

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

3/89

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : METALURGIE

Projet de Fin d'Etudes

S U J E T

ETUDE DE LA CINETIQUE DE PRECIPITATION

DANS UN ALLIAGE AL-CU

Proposé par :
Mr NGUYEN

Etudié par :
BELASSEL Mohammed
OUAHRANI Kamel

Dirigé par :
Mr NGUYEN

Promotion Juin 1989

E.N.P. : 10, Avenue Hacem Badi - EL-HARRACH - ALGER

DEDICACE

A

Mon Père,

Ma Mère,

Mes Frères,

Mes Soeurs,

Mes Cousins,

Mes Amis,

M. BELASSEL

A

Mon Père,

Ma Mère,

Toute ma Famille,

Mes Chers Amis.

K. OUAHRANI

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier notre promoteur, Monsieur NGUYEN VAN CHI, pour son aide et les conseils qu'il nous a prodigués pour la réalisation de ce modeste travail.

Nous remercions vivement Monsieur le Président du Jury ainsi que tous les membres du Jury pour avoir bien voulu accepter de juger ce travail.

Notre gratitude et nos remerciements vont également à tous les Professeurs qui ont contribué à notre formation et particulièrement ceux du Département Métallurgie.

Nous n'oublierons pas, tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce mémoire pour leur exprimer toute notre gratitude.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

I.-DIAGRAMME D'EQUILIBRE Al-Cu

1.- DIAGRAMME D'EQUILIBRE

- a.- Propriétés Al et Cu
- b.- Diagramme Al-Cu

2.- MISE EN EVIDENCE DU CHOIX DE L'ALLIAGE

3.- ASPECT RELEVANT DE LA MISE EN EVIDENCE

4.- AUTRES ASPECTS MICROSCOPIQUES & ORIGINES PHYSIQUES DES EVOLUTIONS STRUCTURALES

II.- LE DURCISSEMENT DES SOLUTIONS SOLIDES

1.-LES SOLUTIONS SOLIDES

- 1.1.- Définition
- 1.2.- Les solutions solides d'insertion
- 1.3.- Les solutions solides de substitution

2.- MODES DE DURCISSEMENT

- 2.1.- Les défauts cristallins
- 2.2.- Durcissement par ecrouissage
- 2.3.- Durcissement en solution
- 2.4.- Durcissement par irradiation

3.- DURCISSEMENT PAR PRECIPITATION

- 3.1.- Durcissement par zones GP. & précipités cohérents
- 3.2.- Précipités incohérents

III.-PRECIPITATION DANS LE SYSTEME Al-Cu

1.- MECANISME DE LA PRECIPITATION

2.- CINETIQUE DE PRECIPITATION

2.1.- Définition

2.2.- Energie d'activation de précipitation

2.3.- Détermination de l'énergie d'activation
par méthode expérimentale.

3.- COALESCENCES DES PARTICULES θ'

3.1.- Définition

3.2.- Aspect thermodynamique

3.3.- Cinétique de la coalescence d'une particule de
rayon r

3.4.- Interprétation physique de la courbe $dr/dt = (r/r)$

4.- EFFET D'UN PRETRAITEMENT SUR LA PRECIPITATION

a.- Influence d'une concentration excessive en
lacunes.

b.- Influence des dislocations,

c.- L'effet du traitement de reversion

IV.-ELABORATION & METHODES EXPERIMENTALES

1.- TECHNOLOGIE D'ELABORATION

2.- LES TRAITEMENTS THERMIQUES

2.1.- Homogénéisation

2.2.- Mise en solution - trempe

2.3.- Traitement de reversion

2.4.- Choix des températures & temps de revenu

3.- MESURE DE LA DURETE HV

4.- MICROSCOPIE OPTIQUE

V.-RESULTATS & INTERPRETATIONS

1.- MICROSTRUCTURES

- a.- Structure après coulée
- b.- Structure après homogénéisation
- c.- Structure après trempe
- d.- Structure après revenu

2.- ETUDE DE LA PRECIPITATION PAR MICRODURETE & COURBES ISOTHERMES

- a.- Résultats
- b.- Discussions
- c.- Comparaison entre les courbes isothermes

3.- CINETIQUE DE PRECIPITATION

4.- ETUDE DE LA CINETIQUE DE PRECIPITATION APRES TRAITEMENT DE REVERSION

- a.- Courbes isochrones de dureté
- b.- Courbe isotherme de reversion
- c.- Cinétique de précipitation après reversion

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

L'apport des matériaux métalliques fut d'un grand intérêt en technologie et surtout au développement des industries automobiles, aéronautiques, alimentaires, nucléaire et en médecine.

Cette attribution est donnée spécialement par le développement des alliages légers, alliages d'aluminium, vu leur faible densité par rapport à celles du cuivre ou du fer, sa grande affinité à l'oxygène qui stoppe, par un film mince d'oxyde (Al_2O_3) la progression de l'oxydation au sein de la pièce et sa résistance donc dans différents milieux corrosifs ou agressifs.

Les différentes options déterminées en industrie sont résumées en :

- Alliages de forge et de laminage à durcissement par traitement thermique.
- Alliages de forge et d'estampage non durcis par traitement thermique.
- Alliage d'aluminium de fonderie.
- Alliages frittés.

On trouve l'application de certains alliages en industrie, dont fait partie l'alliage Al-Cu additionné à de faibles quantités en éléments de transition, particulièrement Mn et Ti, respectivement de 0,1 à 1 % et de 0,25 à 0,45 [14]

L'étude de ces différents alliages choisit Al-Cu 4 % comme alliage exemplaire pour l'étude des propriétés mécaniques, et leurs cinétiques de changement, notamment celle des phénomènes de précipitation dans l'alliage Al-Cu. Il est actuellement un alliage typique de recherches dans les laboratoires modernes.

Dans cet optique on a choisi cet alliage (Al-Cu 4 %) pour l'étude de la cinétique de précipitation. Notre étude consiste donc, en l'élaboration de l'alliage et l'étude de la cinétique de transformation des phases sous l'influence de différents paramètres, notamment celles de la variation du temps et température.

Le premier chapitre traitera le diagramme d'équilibre Al-Cu et les propriétés des éléments de base et celle des phases formées dans l'alliage ~~en~~ conditions isothermes lors du refroidissement (conditions d'équilibres thermodynamiques) et l'origine du choix.

Dans le deuxième chapitre, on exposera la théorie des solutions solides et leur durcissement structural particulièrement le durcissement par précipitation et l'effet des imperfections cristallines.

La précipitation sera donnée au troisième chapitre, avec détails sur les mécanismes, la cinétique de précipitation par l'utilisation d'une propriété physique (dureté en fonction du temps de revenu) pour expliquer les phénomènes de transformation de phases dans l'alliage.

Les méthodes expérimentales feront l'objet du chapitre quatre, où on donnera la technologie d'élaboration de l'alliage, et celle des traitements thermiques & traitements de reversion.

Les résultats et interprétations seront donnés au cinquième chapitre par les microstructures observées au microscope optique et les courbes de dureté Hv en fonction du temps à différentes températures avec un calcul sur l'énergie d'activation à deux stades de précipitation.

On terminera notre travail par une conclusion.

CHAPITRE I

DIAGRAMME D'EQUILIBRE Al-Cu

CHAPITRE IDIAGRAMME D'EQUILIBRE AL-Cu

Avant d'aborder le problème du choix de l'alliage, il y a lieu de commencer par donner le diagramme d'équilibre Al-Cu et les caractéristiques physico-chimiques de ses éléments pour en faire à l'étude, un complément de base que ça soit pour prévoir les types de solutions solides et la miscibilité ou autres.

1.1.-DIAGRAMME D'EQUILIBRE :a.-Propriétés d'Al et Cu [14] :-ALUMINIUM :

- Eléments du III^e groupe de la classification périodique des éléments,
- Nombre et masse atomique : 13-26,98.
- Structure électronique : 1S², 2S², 2P⁶, 3S², 3P¹,
- Température de fusion est 658° C
- Possède un réseau cubique à faces centrées de paramètre : $a = 4,0412 \text{ \AA}$,
- Possède une faible densité : 2,7 g/cm³
(Fe : 7,8 g/cm³)
- Conductibilité électrique élevée.
- une grande affinité pour l'oxygène et une forte résistance à la corrosion.

-CUIVRE :

- Elément du 1^o groupe de la classification périodique,
- Nombre et masse atomique : 29 - 63,54

-Structure électronique : 1S2, 2S2, 2P6, 3S2, 3P6, 3d10, 4S1.

- Température de fusion : 1083° C,

- Son réseau cristallin cubique à faces centrées de paramètre $a = 3,6074 \text{ \AA}$.

- Sa densité est de 8,94 g/cm³

- Grande conductibilité thermique et électrique

b.-Le Diagramme d'équilibre Al-Cu :

Le diagramme d'équilibre Al-Cu est donné par la figure I.1. dans lequel les phases principales sont la solution solide α et la combinaison chimique CuAl₂.

La solubilité du cuivre dans l'aluminium est donnée par le tableau 1. [16]

| T(°K) | % Cu en Poids | % Cu en atomes |
|-------|---------------|----------------|
| 820 | 5,70 | 2,53 |
| 800 | 5,10 | 2,45 |
| 775 | 4,05 | 1,80 |
| 750 | 3,50 | 1,50 |
| 725 | 2,50 | 1,07 |
| 700 | 2,00 | 0,86 |
| 675 | 1,40 | 0,60 |
| 650 | 1,10 | 0,47 |
| 625 | 0,85 | 0,36 |
| 600 | 0,70 | 0,30 |
| 575 | 0,45 | 0,20 |
| 550 | 0,35 | 0,15 |
| 525 | 0,20 | 0,08 |
| 500 | 0,18 | 0,07 |
| 295 | 0,05 | 0,02 |

Tableau 1.- :Solubilité du Cuivre dans l'Aluminium

La pression réduit la solubilité du cuivre sous 1 000 MN/m² et à 502° C la solubilité est inférieure à 5 %.

La solubilité du cuivre dans les films minces (jusqu'à 250.10⁻¹⁰ m d'épaisseur) obtenus par condensation rapide de vapeur est reportée à une valeur de 25 % et sous une vitesse de refroidissement 10⁶ - 10⁸ °K/sec, la solubilité est augmentée à 30-35 % Cu mais au refroidissement à 80°-100°K/sec réduit la solubilité jusqu'à 0,2-0,3 % Cu.

A la composition eutectique avec un refroidissement de 5.10⁹ ° K/sec produit un métal amorphe. [16]

Les lignes du solidus et liquidus sont des droites avec un coefficient de 0,14-0,17 environ jusqu'à 33 % où il y a présence de deux phases liq. + α .

- La phase qui est Al₂Cu se solidifie directement à partir de l'état liquide à 53,3 % de cuivre et 591 °C, son domaine d'existence de 52,5 à 53,9 %.

Al₂Cu possède un réseau tétragonal, du groupe spatial I4/mcm, 12 atomes par maille avec un paramètre a = 6,066. Å et c = 4,874. Å.

La densité est 4,340 kg/m³. Une forme allotropique au dessus de 577° C existe mais aucun détail ni confirmation n'a été reporté depuis. Son retrait à la solidification atteint 3 % et sa résistivité est de l'ordre de (5 à 6).10⁸ m à - 23° C. Le coefficient donné par effet Hall est positif. sa dureté Vickers à la température ambiante est de l'ordre de 5 000 MN/m².

- Le paramètre du réseau d'Al décroît linéairement pour atteindre une valeur de 4,038 Å à la limite de solubilité au diagramme d'équilibre 5,7 % Cu et 3,99 Å quand 35 % Cu sont portés dans la solution avec une grande vitesse de refroidissement. [16]

La densité diminue selon les valeurs données dans le tableau 2. La température de fusion de l'Al est diminuée par l'addition du cuivre et sa précipitation ~~du cuivre~~, et la transformation au vieillissement dégage ou absorbe une large quantité de chaleur.

| | | :m.p.solide:m.p.liquide: | | | |
|----------|-----------|--------------------------|----------|----------|---|
| : % Cu : | A 27° C : | 660° C : | 660° C : | 927° C : | : |
| : 0 : | 2700 : | 2550 : | 2380 : | 2300 : | : |
| : 4,2 : | 2790 : | 2650 : | 2480 : | 2370 : | : |
| : 10 : | 2920 : | 2780 : | 2640 : | 2480 : | : |
| : 20 : | 3150 : | 3040 : | 2880 : | 2700 : | : |
| : 30 : | 3450 : | 3300 : | 3140 : | 3000 : | : |
| : 40 : | 4200 : | 4000 : | 3800 : | 3700 : | : |
| : | : | : | : | : | : |

Tableau 2.- Densité de l'alliage (Kg/m³) [16]

1.2.-MISE EN EVIDENCE DU CHOIX :

Le choix est mis en évidence par trempe et vieillissement or avec l'abaissement de la température, la solubilité dans l'aluminium de l'élément Cu diminue ; ce qui permet d'utiliser la trempe et vieillissement pour durcir l'alliage.

La trempe consiste en un refroidissement rapide après chauffage à partir de la température à laquelle dans l'aluminium les phases intermétalliques en excès se dissolvent complètement. [14]

1.3.-ASPECT RELEVANT DE LA MISE EN EVIDENCE :

Au refroidissement rapide, à partir de la température où la seule phase est complètement homogène, jusqu'à l'ambiante on obtient la même phase, sous forme de solution solide sursaturée en cuivre. [14]

1.4.-AUTRES ASPECTS MICROSCOPIQUES & ORIGINE PHYSIQUE DES EVOLUTIONS STRUCTURALES :

Au refroidissement rapide les atomes de cuivre rentrant en solution solide dans le réseau d'aluminium seront bloqués à la diffusion sous l'effet de contrainte due à la contraction du métal, or à la diminution de l'amplitude de vibrations des atomes du réseau d'aluminium.

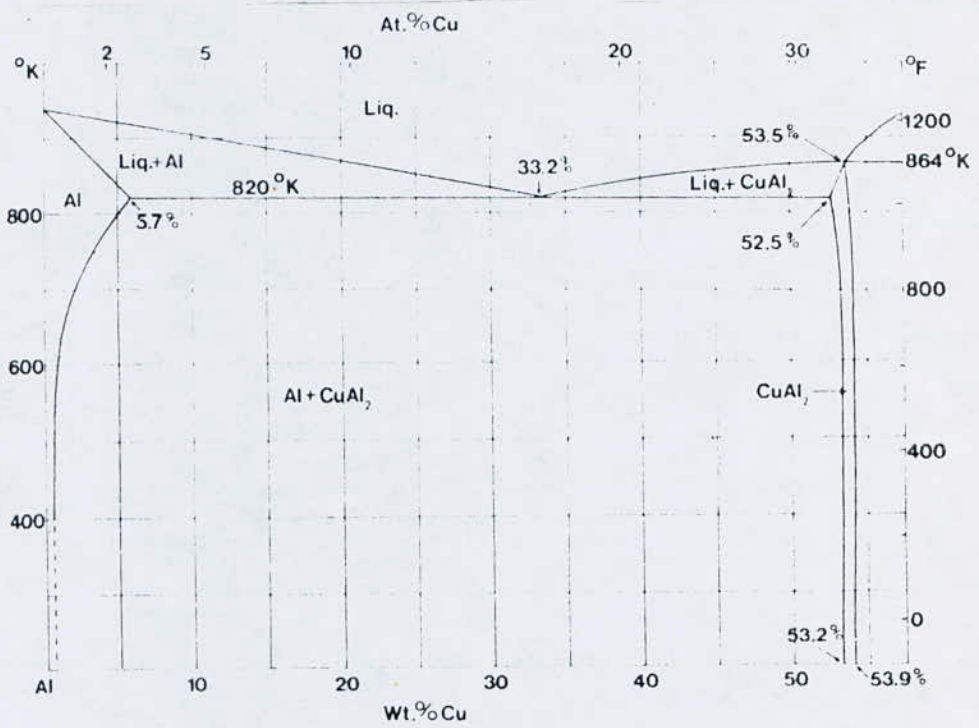


FIG. I.1. Diagramme d'équilibre du système Al - Cu (16)

En plus la microstructure exhibe des défauts de structure (lacunes, dislocations...etc) qui créent des gradients de contraintes ou de déformation favorisant ainsi la diffusion des atomes de cuivre vers ces défauts par une simple maturation ou chauffage à une température accrue (vieillessement artificiel), formant des amas de Al-Cu qui bloquent fortement le déplacement des dislocations, en conséquence augmentent sa résistance aux déformations, sa dureté, son élasticité, et altèrent son aptitude à la déformation plastique. Tant la température de vieillissement est accrue, tant l'évolution vers une structure d'équilibre est favorisée. [14]

CHAPITRE II

DURCISSEMENT DES SOLUTIONS

SOLIDES

CHAPITRE II

DURCISSEMENT DES SOLUTIONS SOLIDES

2.1.-LES SOLUTIONS SOLIDES :

Les phases qui se forment dans les alliages métalliques peuvent être, suivant l'interaction physico-chimique, des solutions solides, solutions liquides ou combinaisons chimiques.

