1.550	-1.520	-1.545

Tableau V. 2 : Valeurs d'OCP pendant les PWHT de la ZN.

		200°C	250°C	300°C	350°C	400°C
ZN	1h	-1.527	-1.540	-1.556	-1.558	-1.550
	2h	-1.538	-1.540	-1.543	-1.545	-1.546
	4h	-1.545	-1.525	-1.547	-1.549	-1.553

Il est suggéré que la stabilisation du potentiel d'OCP est influencée par la taille des grains et la présence des intermétallique Al_8Mn_5 . Il est évident que la ZN présente des microstructures recristallisées ou à grains grossiers dont la taille moyenne des grains est fortement influencée par les PWHT. Aussi, le rapport stœchiométrique $Al/(Mn + Fe)$ évolue en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT.

Figure V.3 montre la propagation de la corrosion filiforme après les mesures OCP sur une coupe transversale du joint FSW-AZ31 après PWHT pendant 1h à 200°C et 400°C respectivement.

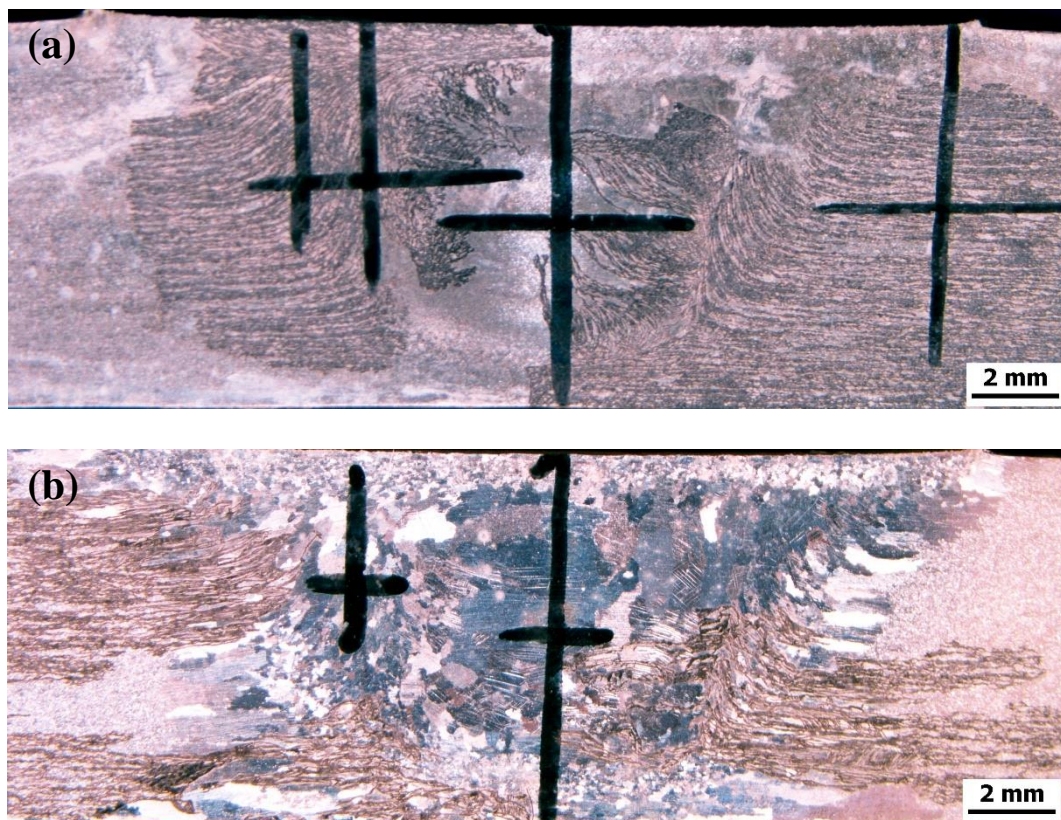


Figure V. 3 : Image macrographique du joint AZ31 après PWHT à (a) 200°C pendant 1h et (b) 400°C pendant 1h montrant la propagation de la corrosion filiforme.

La corrosion filiforme est très apparente dans le MB. La ZN à 400°C semble moins susceptible à l'attaque par la corrosion filiforme. La corrosion filiforme semble prendre la direction d'allongement des grains c.à.d. de laminage dans le MB et la direction du flux de matière dans la ZN et de même la ZATM. Le changement de la direction de la propagation de la corrosion filiforme provoque un décalage de potentiel entre le MB et la ZN. En effet, une microstructure homogène avec une distribution uniforme des grains fins provoque une corrosion filiforme [34],[86],[122].

V.2.2.Polarisation potentiodynamique PDP

Les mesures de la polarisation potentiodynamique, du MB et de la ZN après PWHT dans la marge de température de 200°C-400°C pendant 1h, 2h et 4h, ont été effectuées dans une solution de 3.5% NaCl à la température ambiante après une mesure d'OCP préalable. La figure V.4 présente ces courbes de polarisation du MB et de la ZN. Les courbes de PDP ne présentent pas la même apparence générale, ce qui indique que les mécanismes de corrosion de la ZN et du MB se diffèrent.

Pour le MB (figure V.4-a.b.c), les courbes de polarisation se décalent vers les potentiels des plus positifs en fonction du temps de maintien et vers les densités de courant les plus élevées en fonction de la température du PWHT ce qui indique une vitesse de réaction cathodique élevée, tandis qu'une faible densité de courant indique une faible performance en tant que cathode. En ce qui concerne la ZN (figure V.4-d.e.f), les valeurs d' I_{corr} se décalent vers les valeurs les plus faibles. La valeur la plus faible est mesurée à la température 300°C indiquant une résistance à la corrosion. La valeur du potentiel de corrosion E_{corr} est le point où les réactions anodiques et cathodiques sont en équilibre. Le potentiel E_{corr} et la densité de courant I_{corr} ont ensuite augmenté tout en augmentant le produit de corrosion.

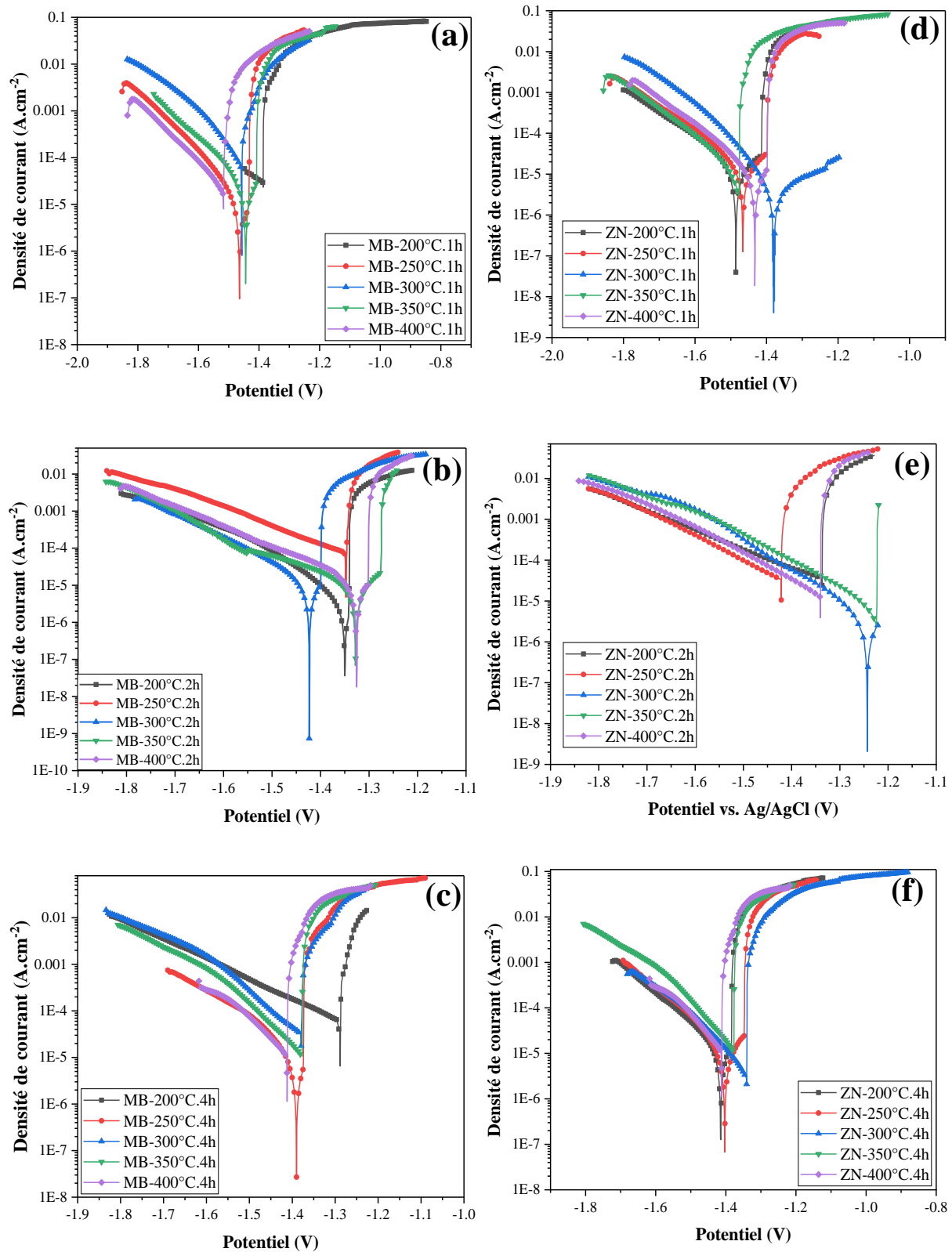


Figure V. 4 : Courbe de polarisation (Tafel) du MB après PWHT pendant (a) 1h, (b) 2h, (c) 4h et de la ZN après PWHT pendant (d) 1h, (e) 2h et (f) 4h.

Les courbes de PDP révèlent l'effet du PWHT sur les réactions anodiques et cathodiques du MB (figure V.4-a.b.c) et de la ZN (figure V.4-d.e.f). Pour des valeurs de potentiel inférieures à E_{corr} , les courbes de Tafel montrent une réaction cathodique caractérisée par une évolution de l'hydrogène comme indiqué par l'équation (V.1).

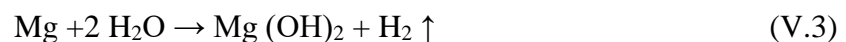


Pour des valeurs de potentiel supérieures à E_{corr} , les courbes de Tafel présentent une réaction anodique qui est supposée représenter la dissolution anodique de l' α -Mg selon la réaction (V.2) :



Certaines branches anodiques montrent un point d'inflexion (appelé Breakdown potentiel E_b) correspondant au début de la détérioration de la couche d'oxyde formée c.à.d. à la rupture de passivité, ce qui indique que l'alliage a subi une rupture localisée plus importante. Williams et al.[123] ont révélé que le point de claquage est une région d'activité anodique locale intense. Ainsi, la branche anodique peut être divisée en deux régions : (i) la région passive où le potentiel E est dans le domaine [E_{corr} , E_b] et (ii) les régions de claquage où le potentiel E est supérieur à E_b . Le domaine [E_{corr} , E_b] fournit une protection supplémentaire de la surface de la ZN, plus le domaine de passivation est large plus le produit de corrosion est épais. La modification de la microstructure de la ZN après les PWHT est à l'origine de la non-uniformité et la non stabilité du domaine de passivation.

Les réactions de corrosion impliquées dans les milieux neutres et alcalins pour le magnésium et leurs alliages sont similaires. La réaction globale (V.3) peut être exprimée comme suit :



Cependant, la réaction ci-dessus présente une description générale et n'explique pas l'implication des différentes étapes de la corrosion. L'oxyde formé naturellement ou le film passif présent sur l'alliage peut présenter une résistance élevée à la corrosion jusqu'à une certaine période d'exposition. Mais le même alliage peut soudainement présenter une corrosion très rapide après avoir dépassé une période d'exposition critique à laquelle la corrosion filiforme commence. Par conséquent, la propriété de corrosion des alliages de magnésium est associée à la nature du film d'oxyde naturellement formé présent sur leurs surfaces et également liée aux éléments d'alliage cathodiques présents dans la matrice.

Les tableaux respectifs V.3 et V.4 rassemblent les différents paramètres électrochimiques obtenus par l'extrapolation de Tafel des courbes de PDP du MB et de la ZN.

Tableau V. 3 : paramètres électrochimiques du MB pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de PDP par l'extrapolation de Tafel.

1 heure	E_b (V)	E_{corr} (v)	I_{corr} (μA/cm²)	β_c (mV)	β_a (mv)	 E_b-E_{corr}
200 °C	-	-1.386	29.62	223	0	-
250°C	-1.433	-1.464	18.728	151	207	0.031
300°C	-	-1.456	59.852	97	0	-
350°C	-1.408	-1.444	35.068	167	202	0.036
400°C	-	-1.516	23.24	154	0	-
2 heures	E_b (V)	E_{corr} (v)	I_{corr} (μA/cm²)	β_c (mV)	β_a (mv)	 E_b-E_{corr}
200 °C	-1.342	-1.349	5.856	138	153	0.007
250°C	-	-1.347	37.536	10	0	-
300°C	-1.4	-1.423	14.304	154	136	0.023
350°C	-1.275	-1.327	16.984	279	179	0.052
400°C	-1.301	-1.325	19.28	196	215	0.024
4 heures	E_b (V)	E_{corr} (v)	I_{corr} (μA/cm²)	β_c (mV)	β_a (mv)	 E_b-E_{corr}
200 °C	-	-1.288	26.38	20	0	-
250°C	-1.374	-1.39	9.02	103	133	0.016
300°C	-	-1.379	32.46	143	0	-
350°C	-1.35	-1.359	7.992	163	320	0.009
400°C	-	-1.471	51.56	143	0	-

Tableau V. 4 : paramètres électrochimiques de la ZN pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de PDP par l'extrapolation de Tafel.