2.1.1.-Définition d'une solution solide :

C'est une phase formée par mélange de deux composants métalliques dont l'un garde son réseau cristallin, alors que l'autre ne le garde pas. On nomme l'élément gardant son réseau A et l'autre B.

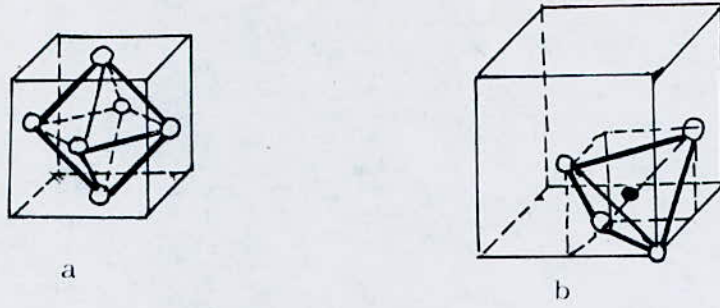
Il existe des solutions solides d'insertion et des solutions solides de substitution [14].

2.1.2.-Solution solide d'insertion :

Dans cette solution les atomes B occupent des sites interstitiels du réseau de l'élément A. D'après le modèle des sphères dures, au contact les unes avec les autres suivant certaines directions, le rayon des sites interstitiels est faible par rapport à celui des atomes du réseau de base A.

Exemple :

Pour une structure c.c. $Ri)_o = 0,067 a$, $Ri)_T = 0,127a$
 Pour une structure C.f.c. $Ri)_o = 0,147 a$, $Ri)_T = 0,08 a$
Ri : Rayon de l'interstice
T : Site de forme Tetraédrique
O : Site de forme Octaédrique
a : Paramètre de la maille du réseau de base A.
 (Voir Fig. II.1) [13].



. Site interstitiel

0 Atome du métal C.F.C

FIG.II.1. Maille C.F.C site interstitiel (13)

a) Octaédrique, b) Tétraédrique

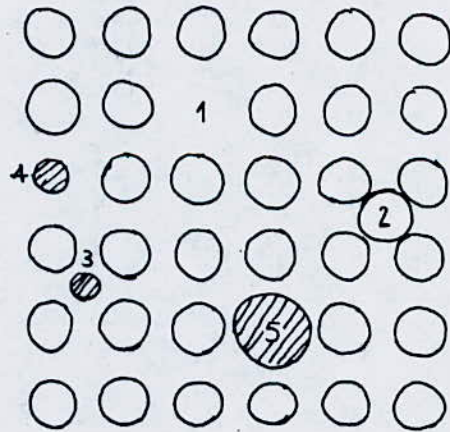


FIG.II.2. Défauts atomiques ponctuels . (1) lacune

(2) auto-interstitiel, (3) interstitiel étranger,

(4) (5) atomes étrangers en substitution . (13)

2.1.3.-Les solutions solides de substitution :

Les atomes B substituent dans le réseau de base une fraction d'atomes A, sans toutefois modifier la structure cristalline.

Pour prévoir une telle substitution un certain nombre de caractéristiques physiques doivent être vérifiées, pour cela on se réfère aux règles empiriques de HUME-ROTHERY.

a) Effet de taille :

Pour qu'un métal B ait une solubilité importante dans A, la taille des atomes B ne doit pas différer de plus de 15 % de celles des atomes A et les atomes de cuivre différent de 12 % de celles des atomes d'aluminium [13].

Si l'écart diffère de 15 % d'autres facteurs encore peuvent limiter la miscibilité des deux éléments.

b) Propriétés électroniques :

- L'électronégativité : plus la différence d'électronégativité entre les éléments A et B est grande, moins la liaison sera de caractère métallique (stable), et plus la différence est croissante, on passera d'une solution solide métallique AB à une solution solide ordonnée. [13]

- Le nombre de valence : dont la validité est moins générale, exprime que la solubilité d'un métal de valence élevée dans un métal de valence faible est plus importante que celle dans le cas inverse. [13]

- La concentration électronique : Dans de nombreux systèmes les limites de phases semblent être liées à des valeurs particulières de nombre d'électrons de valence par site du réseau. Cette règle a été déduite de l'étude des alliages à base de métaux nobles.

2.2.-MODES DE DURCISSEMENTS :

2.2.1.-Les défauts cristallins :

A la différence d'un cristal parfait, un cristal réel contient plusieurs sortes de défauts dont on cite :

a) Les défauts ponctuels :

Ces types de défauts peuvent être résumés en trois défauts principaux : (voir Fig. II.2.) [13]

- La lacune : C'est le manque d'atome en un site normal dans le réseau.
- L'auto-interstitiel : C'est un atome placé en insertion dans le réseau de base.
- L'atome étranger : est un atome de nature chimique différente de celle du métal de base. L'atome étranger peut être placé en insertion ou en substitution.

b) Les défauts linéaires :

- Les dislocations de TAYLOR (coin) (Fig. II, 3a) [17]
- Les dislocations de BURGERS (Vis) (Fig. II, 3b) [17]

Ces dislocations présentent une grande importance dans les propriétés mécaniques d'un métal ou alliage.

La déformation des métaux peut être expliquée par le déplacement des dislocations au sein du métal. Le parcours du déplacement caractérise la déformation réversible ou irréversible, en d'autres termes la déformation élastique ou plastique [17].

La déformation est irréversible si le glissement des dislocations se fait sur une distance égale à un nombre entier de distances interatomiques. Ce déplacement des dislocations est freiné par la présence d'autres dislocations, d'impuretés, de joints de grains ou de microstructures, provoquant ainsi une perte de plasticité, donc un durcissement du réseau.

c) Les joints de grains :

Les joints de grains sont des zones de transition raccordant des cristaux d'orientation différente. D'après ce modèle, les propriétés et les structures doivent dépendre des orientations relatives des cristaux contigus. [13]

Il a été défini géométriquement le joint de grains par cinq paramètres, trois d'entre eux précisent la désorientation relative des cristaux contigus, les deux autres définissent l'orientation du plan du joint par rapport à l'un de ces deux trièdres définis sur les deux grains par trois directions cristallographiques identiques.

- Les joints de faible désorientation :

Encore appelés sous joints, ils peuvent être décrits en terme de famille de dislocations. Ils ont distingué les joints de flexion et joints de torsion, suivant que l'axe de désorientation des cristaux contigus soit parallèle ou perpendiculaire au plan du joint. [13]

Les joints de flexion peuvent être décrits à l'aide d'une ou plusieurs familles de dislocation coin, et les joints de torsion comme des dislocations vis.

- Les joints de forte désorientation :

Avec une forte désorientation, le joint se présente comme une région de désordre atomique (Fig. II,4) d'extension latérale très limitée, son épaisseur ne dépasse pas deux à trois distance atomique, comme le montre la microscopie électronique en transmission.

La mesure des sillons intergranulaires formés en surface par attaque thermique montre que l'énergie des joints de fortes désorientations varie peu avec celle-ci tout en présentant cependant des minimums aigus pour des orientations déterminées, telles que des orientations de macles ou les orientations singulières dites de coïncidence, et il existe un superreseau d'atomes communs aux deux réseaux. [13]

Les joints de grains peuvent jouer le rôle de sources et de puits de défauts ponctuels et de dislocations c'est-à-dire, le joint présente un lieu concentré en défaut. Au cours de la trempe, les lacunes s'éliminent beaucoup plus vite au voisinage des joints qu'à l'intérieur des grains, comme ils constituent des obstacles à la progression des déformations par absorption des dislocations en mouvement. [17]

Enfin les joints de grains, par leur énergie libre élevée peuvent être des sites de germination préférentielle au cours des processus de précipitation. [13]

Parmi les types de durcissements expliqués par le déplacement des dislocations on a :

- Durcissement par écrouissage,
- Durcissement en solution,
- Durcissement par irradiation,
- Durcissement structural ou par précipitation.

2.2.2.-Durcissement par ecrouissage :

On appelle durcissement par écrouissage, le phénomène où les propriétés mécaniques sont améliorées, comme la limite élastique et son aptitude à la déformation plastique est diminuée.

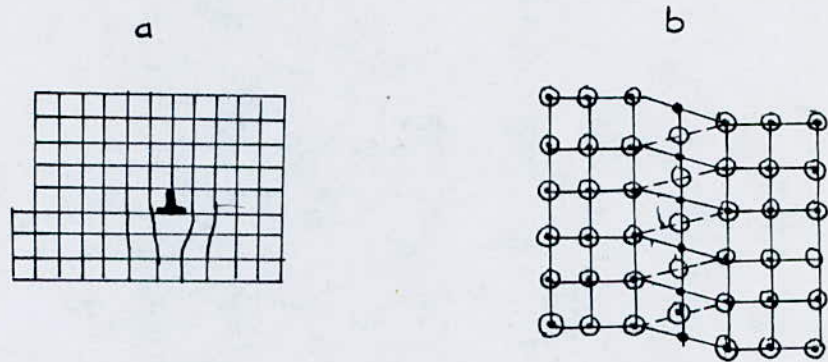


FIG. II.3 (17)

a) Dislocation coin

b) Dislocation vis

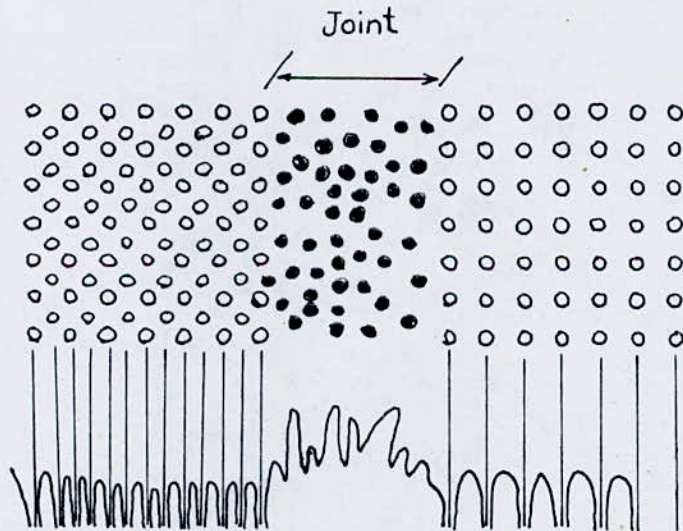


FIG. II.4 (13)

Modèle de la disposition des atomes et de l'énergie potentielle aux joints et dans le volume du grain

Un tel phénomène est expliqué par l'augmentation de la densité de dislocation lorsque la charge appliquée dépasse la limite élastique.

La densité de dislocation peut atteindre 10^{10} - 10^{12} cm². Cette multiplication peut être expliquée par le moulin de FRANK-READ, dont une dislocation ancrée en deux noeuds de FRANK-READ se courbe sous l'effet d'une contrainte dans un plan de glissement. L'évolution prend la configuration suivante : (Fig. II,5) [13]

La dernière configuration montre le segment AB de dislocation régénérée avec formation d'une boucle de dislocation dans le plan de glissement, ainsi le processus reprend à nouveau par le segment AB dans le plan de glissement pour former d'autres boucles.

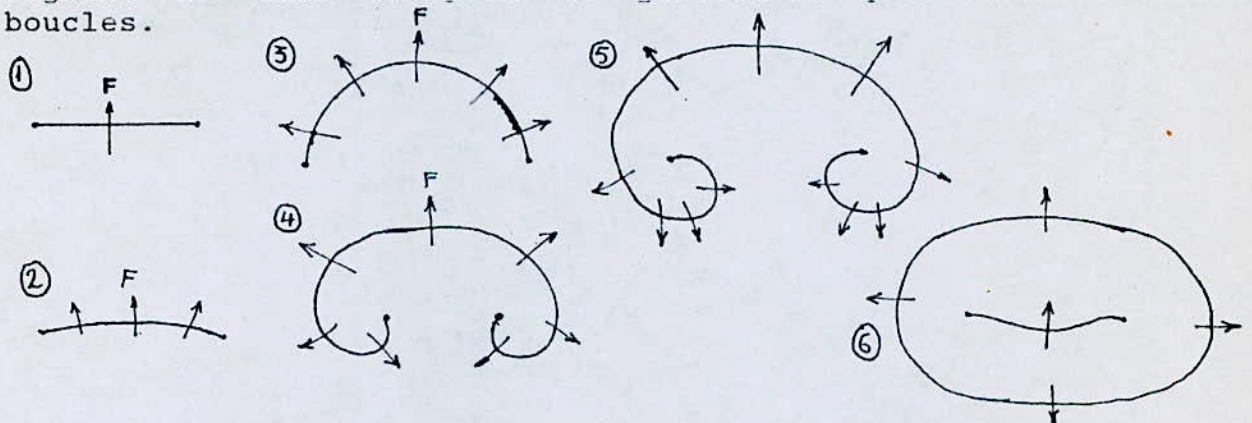


Fig. II.5.- Multiplication des dislocations par mécanisme de FRANK - READ [13]

Les dislocations ainsi créées se croisent et forment des crans qui se bloquent fortement et arrêtent leur progression.

2.2.3.-Durcissement en solution :

L'introduction d'atomes étrangers dans un réseau d'atomes perturbe sa structure périodique, ce qui crée des contraintes de distorsion du réseau, par conséquent empêchent le déplacement des dislocations. [17]

L'origine principale de l'interaction entre dislocation et atomes étrangers est liée à un certain nombre d'effets dont :

- L'effet de taille : Une importante interaction est obtenue lorsque la différence de taille entre les rayons atomiques du solvant et soluté est élevée, ce qui déforme fortement le réseau soit par attraction ou répulsion.

- L'effet chimique : Il est le résultat de l'interaction solvant-solvant et solvant-soluté qui se traduit par l'existence d'un ordre plus ou moins local.

- Atmosphère de Cottrell : C'est un regroupement d'atomes de soluté à l'entourage des dislocations, qui bloquent le développement de celles-ci.

- Effet Suzuki : consistant en un regroupement d'atomes de soluté au voisinage des défauts d'empilement, pouvant conduire au durcissement de la solution solide.

2.2.4.-Durcissement par irradiation :

Lors de l'irradiation d'un métal par des particules fortement énergétiques, des atomes peuvent être éjectés de leurs sites pour loger en position interstitielle, si l'énergie d'irradiation est suffisamment élevée, il peut y avoir regroupement des défauts et formation d'amas, ces défauts provoquent le durcissement. [17]

Ce durcissement est dû au frottement des dislocations sur les défauts répartis uniformément sur les plans de glissement. L'effet durcissant augmente avec la forte irradiation et dépend de la température.

2.2.5.-Durcissement par précipitation :

Il fera l'objet du paragraphe suivant (2.3.)

2.3.-DURCISSEMENT PAR PRECIPITATION :

Le durcissement par précipitation est à l'origine des interactions défauts-précipités ou particules, principalement on indique les défauts linéaires (dislocations).

2.3.1.-Durcissement par zones G.P. & précipités cohérents :

La structure du réseau présente une continuité cohérente au niveau de l'interface zone G.P.-matrice ou précipités-matrice [voir zone G.P. Chapitre III.]. Les dislocations peuvent cisailer les précipités à cause de la cohérence avec la matrice, or il existe entre eux une structure cristalline, une relation d'orientation et des paramètres voisins.

a) *Effet à grande distance* :

Cet effet est conditionné par l'existence d'une interaction produite sous l'effet de la déformation entre précipités-dislocations dans la matrice. H.G. LEITHER et E. HORN BOGEN ont établi l'accroissement de contrainte nécessaire au passage de la dislocation. [2]

$$\Delta T = \frac{27,4 E^3 \epsilon^3 b f^{5/6} r^{1/2}}{T (1 + \nu)^3}$$

- E : Module d'YOUNG
- T : Tension de ligne de dislocation,
- ν : Coefficient de Poisson,
- f : Fraction de volume des particules de rayon r,
- ϵ : Déformation,
- b : Vecteur de Burgers.

b) Effet à courte distance :

Le cisaillement des précipités cohérents s'accompagne de la création de deux interfaces : (Fig. II, 6, c)

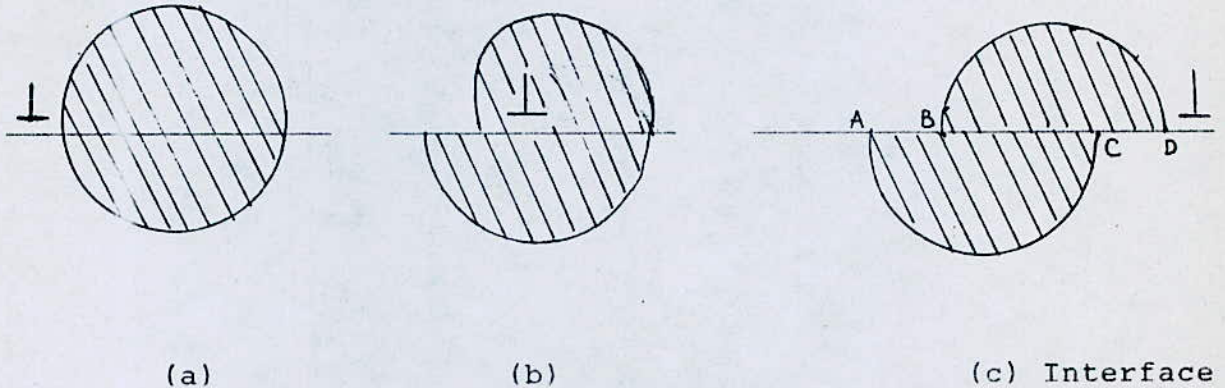


Fig. II,6 : Cisaillement des précipités.

- Un interface à l'intérieur du précipité (BC) d'énergie γ_p dû au désordre créé par le passage de la dislocation.
- Un interface supplémentaire matrice-précipité (AB-CD) d'énergie γ_s égale au travail de changement des forces de cohésion.

L'accroissement de contrainte nécessaire au cisaillement d'un précipité cohérent, en tenant compte de l'augmentation de γ_p et avec le rayon r s'exprime par : [2]

$$\Delta\tau = \frac{0,28 \gamma_p^{3/2} f^{1/2} r^{1/2}}{\mu(1/2)b^2}$$

μ : module de cisaillement,

γ_p : énergie d'interface,

2.3.2.-Précipités incohérents :

Les précipités incohérents sont des précipités d'équilibre, ils ne sont pas cisailés par les dislocations et leurs effets varient selon la ~~valeur~~ de leur module d'élasticité.

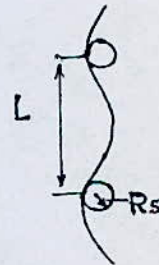
On distingue deux cas : précipités plus durs que la matrice et précipités moins durs que la matrice

a) *Précipités plus durs que la matrice* :

Les dislocations sont repoussées par les précipités, sous l'action d'une contrainte appliquée dans son plan de glissement, elle forme des boucles entre les précipités. (Fig. II, 7) [8]

Pour une contrainte appliquée supérieure à la contrainte critique d'écoulement d'ORWAN :

$$\sigma_c = \frac{2\tau}{b(L - 2R_s)}$$



L : Distance interparticules
Rs : Rayon atomique

(Fig. II.7)
Précipité-dislocation

Les dislocations franchissent les précipités par contournement (Fig II.8), c'est le franchissement par contournement.

D'après J. FREIDEL les dislocations vont laisser à leur passage un anneau autour des précipités. (Fig. II.8.e) [2]

Les anneaux entourant les précipités les plus proches vont exercer sur les dislocations suivantes une contrainte en retour qui gênera leur mouvement et augmente le durcissement.

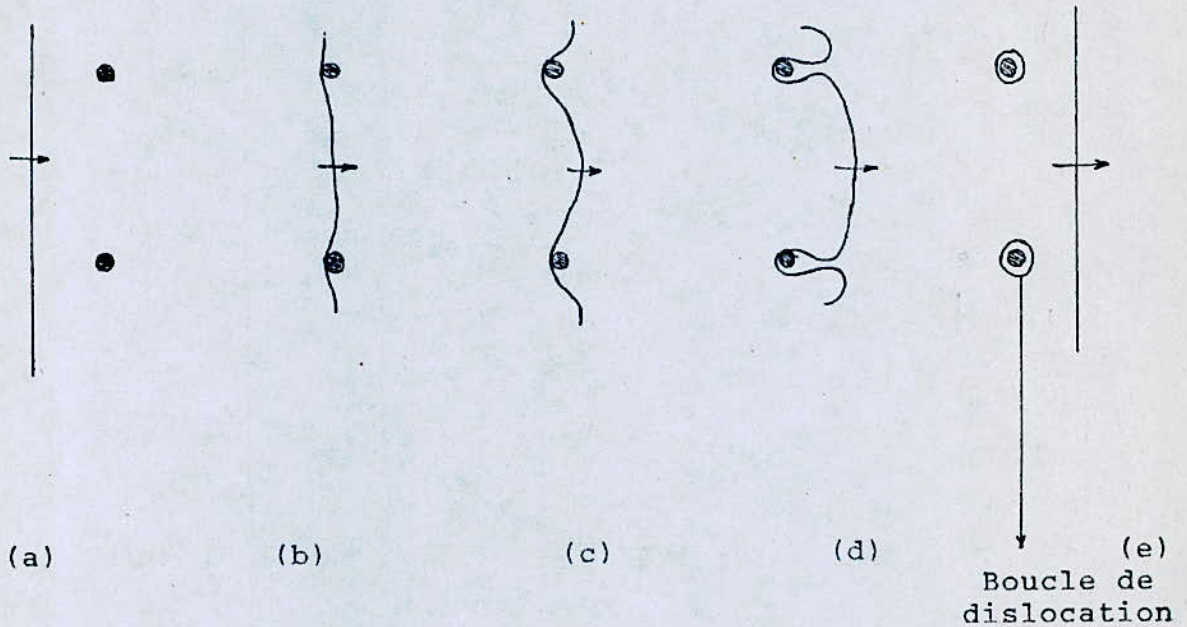


Fig. II.8.- Mécanisme de franchissement par contournement.

b) *Précipités moins durs que la matrice :*

Les dislocations sont fortement attirées près des précipités selon P. COULOMB, l'échappement d'une dislocation entre les cavités est réalisé par des contraintes plus faibles que pour les précipités plus durs.

CHAPITRE III-

LES PRECIPITATIONS

DANS LE SYSTEME Al-Cu

CHAPITRE III-

LES PRECIPITATIONS
DANS LE SYSTEME Al-Cu3.1.-MECANISMES DE LA PRECIPITATION :

Dans le cas d'un alliage Aluminium-Cuivre à 4 % en cuivre, trempé à partir d'une température de 530°C, où une seule phase est présente, puis réchauffé à une température voisine de 130°C, les chercheurs ont pu suivre l'évolution structurale de l'alliage et mettre en évidence plusieurs étapes de transformations. [1]

- Les zones GUINIER-PRESTON : Cohérentes à la matrice, sont des amas bidimensionnels, ils tendent à se grouper dans des régions où ils ne substituent aux atomes de la matrice, il y a enrichissement local en soluté sans qu'il y ait modification structurale [4]. Ils se répartissent plus ou moins régulièrement. Leur apparition se fait à des températures inférieures à 130° C aux sites lacunaires, de dimensions 5 à 10 Å d'épaisseur et 30 à 60 Å de longueur (Fig. III.1) [15]

- A des températures voisines de 165°C, les amas bidimensionnels se développent par diffusion dans la matrice vers ses sites lacunaires [4] pour faire apparaître une nouvelle phase, obtenue par croissance des zones G.P., mais ces particules ne sont pas au nombre de zones.

Il est probable que seulement une fraction de zones serve de germes aux précipités alors que le reste se dissout [6]. Cette phase fortement cohérente, de dimensions 200 Å sur 20 Å, appelée θ'' , métastable de structure tétragonale, de composition chimique voisine de $\text{Cu}_2\text{Al}_{3,6}$, [15] elle est seulement obtenue à partir des zones G.P. après avoir atteint une taille critique [7].

Cette phase fortement cohérente avec la matrice et finement répartie, entraîne d'importantes déformations de la solution solide au voisinage des précipités. Les dislocations du matériau ont beaucoup de mal à traverser ces zones fortement perturbées, ce qui explique le durcissement concomitant [4], (Fig. III, 4c).

- A des températures supérieures de 220 à 220°C et si la durée de maintien est très grande [4], θ'' apparaît dès le début, mais remplacée peu à peu par une deuxième phase encore métastable appelée θ' de structure tétragonale, de composition voisine de CuAl_2 et de dimensions 100 x 1500 Å, elle contient quelques centaines d'atomes [1].

Cette phase métastable est semi-cohérente [1], c'est-à-dire incohérente dans une des trois directions cristallographiques (cf. Fig. III, 4) [13]. L'origine de cette cohérence réside en l'énergie de surface d'une interface est plus élevée lorsqu'il est incohérent que dans le cas où il est cohérent.

La perte de cohérence augmente l'énergie de surface de la particule, la cohésion avec la matrice est seulement partielle et ne s'oppose pratiquement pas au cheminement des dislocations au travers du matériau. L'apparition de cette phase peut donc être génératrice d'adoucissement. [4]

- La phase θ qui caractérise l'état d'équilibre est stable, elle apparaît à des températures supérieures à 300°C [4], elle est de structure tétragonale [1], de composition Al_2Cu et de dimensions de quelques 1/100 à 1/10 de mm. Cette phase incohérente (Fig. III, 4d) avec la matrice est obtenue par coalescence des fines particules de la phase θ' métastable [4]

L'origine de l'incohérence est liée à l'effet de taille des particules et ne s'oppose pas au passage des dislocations.

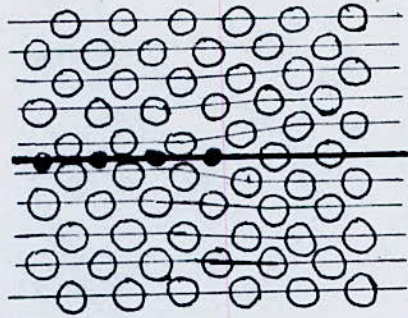


FIG. III.1.
 Les zones GP
 Les atomes de Cu
 se regroupent en amas [1]

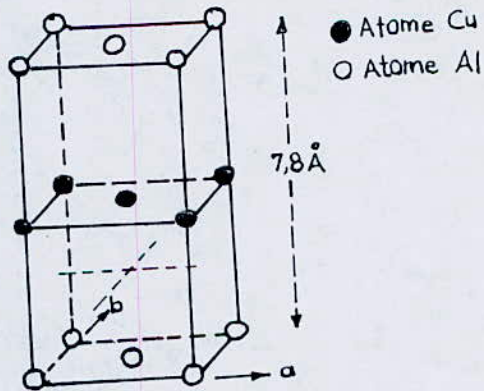


FIG. III.2. Structure de la phase cohérente θ
 Cohérence suivant les directions oa et ob
 et non suivant oc , car la hauteur des deux
 mailles est égale à $7,8 \text{ \AA}$
 au lieu de $8,08 \text{ \AA}$ [1]

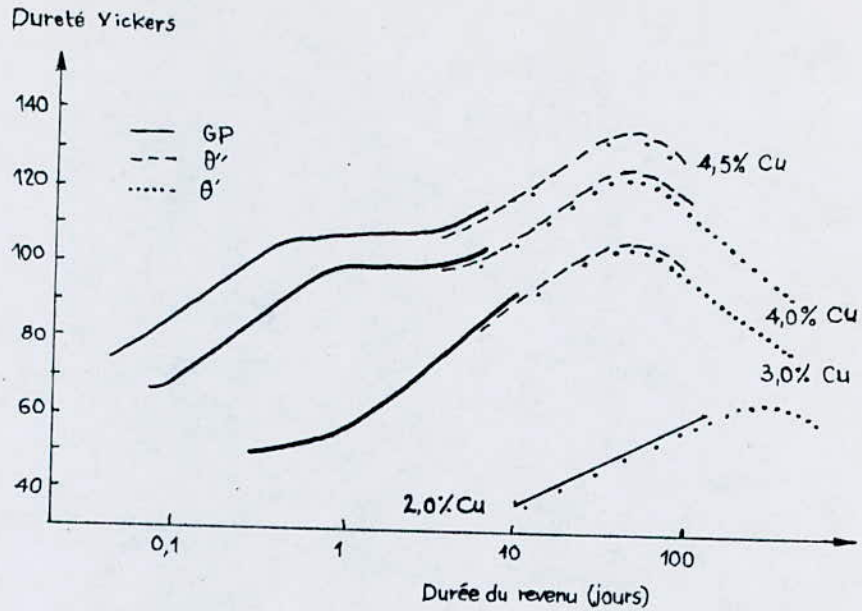


FIG.III.3 Variation de la dureté VICKERS D'ALLIGES Al-Cu en fonction du temps de revenu à 130°C

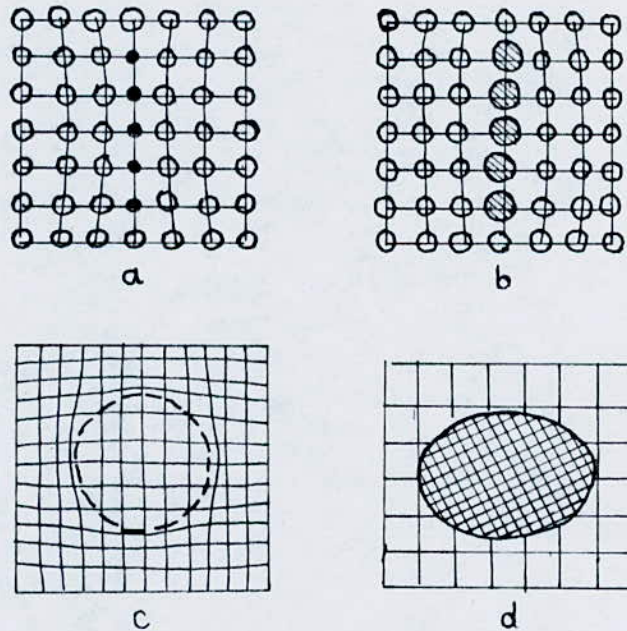


FIG.III.4. a) zones G.P., effet de taille positif
b) zone G.P effet de taille négatif, c) précipite coherent,
d) précipite incoherent

3.2.-CINETIQUE DE PRECIPITATION [5]

3.2.1.-Définition :

La cinétique d'une transformation est définie comme la vitesse de variation de la fraction transformée Y, comme elle peut être définie comme la variation de la concentration des produits de la transformation :

$$Y(t) = \frac{C_x(o) - C_x(t)}{C_x(o) - C_x(\infty)}$$

ou :

$$Y(t) = \frac{\text{Nombre d'atomes par unité de volume dans l'état final}}{\text{Nombre total d'atomes susceptibles de se transformer}}$$

$C_x(o)$: Concentration initiale

$C_x(t)$: Concentration au temps t

$C_x(\infty)$: Concentration à l'équilibre thermodynamique

et :

$$\frac{dy}{dt} = - \frac{1}{C_x(o) - C_x(\infty)} \cdot \frac{dC_x}{dt}$$

La fraction donnée par Johnson-Mehl est :

$$Y = 1 - \exp(-Kt)^n$$

C'est une forme généralisée d'une équation particulière, pour laquelle n varie de 1 à 4 selon le cas.