1 heure	E_b (V)	E_{corr} (v)	I_{corr} (μA/cm²)	β_c (mV)	β_a (mv)	 E_b-E_{corr}
200 °C	-1.414	-1.485	22.828	183	292	0.071
250°C	-1.398	-1.465	20.368	170	215	0.067
300°C	-1.238	-1.379	2.74	65	126	0.14
350°C	-	-1.477	13.34	149	0	-
400°C	-1.398	-1.432	15.528	158	249	0.034
2 heures	E_b	E_{corr}	I_{corr} (μA/cm²)	β_c	β_a	 E_b-E_{corr}
200 °C	-	-1.336	32.32	213	0	-
250°C	-	-1.421	34.544	167	0	-
300°C	-	-1.242	4.216	129	0	-
350°C	-	-1.224	7.588	157	0	-
400°C	-	-1.34	15.072	158	0	-
4 heures	E_b	E_{corr}	I_{corr} (μA/cm²)	β_c	β_a	 E_b-E_{corr}
200 °C	-1.383	-1.414	17.512	167	171	0.031
250°C	-1.347	-1.402	15.176	174	176	0.055
300°C	-	-1.34	6.14	144	0	
350°C	-	-1.378	11.216	111	0	-
400°C	-	-1.412	11.7	107	0	-

La figure V.5 présente l'évolution des valeurs de "E_{corr}" et "I_{corr}" dans la ZN, présentées sur le tableau V.4, en fonction de la température et le temps de maintien des PWHT. Les valeurs les plus nobles de "E_{corr}" et "I_{corr}". c.à.d. les valeurs les plus faibles de I_{corr} et les valeurs les plus positifs de E_{corr}, sont mesurées à 300°C, tandis que Les valeurs de I_{corr} aux températures supérieures à 300°C sont faibles que celle mesurées aux températures inférieures à 300°C.

À 300°, les valeurs de I_{corr} sont classées en fonction du temps de maintien de la manière suivante : ZN (1h) = 2.74 μA/cm² < ZN (2h) = 4.216 μA/cm² < ZN (4h) = 6.14 μA/cm². Parallèlement, les mesures de "E_{corr}" dans la ZN ont indiqué une évolution

similaire que celle de "Icorr" dont le classement de E_{corr} à 300°C en fonction du temps de maintien des PWHT est le suivant : $\text{ZN (1h)} = -1.379 \text{ mV} < \text{ZN (4h)} = -1.34 \text{ mV} < \text{ZN (2h)} = -1.242 \text{ mV}$. À partir des résultats de PDP, la ZN présente une bonne résistance à la corrosion à 300°C pendant 1h.

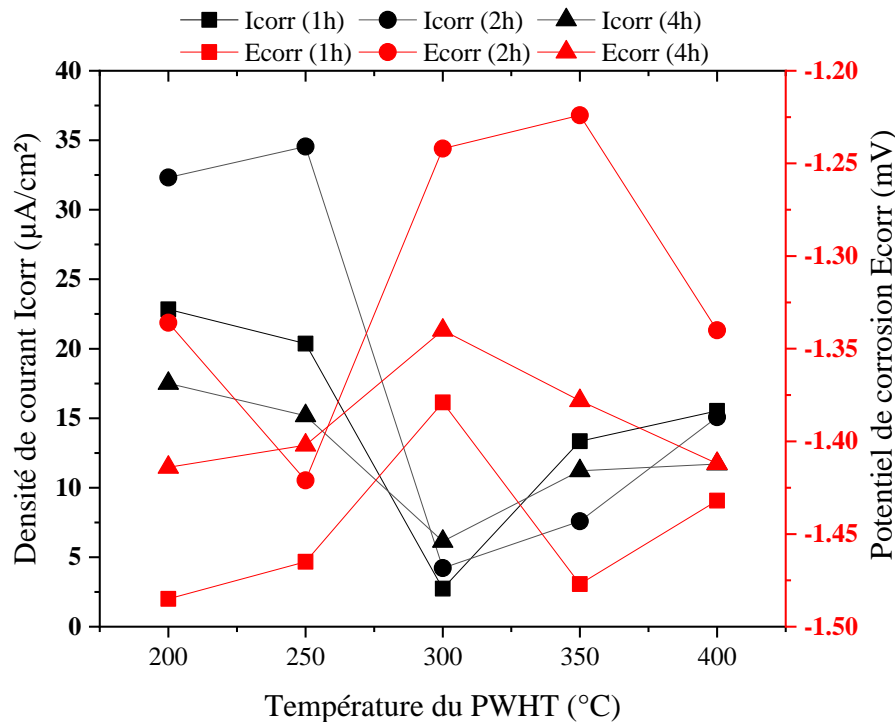


Figure V. 5 : Évolution de "Ecorr" et "Icorr" dans la ZN en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT.

V.2.3.Spectroscopie d'impédance électrochimique

Les mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique SIE ont été effectuées dans une solution de 3.5% wt. NaCl à la température ambiante après 1 heure d'immersion. La figure V.6 et la figure V.7 présentent respectivement les courbes de Nyquist et de bode du MB et de la ZN après les PWHT (dont la température varie entre 200°C et 400°C pendant une durée varie entre 1h et 4h).

La figure V.6-a.b.c présente les courbes de Nyquist du MB après PWHT. Les courbes de Nyquist sont caractérisées par une boucle capacitive aux hautes fréquences et une boucle inductive aux basses fréquences ; à savoir type (I). Le diamètre de la boucle capacitive est associé à la résistance au transfert de charge R_{ct} , qui est liée à la résistance à la corrosion. Le diamètre de la boucle inductive R_l pourrait être attribué au phénomène de dissolution du

métal dans le processus de corrosion. Il est corrélé à la rupture du film produit par la corrosion native par corrosion par piqûres. Le changement de la taille de la boucle inductive peut suggérer la diminution de l'épaisseur ou la détérioration de la couche d'oxyde [103]. On peut suggérer que le degré de la réponse SIE inductive dépend de l'épaisseur de la couche de corrosion formée [103]. La résistance R_{tc} augmente avec l'augmentation de la température du PWHT. Cependant, la résistance R_{tc} diminue en prolongeant le temps de maintien du PWHT. Le diamètre de la courbe inductive semble avoir la même tendance que la courbe capacitive ce qui peut être une conséquence de la résistance du film passif à la pénétration des chlorures de Cl^- .

La figure V.6-d.e.f présente les courbes de Bode du MB après PWHT. Aux hautes fréquences, le pic de phase augmente en fonction de la température du PWHT jusqu'à atteindre un maximum de $\sim 80^\circ$ ce qui est attribué au comportement capacitif du MB. En plus, la hauteur et surface au-dessous de pic augmentent graduellement en fonction de la température du PWHT confirmant un comportement capacitif et une amélioration de la résistance à la corrosion fournie par la formation du film passif.

La figure V.7-a.b.c présente les courbes de Nyquist de la ZN après les PWHT. Les tracés de Nyquist révèlent la présence de deux types différents de diagrammes d'impédance : le type (I) se caractérise, dans certaines conditions de PWHT, par une seule boucle capacitive dans le domaine des hautes et moyennes fréquences et une boucle inductive aux basses fréquences. Tandis que, dans d'autres conditions, type (II) se caractérise par deux boucles capacitives sur tout le domaine de fréquence. La valeur de l'impédance à diminuer en prolongeant le temps de maintien. ceci est aussi constater à partir des courbes de Nyquist dont le diamètre des boucles capacitives diminue. Les courbes de Nyquist indiquent la formation d'une couche passive sur la surface du ZN avant la dissolution anodique. Plus le R_{ct} est élevée plus le film passif est épais attribuant une protectivité contre la propagation de la corrosion. Au cours des traitements thermiques la ZN présente un comportement inductif. Le diamètre de la boucle inductive diminue avec l'augmentation de la température et prolongation du temps des PWHT. Ce qui indique une attaque localisée du film passif.

La figure V.7-d.e.f présente les courbes de Bode de la ZN après PWHT. Le module $|Z|$ et le pic de phase augmentent avec l'augmentation de la température du PWHT suggérant la contribution du film passif dans l'amélioration de la résistance à la corrosion. Le déplacement des pics de phase vers les basses fréquences indique un renforcement du film passif. D'une manière générale. Les valeurs de $|Z|$ diminuent significativement avec l'augmentation de la

température et du temps de maintien des PWHT. Ainsi, la dissolution du Mg sera retardée en raison de la participation de la couche passive à la protection de la surface.

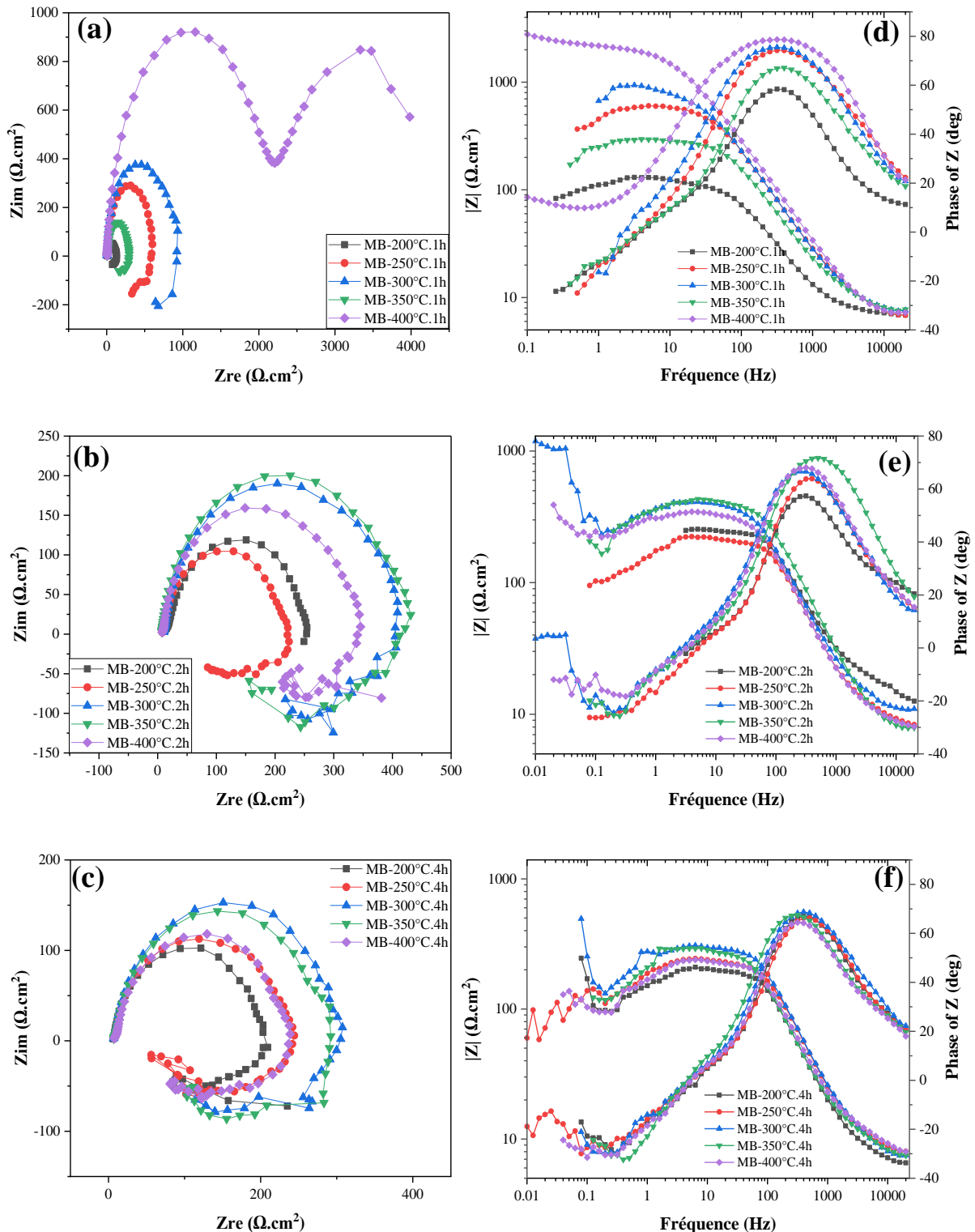


Figure V. 6 : Courbe de Nyquist et de Bode (module et phase) du MB après PWHT dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante (a.d) 1h. (b.e) 2h. (c.f) 4h.

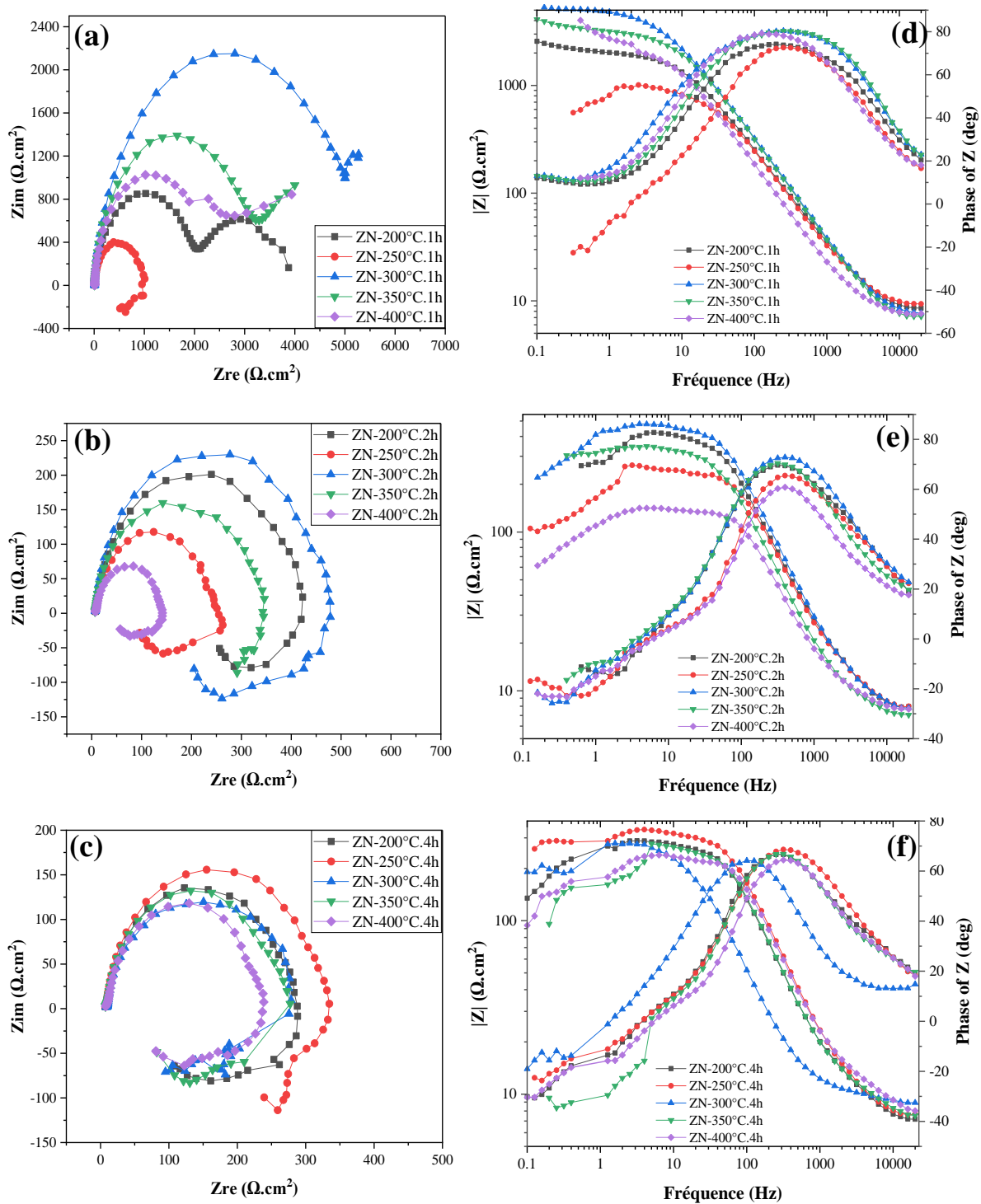


Figure V. 7 : Courbe de Nyquist et de Bode (module et phase) de la ZN après PWHT dans une solution de 3.5 NaCl à la température ambiante (a.d) 1h, (b.e) 2h, (c.f) 4h.