La courbe pour une telle fonction est une sigmoïde définie selon la valeur de n (Fig. III.5) :

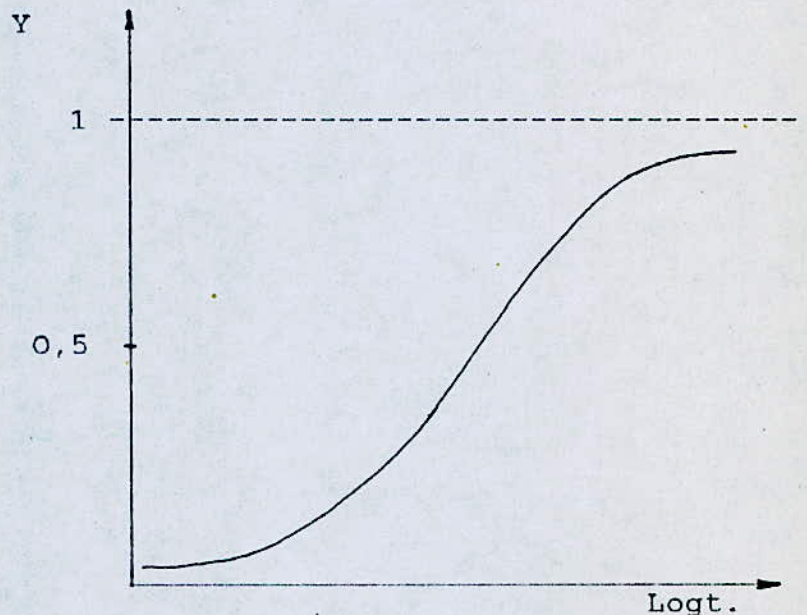


Fig.III.5- Sigmoïde de la fraction transformée Y en fonction du Logt

$$\text{où } K = D \left(\frac{4}{3} \right)^{3/2} \frac{(C_i - C_\alpha)^{1/3}}{(C_p - C_\alpha)^{1/3}}$$

L'étude de la variation d'une propriété physique, comme calorimétrie, propriétés mécaniques et résistivité électrique, notamment celle de la dureté avec le temps de revenu à différentes températures, permet de montrer qu'il y a au moins deux régimes de précipitations.

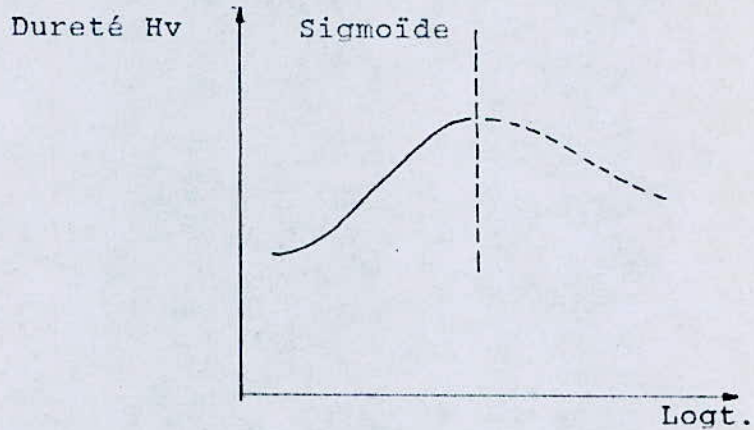


Fig. III.6.- Sigmoïde donnée par $Hv = f(\log t)$

Cette courbe a la forme d'une sigmoïde dans sa première tranche, ce qui correspond à un processus de germination et croissance, or il existe une analogie physique entre la courbe :

$$Hv = f(t) \text{ et } Y = f(t)$$

Hv et Y sont respectivement la dureté et la fraction transformée.

3.2.2.-Energie d'activation de précipitation [12]

La variation de la vitesse de la transformation en fonction de la température dépend de celle de K , et l'énergie d'activation de précipitation dépend de K selon l'équation :

$$Q_p = \frac{d \ln k}{d(1/T)} = \frac{d \ln D}{d(1/T)} + \frac{2 d \ln N}{3 d(1/T)} + \frac{1 d \ln (C_\beta - C_\alpha)}{3 d(1/T)}$$

$\frac{d \ln D}{d(1/T)}$: caractérise l'énergie d'activation de diffusion.

$$Q \text{ diff.} = \frac{d \ln D}{d(1/T)}$$

$\frac{d \ln N}{d(1/T)}$: c'est la variation du nombre de germe en fonction de la température

Cette valeur peut être diminuée ou augmentée, selon la variation du nombre de germe donné par la courbe $N = f(T)$ (Cf. Fig. III.7.

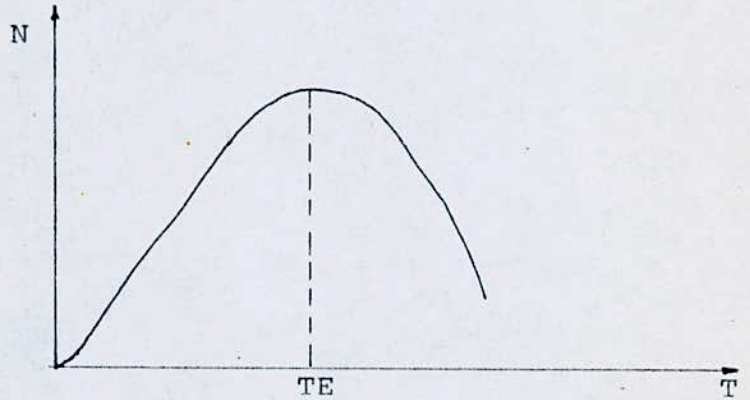


Fig. III.7.- Variation de N en fonction de T.

$$T < T_E, Q_n > 0 ; T > T_E, Q_n < 0$$

$\frac{\ln[(C_i - C_\alpha)/(C_\beta - C_\alpha)]}{(1/T)}$: Valeur donnée par le diagramme d'équilibre de l'alliage de concentration C_i .
(Cf. Fig. III.8 & III.9)

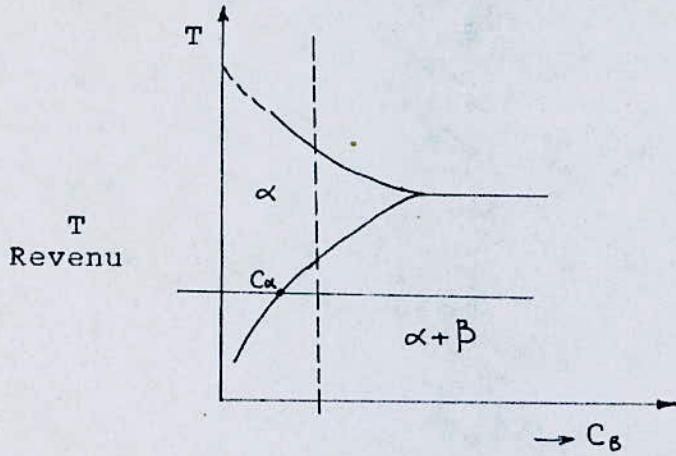


Fig. III.8.-Diagramme d'équilibre

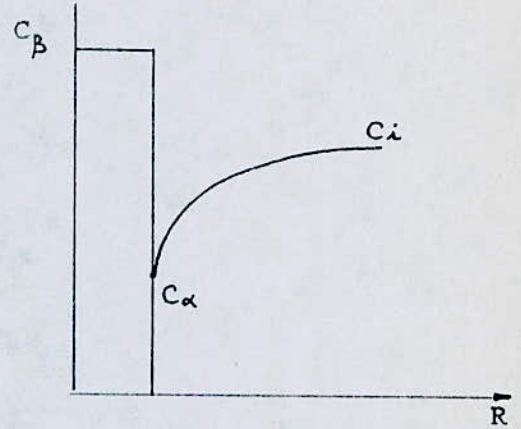


Fig. III.9.- Variations des concentrations au cours de la transformation.

Donc selon la température de revenu utilisée, on peut déterminer la valeur de ce dernier terme ; mais cette valeur est très petite, étant donné l'écart entre les concentrations et qui est donné sur le diagramme, cet écart est faible, pour cela on néglige ce terme.

On peut déduire, d'après ces trois valeurs que l'énergie d'activation de précipitation est liée principalement à celle de la diffusion.

3.2.3.-Détermination de l'énergie d'activation par méthode expérimentale : [12]

D'après la fraction Y donnée par JOHNSON-MEHL :

$$Y = 1 - \exp(-Kt^n) \dots \dots \dots (1)$$

$$1 - Y = \exp(-Kt^n) \implies \frac{1}{1 - Y} = \exp(Kt^n) \implies$$

$$\text{Ln} \frac{1}{1-Y} = Kt^n \implies \text{Ln} \text{Ln} \frac{1}{1-Y} = \text{Ln}K + n \text{Ln}t \dots (2)$$

La valeur donnée en (2) est maximale si $1 - Y$ est minimale.

$$\text{Or } 1 - Y = 0, \quad Y = 1 \dots \dots \dots (3)$$

Cette valeur correspond au maximum sur la sigmoïde et sur la courbe $Hv = f(t)$

Et on a :

$$\text{Ln}K = \text{Cte} - n \text{Ln}T \implies \text{Ln}K = \text{Cte} + n \text{Ln} \frac{1}{t}$$

$$\text{Approximativement : } \text{Ln}K = n \text{Ln} \frac{1}{t} \dots \dots \dots (4)$$

L'équation (4) représente une fonction : $\text{Ln}K = f\left(\text{Ln} \frac{1}{t}\right)$

d'après cette équation toujours, puisque :

$$Q_p = \frac{d \text{Ln}K}{d(1/t)} \quad \text{et} \quad \frac{d \text{Ln}K}{d(1/t)} = n \frac{d \text{Ln}(1/t)}{d(1/T)}$$

$$\text{Par transivité : } Q_{pré} = n \frac{\text{Ln}(1/t)}{(1/T)} \dots \dots \dots (5)$$

Par représentation graphique de la fonction $\text{Ln}(1/t) = f(1/T)$, on peut déterminer Q_p , les temps sont pris aux points maximums sur les courbes isothermes de dureté (Fig. III.10).

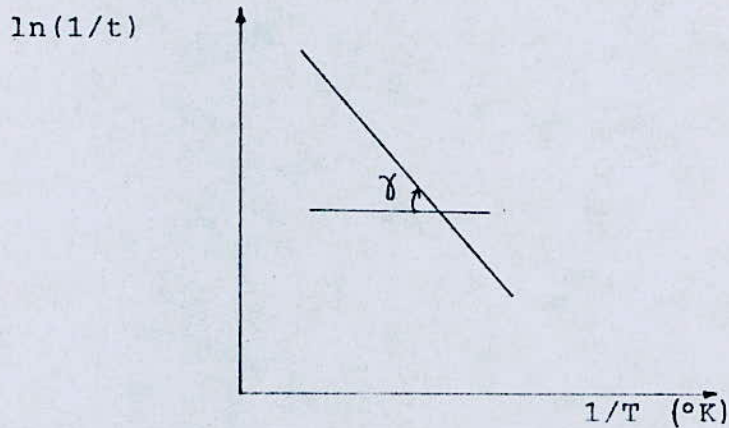


Fig. III.10.- $Q_p = \text{tg}\gamma$
Détermination graphiquement de Q_p .

3.3.-COALISCENCE DES PARTICULES θ' : [15]

3.3.1.-Définition :

Quant un système contenant une phase dispersée et recuit à haute température, recuit d'adoucissement, cas du revenu à haute température pour l'alliage Al-Cu, le nombre de particules de cette phase diminue, mais la taille moyenne augmente, et les grosses particules se développent au dépend des petites, ce phénomène est connu sous le nom de Coalescence.

3.3.2.-Aspect thermodynamique :

Une particule est stable si son énergie libre est minimale, mais l'énergie libre est fonction de l'énergie d'interface comme elle est définie.

$$\Delta G = - \Delta G_v + \Delta G_s$$

$$\text{où } \Delta G_s = \sigma \Delta S$$

S : représente la surface de l'interface et l'énergie interfaciale. La force motrice de la transformation est la tendance du système à réduire son énergie libre en diminuant la surface totale des particules.

Le processus requiert la diffusion du soluté des régions voisines des particules vers celles qui entourent les grosses, ce qui implique que la concentration du soluté dans la solution en équilibre avec un précipité est plus grande pour une petite particule de précipité que pour une grosse. (voir diagramme énergie libre, Fig. III.11.)

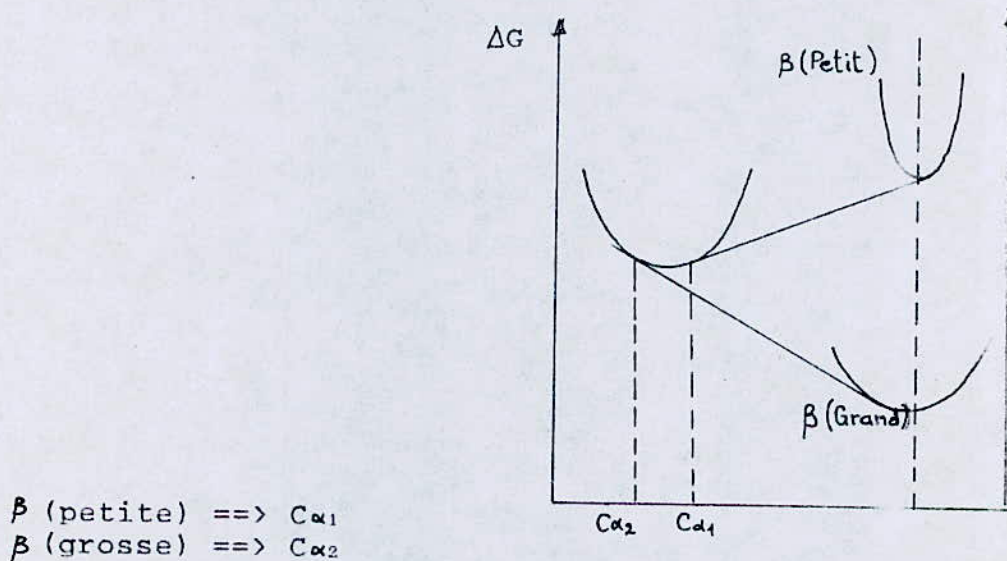


Fig. III.11.- Diagramme énergie libre

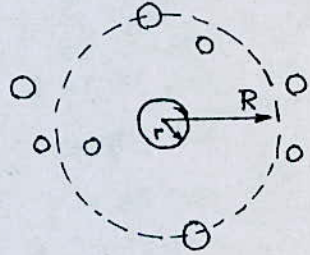
La figure montre que la concentration du soluté dans la solution augmente quand le rayon de courbure de la particule décroît.

3.3.3.-Cinétique de la coalescence d'une particule de rayon r :

La distribution de la concentration donne une évolution vers une concentration $C_{\alpha}(\bar{r})$.

La loi diffusionnelle d'un groupe d'atomes parmi les atomes des particules donne :

$$J = - D \frac{dc}{dr} 4 \pi R^2 \dots (1)$$



$$C = C_{at} = \frac{C \text{ moles}}{V \text{ moles}} \implies$$

$$J = - D \frac{dc}{dr} \frac{4 \pi R^2}{V_m} \dots (2)$$

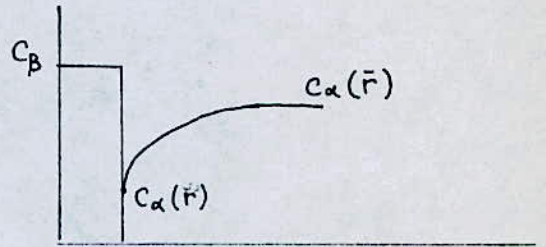


Fig.III.12. Changement de concentration avec le rayon

D'autre part, ce flux provoque la croissance du précipité avec une vitesse dr/dt , sachant que $V = (4/3)\pi R^3$

$$n = \frac{V}{V_m} = \frac{4 \pi R^3}{3 V_m} \quad \text{L'augmentation de } n \text{ avec } r \text{ est :}$$

$$\frac{dn}{dr} = \frac{4 \pi R^2}{V_m} \quad \text{et} \quad \frac{dn}{dt} = \frac{dn}{dr} \cdot \frac{dr}{dt} = \frac{4 \pi R^2}{V_m} \cdot \frac{dr}{dt} \dots (3)$$

Egalisons (3) et (2) :

$$-\frac{4 \pi R^2}{V_m} \cdot \frac{dr}{dt} = -\frac{4 \pi R^2}{V_m} \cdot D \frac{dc}{dr} \implies \frac{dR}{R^2} = \frac{D}{r^2 (dr/dt)} dc$$

Par intégration :
$$\int_r^{\infty} \frac{dr}{R_2} = \int_{C_\alpha(r)}^{C_\alpha(\bar{r})} \frac{D}{r^2 (dr/dt)} dc \implies$$

$$\frac{1}{r} = \frac{D}{r^2 (dr/dt)} [C_\alpha(\bar{r}) - C_\alpha(r)]$$

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D}{r} [C_\alpha(\bar{r}) - C_\alpha(r)]$$

Calcul du terme $C_\alpha(\bar{r}) - C_\alpha(r)$:

Etant donné une grosse particule et une petite :

$$dS_1 = 8\pi r_1 dr_1$$

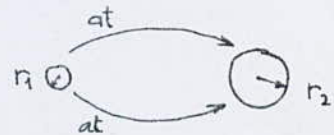
$$dV_1 = V_m dN_1$$

$$dV_1 = 4\pi r_1^2 dr_1 \implies$$

$$4\pi r_1 dr_1 = V_m (dN_1 / r_1)$$

$$dS_1 = 2(V_m / r_1) dN_1 \implies dS_1 = 2(V_m / r_1) dN_1$$

$$dS_2 = 2(V_m / r_2) dN_2$$



$dN_1 = dN_2 = dN$ même nombre d'atomes diffusant de 1 à 2

$$G_1 = n RT \ln a_1$$

$$\Rightarrow \Delta G = n RT (\ln a_2 - \ln a_1)$$

$$G_2 = n RT \ln a_2$$

$$d\Delta G = dN RT \ln(a_2/a_1)$$

La variation de l'énergie libre dans le système correspond au changement de la surface des particules, étant le volume constant :

$$\Delta G = \sigma(S_2 - S_1) \quad d\Delta G = \sigma(dS_2 - dS_1)$$

Pour des faibles concentrations :

$$\frac{a_2}{a_1} = \frac{C_2}{C_1} \quad \text{et} \quad dN RT \ln \frac{C_2}{C_1} = \sigma(dS_2 - dS_1)$$

$$= 2 V_m \sigma dN \left(\frac{1}{r_2} - \frac{1}{r_1} \right)$$

$$r_1 = \bar{r} \quad ; \quad C_1 = C_\alpha(\bar{r})$$

et comme $RT \gg \sigma V_m$

$$r_2 = r \quad ; \quad C_2 = C_\alpha(r)$$

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D \sigma 2 V_m}{r RT} C_\alpha(r) \left[\frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r} \right]$$

$C_\alpha(\bar{r})$ correspond à la concentration d'équilibre :

$$C_\alpha(\bar{r}) = C_\alpha(\infty).$$

Finalement :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D \sigma 2V_m}{r RT} C_\infty(\infty) \left[\frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r} \right]$$

Sa courbe est donnée à la figure III.13.

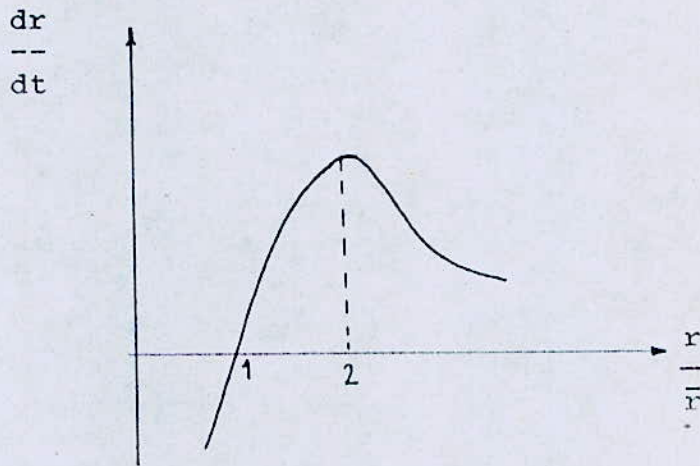


Fig. III.13.-Courbe de la cinétique de coalescence.

3.3.4.-Interprétation physique de la courbe : [15]

- A un instant donné toute particule de $r = \bar{r}$, n'évolue pas,
- Les particules de rayon $r < \bar{r}$ se dissolvent à vitesse croissante,
- Les particules de $r > \bar{r}$ grossissent, mais la vitesse de croissance passe par un maximum pour $r = 2\bar{r}$,
- Le nombre de particules décroît sans cesse et le rayon r augmente de ce fait, la vitesse de croissance diminue progressivement.
- Toute particule de rayon supérieur à $2r$ continue de croître mais à une vitesse nettement faible que pour $r = 2\bar{r}$, si bien qu'elles auront tendance à disparaître.

$$\frac{dr}{dt} = \text{Max. pour } r = 2\bar{r} \text{ donc :}$$

t

$$\left. \frac{dr}{dt} \right|_{\text{max.}} = \left. \frac{d\bar{r}}{dt} \right|_{\text{max.}} = \frac{D\delta V_m C_\alpha(\infty)}{2RT\bar{r}^2}$$

$$\text{d'où } \bar{r}^3(t) - \bar{r}^3(0) = \frac{3 D\delta V_m C_\alpha(\infty)}{2 RT} t \implies \bar{r} = t^{1/3}$$

Remarque :

La deuxième tranche de la courbe de dureté $H_v = f(t)$ est expliquée par la coalescence des particules θ' pour donner des particules θ totalement incohérente et de rayon plus grand, ce qui diminue les propriétés mécaniques de l'alliage.

3.4.-EFFET D'UN PRETRAITEMENT SUR LA PRECIPITATION

Parmi les traitements accélérant la cinétique de précipitation, la trempe énergétique dans l'eau froide, déformation par écrouissage et l'irradiation par des particules de forte énergie.

Ces traitements contribuent à l'augmentation du nombre de défauts au sein du métal (lacunes, dislocation, joints de grains...). Ces derniers sont obtenus par multiplication, ou création de lacunes lors de l'irradiation par des particules énergétiques.

D'autres traitements ralentissent la précipitation, parmi ces traitements le traitement de reversion.

a) Influence d'une concentration excessive en lacunes [5]

La création d'une sursaturation en lacunes se fait en trempant un alliage d'une haute température. La variation du nombre de lacunes est donnée par :

$$N_i \approx \exp(-\Delta G_f/KT) \quad [13]$$

ΔG_f : l'accroissement de l'énergie libre,
 T : Température de chauffage,

En l'étirant à froid ou par irradiation, l'effet de la température révèle plus particulièrement de la cinétique des changements de phases, car la plupart des phénomènes de précipitation ou de transformation sont étudiés en passant par un traitement d'homogénéisation à haute température.

Pour un métal trempé après chauffage à une température $T_A = 630^\circ\text{C}$ dans un bain à une température $T_B = 130^\circ\text{C}$, la vitesse de diffusion des atomes du soluté à T_B est augmentée dans le rapport suivant :

$$\frac{e^{-\Delta G_f/KT_A}}{e^{-\Delta G_f/KT_B}} = \frac{\exp(-\Delta G_f/KT_A)}{\exp(-\Delta G_f/KT_B)} = 10^4 \quad [5]$$

C'est à noter l'effet de la trempe est de courte durée, c'est-à-dire, la sursaturation décroît rapidement par la diffusion des lacunes vers les dislocations et joints de grains.

Le temps que mettent les lacunes pour disparaître est donné par la formule suivante :

$$t = n(YZ)^{-1} \exp(\Delta G_M/KT) \quad [5]$$

n = nombre de lacunes.

b) Influence des dislocations :

A l'origine de l'interaction soluté-dislocation est le gradient de déformation qui contribue à l'augmentation de la diffusivité des atomes du soluté. Dans ce qui précède, il a été attribué que la diffusivité est liée à la différence de concentration en soluté, cependant la force motrice réelle de la migration est une différence d'énergie libre molaire, partielle des composants. [5]

La présence d'un atome de soluté entraîne généralement une distorsion élastique du solvant et un gradient de déformation élastique entrainera une diffusion.

L'énergie d'un atome dissout sera réduite, s'il se trouve dans une position où la déformation du réseau est de signe opposé à celle que sa présence entraîne.

En conséquence, les dislocations s'entourent d'une atmosphère d'atomes dissouts qui seront des centres de germination dans la solution sursaturée, ainsi le champ de contrainte entourant le défaut contribue à l'alimentation de ces atmosphères en croissance.

Donc, d'après l'interprétation de l'effet des dislocations, la cinétique de précipitation est accélérée par création de nouveaux centres de germination avec une diffusivité d'atomes du soluté élevée. [15]

En plus l'interaction mutuelle lacunes-dislocations, les lacunes sont drainées vers les dislocations et la diminution du nombre de lacunes dans le temps avec augmentation de la concentration en dislocations [15] crée un gradient de déformation élevé qui contribue de même, à l'augmentation de la cinétique de diffusion, en d'autres termes la cinétique de précipitation.

La cinétique de drainage des défauts pectuels par les dislocations est donnée par :

$$n(t) = (3/2)^{1/3} n_1 [(A.D/KT)^{2/3}] \quad [5]$$

n_1 : Nombre initial de défauts,

A : Constante fonction de la constante élastique,

D : Coefficient de diffusion.

c) L'effet d'un traitement de reversion :

L'étude a été faite spécialement pour le cas de la précipitation cohérente après reversion [6], à partir de différents états (vieillissement à 25, 100 et 150°C). Ils ont ainsi pu montrer que la reversion retardait le développement des zones GUINIER-PRESTON et ce, d'autant plus que la température de vieillissement est plus basse.

Ce phénomène s'explique par la faible concentration en lacunes après réversion [6]. Une étude récente montre la disparition du stade de précipitation rapide quand la concentration initiale de lacunes décroît depuis l'état trempé [7].

Dans le cas d'un alliage Al-Cu 4%, trempé à partir de la phase, voit sa dureté augmenter au cours du temps, si on l'abandonne à la température ambiante. Si cet alliage mûri quelques heures, est porté 5mn à 205°C, il retrouve une dureté voisine de celle qu'il avait avant trempé [3]. Par la suite, le mûrissement reprend, mais avec une vitesse beaucoup plus lente.

CHAPITRE IV

ELABORATION & METHODES

EXPEPERIMENTALES

CHAPITRE IV

ELABORATION & METHODES EXPERIMENTALES

4.1.-TECHNOLOGIE D'ELABORATION :

La préparation de l'alliage Al-Cu 4% en poids, est faite à partir de deux éléments; Aluminium industriel de pureté 99 % et de Cuivre de haute pureté dans un creuset en graphite.

L'aluminium est introduit en premier lieu dans le creuset en graphite, préalablement chauffé graduellement jusqu'à la température d'élaboration dans un four électrique à résistance qui peut atteindre 1 200°C. Le four est alimenté par une régulation "tout ou rien", avec une vitesse de chauffage élevée, 850°C en 1 H 45 mn (Fig. IV.2).

La température durant la période d'élaboration est maintenue constante à 850°C. Les températures de fusion des deux éléments sont respectivement : 658°C et 1 083°C pour Al et Cu. Comme l'Al. est introduit en premier lieu, et après sa fusion totale, on fait introduire le cuivre en petits morceaux dans le bain liquide d'Al. [11].

Après dissolution totale du cuivre, le bain est agité par un baton en cuivre, tout en essayant de ne pas détruire la couche d'oxyde déjà formée à la surface et qui protège le bain contre l'oxydation et la dissolution des gaz.

Le bain liquide a subi avant la coulée, un raffinage par 0,2 % en poids du bain de $ZnCl_2$ déshydraté au préalable.

Après raffinage et dégagement des gaz, la coulée est faite en semi-continu à l'intérieur du four à porte ouverte. La température de coulée est voisine de 750°C. Les coquilles sont fabriquées en cuivre d'épaisseur 2 mm et de dimensions, 1 cm² de section par 10 cm de longueur (Voir Fig. IV.1.)