À partir des résultats de SIE, quel que soit les conditions des PWHT la résistance à la corrosion de la ZN est toujours plus élevée que celles du MB. Un PWHT à une température

de 300°C pendant 1h de maintien attribue à la ZN la meilleure résistance à la corrosion. Pour des maintient plus prolongée, la couche d'oxyde devient plus stable mais moins résistante.

Les différentes courbes de Nyquist sont ajustées avec le logiciel ZSimpWin 3.22 où la valeur du Chi-Square varie entre 10^{-4} et 10^{-3} . Les circuits équivalents aux courbes de Nyquist sont présentés sur la figure V.8. Le tableau V.5 (p.132) et le tableau V.6 (p.133) résume les paramètres électrochimiques ajustés convenablement aux courbes de Nyquist du MB et de la ZN respectivement pendant différentes conditions de temps et de température du PWHT.

Conformément aux spectres d'impédance, le circuit équivalent (figure V.8) est proposé pour ajuster les données électrochimiques. Les composants des circuits électriques équivalents R_s , CPE, Rct, pour simuler la réponse capacitive, et R_i et L pour simuler la réponse inductive des spectres d'impédance. Deux modèles de circuits équivalents différents ont été proposés : le type I (figure V.8-a) et le type II (figure V.8-b).

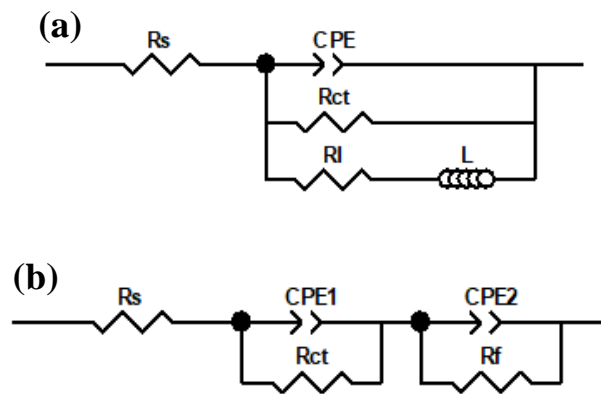


Figure V. 8 : Circuit équivalent ; (a) type (I). (b) type (II).

Le type I du modèle de circuit équivalent est caractérisé par une capacité à double couche parallèle au R_{ct} . Cette capacité à double couche représente la boucle capacitive à haute fréquence. La valeur de la capacité diminue avec l'augmentation de la température du PWHT et du temps de maintien. Ainsi, le PWHT augmente la capacité, ce qui indique la destruction de la couche d'oxyde formée. Cette augmentation est principalement due à la réduction de la densité des joints de grains. En outre, la résistance inductive de la ZN après PWHT augmente avec l'augmentation de la température et du temps. Le type II du modèle de circuit équivalent montre les couches externes aux hautes fréquences et la couche barrière déterminée aux basses fréquences.

Des valeurs plus élevées de R_s , R_{ct} et R_f indiquent une meilleure résistance à la corrosion, tandis que des valeurs plus faibles de CPE_1 et CPE_2 indiquent un film passif épais formé à la surface des matériaux

Le comportement CPE doit être associé à la rugosité de la surface de l'électrode, la phase (diagramme de Bode figure V.6-d.e.f et figure V.7-d.e.f) diminuant à moins de 90° lorsque la rugosité de la surface augmente. Le comportement CPE peut être utilisé pour estimer la rugosité de la surface de l'électrode. La rugosité de l'interface électrochimique est responsable de ce comportement CPE caractéristique. Le changement des valeurs CPE avec l'épaisseur du film d'oxyde est une conséquence du changement de la rugosité du film d'oxyde. En outre, l'augmentation des valeurs CPE est attribuée à la diffusion des anions Cl^- à travers et dans le film d'oxyde. En raison de la diminution de la densité des joints de grains, de l'hétérogénéité de la surface de l'électrode et de la diminution de l'épaisseur du film d'oxyde, la distribution du potentiel et du courant à la surface de l'électrode n'est pas uniforme.

V.3.Effet de la microstructure sur la résistance à la corrosion

Le comportement électrochimique des soudures par friction-malaxage de l'alliage AZ31 est assez complexe. Il est influencé par les facteurs suivants : (i) la densité des joints de grains et les macles et (ii) la taille et la distribution des différents IMC Al-Mn.

V.3.1.Effet des joints de grains

La figure V.9 présente une corrélation entre l'évolution de la résistance du transfert de charge et l'évolution de la taille des grains en fonction de la température et le temps de maintien du PWHT dans la ZN.

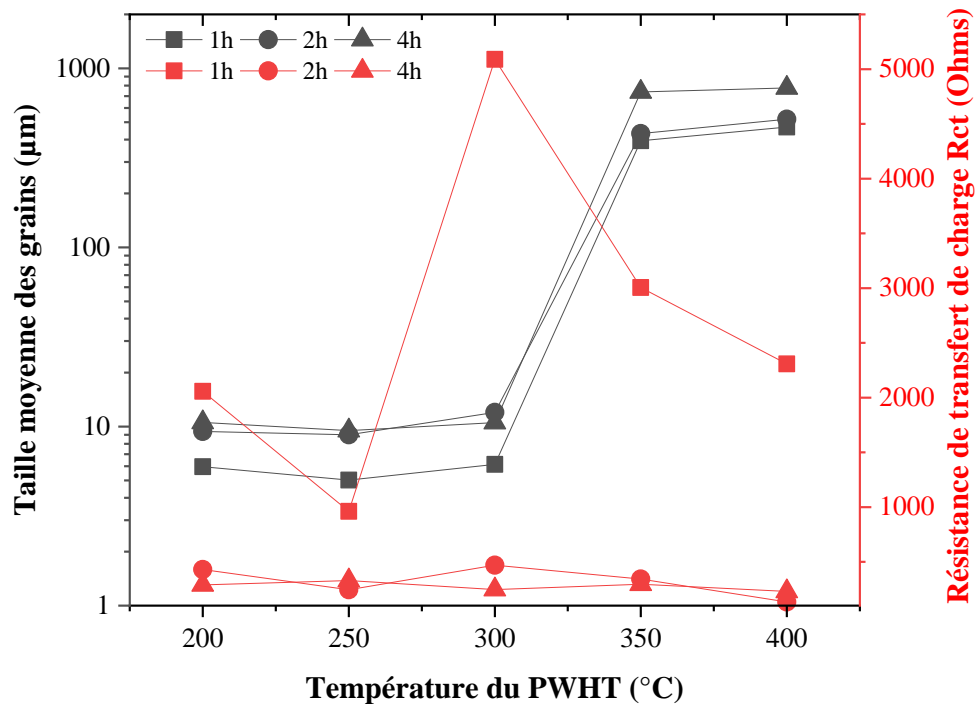


Figure V. 9 : Evolution de la taille des grains et de la résistance de transfert de charge en fonction de la température et du temps de maintien du PWHT dans la ZN.

Nous remarquons que la résistance à la corrosion R_{ct} de la ZN dépend fortement de la taille des grains de la ZN. En effet, à des températures dans l'intervalle de [200°C-300°C] où la taille moyenne des grains évolue légèrement, la ZN présente des valeurs de R_{ct} élevée qui évoluent d'une manière aléatoire jusqu'à ce qu'elle atteigne son maximum à 300°C avec une valeur de 5090 Ohms atteinte à 300°C. À des températures supérieures à 300°C, la valeur de R_{ct} diminue en raison du grossissement anormal des grains que la ZN a subi. En plus, les PWHT pendant 1h de maintien donne de haute performance en termes de résistance à la corrosion en raison d'affinement de grain et ainsi l'augmentation de l'épaisseur du film passif. Les potentiels et les densités de courant continuent à augmenter ce qui correspond à l'épaississement de la couche d'oxyde.

V.3.2. Mesure du potentiel Volta au niveau des joints de grains

Pour mettre en évidence l'effet des joints de grains sur la résistance à la corrosion, des mesures KPFM sur les surfaces MB et ZN du joint FSW-AZ31 sont obtenues sur une zone de

balayage de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$. La Figure V.10 et figure V.11 montrent la topographie de surface et la distribution de potentiel respectivement.

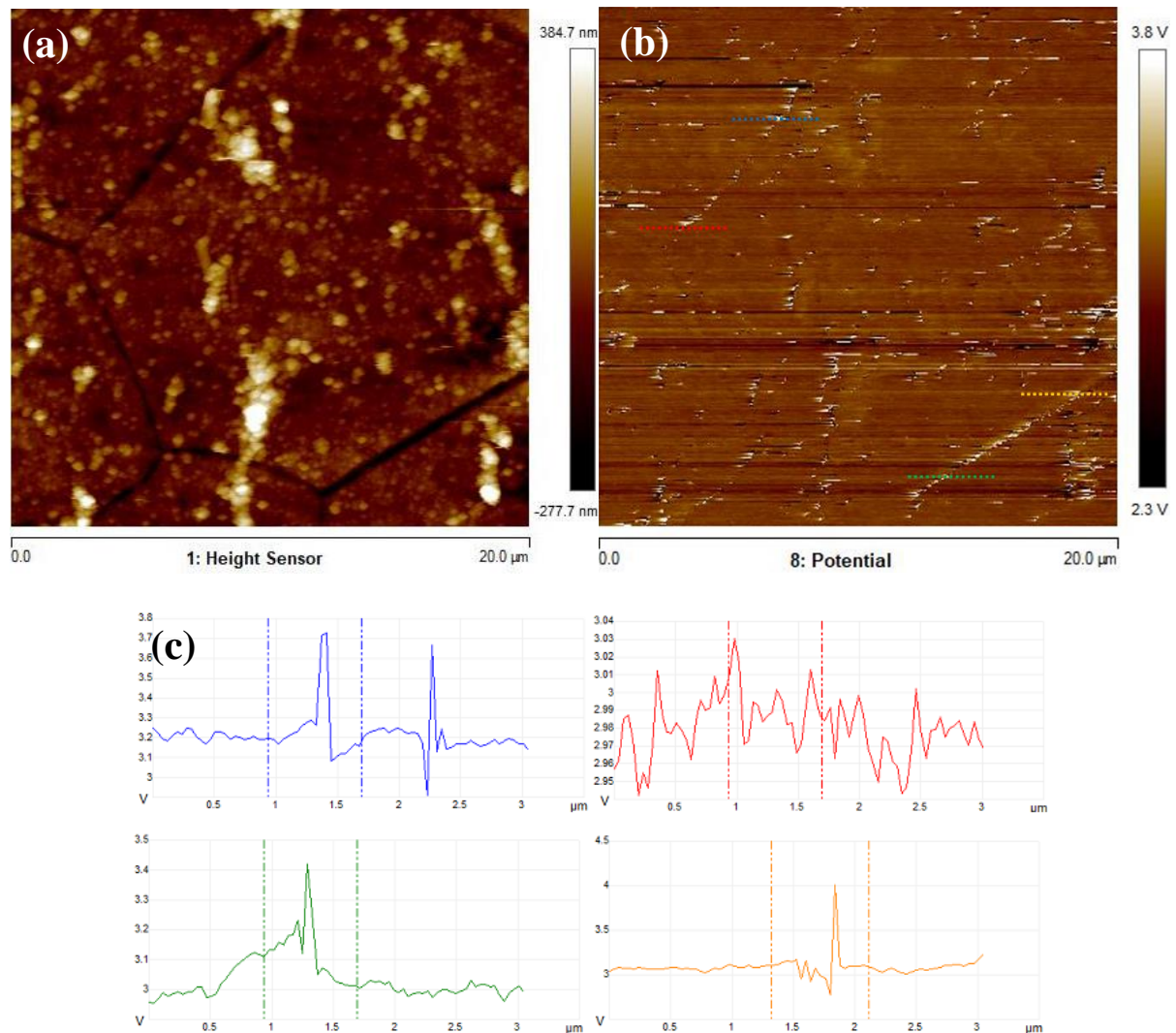


Figure V. 10 : Analyse par AFM à sonde Kelvin (KPFM) d'une surface de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ du MB: (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel Volta. (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.11-b.