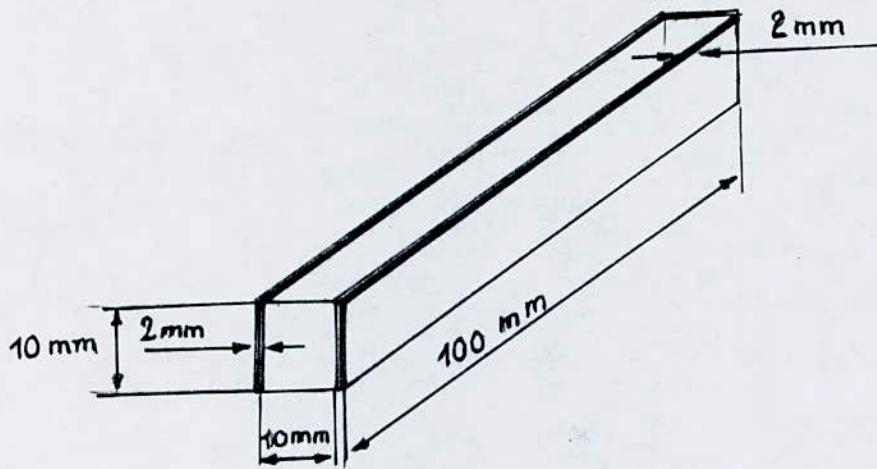


FIG. IV-1. Coquille pour coulée en cuivre

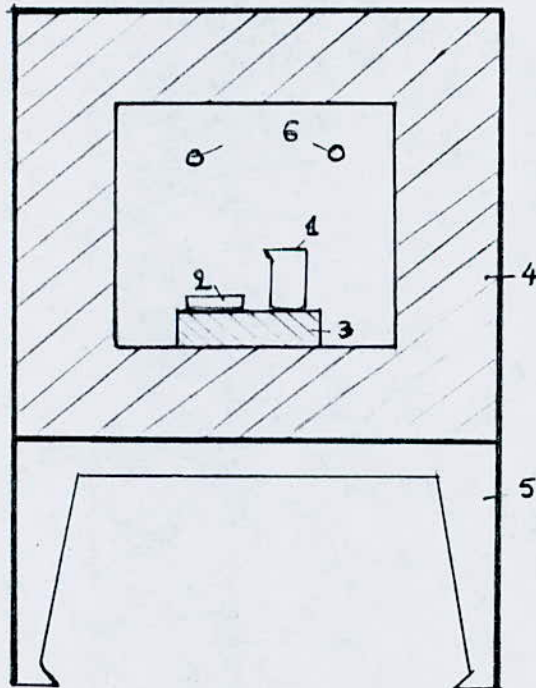


FIG. IV-2. FOUR D'ELABORATION

1) Creuset en graphite, 2) Coquille de coulée en cuivre, 3) Support, 4) Parois du four, 5) Pieds supports du four, 6) Thermocouples.

Cette technologie est déterminée à partir des mécanismes de base, notamment sur la connaissance du diagramme des phases de l'alliage à élaborer et les réactions Soluté-Solvant. [11]

4.2.-LES TRAITEMENTS THERMIQUES

Les traitements utilisés pour mettre en évidence la cinétique de précipitation sont :

- Traitement d'homogénéisation,
- Mise en solution, trempe à l'eau,
- Maturation à l'ambiante (20°C),
- Revenu à différentes températures.

Les échantillons élaborés subissent dans un premier temps le traitement d'homogénéisation, puis découpés en petits morceaux de 1 cm³ en volume, polis et soumis à d'autres traitements.

4.2.1.-Homogénéisation :

Les échantillons sont homogénéisés dans un petit four électrique à moufle type "SOLLO" gradué jusqu'à 1 200°C sur l'échelle des températures qui peut atteindre 1 100°C muni d'un régulateur tout ou rien.

La température d'homogénéisation est de 540°C, maintenue pendant 15 heures. Une fois les échantillons refroidis, ils sont découpés et polis en leurs surfaces extérieures.

Le but de ce traitement est le nivellement de la concentration dans tout le volume et la dissolution éventuelle des précipités provenant de la coulée. [4]

4.2.1.-Mise en solution, trempe :

En vue d'effectuer la trempe, les échantillons découpés, polis sont chauffés à une température de 540°C pendant 2 heures pour s'assurer de la mise en solution et l'uniformité de la température dans tout le volume. La trempe est effectuée manuellement dans un bain d'eau à 20°C.

4.2.3.-Traitement de reversion :

Nous l'avons appliqué pour des échantillons déjà mûris pendant trois (3) jours et chauffés à 200°C. La dureté est mesurée à partir de zéro minute à 200°C jusqu'à 22 mn.

Après que nous ayons déterminé le temps nécessaire pour la dissolution totale des phases cohérentes G.P., on porte d'autres échantillons mûris à 20°C pendant trois (3) jours à 200°C pendant le temps correspondant au minimum de dureté, ces échantillons revertis ont subi un autre traitement de revenu à deux températures, 130°C et 200°C dont on discute la cinétique de précipitation ultérieure.

4.2.4.-Le choix des températures et temps de revenu :

a) Les températures choisies pour permettre une étude comparative de la cinétique sont de quatre : 20-130-200 et 300°C.

b) Les temps choisis varient de quelques minutes jusqu'à 400 heures (17 jours). Les intervalles sont courts au début du processus. Pour les hautes températures, les temps sont réduits jusqu'à 70 heures de maintien.

Remarque : *Aucun temps n'est marqué entre la trempe et les traitements de revenu.*

Les revenus sont faits dans une étuve de type "HEAR" et munie d'un dispositif de réglage permettant d'atteindre une température de 300°C, la température est affichée sur un thermomètre ayant l'une de ses extrémités à l'intérieur de l'étuve au voisinage des échantillons.

4.3.-MESURE DE LA DURETE HV

Pour l'étude de la précipitation, on peut utiliser :

- Les méthodes directes : microscope électronique, microscope optique, rayon x,
- ou les méthodes indirectes : résistivité, dureté, calorimètre, pouvoir thermoélectrique. [10]

Dans notre travail la propriété physique suivie lors des traitements de revenu pour différents temps de maintien est la microdureté Hv ; cette propriété est fonction du type et du taux de précipités.

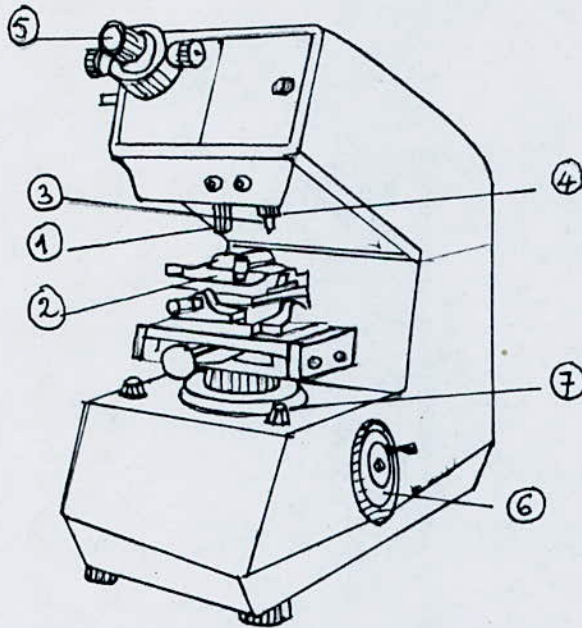
Avant d'effectuer cette mesure, les échantillons ayant subi le revenu sont refroidis à l'eau et polis, pour permettre d'éliminer la fine couche d'oxyde obtenue au chauffage.

On procède à cette mesure à l'aide de l'appareil "TESTWELL". On repère à l'aide de l'objectif une plage convenable et on effectue une translation du plateau porte-échantillon qui remplace l'objectif par le diamant en position haute, on ramène l'objectif et à l'aide des oculaires micrométriques, on mesure les diamètres de l'empreinte que l'on transforme en dureté VICKERS, (Cf. Fig. IV.4).

Le pénétrateur est une pyramide de diamant à base carrée d'angle au sommet égal à 136°C, soumise à une charge constante de 50 grammes (Fig. IV.5).

Le nombre de dureté VICKERS Hv est le rapport de la charge P à la surface de l'empreinte :

$$Hv = \frac{P}{1 \cdot D^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2} = \frac{92,72}{\sin \frac{136}{2}} \frac{P}{d^2} = \frac{92,72}{100} \frac{P}{d^2}$$



- 1) Objectif
- 2) Plateau porte-échantillon
- 3) Diamant
- 4) Pénétrateur
- 5) Oculaire micrométrique
- 6) Poignée de mise au point
- 7) Interrupteur autogène pour l'application de la charge

FIG. IV-5. APPAREIL MICRODUREMETRE "TESTWELL"

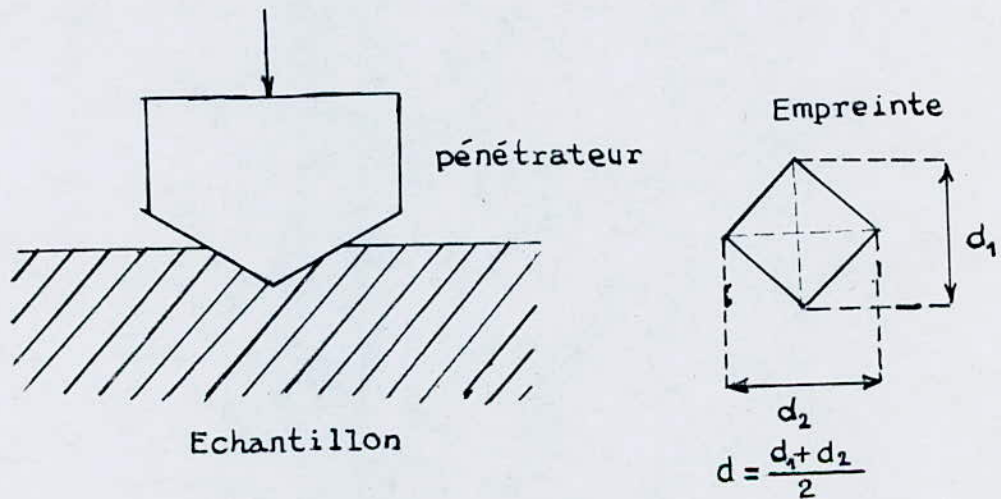


FIG. IV-6. GEOMETRIE DE L'EMPREINTE

P : La charge appliquée en gramme,
d : diagonale de l'empreinte de pénétration en μm . (Fig. IV.6)

4.4.-MICROSCOPIE OPTIQUE :

Un complément pour l'étude de l'alliage est la mise en évidence des microstructures et cela par observation des échantillons à différents stades au microscope optique et la prise éventuelle des photos.

L'observation des microstructures est faite après coulée, homogénéisation, trempe et revenu. Pour celle, après revenu, on choisit la structure là où les précipités apparaissent.

Avant de passer à la microscopie optique, les échantillons ont subi un prépolissage, polissage et finition sur des papiers abrasifs et la pâte diamantée, pour ainsi affiner au maximum les ondulations et les rayures, puis attaquer par une solution de composition pondérale : 0,5 % HF et 99,5 % d' H_2O pendant 15 à 20 secondes ensuite lavés à l'eau et séchés au séchoir.

CHAPITRE V

RESULTATS

&

INTERPRETATION

CHAPITRE V

RESULTATS & INTERPRETATION

5.1.-MICROSTRUCTURES :

Nous avons observé au microscope optique, pour différents traitements, des structures différentes dont :

a) Structure après coulée :

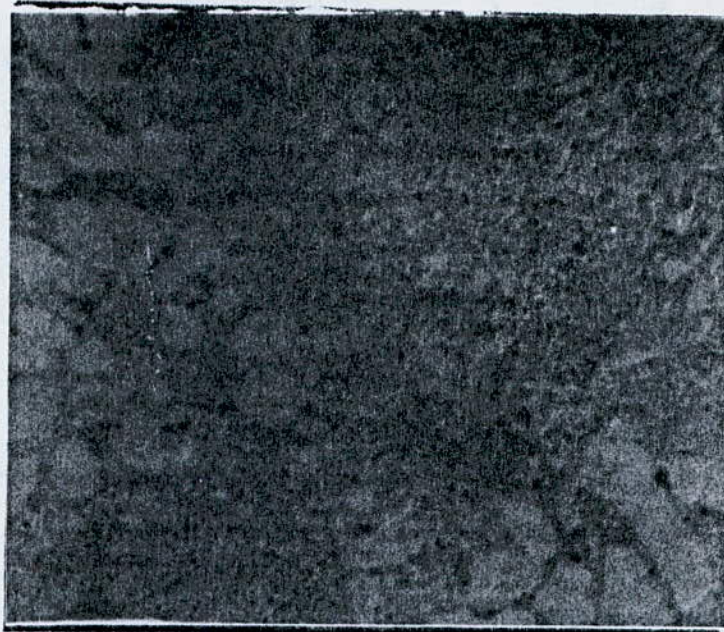
Cette structure montre que la solidification s'est faite par formation de dendrites de solidification qui est la phase α et apparaissent sous forme de branches d'arbres orientées de la surface vers le coeur. Ces dendrites correspondent à des plages claires entre d'autres microstructures qui sont probablement des eutectiques avec d'autres phases intermétalliques comme Al_2Cu , mais d'une façon générale cette structure n'est pas homogène et contenant d'autres inclusions parvenues lors de l'élaboration. (Cf. Fig. V.1.a).

b) Structure après homogénéisation :

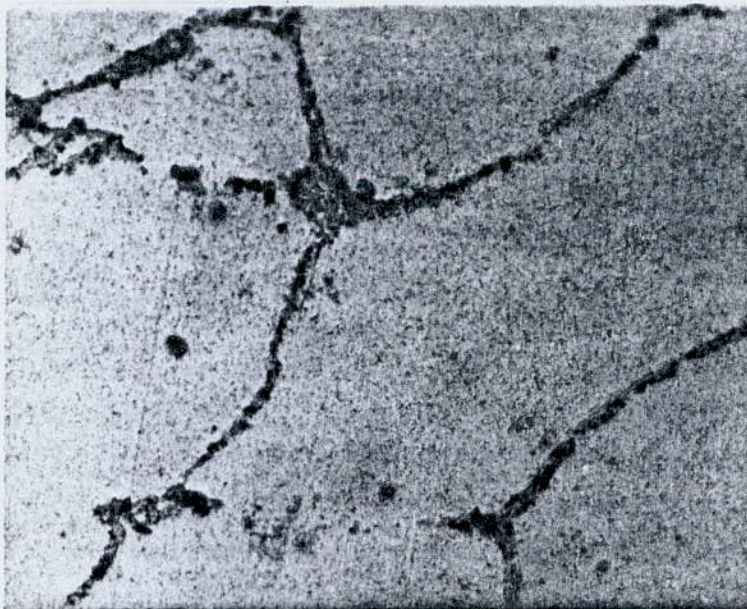
C'est une structure homogène, où des joints de grains relativement épais apparaissent. Les grains apparaissent sous forme de polygones en couleur claire représentant la phase α (α : solution solide de substitution du Cu dans Al), les joints sont de couleur sombre épais représentant l'eutectique ($\alpha + \text{Al}_2\text{Cu}$) (Cf. Fig. V.1.b).

c) Structure après trempe :

L'observation au microscope optique montre une structure granulaire avec des joints de grains relativement minces.



((a) : X 400)



((b) : X 400)



(c) : x 80



(d) : x 400

Fig. V.1.- Microstructure de l'Alliage Al-Cu 4 %
(a) après coulée (b) après homogénéisation (c) après trempe
(d) et après revenu.

Les grains apparaissent en couleur très claire, qui représente la phase α sursaturée en cuivre, et aux joints de grains, on remarque des restes d'eutectique non dissouts (Cf. Fig. V.1.c).

d) Structure après revenu :

Cette structure montre des aiguilles minces de couleur sombre foncée représentant les précipités de la phase θ' & θ à proximité des joints de grains [1] (Voir Fig. V.1.d)

5.2.-ETUDE DE LA PRECIPITATION PAR MICRODURETE & COURBE ISOTHERME :

a) Les résultats de la microdureté de l'alliage en fonction de la température et du temps sont donnés dans les tableaux de 1 à 4 et aux figures V.2 à V.5. Les courbes sont données :
 $Hv = f(\text{Log } t)$.

| : Temps (h) | : Temps (sec) | : d_{moy} (μm) | : Hv moy. : |
|-------------|---------------|--------------------------------------|------------------------|
| : | : | : | : Kg/mm ² : |
| : 0,1 | : 360 | : 41,8 | : 53,1 |
| : 0,16 | : 600 | : 39,6 | : 59,1 |
| : 0,33 | : 1 200 | : 36,4 | : 70,0 |
| : 0,50 | : 1 800 | : 36,45 | : 70,2 |
| : 1,0 | : 3 600 | : 35,7 | : 72,8 |
| : 2,00 | : 7 200 | : 37,4 | : 66,3 |
| : 3,0 | : 10 800 | : 35,6 | : 73,2 |
| : 27 | : 97 200 | : 35,7 | : 72,9 |
| : 70 | : 252 000 | : 36,3 | : 70,4 |
| : 100 | : 360 000 | : 35,6 | : 73,2 |
| : 200 | : 720 000 | : 37 | : 67,7 |
| : 300 | : 1 080 000 | : 36,2 | : 70,8 |
| : 400 | : 1 440 000 | : 35,25 | : 74,6 |

Tableau 1.-Valeurs expérimentales de dureté Hv en fonction du temps pour une température de revenu $T = 20^\circ\text{C}$.

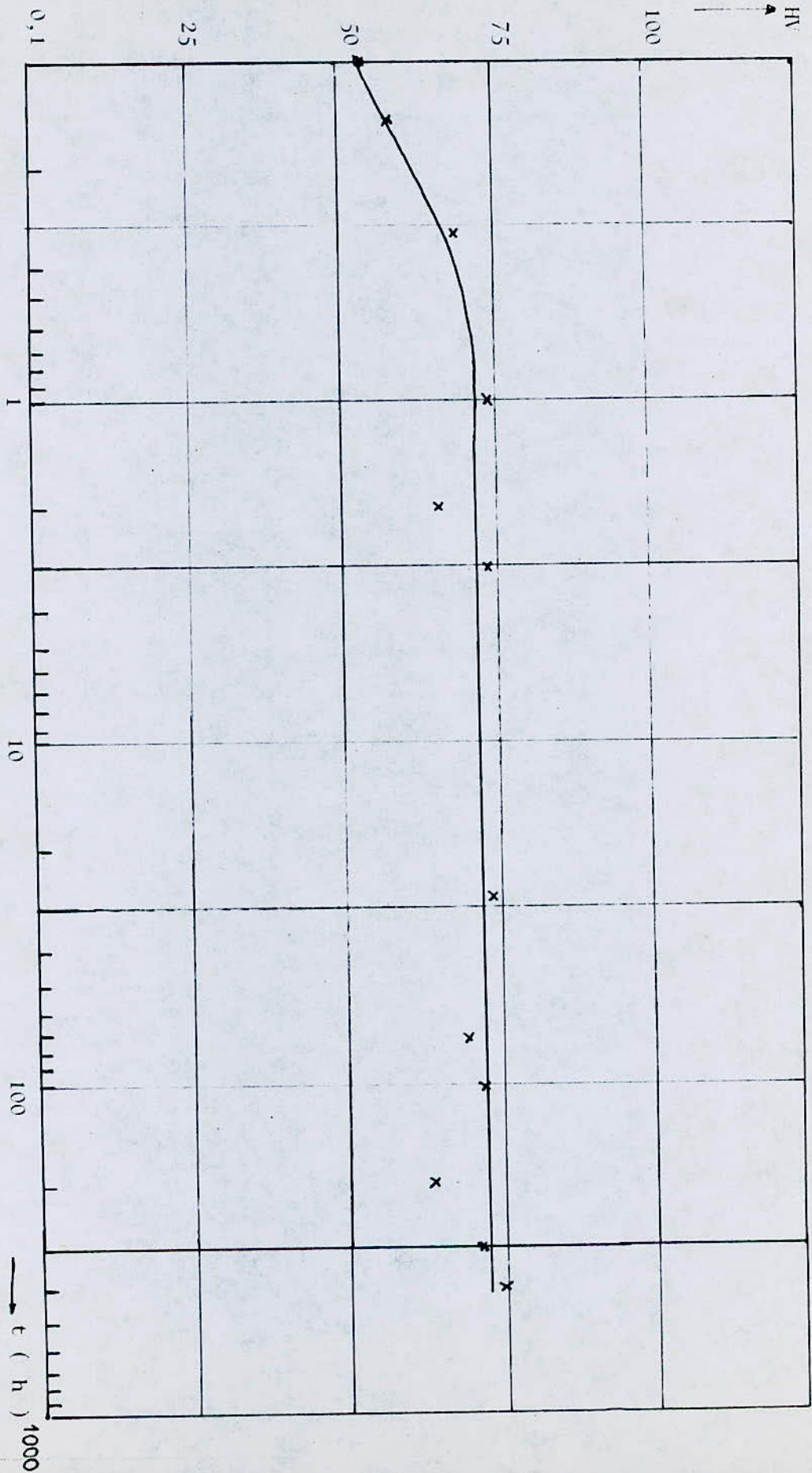


FIG. V-2 : COURBE ISOTHERME DE DURETE A T = 20°C

b) Discussion :

à $T = 20^{\circ}\text{C}$:

La courbe obtenue présente deux stades d'évolution, le premier est un processus rapide et le deuxième lent.

Le premier change de 53,1 à 72 Hv en un temps court qui est de 1 heure environ et le deuxième jusqu'à 73,4 Hv en un temps égal à 400 heures.

D'après P. VIGIER [7] la durée du premier stade d'évolution est de 15 minutes, mais le deuxième reste encore lent, jusqu'à 1 000 heures de maintien.

L'augmentation rapide de la dureté est due à la formation des zones GUINIER-PRESTON, cohérentes à la matrice [7], observées au microscope électronique et qui entravent le mouvement des dislocations.

Donc la cinétique de précipitation est importante au début du processus et lente au deuxième stade, et, d'après ce que nous avons obtenu, 1 heure par rapport à 20 minutes [7] pour le premier processus, cela peut être expliqué par le nombre d'impuretés présentes dans l'alliage [7].

à $T = 130^{\circ}\text{C}$:

A cette température, nous avons constaté que l'augmentation de la dureté est plus rapide, elle atteint le palier en un temps plus court de 49,2 Hv jusqu'à 75,5 Hv en 0,6 heures.

| Temps (h) | Temps (Sec.) | d Moy (μm) | Hv moy Kg/mm ² |
|-----------|--------------|-------------------------|------------------------------|
| 0,10 | 360 | 43,40 | 49,2 |
| 0,16 | 600 | 40,40 | 56,8 |
| 0,33 | 1 200 | 37,45 | 66,3 |
| 0,50 | 1 800 | 35,74 | 72,8 |
| 1,00 | 3 600 | 35,00 | 75,7 |
| 2,00 | 7 200 | 34,40 | 78,4 |
| 3,00 | 10 800 | 34,9 | 76,1 |
| 20,00 | 72 000 | 34,2 | 79,7 |
| 27,00 | 97 200 | 36,5 | 69,6 |
| 45,00 | 162 000 | 33,6 | 82,1 |
| 75,00 | 252 000 | 33,1 | 84,6 |

Tableau 2.- Valeurs expérimentales de la dureté Hv en fonction du temps pour une température de revenu :
T = 130° C

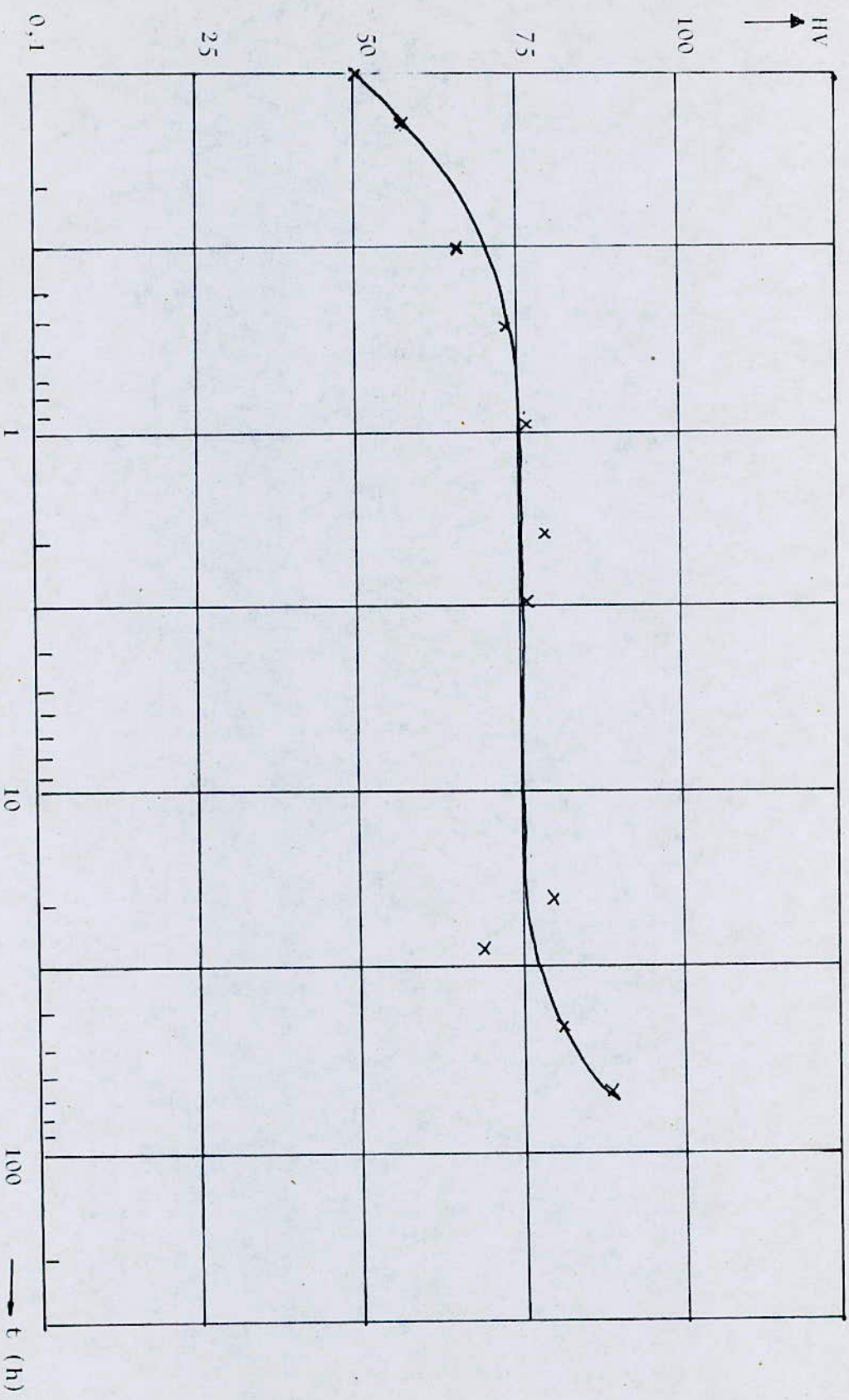


FIG. V-3 : COURBE ISOTHERME DE DURETE A T = 130°C

| Temps (h) | Temps (sec) | d moy (μm) | Hv moy. (Kg/mm ²) |
|-----------|-------------|-------------------------|----------------------------------|
| 0,1 | 360 | 42,73 | 50,9 |
| 0,16 | 600 | 34,08 | 79,7 |
| 0,33 | 1 200 | 32,83 | 86,2 |
| 0,50 | 1 800 | 32,25 | 89,2 |
| 1,00 | 3 600 | 31,00 | 96,5 |
| 2,00 | 7 200 | 34,09 | 79,7 |
| 3,00 | 10 800 | 37,46 | 65,9 |
| 20,00 | 72 000 | 35,04 | 75,7 |
| 46,00 | 165 000 | 37,90 | 64,6 |
| 56,00 | 201 600 | 36,86 | 68,1 |
| 69,00 | 248 400 | 37,57 | 65,6 |

Tableau 3.- Valeurs expérimentales de la dureté Hv en fonction du temps pour une température de revenu :
T = 200° C

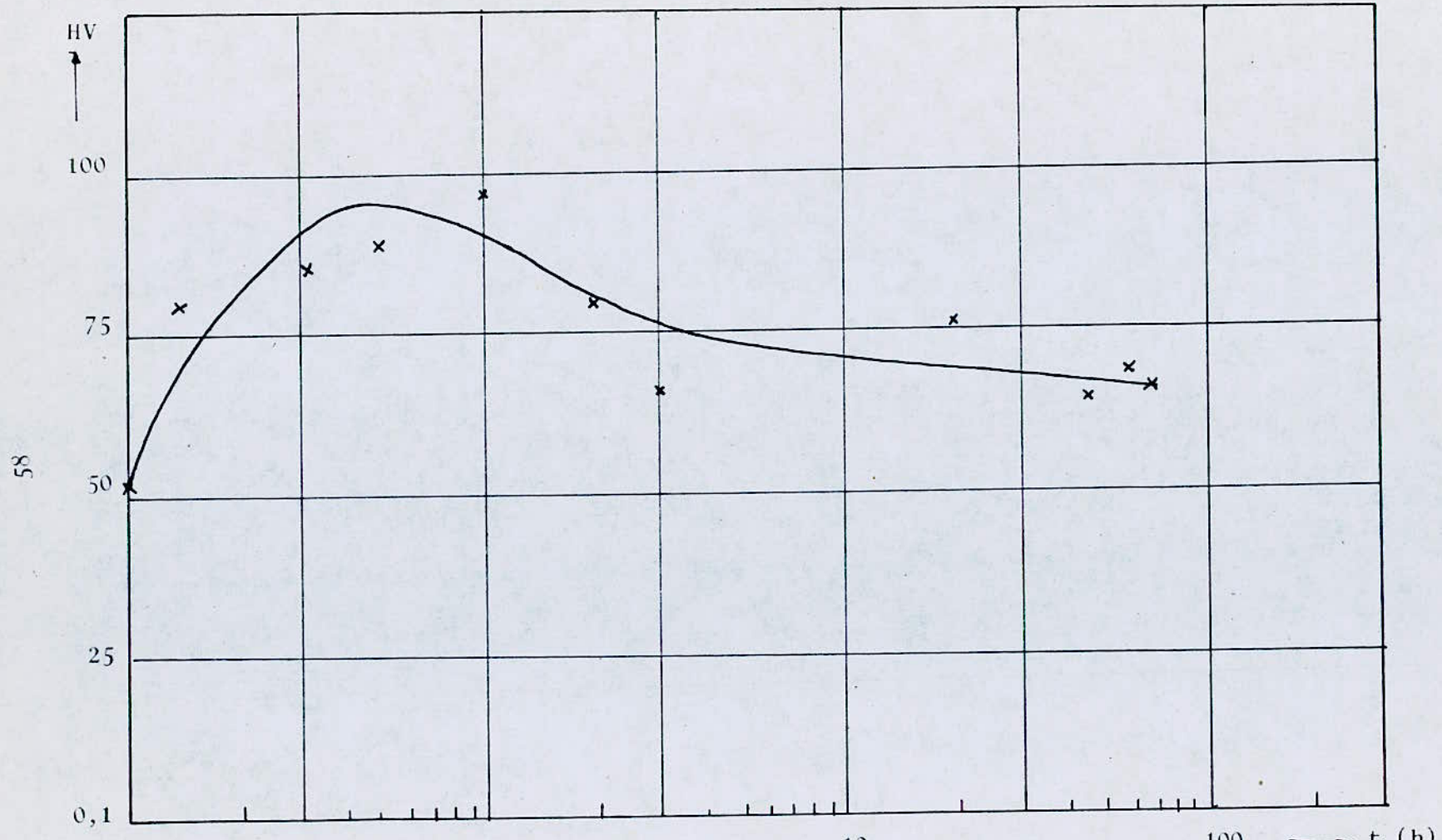


FIG. V-4 : COURBE ISOTHERME DE DURETE A T = 200°C

De 0,6 heures à 12 heures la dureté est presque constante, mais reprend à nouveau pour atteindre 84 Hv après 70 heures de maintien, donc 3 stades d'évolution peuvent être décrits.