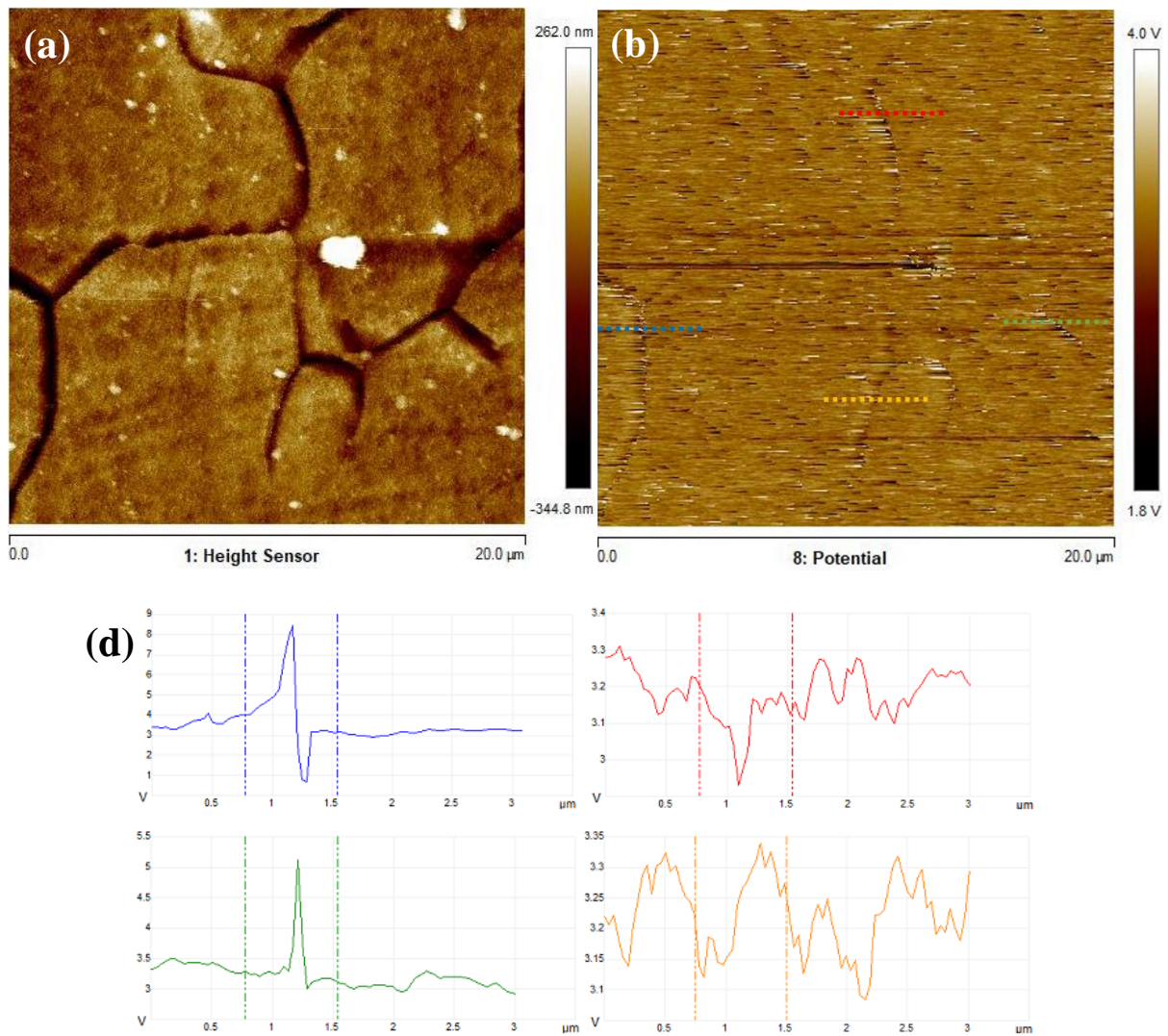


Figure V. 11 : Analyse par AFM à sonde Kelvin (KPFM) d'une surface de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ de la ZN: (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel Volta. (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.12-b.

Pour un grain donné, les potentiels Volta sont mesurés au niveau des joints de grain comme montré sur la figure V.10-b et la figure V.11-b. Les cartes montrent les différences de potentiel Volta mesurées à l'intérieure des grains et au niveau des joints de grain permet d'avoir les valeurs de potentiel Volta mesurées aux joint de grain de la ZN varient entre 2V et 10V (Figure V.10-c et Figure V.11-c) ; les joint de grains présente un potentiel Volta plus élevé que la matrice Mg [41]. La matrice Mg ne présente qu'un gradient de potentiel mineurs cela indique que la matrice présente une activité électrique non uniforme. Le potentiel au niveau des joints de grains varie entre 2.9 V et 3.20 V.

Les régions présentant de faibles différences de potentiel Volta indiquent une activité électrochimique anodique. Inversement, les régions de potentiel élevé présentent une activité électrochimique cathodique. La différence de potentiel Volta indique également une activité micro-galvanique possible entre les grains et les joints de grain qui initie la propagation de la corrosion filiforme, les joints de grains devant former la cathode et la matrice est l'anode.

Le FSW n'affecte pas le potentiel des joints de grains mais il impacte la distribution du potentiel entre les grains et les joints de grains en raison de l'apport thermique qui influence la distribution et la taille des intermétalliques.

La figure V.12, ci-dessous, présente la topographie et la cartographie KPFM de la ZN à la température 300°C pendant 1h de PWHT. Une carte des différences de potentiel Volta avec topographie la microstructure du MB et de la ZN après les PWHT à 300°C pendant 1h est donnée dans la Figure V.12. La valeur du potentiel de Volta mesuré par la technique SKPFM varie entre 2.37 V et 9.57 V. Elle dépend non seulement de la composition chimique de la phase et de l'état de surface de l'échantillon, mais aussi de la taille de la caractéristique (joint de grains ou intermétalliques) et de son environnement. ainsi que de la géométrie de la sonde et de son revêtement conducteur [124].

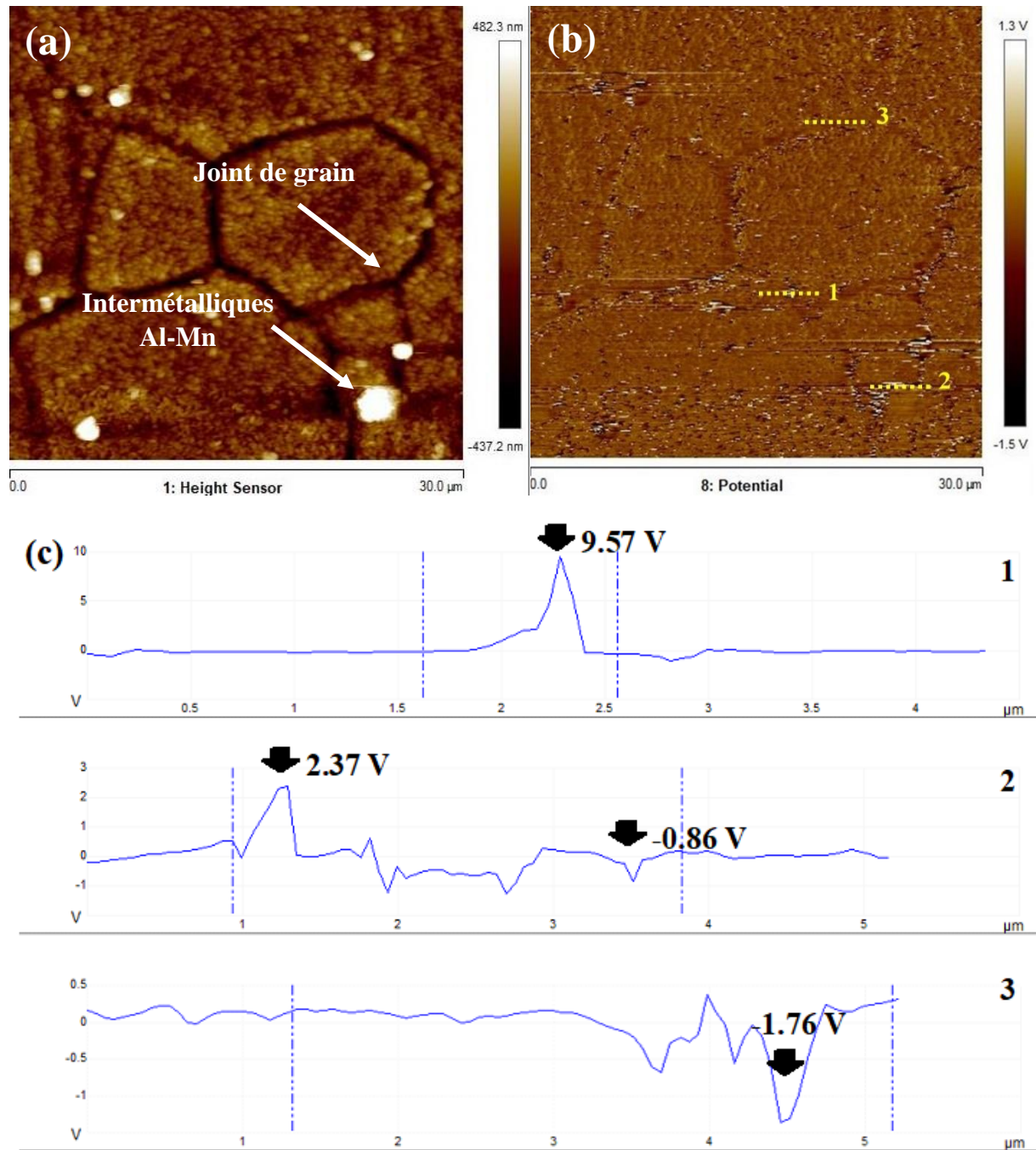


Figure V. 12 : Analyse par microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) montrant une surface de $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ de la ZN ($300^\circ\text{C} \cdot 1\text{h}$) : (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution de potentiel (c) distribution de potentiel Volta aux niveaux des lignes marquées sur la figure V.13-b.

V.3.3.Effet des intermétalliques

La présence des intermétalliques dans les alliages de magnésium peut présenter les sites d'initiation de la corrosion localisée qui attribué à la formation d'un couple galvanique entre les intermétalliques et la matrice. En effet, la corrosion galvanique se produit entre les IMC d'Al-Mn et la matrice environnante, ce qui entraîne la dissolution de cette dernière. Pour visualiser le potentiel de ces intermétalliques par rapport à la matrice, un scan de KPFM a été performé sur une surface de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$. La figure V.13 présente topographie de la surface et distribution du potentiel à travers l'intermétallique Al_8Mn_5 dans la ZN à 400°C pendant 4h de PWHT.

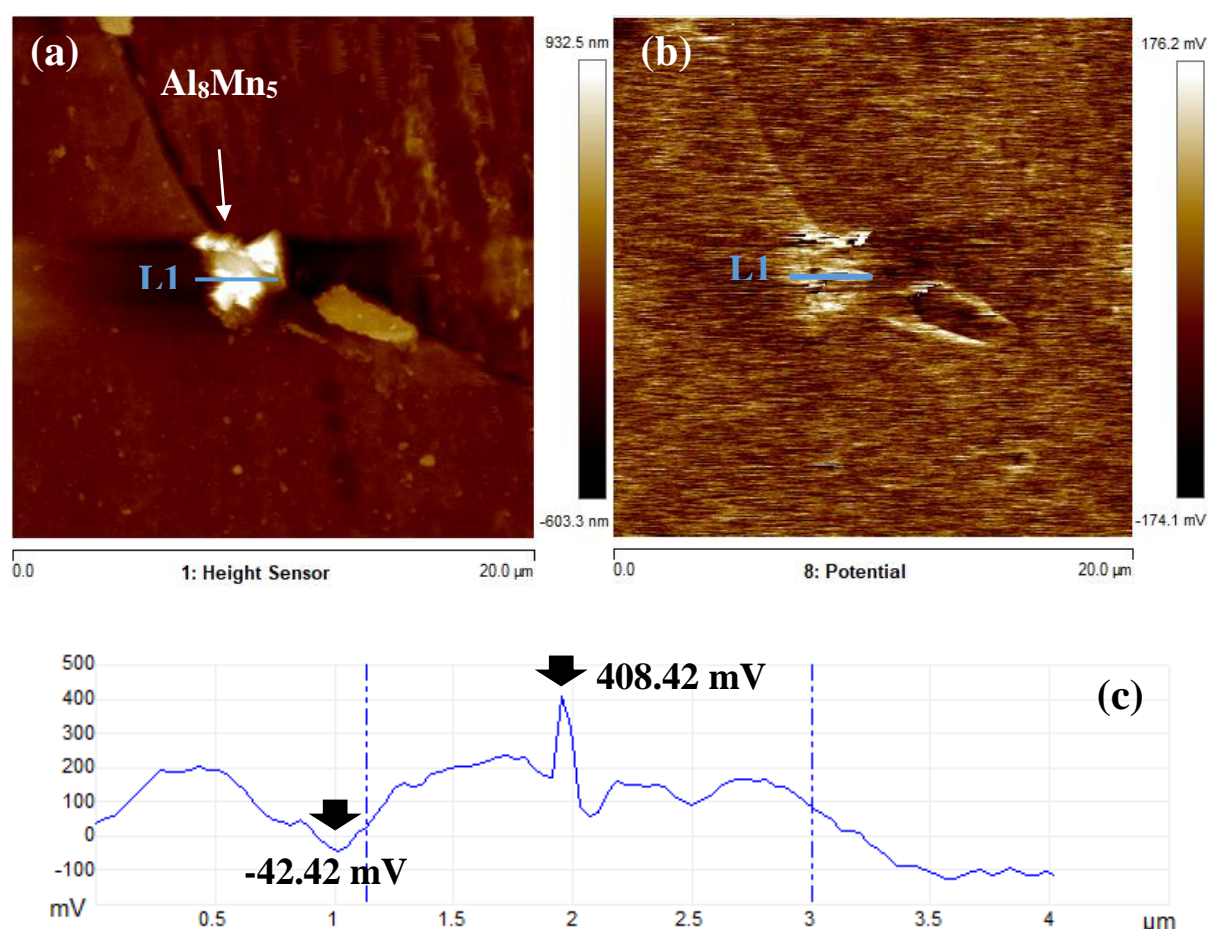


Figure V. 13 : Analyse par microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) montrant une surface de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$: (a) topographie de surface 2D. (b) carte de distribution du potentiel Volta. (c) distribution de potentiel le long de la ligne L1 pour l'intermétallique

La différence de potentiel de Volta par rapport à la matrice de magnésium est de 408.42 mV pour l'un des intermétalliques Al_8Mn_5 , comme le montre la figure V.13-c. Les intermétalliques Al_8Mn_5 présentent un potentiel Volta moyen de 324 mV qui est beaucoup plus positif que celui de la matrice Mg (32.05 ± 9.21 mV). Des valeurs proches ont été rapporté [32], [35]. Cette différence positive de potentiel Volta, entre la matrice Mg et les intermétalliques Al_8Mn_5 , suggère que ces derniers peuvent avoir un comportement cathodique par rapport à la matrice. Cela s'explique par le comportement cathodique de l'Al et du Mn par rapport au Mg. De plus, ce type d'intermétallique peut contenir du Fe qui est fortement cathodique par rapport au Mg [32].

Ainsi, les intermétalliques Al_8Mn_5 peuvent se comporter comme des cathodes locales lorsque la "ZN" est immergée dans une solution agressive. Au cours des PWHT dans la ZN, le rapport Al/Mn évolue, ceci a été expliqué dans le chapitre précédent, par la formation des $Al_{11}Mn_4$ autour des intermétallique Al_8Mn_5 . Donc, la différence de potentiel des intermétalliques Al-Mn change en fonction de la teneur en Al et Mn au cours des PWHT.

La transformation en $Al_{11}Mn_4$ pendant les PWHT est potentiellement intéressante du point de vue de la corrosion puisque des études ont montré que les intermétalliques Al-Mn avec des rapports Al:Mn plus élevés ($Al_{11}Mn_4$) agissent comme des micro-cathodes moins efficace dans la matrice α -Mg, diminuant ainsi la vitesse de corrosion, ce qui rend les intermétalliques $Al_{11}Mn_4$ plus bénéfique à la performance de corrosion. De plus, en raison de la petite taille et de la faible quantité des intermétalliques Al-Mn, le courant galvanique devient plus faible [108]. D'où la résistance à la corrosion sera attribuée seulement aux particules Al_8Mn_5 . Les différences de potentiel sur les intermétalliques Al_8Mn_5 n'étaient pas discernées dans cette thèse, des études antérieures ont étudié et mis en évidence la mesure de potentiel Volta des intermétalliques Al-Mn. Ces intermétallique reflètent une un potentiel positive indiquant un aspect cathodique [32]–[35].

Les particules cathodiques discontinues d'Al-Mn accélèrent la corrosion. Le rapport Al/Mn est un facteur important, tandis que la densité de courant cathodique diminue lorsque le rapport Al/Mn est faible. La vitesse de corrosion élevée observée pour ces alliages peut être partiellement attribuée à une fraction plus importante de la phase Al-Mn avec une teneur en Mn plus élevée. Les précipités et les intermétallique participe à la formation des cellules inter-granulaires qui déclenche la corrosion inter-granulaire, mais comme ils sont en faible quantité dans le grain, leur effet est minimisé, ils ont une faible influence sur la corrosion à cause de la faible quantité de l'aluminium.

V.4. Conclusion

Les mesures électrochimiques, OCP, PDP et SIE, ont été portées sur les deux zones MB et ZN aux différentes conditions de PWHT afin d'expliquer la relation entre le comportement électrochimique et les différentes caractéristiques de la microstructure visible ; la taille des grains, macles et les intermétalliques. Les conclusions suivantes peuvent être construites :

- Les changements du potentiel OCP du MB et de la ZN pendant les PWHT ont révélé que le MB présente des OCP plus nobles à 300°C tandis que les potentiels OCP dans la ZN se décalent vers les potentiels les plus négatifs. Les valeurs les plus nobles sont mesurées à 200°C. La dégradation du Mg est associée à la corrosion filiforme.
- Les mesures de SIE et de PDP montrent qu'un PWHT à 300°C pendant 1h améliore considérablement la résistance à la corrosion.
- La phase Al_8Mn_5 et les joints de grains présentent une différence de potentiel Volta plus cathodique par rapport à la matrice Mg. Ils jouent un rôle de barrière contre la propagation de la corrosion.

Tableau V. 5 : Paramètres électrochimiques du MB pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de Nyquist

1 heure	Rs ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻²sn⁻¹)	n	CE-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻² sn⁻¹)	n	C E-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	Rf ($\Omega.cm^2$)	L (H.cm²)
200 °C	6.82	3.24	0.9255	190	125	-	-	-	-	103	69
250°C	6.25	1.04	0.9325	49	560	-	-	-	-	342	287
300°C	6.79	1.05	0.9294	25	922	-	-	-	-	909	683
350°C	7.18	1.59	0.9087	73	340	-	-	-	-	319	148
400°C	6.10	0.85	0.9351	8	2076	108	0.8231	4534	2187	-	-
2 heures	Rs ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻²sn⁻¹)	n	C E-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻² sn⁻¹)	n	C E-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	Rf ($\Omega.cm^2$)	L (H.cm²)
200 °C	16.41	1.70	0.8738	120	249	-	-	-	-	195	192
250°C	8.75	1.29	0.9397	097	210	-	-	-	-	124	99
300°C	10.55	1.39	0.9172	64	485	-	-	-	-	321	274
350°C	7.14	0.79	0.9523	48	409	-	-	-	-	237	239
400°C	8.29	1.40	0.9305	83	339	-	-	-	-	375	263
4 heures	Rs ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻² sn⁻¹)	n	C E-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	CPE.Y₀E-05 (F.cm⁻² sn⁻¹)	n	C E-05 (F.cm⁻²)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	Rf ($\Omega.cm^2$)	L (H.cm²)
200 °C	6.43	1.30	0.9456	98	197	-	-	-	-	107	61
250°C	7.69	1.13	0.9348	106	232	-	-	-	-	139	79
300°C	6.96	1.16	0.9269	86	304	-	-	-	-	142	103
350°C	13.82	1.09	0.9090	40	748	-	-	-	-	2204	581
400°C	8.14	1.34	0.9410	100	217	-	-	-	-	127	112

Tableau V. 6 : paramètres électrochimiques de la ZN pendant différents PWHT extraites à partir des courbes de Nyquist.

1 heure	Rs ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Rf ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	L ($\text{H} \cdot \text{cm}^2$)
200 °C	7.27	1.24	0.8894	11.2	2057	154	0.9124	7.11	1651	-	-
250°C	8.48	1.14	0.9074	32.8	961	-	-	-	-	819	439
300°C	6.43	0.86	0.9178	3.14	5090	-	-	-	-	-	-
350°C	5.97	0.74	0.9432	5.56	3005	73	0.7955	5.98	2269	-	-
400°C	7.03	1.31	0.9318	9.71	2308	-	-	-	-	-	-
2 heures	Rs ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Rf ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	L ($\text{H} \cdot \text{cm}^2$)
200 °C	7.26	1.19	0.9200	55	429	-	-	-	-	538	364
250°C	7.42	1.19	0.9200	110	245	-	-	-	-	147	116
300°C	7.35	0.85	0.9500	41	470	-	-	-	-	310	248
350°C	6.81	1.39	0.9400	83	343	-	-	-	-	383	274
400°C	7.6675	1.61	0.9400	152	133	-	-	-	-	79	49
4 heures	Rs ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE.Y₀E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2} \text{sn}^{-1}$)	n	C E-05 ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Rf ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	L ($\text{H} \cdot \text{cm}^2$)
200 °C	6.95	2.15	0.8921	122	289	-	-	-	-	129	93
250°C	7.22	1.39	0.9227	81	329	-	-	-	-	191	217
300°C	9.51	4.56	0.9384	68	247	-	-	-	-	116	1292
350°C	7.57	1.68	0.9130	97	296	-	-	-	-	126	93
400°C	8.50	1.44	0.9217	106	229	-	-	-	-	100	63

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans cette thèse, nous nous sommes intéressés au soudage par friction malaxage de l'alliage de magnésium AZ31. Elle a été entreprise pour établir l'effet des paramètres de soudage sur les caractéristiques microstructurales et les performances électrochimiques des différentes zones du joint FSW-AZ31. Les conclusions tirées de cette étude sont les suivantes:

- Le joint FSW-AZ31 ont été soudés par les paramètres de ($V= 43$ mm/min et $w = 950$ tr/min) dont son contrôle visuel et par radiographie X révèle un joint sain et exempt de défauts.

Dans le joint FSW-AZ31, la ZN a subi une recristallisation dynamique conduisant un affinement de grains, la ZATM est caractérisé par des grains fins et des grains déformés et allongés dans la direction du malaxage dû à une recristallisation partielle et la ZAT conserve la microstructure equiaxe du MB. Avec une distribution des intermétalliques Al_8Mn_5 au niveau des joints de grains et dans les grains. La micro-dureté est distribuée d'une manière irrégulière le long d'une coupe transversale à cause de l'hétérogénéité de la microstructure avec des valeurs maximales dans ZN et ZATM (58 HV).

La résistance à la corrosion est significativement améliorée dans la ZN et la ZATM par rapport au MB en raison de l'affinement de grains où les joints de grains jouent un rôle d'une barrière contre la propagation de la corrosion. Le mécanisme de corrosion par filiforme est le mécanisme dominant dans les alliages de magnésium.

L'effet du traitement thermique post-soudage (PWHT) dans la marge de température de 200°C-400°C pendant 1h, 2h et 4h sur l'évolution de la microstructure, les intermétalliques, la micro-dureté et la résistance à la corrosion de la ZN du joint FSW-AZ31 comparé au ceux du MB.

Le MB au cours des PWHT présente une stabilité thermique dont la taille moyenne des grains reste inchangée quel que soit les conditions du PWHT.

La ZN présente une stabilité thermique à des températures inférieures à 300°C. Ceci est attribué à la réduction de l'énergie stocké. Tandis qu'aux températures supérieures à 300°C, la ZN subit un grossissement anormal, dû à la migration des joints de grains, des grains accompagnés avec une activation des macles thermiques conduisant à leur suppression.

La micro-dureté dépend fortement de la taille des grains quand la microstructure subit une stabilité thermique ; elle est pratiquement stable dans le MB après PWHT et dans la ZN aux températures inférieures à 300°C. Aux températures supérieures à 300°C, la micro-dureté dans la ZN diminue indiquant que d'autres facteurs microstructuraux tels que les macles peuvent influencer la micro-dureté.

L'analyse par EDS montre la présence des intermétalliques Al_8Mn_5 avec l'augmentation du rapport Al/Mn qui suggérerait la formation des intermétalliques $Al_{11}Mn_4$ autour des intermétalliques Al_8Mn_5 .

La ZN présentait une résistance à la corrosion très élevée comparé au MB, et ce dans toutes les conditions du PWHT. L'augmentation de la résistance à la corrosion dans la ZN est due principalement à l'affinement des grains, dont les joints de grain jouent un rôle de barrière à la corrosion, à la formation des précipités $Al_{11}Mn_4$ qui sont plus efficace dans l'inhibition de la propagation de corrosion.

Des mesures KPFM montre des potentiels plus cathodiques au niveau des joints de grains et sur les intermétalliques Al_8Mn_5 qui sont l'origine de la résistance à la propagation de la corrosion.

La résistance à la corrosion la plus élevée est mesurée dans la ZN qui a subi un traitement thermique de 300°C pendant 1h.

Perspectives

- Caractérisation de la ZATM et la ZAT pendant les PWHT; évolution microstructurale, micro-dureté, comportement électrochimique. (suivre le potentiel par la technique KPFM et identifier le type de corrosion).
- Étude du mécanisme de grossissement des grains dans la ZN, ZATM et la ZAT, par l'évaluation de la texture cristallographique.
- Étude de l'effet de déformation post-soudage des joints AZ31 sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement électrochimique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] M. K. Kulekci, « Magnesium and its alloys applications in automotive industry », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 39, n° 9-10, p. 851-865, nov. 2008, doi: 10.1007/s00170-007-1279-2.
- [2] X. Zhang, Y. Chen, et J. Hu, « Recent advances in the development of aerospace materials », *Prog. Aerosp. Sci.*, vol. 97, p. 22-34, févr. 2018, doi: 10.1016/j.paerosci.2018.01.001.
- [3] Q. Liu, Z. Yan, E. Wang, S. Wang, et G. Sun, « A high-specific-energy magnesium/water battery for full-depth ocean application », *Int. J. Hydrog. Energy*, vol. 42, n° 36, p. 23045-23053, sept. 2017, doi: 10.1016/j.ijhydene.2017.07.157.
- [4] S. N. Mathaudhu et E. A. Nyberg, « Magnesium Alloys in U.S. Military Applications: Past, Current and Future Solutions », in *Essential Readings in Magnesium Technology*, S. N. Mathaudhu, A. A. Luo, N. R. Neelameggham, E. A. Nyberg, et W. H. Sillekens, Éd., Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2014, p. 71-76. doi: 10.1002/9781118859803.ch10.
- [5] X. Cao et M. Jahazi, « USE OF LASER AND FRICTION STIR WELDING FOR AEROSPACE MAGNESIUM ALLOYS », p. 6.
- [6] A. H. van der Laan, R. Curran, M. J. L. van Tooren, et C. Ritchie, « Integration of friction stir welding into a multi-disciplinary aerospace design framework », *Aeronaut. J.*, vol. 110, n° 1113, p. 759-766, nov. 2006, doi: 10.1017/S0001924000001627.
- [7] E. Taban et E. Kaluc, « Comparison between microstructure characteristics and joint performance of 5086-H32 aluminium alloy welded by MIG, TIG and friction stir welding processes », *Kov. Mater*, p. 8, 2007.
- [8] J. Zhao, F. Jiang, H. Jian, K. Wen, L. Jiang, et X. Chen, « Comparative investigation of tungsten inert gas and friction stir welding characteristics of Al–Mg–Sc alloy plates », *Mater. Des.*, vol. 31, n° 1, p. 306-311, janv. 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.06.012.
- [9] S. Rajakumar, V. Balasubramanian, et A. Razalrose, « Friction stir and pulsed current gas metal arc welding of AZ61A magnesium alloy: A comparative study », *Mater. Des.*, vol. 49, p. 267-278, août 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.01.051.
- [10] F. Zarandi, G. Seale, R. Verma, E. Essadiqi, et S. Yue, « Effect of Al and Mn additions on rolling and deformation behavior of AZ series magnesium alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 496, n° 1-2, p. 159-168, nov. 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.05.003.
- [11] B. Akyuz, « Influence of Al content on machinability of AZ series Mg alloys », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 23, n° 8, p. 2243-2249, août 2013, doi: 10.1016/S1003-6326(13)62724-7.
- [12] O. Lunder, T. K. Aune, et K. Nisancioglu, « Effect of Mn Additions on the Corrosion Behavior of Mould-Cast Magnesium ASTM AZ91 », *CORROSION*, vol. 43, n° 5, p. 291-295, mai 1987, doi: 10.5006/1.3583151.
- [13] S.-M. Baek *et al.*, « Role of trace additions of Mn and Y in improving the corrosion resistance of Mg–3Al–1Zn alloy », *Corros. Sci.*, vol. 178, p. 108998, janv. 2021, doi: 10.1016/j.corsci.2020.108998.

- [14] P. Cao, D. H. StJohn, et M. Qian, « The Effect of Manganese on the Grain Size of Commercial AZ31 Alloy », *Mater. Sci. Forum*, vol. 488-489, p. 139-142, juill. 2005, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.488-489.139.
- [15] M. Razzaghi, H. Mirzadeh, et M. Emamy, « Unraveling the effects of Zn addition and hot extrusion process on the microstructure and mechanical properties of as-cast Mg–2Al magnesium alloy », *Vacuum*, vol. 167, p. 214-222, sept. 2019, doi: 10.1016/j.vacuum.2019.06.013.
- [16] M. Pogorielov, E. Husak, A. Solodivnik, et S. Zhdanov, « Magnesium-based biodegradable alloys: Degradation, application, and alloying elements », *Interv. Med. Appl. Sci.*, vol. 9, n° 1, p. 27-38, mars 2017, doi: 10.1556/1646.9.2017.1.04.
- [17] J. F. Nie et B. C. Muddle, « Characterisation of strengthening precipitate phases in a Mg–Y–Nd alloy », *Acta Mater.*, vol. 48, n° 8, p. 1691-1703, mai 2000, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00013-6.
- [18] P. J. Apps, H. Karimzadeh, J. F. King, et G. W. Lorimer, « Precipitation reactions in Magnesium-rare earth alloys containing Yttrium, Gadolinium or Dysprosium », *Scr. Mater.*, vol. 48, n° 8, p. 1023-1028, avr. 2003, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00596-1.
- [19] R. Li, « Effect of Li addition on the mechanical behavior and texture of the as-extruded AZ31 magnesium alloy », *Mater. Sci.*, 2013.
- [20] R. Sarvesha, J. Bhagyaraj, S. Bhagavath, S. Karagadde, J. Jain, et S. S. Singh, « 2D and 3D characteristics of intermetallic particles and their role in fracture response of AZ91 magnesium alloy », *Mater. Charact.*, vol. 171, p. 110733, janv. 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110733.
- [21] M. Wang, R. Xin, B. Wang, et Q. Liu, « Effect of initial texture on dynamic recrystallization of AZ31 Mg alloy during hot rolling », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, n° 6, p. 2941-2951, mars 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.11.069.
- [22] T. Al-Samman, K. D. Molodov, D. A. Molodov, G. Gottstein, et S. Suwas, « Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression », *Acta Mater.*, vol. 60, n° 2, p. 537-545, janv. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.10.013.
- [23] Y. Xin, H. Zhou, G. Wu, H. Yu, A. Chapuis, et Q. Liu, « A twin size effect on thermally activated twin boundary migration in a Mg–3Al–1Zn alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 639, p. 534-539, juill. 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.05.070.
- [24] T. Al-Samman et G. Gottstein, « Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 490, n° 1-2, p. 411-420, août 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.02.004.
- [25] H. Feng, S. Liu, Y. Du, T. Lei, R. Zeng, et T. Yuan, « Effect of the second phases on corrosion behavior of the Mg-Al-Zn alloys », *J. Alloys Compd.*, vol. 695, p. 2330-2338, févr. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.100.
- [26] A. D. Südholz, N. T. Kirkland, R. G. Buchheit, et N. Birbilis, « Electrochemical Properties of Intermetallic Phases and Common Impurity Elements in Magnesium Alloys », *Electrochem. Solid-State Lett.*, vol. 14, n° 2, p. C5, 2011, doi: 10.1149/1.3523229.
- [27] J. E. Lein et T. K. Aune, « The Role of Mg 17Al 12 Phase in the Corrosion of Mg Alloy AZ91 », p. 8, 1989.

- [28] Y. J. Ko, D. Y. Chang, J. D. Lim, et K. S. Shin, « Effect of Mg₁₇Al₁₂ Precipitate on Corrosion Behavior of AZ91D Magnesium Alloy », *Mater. Sci. Forum*, vol. 419-422, p. 851-856, mars 2003, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.851.
- [29] Y. Wang, M. Xia, Z. Fan, X. Zhou, et G. E. Thompson, « The effect of Al₈Mn₅ intermetallic particles on grain size of as-cast Mg–Al–Zn AZ91D alloy », *Intermetallics*, vol. 18, n° 8, p. 1683-1689, août 2010, doi: 10.1016/j.intermet.2010.05.004.
- [30] R. Sarvesha *et al.*, « A study on the phase transformation of γ 2 -Al₈Mn₅ to LT-Al₁₁Mn₄ during solutionizing in AZ91 alloy », *J. Alloys Compd.*, vol. 873, p. 159836, août 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.159836.
- [31] Yao *et al.*, « Effect of Manganese on Microstructure and Corrosion Behavior of the Mg-3Al Alloys », *Metals*, vol. 9, n° 4, p. 460, avr. 2019, doi: 10.3390/met9040460.
- [32] P. Metalnikov, G. Ben-Hamu, Y. Templeman, K. S. Shin, et L. Meshi, « The relation between Mn additions, microstructure and corrosion behavior of new wrought Mg-5Al alloys », *Mater. Charact.*, vol. 145, p. 101-115, nov. 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.08.033.
- [33] Z. Yu *et al.*, « Effect of Sn content on the mechanical properties and corrosion behavior of Mg-3Al-xSn alloys », *Mater. Res. Express*, vol. 7, n° 7, p. 076505, juill. 2020, doi: 10.1088/2053-1591/aba149.
- [34] G.-L. Song et Z. Xu, *Corros. Sci.*, vol. 54, p. 97-105, janv. 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2011.09.005.
- [35] F. Andreatta, I. Apachitei, A. A. Kodentsov, J. Dzwonczyk, et J. Duszczyk, « Volta potential of second phase particles in extruded AZ80 magnesium alloy », *Electrochimica Acta*, vol. 51, n° 17, p. 3551-3557, avr. 2006, doi: 10.1016/j.electacta.2005.10.010.
- [36] R. S. Mishra et Z. Y. Ma, « Friction stir welding and processing », *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, vol. 50, n° 1-2, p. 1-78, août 2005, doi: 10.1016/j.mser.2005.07.001.
- [37] Z. Y. Ma, « Friction Stir Processing Technology: A Review », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39, n° 3, p. 642-658, mars 2008, doi: 10.1007/s11661-007-9459-0.
- [38] X. Wang et D. A. Lados, « Friction Stir Welding of Similar Aluminum Alloys Thick Plates: Understanding the Material Flow, Microstructure Evolution, Defect Formation, and Mechanical Properties », *Materialia*, vol. 24, p. 101508, août 2022, doi: 10.1016/j.mtla.2022.101508.
- [39] F. Liu, J. Liu, Y. Ji, et Y. Bai, « Microstructure, mechanical properties, and corrosion resistance of friction stir welded Mg-Al-Zn alloy thick plate joints », *Weld. World*, vol. 65, n° 2, p. 229-241, févr. 2021, doi: 10.1007/s40194-020-01012-z.
- [40] B. M. Hasani, H. Hedaiatmofidi, et A. Zarebidaki, « Effect of friction stir process on the microstructure and corrosion behavior of AZ91 Mg alloy », *Mater. Chem. Phys.*, vol. 267, p. 124672, juill. 2021, doi: 10.1016/j.matchemphys.2021.124672.
- [41] K. Amara *et al.*, « Effect of PWHT on microstructure and corrosion resistance of the nugget zone in AZ31 friction stir weld », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 123, n° 7-8, p. 2757-2769, déc. 2022, doi: 10.1007/s00170-022-10379-w.
- [42] Q. Shang, D. R. Ni, P. Xue, B. L. Xiao, et Z. Y. Ma, « Improving joint performance of friction stir welded wrought Mg alloy by controlling non-uniform deformation behavior », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 707, p. 426-434, nov. 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.09.084.

- [43] W. Li, P. L. Niu, S. R. Yan, V. Patel, et Q. Wen, « Improving microstructural and tensile properties of AZ31B magnesium alloy joints by stationary shoulder friction stir welding », *J. Manuf. Process.*, vol. 37, p. 159-167, janv. 2019, doi: 10.1016/j.jmapro.2018.11.014.
- [44] J. Yang, D. Wang, B. L. Xiao, D. R. Ni, et Z. Y. Ma, « Effects of Rotation Rates on Microstructure, Mechanical Properties, and Fracture Behavior of Friction Stir-Welded (FSW) AZ31 Magnesium Alloy », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, n° 1, p. 517-530, janv. 2013, doi: 10.1007/s11661-012-1373-4.
- [45] J. Yang, B. L. Xiao, D. Wang, et Z. Y. Ma, « Effects of heat input on tensile properties and fracture behavior of friction stir welded Mg–3Al–1Zn alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, n° 3, p. 708-714, janv. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.09.044.
- [46] G. Padmanaban et V. Balasubramanian, « An experimental investigation on friction stir welding of AZ31B magnesium alloy », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 49, n° 1-4, p. 111-121, juill. 2010, doi: 10.1007/s00170-009-2368-1.
- [47] W. Xunhong et W. Kuaishe, « Microstructure and properties of friction stir butt-welded AZ31 magnesium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 431, n° 1-2, p. 114-117, sept. 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.05.128.
- [48] Q. Zang, H. Chen, F. Lan, J. Zhang, et Y. Jin, « Effect of friction stir processing on microstructure and damping capacity of AZ31 alloy », *J. Cent. South Univ.*, vol. 24, n° 5, p. 1034-1039, mai 2017, doi: 10.1007/s11771-017-3506-9.
- [49] S. H. Chowdhury, D. L. Chen, S. D. Bhole, X. Cao, et P. Wanjara, « Friction Stir Welded AZ31 Magnesium Alloy: Microstructure, Texture, and Tensile Properties », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, n° 1, p. 323-336, janv. 2013, doi: 10.1007/s11661-012-1382-3.
- [50] R. Rai, A. De, H. K. D. H. Bhadeshia, et T. DebRoy, « Review: friction stir welding tools », *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 16, n° 4, p. 325-342, mai 2011, doi: 10.1179/1362171811Y.0000000023.
- [51] A. GHAZI, « Caractérisation mécanique des assemblages soudés par friction malaxage (étude expérimentale et numérique) », DJILLALI LIABES, SIDI BEL ABBES.
- [52] Z. Zhang, Y. L. Liu, et J. T. Chen, « Effect of shoulder size on the temperature rise and the material deformation in friction stir welding », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 45, n° 9-10, p. 889-895, déc. 2009, doi: 10.1007/s00170-009-2034-7.
- [53] M. Mehta, A. Arora, A. De, et T. DebRoy, « Tool Geometry for Friction Stir Welding—Optimum Shoulder Diameter », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 42, n° 9, p. 2716-2722, sept. 2011, doi: 10.1007/s11661-011-0672-5.
- [54] H. Bisadi, S. Rasaei, et M. Farahmand, « Effects of Pin Shape on the Tool Plunge Stage in Friction Stir Welding », *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 67, n° 6, p. 989-995, déc. 2014, doi: 10.1007/s12666-014-0421-8.
- [55] Z. Zhang, Q. Wu, et H. Zhang, « Numerical studies of effect of tool sizes and pin shapes on friction stir welding of AA2024-T3 alloy », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, n° 10, p. 3293-3301, oct. 2014, doi: 10.1016/S1003-6326(14)63469-5.
- [56] B. Lingampalli et S. Dondapati, « Corrosion behaviour of friction stir welded ZM21 magnesium alloy », *Mater. Today Proc.*, vol. 46, p. 1464-1469, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.03.394.

- [57] G. Liu *et al.*, « Effects of Welding Speed and Post-weld Hot Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir-Welded AZ31 Magnesium Alloy », *Acta Metall. Sin. Engl. Lett.*, vol. 31, n° 8, p. 853-864, août 2018, doi: 10.1007/s40195-018-0725-5.
- [58] F. Liu, Y. Ji, Z. Sun, J. Liu, Y. Bai, et Z. Shen, « aung », *J. Alloys Compd.*, vol. 829, p. 154452, juill. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.154452.
- [59] A. Heidarzadeh *et al.*, « Friction stir welding/processing of metals and alloys: A comprehensive review on microstructural evolution », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 117, p. 100752, avr. 2021, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100752.
- [60] N. Afrin, D. L. Chen, X. Cao, et M. Jahazi, « Microstructure and tensile properties of friction stir welded AZ31B magnesium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 472, n° 1-2, p. 179-186, janv. 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.03.018.
- [61] P. Dong, D. Sun, B. Wang, Y. Zhang, et H. Li, « Microstructure, microhardness and corrosion susceptibility of friction stir welded AlMgSiCu alloy », *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 54, p. 760-765, févr. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.09.001.
- [62] A. Kalinenko *et al.*, « Microstructure-strength relationship in friction-stir welded 6061-T6 aluminum alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 793, p. 139858, août 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139858.
- [63] S. H. Chowdhury, D. L. Chen, S. D. Bhole, X. Cao, et P. Wanjara, « Friction Stir Welded AZ31 Magnesium Alloy: Microstructure, Texture, and Tensile Properties », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, n° 1, p. 323-336, janv. 2013, doi: 10.1007/s11661-012-1382-3.
- [64] F. Chai, D. Zhang, et Y. Li, « Effect of Thermal History on Microstructures and Mechanical Properties of AZ31 Magnesium Alloy Prepared by Friction Stir Processing », *Materials*, vol. 7, n° 3, p. 1573-1589, févr. 2014, doi: 10.3390/ma7031573.
- [65] L. Commin, M. Dumont, J.-E. Masse, et L. Barrallier, « Friction stir welding of AZ31 magnesium alloy rolled sheets: Influence of processing parameters », *Acta Mater.*, vol. 57, n° 2, p. 326-334, janv. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2008.09.011.
- [66] Y. Li, F. Qin, C. Liu, L. Li, X. Zhao, et Z. Wu, « Influence of Annealing Treatment on Microstructure Evolution and Mechanical Property of Friction Stir Weld AZ31 Mg Alloys », *J. Wuhan Univ. Technol.-Mater Sci Ed*, vol. 34, n° 2, p. 417-425, avr. 2019, doi: 10.1007/s11595-019-2068-0.
- [67] G. Wang, « Improved properties of friction stir-welded AZ31 magnesium alloy by post-weld heat treatment », *Mater. Sci. Technol.*, p. 11, 2016.
- [68] K. Singh, G. Singh, et H. Singh, « Influence of post welding heat treatment on the microstructure and mechanical properties of friction stir welding joint of AZ31 Mg alloy », *Proc. Inst. Mech. Eng. Part E J. Process Mech. Eng.*, vol. 235, n° 5, p. 1375-1382, oct. 2021, doi: 10.1177/0954408921997626.
- [69] G. Han *et al.*, « Effect of post-weld heat treatment on mechanical properties of local weld-affected zones in friction stir welded AZ31 plates », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 805, p. 140809, févr. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140809.
- [70] A. Heidarzadeh, T. Saeid, V. Klemm, A. Chabok, et Y. Pei, « Effect of stacking fault energy on the restoration mechanisms and mechanical properties of friction stir welded

- copper alloys », *Mater. Des.*, vol. 162, p. 185-197, janv. 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2018.11.050.
- [71] X. Yang, Y. Okabe, H. Miura, et T. Sakai, « Effect of pass strain and temperature on recrystallisation in magnesium alloy AZ31 after interrupted cold deformation », *J. Mater. Sci.*, vol. 47, n° 6, p. 2823-2830, mars 2012, doi: 10.1007/s10853-011-6111-6.
- [72] F. J. Humphreys et M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*, 1st ed. Oxford, OX, UK ; Tarrytown, N.Y., U.S.A: Pergamon, 1995.
- [73] T. Al-Samman, K. D. Molodov, D. A. Molodov, G. Gottstein, et S. Suwas, « Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression », *Acta Mater.*, vol. 60, n° 2, p. 537-545, janv. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.10.013.
- [74] S. Mironov, T. Onuma, Y. S. Sato, et H. Kokawa, « Microstructure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy », *Acta Mater.*, vol. 100, p. 301-312, nov. 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.08.066.
- [75] U. F. H. R. Suhuddin, S. Mironov, Y. S. Sato, H. Kokawa, et C.-W. Lee, « Grain structure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy », *Acta Mater.*, vol. 57, n° 18, p. 5406-5418, oct. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2009.07.041.
- [76] Z. Mengran, S. Yufeng, M. Yoshiaki, U. Kohsaku, et F. Hidetoshi, « Quasi-in-situ investigation into the microstructure and texture evolution of pure magnesium during friction stir welding », *J. Magnes. Alloys*, p. S2213956720301250, sept. 2020, doi: 10.1016/j.jma.2020.05.015.
- [77] J. Shi *et al.*, « Effect of initial microstructure on static recrystallization of Mg-3Al-1Zn alloy », *Mater. Charact.*, vol. 129, p. 104-113, juill. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.04.029.
- [78] H. Chen, J. Tang, W. Gong, Y. Gao, F. Tian, et L. Chen, « Effects of annealing treatment on the microstructure and corrosion behavior of hot rolled AZ31 Mg alloy », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 15, p. 4800-4812, nov. 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.10.099.
- [79] X. Zhang, Z. Cano, B. Wilson, J. R. Kish, et J. R. McDermid, « CORROSION BEHAVIOUR OF FRICTION STIR WELDED AZ31 JOINTS FOR AUTOMOTIVE APPLICATIONS », p. 6.
- [80] A. I. Alateyah *et al.*, « Improved Corrosion Behavior of AZ31 Alloy through ECAP Processing », *Metals*, vol. 11, n° 2, p. 363, févr. 2021, doi: 10.3390/met11020363.
- [81] G. Oktay et M. Ürgen, « Corrosion behaviour of magnesium AZ31 sheet produced by twin roll casting », *Corros. Eng. Sci. Technol.*, vol. 50, n° 5, p. 380-389, août 2015, doi: 10.1179/1743278214Y.0000000234.
- [82] G.-L. Song et Z. Xu, « The surface, microstructure and corrosion of magnesium alloy AZ31 sheet », *Electrochimica Acta*, vol. 55, n° 13, p. 4148-4161, mai 2010, doi: 10.1016/j.electacta.2010.02.068.
- [83] B. Hassani, R. Vallant, F. Karimzadeh, M. H. Enayati, S. Sabooni, et K. Pradeep, « EFFECT OF FRICTION STIR PROCESSING ON CORROSION BEHAVIOR OF CAST AZ91C MAGNESIUM ALLOY », *Surf. Rev. Lett.*, vol. 26, n° 06, p. 1850213, juill. 2019, doi: 10.1142/S0218625X1850213X.
- [84] H. Seifiyan, M. Heydarzadeh Sohi, M. Ansari, D. Ahmadkhaniha, et M. Saremi, « Influence of friction stir processing conditions on corrosion behavior of AZ31B

- magnesium alloy », *J. Magnes. Alloys*, vol. 7, n° 4, p. 605-616, déc. 2019, doi: 10.1016/j.jma.2019.11.004.
- [85] L. G. Bland, A. D. King, N. Birbilis, et J. R. Scully, « Assessing the Corrosion of Commercially Pure Magnesium and Commercial AZ31B by Electrochemical Impedance, Mass-Loss, Hydrogen Collection, and Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry Solution Analysis », *CORROSION*, vol. 71, n° 2, p. 128-145, févr. 2015, doi: 10.5006/1419.
- [86] N. N. Aung et W. Zhou, « Effect of grain size and twins on corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy », *Corros. Sci.*, vol. 52, n° 2, p. 589-594, févr. 2010, doi: 10.1016/j.corsci.2009.10.018.
- [87] Y. Qingshan, J. Bin, X. Qing, L. Suqin, Y. Xiaowen, et P. Fusheng, « Microstructure Evolution and Corrosion Performance of AZ31 Magnesium Alloy Sheets », *Rare Met. Mater. Eng.*, vol. 45, n° 7, p. 1674-1677, juill. 2016, doi: 10.1016/S1875-5372(16)30138-2.
- [88] G. M. Naik, G. D. Gote, S. Narendranath, et S. S. Satheesh Kumar, « The impact of homogenization treatment on microstructure microhardness and corrosion behavior of wrought AZ80 magnesium alloys in 3.5 wt% NaCl solution », *Mater. Res. Express*, vol. 5, n° 8, p. 086513, juill. 2018, doi: 10.1088/2053-1591/aad31f.
- [89] L. G. Bland, N. Birbilis, et J. R. Scully, « Exploring the Effects of Intermetallic Particle Size and Spacing on the Corrosion of Mg-Al Alloys Using Model Electrodes », *J. Electrochem. Soc.*, p. 13, 2016.
- [90] L. Lu, T. Liu, J. Chen, et Z. Wang, « Microstructure and corrosion behavior of AZ31 alloys prepared by dual directional extrusion », *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 36, p. 687-693, avr. 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.12.023.
- [91] Q. Zhang, Q. Li, et X. Chen, « Effect of heat treatment on corrosion behavior of Mg–5Gd–3Y–0.5Zr alloy », *RSC Adv.*, vol. 10, n° 71, p. 43371-43382, 2020, doi: 10.1039/D0RA08933H.
- [92] Y. Zhu, G. Wu, Y.-H. Zhang, et Q. Zhao, « Growth and characterization of Mg(OH)₂ film on magnesium alloy AZ31 », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, n° 14, p. 6129-6137, mai 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.02.017.
- [93] M. Aissani, S. Gachi, F. Boubenider, et Y. Benkedda, « Design and Optimization of Friction Stir Welding Tool », *Mater. Manuf. Process.*, vol. 25, n° 11, p. 1199-1205, déc. 2010, doi: 10.1080/10426910903536733.
- [94] G01 Committee, « Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing », ASTM International. doi: 10.1520/G0003-89R10.
- [95] P. Dong, H. Li, D. Sun, W. Gong, et J. Liu, « Effects of welding speed on the microstructure and hardness in friction stir welding joints of 6005A-T6 aluminum alloy », *Mater. Des.*, vol. 45, p. 524-531, mars 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.09.040.
- [96] G. Gottstein et T. Al Samman, « Texture Development in Pure Mg and Mg Alloy AZ31 », *Mater. Sci. Forum*, vol. 495-497, p. 623-632, sept. 2005, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.495-497.623.
- [97] F. Guo, D. Zhang, X. Yang, L. Jiang, et F. Pan, « Microstructure and texture evolution of AZ31 magnesium alloy during large strain hot rolling », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 25, n° 1, p. 14-21, janv. 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)63573-7.

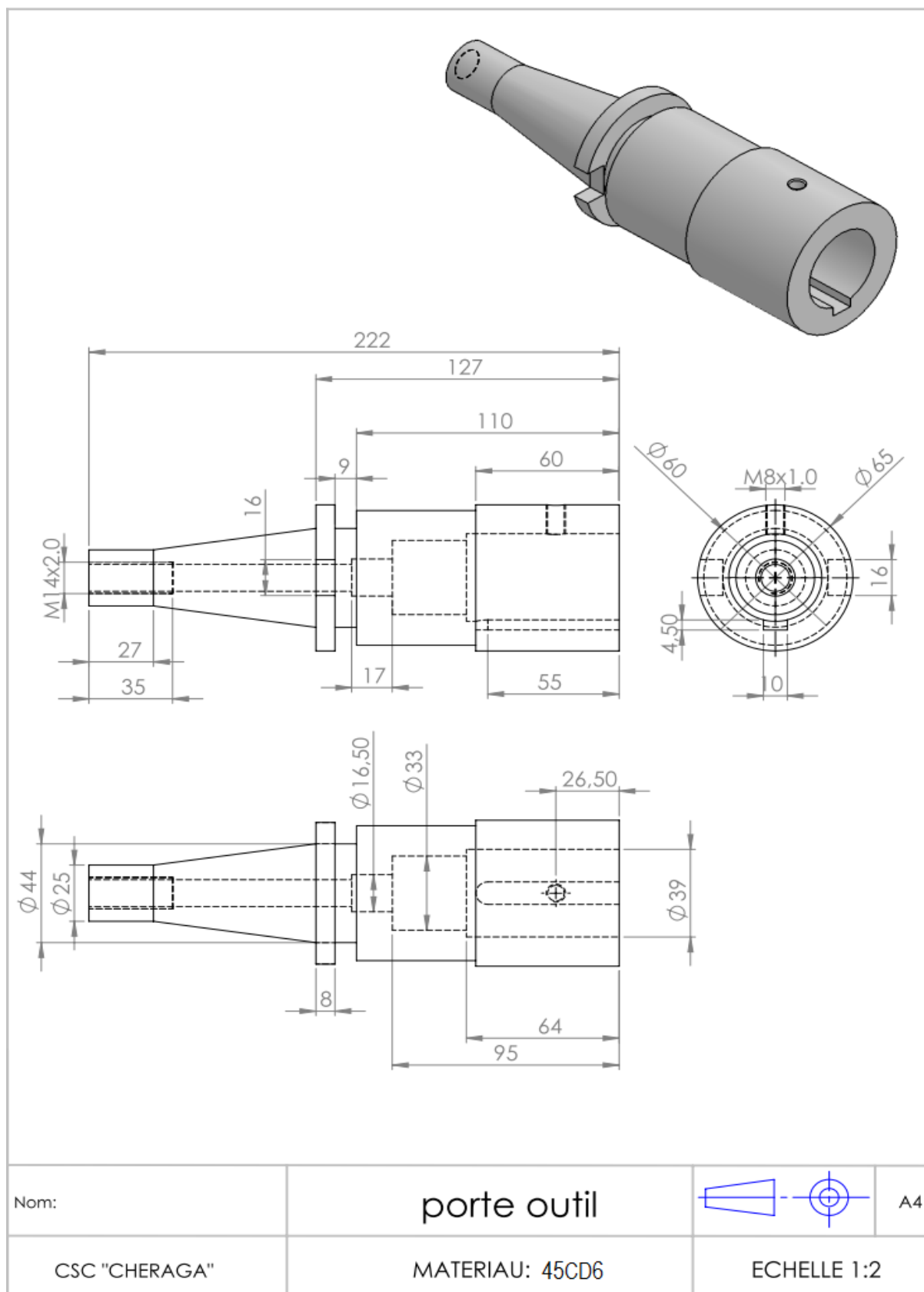
- [98] X. Guo, C. Ma, L. Zhao, A. Chapuis, Q. Liu, et P. Wu, « Effect of pre-deformation on the activation stress of {10–12} twinning in Mg–3Al–1Zn alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 800, p. 140384, janv. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2020.140384.
- [99] J. Mohammadi et M. Ghoreishi, « An Investigation into the Dissolution Characteristics of γ Precipitates in Mg-3Al-Zn Alloy », *Mater. Res.*, p. 7.
- [100] Y. Savguira, T. H. North, A. P. Gerlich, et S. J. Thorpe, « The Effect of Second Phase Particle Dissolution on the Corrosion of Friction Stir Spot Welded AZ31B », *J. Electrochem. Soc.*, p. 13, 2018.
- [101] S. W. Lee, S.-H. Kim, et S. H. Park, « Microstructural characteristics of AZ31 alloys rolled at room and cryogenic temperatures and their variation during annealing », *J. Magnes. Alloys*, vol. 8, n° 2, p. 537-545, juin 2020, doi: 10.1016/j.jma.2020.03.003.
- [102] A. Dorbane *et al.*, « Microstructural observations and tensile fracture behavior of FSW twin roll cast AZ31 Mg sheets », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 649, p. 190-200, janv. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2015.09.097.
- [103] S. Feliu, L. Veleva, et F. García-Galvan, « Effect of Temperature on the Corrosion Behavior of Biodegradable AZ31B Magnesium Alloy in Ringer’s Physiological Solution », *Metals*, vol. 9, n° 5, p. 591, mai 2019, doi: 10.3390/met9050591.
- [104] S. Feliu, L. Veleva, et F. García-Galvan, « Effect of Temperature on the Corrosion Behavior of Biodegradable AZ31B Magnesium Alloy in Ringer’s Physiological Solution », *Metals*, vol. 9, n° 5, p. 591, mai 2019, doi: 10.3390/met9050591.
- [105] X. Zhang, Z. P. Cano, B. Wilson, J. R. McDermid, et J. R. Kish, « Effect of surface preparation on the corrosion resistance of friction stir linear lap welded AZ31B-H24 », *Can. Metall. Q.*, vol. 56, n° 3, p. 308-321, juill. 2017, doi: 10.1080/00084433.2017.1327500.
- [106] F. Liu, Y. Ji, et Y. Bai, « Influence of multipass high rotating speed friction stir processing on microstructure evolution, corrosion behavior and mechanical properties of stirred zone on AZ31 alloy », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 30, n° 12, p. 3263-3273, déc. 2020, doi: 10.1016/S1003-6326(20)65459-0.
- [107] D. Song, A. Ma, J. Jiang, P. Lin, D. Yang, et J. Fan, « Corrosion behavior of equal-channel-angular-pressed pure magnesium in NaCl aqueous solution », *Corros. Sci.*, vol. 52, n° 2, p. 481-490, févr. 2010, doi: 10.1016/j.corsci.2009.10.004.
- [108] J. Liao, M. Hotta, et N. Yamamoto, « Corrosion behavior of fine-grained AZ31B magnesium alloy », *Corros. Sci.*, vol. 61, p. 208-214, août 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2012.04.039.
- [109] J. Su, M. Sanjari, A. S. H. Kabir, J. J. Jonas, et S. Yue, « Static recrystallization behavior of magnesium AZ31 alloy subjected to high speed rolling », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 662, p. 412-425, avr. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.03.047.
- [110] T. Liu, « Stability of twins in Mg alloys - A short review », *J. Magnes. Alloys*, p. 12, 2020.
- [111] Y. Wang, M. Xia, Z. Fan, X. Zhou, et G. E. Thompson, « The effect of Al8Mn5 intermetallic particles on grain size of as-cast Mg–Al–Zn AZ91D alloy », *Intermetallics*, vol. 18, n° 8, p. 1683-1689, août 2010, doi: 10.1016/j.intermet.2010.05.004.

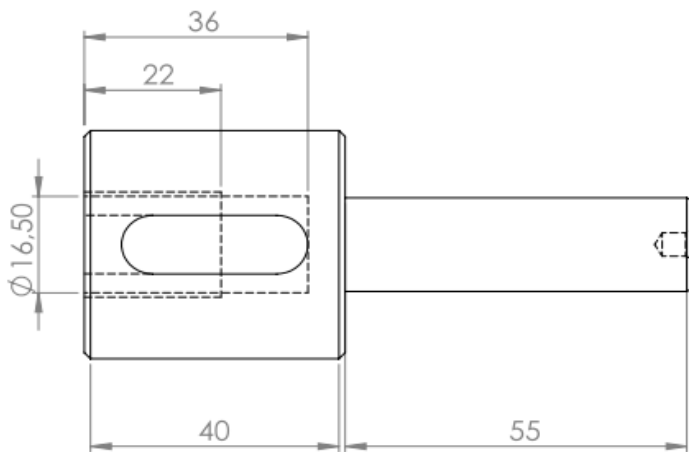
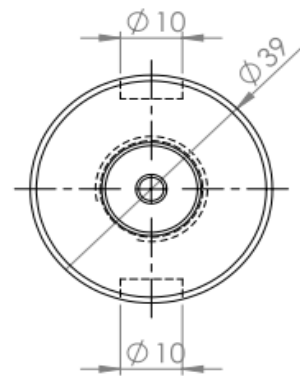
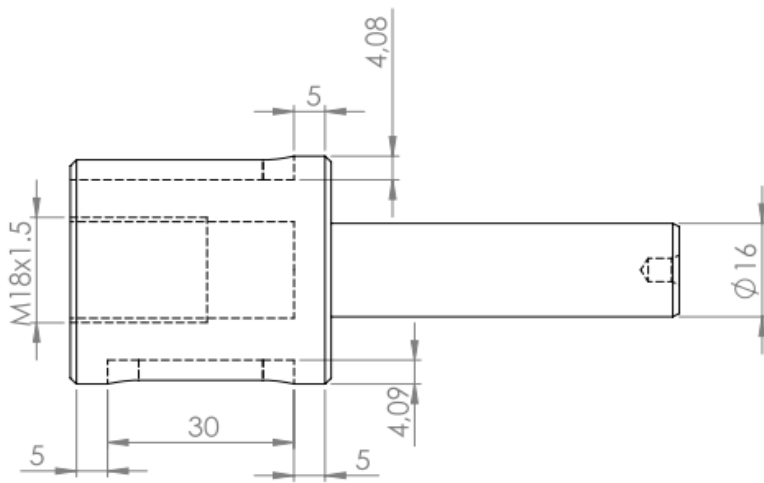
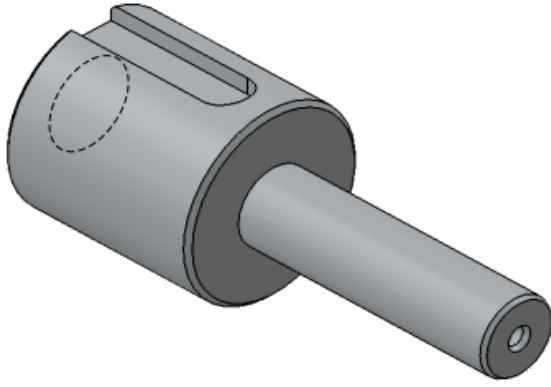
- [112] L. Xiao, L. Liu, Y. Zhou, et S. Esmaeili, « Resistance-Spot-Welded AZ31 Magnesium Alloys: Part I. Dependence of Fusion Zone Microstructures on Second-Phase Particles », *Metall. Mater. Trans. A*, p. 12.
- [113] J. W. Xian, L. Peng, G. Zeng, D. Wang, et C. M. Gourlay, « Al₁₁Mn₄ formation on Al₈Mn₅ during the solidification and heat treatment of AZ-series magnesium alloys », *Materialia*, vol. 19, p. 101192, sept. 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2021.101192.
- [114] A. Kalinenko, I. Vysotskii, S. Malopheyev, S. Mironov, et R. Kaibyshev, « Relationship between welding conditions, abnormal grain growth and mechanical performance in friction-stir welded 6061-T6 aluminum alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 817, p. 141409, juin 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141409.
- [115] M. Roostaei, M. Shirdel, M. H. Parsa, R. Mahmudi, et H. Mirzadeh, « Microstructural evolution and grain growth kinetics of GZ31 magnesium alloy », *Mater. Charact.*, vol. 118, p. 584-592, août 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2015.10.035.
- [116] S. Fukumoto, D. Yamamoto, T. Tomita, K. Okita, H. Tsubakino, et A. Yamamoto, « Effect of Post Weld Heat Treatment on Microstructures and Mechanical Properties of AZ31B Friction Welded Joint », *Mater. Trans.*, vol. 48, n° 1, p. 44-52, 2007, doi: 10.2320/matertrans.48.44.
- [117] Q. Chen *et al.*, « The mechanisms of grain growth of Mg alloys: A review », *J. Magnes. Alloys*, vol. 10, n° 9, p. 2384-2397, sept. 2022, doi: 10.1016/j.jma.2022.09.001.
- [118] H. Yu, Y. Xin, A. Chapuis, X. Huang, R. Xin, et Q. Liu, « The different effects of twin boundary and grain boundary on reducing tension-compression yield asymmetry of Mg alloys », *Sci. Rep.*, vol. 6, n° 1, p. 29283, juill. 2016, doi: 10.1038/srep29283.
- [119] H. Zhang, C. Yan, C. Li, Y. Xin, et Q. Liu, « Thermal stability of extension twins in Mg-3Al-1Zn rods », *J. Alloys Compd.*, vol. 696, p. 428-434, mars 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.315.
- [120] H. Gleiter, « THE FORMATION OF ANNEALING TWINS », *ACTA Metall.*, vol. 17, n° 12, p. 1421-1428, 1969, doi: 10.1016/0001-6160(69)90004-2.
- [121] R.-C. Zeng, Y. Hu, S.-K. Guan, H.-Z. Cui, et E.-H. Han, « Corrosion of magnesium alloy AZ31: The influence of bicarbonate, sulphate, hydrogen phosphate and dihydrogen phosphate ions in saline solution », *Corros. Sci.*, vol. 86, p. 171-182, sept. 2014, doi: 10.1016/j.corsci.2014.05.006.
- [122] Z. Pu *et al.*, « Grain refined and basal textured surface produced by burnishing for improved corrosion performance of AZ31B Mg alloy », *Corros. Sci.*, vol. 57, p. 192-201, avr. 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2011.12.018.
- [123] G. Williams, H. Ap Llwyd Dafydd, R. Subramanian, et H. N. McMurray, « The Influence of Chloride Ion Concentration on Passivity Breakdown in Magnesium », *CORROSION*, vol. 73, n° 5, p. 471-481, mai 2017, doi: 10.5006/2328.
- [124] N. Sathirachinda, R. Pettersson, S. Wessman, et J. Pan, « Study of nobility of chromium nitrides in isothermally aged duplex stainless steels by using SKPFM and SEM/EDS », *Corros. Sci.*, vol. 52, n° 1, p. 179-186, janv. 2010, doi: 10.1016/j.corsci.2009.08.057.

Annexes

ANNEXE 1

PLAN DE L'OUTIL DE SOUDAGE FSW

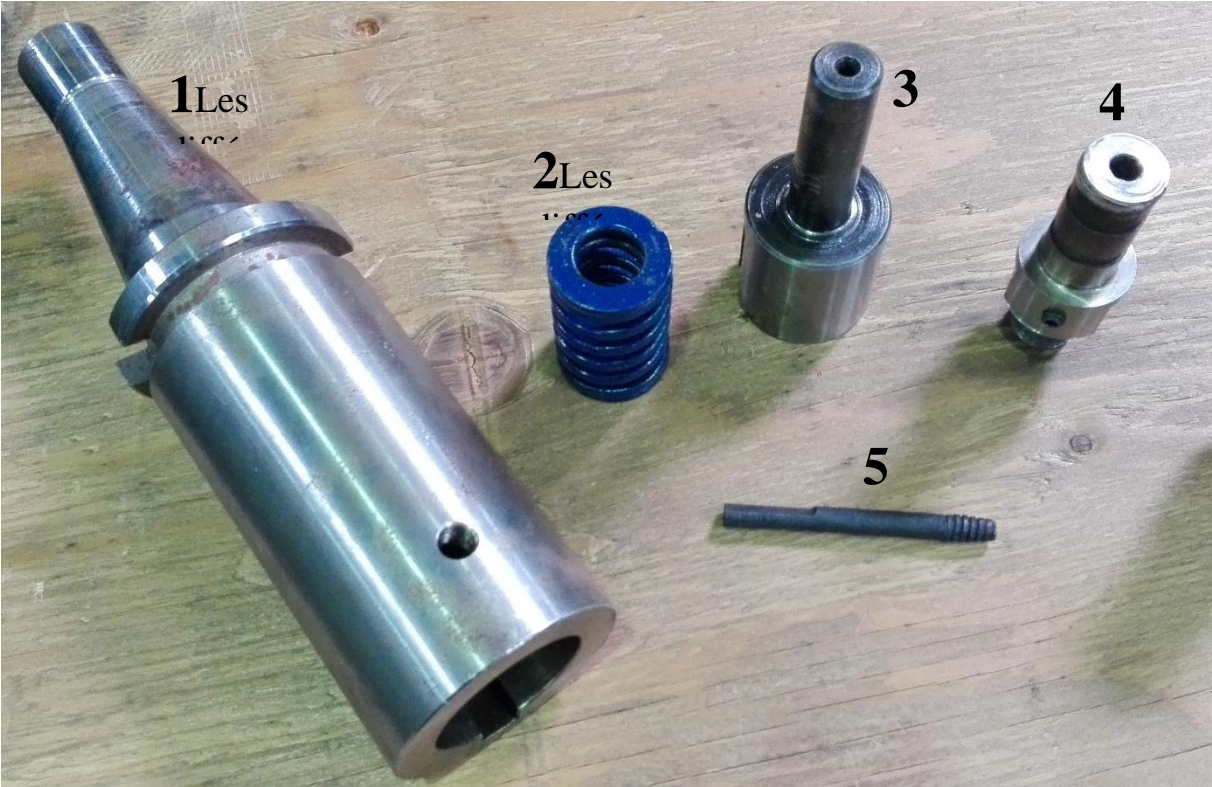




Nom:	ARBRE		A4
CSC "CHERAGA"	MATERIAU: 45CD6	ECHELLE 1: 1	

ANNEXE2

Les différentes parties séparables de l'outil



ANNEXE 3

RESSORTS CHARGES MOYENNES couleur bleu

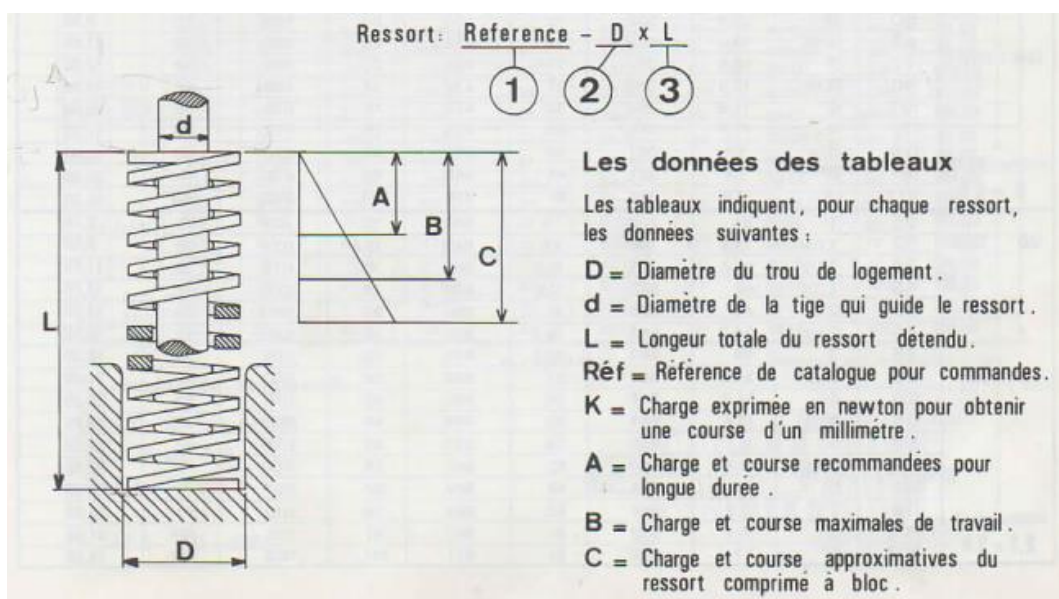
D	d	L		K	A 25 %		B 35 %		C		P.U
		mm	inch		N/mm	N	mm	N	mm	N	
32	16	38	1 1/2"	159	1510	9.5	2146	13.5	2385	15	15.00
		45	1 3/4"	133	1463	11	2061	15.5	2394	18	16.50
		50	2"	109	1362	12.5	1907	17.5	2180	20	18.00
		65	2 1/2"	86.3	1380	16	1984	23	2157	25	21.00
		75	3"	70.6	1341	19	1835	26	1976	28	23.00
		90	3 1/2"	61.8	1359	22	1915	31	2039	33	26.50
		101	4"	53	1325	25	1908	36	2014	38	29.00
		115	4 1/2"	46.1	1336	29	1844	40	1982	43	33.00
		126	5"	42.1	1347	32	1852	44	2020	48	38.00
		151	6"	35.3	1341	38	1870	53	2082	59	45.00
		176	7"	29.4	1293	44	1822	62	2028	69	50.00
Section du fil 4 x 6.8		202	8"	25.4	1295	51	1803	71	2006	79	57.00
		252	10"	20.2	1272	63	1777	88	1999	99	66.00
		303	12"	17	1292	76	1819	107	2074	122	98.00

1N=0.102 Kg

Tolérance ± 10%

Ressort de longueur 50

Pour alésage Φ 16



ANNEXE 4

Spectre de diffraction des rayons X dans la ZN du jointFSW-AZ31 aux différentes conditions du PWHT.