D'après P.VIGIER [7] le maximum du premier stade est obtenu en un temps de 6 minutes et le deuxième d'environ 6 heures.

Nous avons constaté que la formation des zones GUINIER-PRESTON est plus rapide, ce qui brusque l'augmentation de la dureté pour atteindre un palier, ralentissant ainsi le développement de ces zones [6].

Au deuxième stade (palier) les zones GUINIER-PRESTON s'arrêtent de croître ou croissent à une vitesse très lente puis augmentent. Cette augmentation de dureté est expliquée par formations des phases θ'' à partir des zones [6], donc le palier représente un temps d'incubation nécessaire à la croissance de ces zones [7] pour donner la phase θ'' toujours cohérente à la matrice. [1]

La différence des évolutions observées a pour origine une différence dans la concentration initiale en lacunes en excès, disponibles pour aider à la migration des atomes de cuivre [7]

Les écarts trouvés sont probablement dûs à plusieurs facteurs, comme le nombre d'impuretés [7], mais la cinétique reste augmentée par rapport à celle trouvée à l'ambiante.

à $T = 200^{\circ} C$:

La dureté croît continuellement de 50,9 Hv jusqu'à Hv en 0,5 heure puis diminue rapidement avec 95 Hv jusqu'à 65,6 Hv en 67 heures.

| Temps (h) | Temps (sec) | d moy (μm) | Hv moy (Kg/mm ²) |
|-----------|-------------|-------------------------|---------------------------------|
| 0,1 | 360 | 39,74 | 58,8 |
| 0,16 | 600 | 37,26 | 66,6 |
| 0,33 | 1 200 | 33,63 | 82,1 |
| 0,50 | 1 800 | 38,47 | 62,6 |
| 1,0 | 3 600 | 37,62 | 65,2 |
| 2,0 | 7 200 | 38,8 | 61,6 |
| 3,00 | 10 800 | 36,55 | 69,4 |
| 11 | 39 600 | 44 | 47,9 |
| 19 | 68 400 | 43 | 50,1 |

Tableau 4.- Valeurs expérimentales de dureté Hv en fonction du temps pour une température de revenu T = 300°C

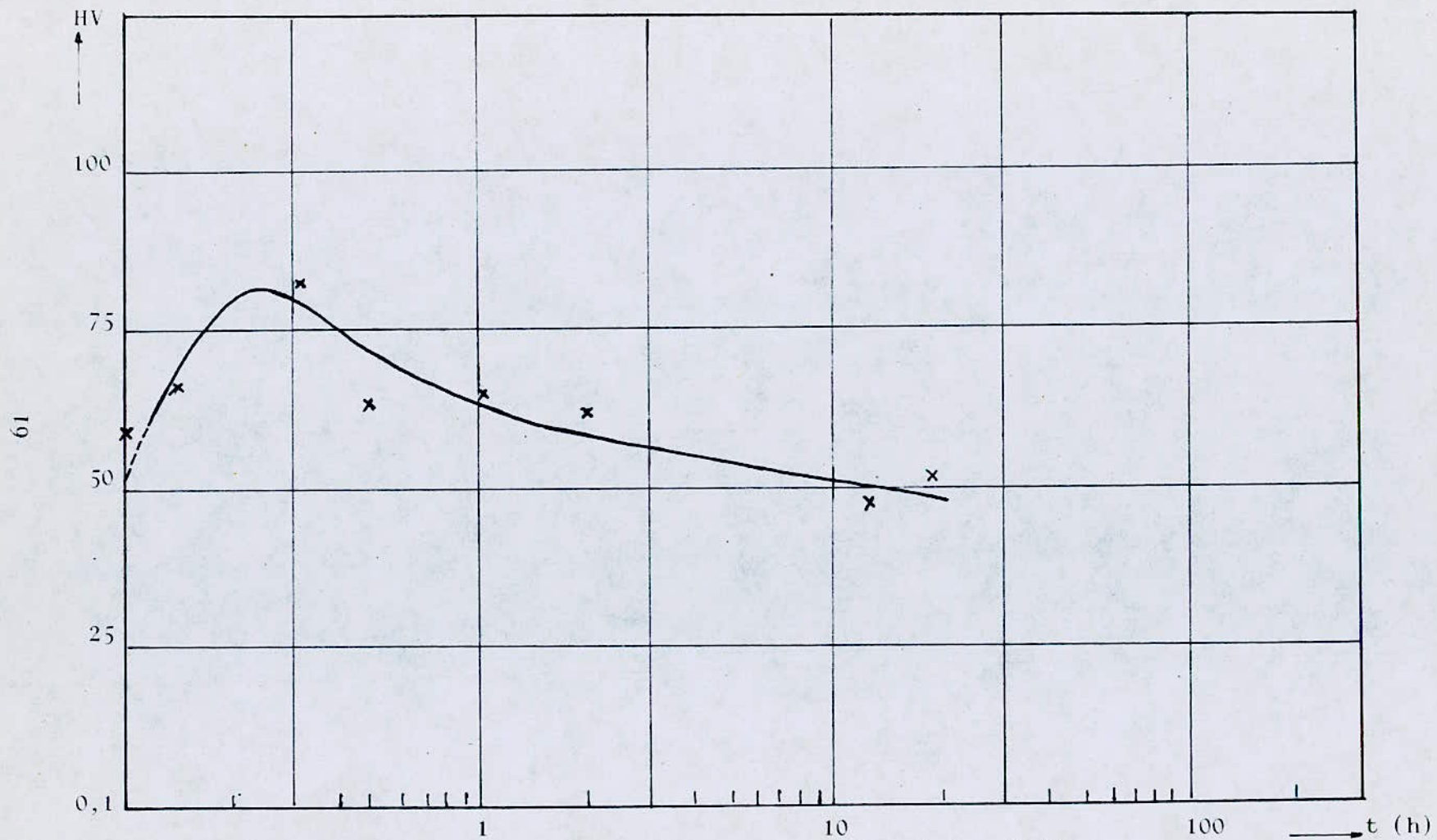


FIG. V-5 : COURBE ISOTHERME DE DURETE A T = 300°C

Nous avons constaté dans le premier stade de croissance deux phases d'évolution, jusqu'à environ 10 minutes une augmentation très rapide de la dureté et d'après [6] cela est lié à la précipitation de la phase θ'' , puis une diminution de l'allure, traduisant l'apparition de la phase θ' pour atteindre le maximum, éventuellement disparition de θ'' [4].

La courbe diminue après une demi-heure (0,5 heure) du fait de la non-cohérence de la phase θ' d'abord dans une direction [1], [10] donc création d'une interface avec une énergie libre élevée et qui facilite le déplacement des dislocations, contrairement à la phase θ'' . Par coalescence de θ' la courbe atteint 65 Hv après 70 heures. L'apparition de cette phase coalescée est responsable de l'adoucissement de l'alliage. [4]

à $T = 300^{\circ}\text{C}$:

Nous avons observé une augmentation de la dureté 55,8 Hv jusqu'à 82 Hv en 15 minutes, puis elle diminue pour atteindre 48 Hv en 20 heures.

Une telle allure montre la présence de la phase θ' semi-cohérente [18] de composition chimique Al_2Cu , ce qui altère la dureté de l'alliage.

Avant d'atteindre le maximum la précipitation se fait dans la matrice sous forme dispersée, et avec la coalescence de ces fines particules la dureté diminue continuellement avec une perte importante de la cohérence liée à l'effet de taille de ces particules.

c) Comparaison entre les courbes isothermes :

Comme nous avons déterminé les différents temps d'évolution de la cinétique de précipitation, nous avons remarqué qu'à basses températures les temps nécessaires pour la formation des zones G.P. diminue avec l'augmentation de la température, de même aux hautes températures le maximum correspondant à la formation de la phase θ' est atteint à des temps plus courts que la température est plus élevée (Cf. Fig. V.6).

En plus, pour la précipitation à 130°C et après environ trois jours l'allure reprend la croissance.

D'une façon générale la cinétique de précipitation augmente avec l'augmentation de la température de revenu, ceci est traduit par l'énergie d'activation et expliqué par la cinétique de migration des lacunes et leur disparition aux puits (joints, dislocations), et l'activation de diffusion des atomes de cuivre vers ces défauts.

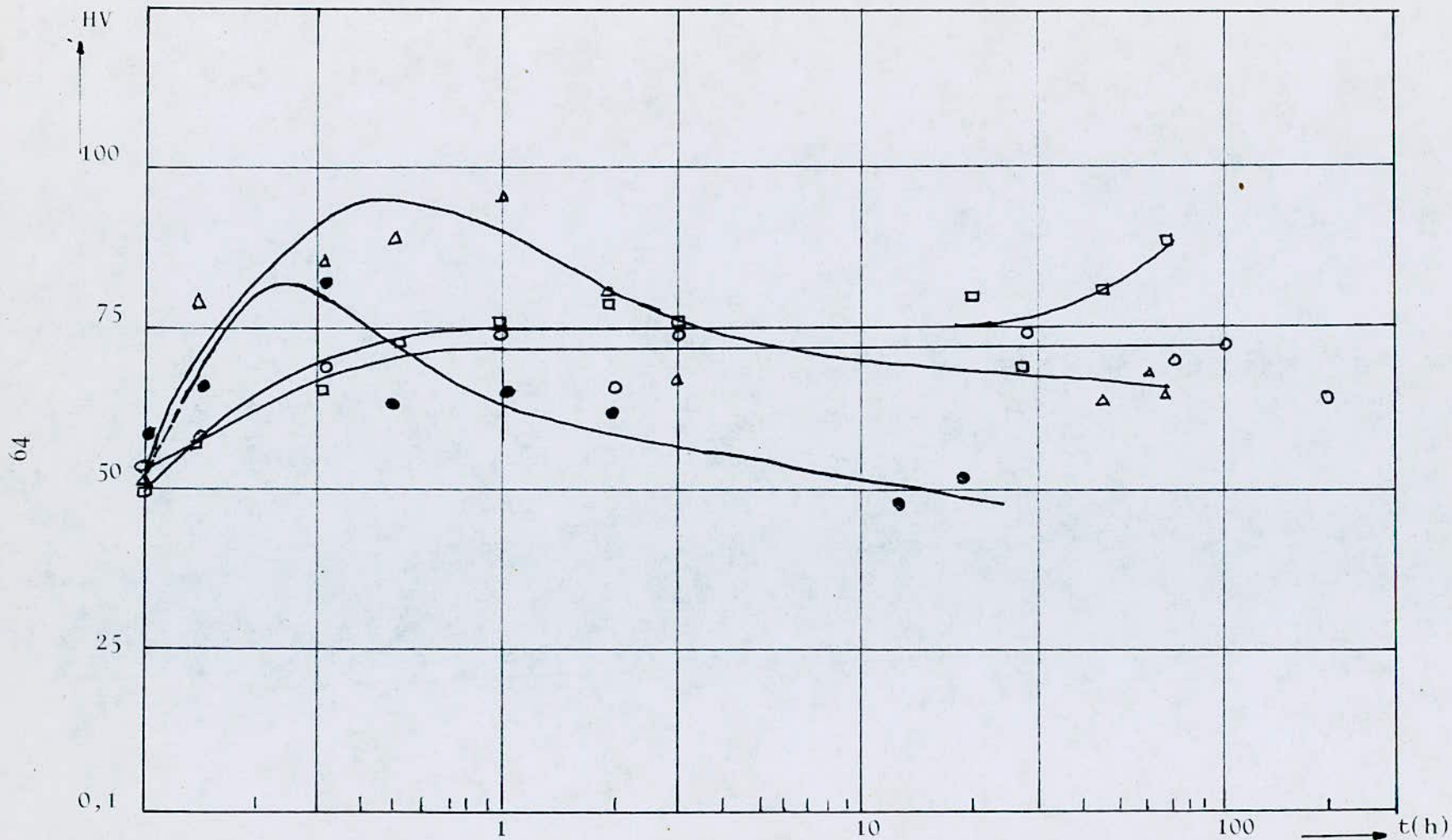


FIG. V-6 : COURBES ISOTHERMES DE COMPARAISON

- o : T = 20°C
- : T = 130°C
- △ : T = 200°C
- : T = 300°C

5.3.-CINETIQUE DE PRECIPITATION

Les données pour le calcul de l'énergie d'activation de précipitation sont déterminées à partir des courbes isothermes de dureté, (Cf. Tableau 5).

* exprimé en 10^{-3}

| Température : [°C] | Température : [°K] | 1 - [1/°K] T | t [sec] max | 1 Ln- [1/sec] tmax |
|-----------------------|-----------------------|--------------------|----------------|--------------------------|
| 20 | 293 | 3,41 * | 36 000 | - 10,49 |
| 130 | 403 | 2,48 * | 7 200 | - 8,88 |
| 200 | 473 | 2,11 * | 1 800 | - 7,50 |
| 300 | 573 | 1,75 * | 900 | - 6,80 |

Tableau 5.- Valeurs expérimentales des temps maximums correspondant à la limite de croissance des précipités à chaque température.

En utilisant les formules du chapitre III. on a :

$$Q = n \frac{d \ln(1/t_{\max})}{d (1/T)} = n \frac{\Delta \ln(1/t_{\max})}{\Delta (1/T)}$$

avec t_{\max} pris pour $y = 1$.

a) Pour l'intervalle des températures 20 à 130°C
l'énergie d'activation de précipitation est : (Fig. V.7.)

$$Q_1 = n \frac{\ln (1/t_{\max, 20^\circ}) - \ln (1/t_{\max, 130^\circ})}{1/(20 + 273) - 1/(130 + 273)}$$

$$Q_1 = n \frac{(-10,49 + 8,88)}{(3,41 - 2,48)10^{-3}} = -1\,731,2 n(\text{Cal/mole})$$

Avec $n = 3/2$ donné pour les particules de forme quelconque, initialement de dimensions négligeables, possédant une vitesse de germination nulle [19] :

$$\text{Or } Q_1 = -2\,597 \text{ cal/mole} = -0,113 \text{ eV/at}$$

D'après cette valeur nous constatons que l'énergie d'activation de précipitation est beaucoup plus faible que celle de l'énergie d'activation de diffusion :

$$Q(\text{Cu dans Al}) = 38\,500 \text{ cal/mole}$$

$$\text{et } Q(\text{Al dans Al}) = 29\,000 \text{ cal/mole}$$

$$\text{et } Q(\text{lacunes dans Al}) = 16\,100 \text{ cal/mole.}$$

Cela est lié à la migration des lacunes en excès et que la température à laquelle se déroule la précipitation influe fortement sur le nombre de germes N (Cf. Equation 1 du paragraphe 3.2.2. du Chapitre III.) qui peut être négatif.

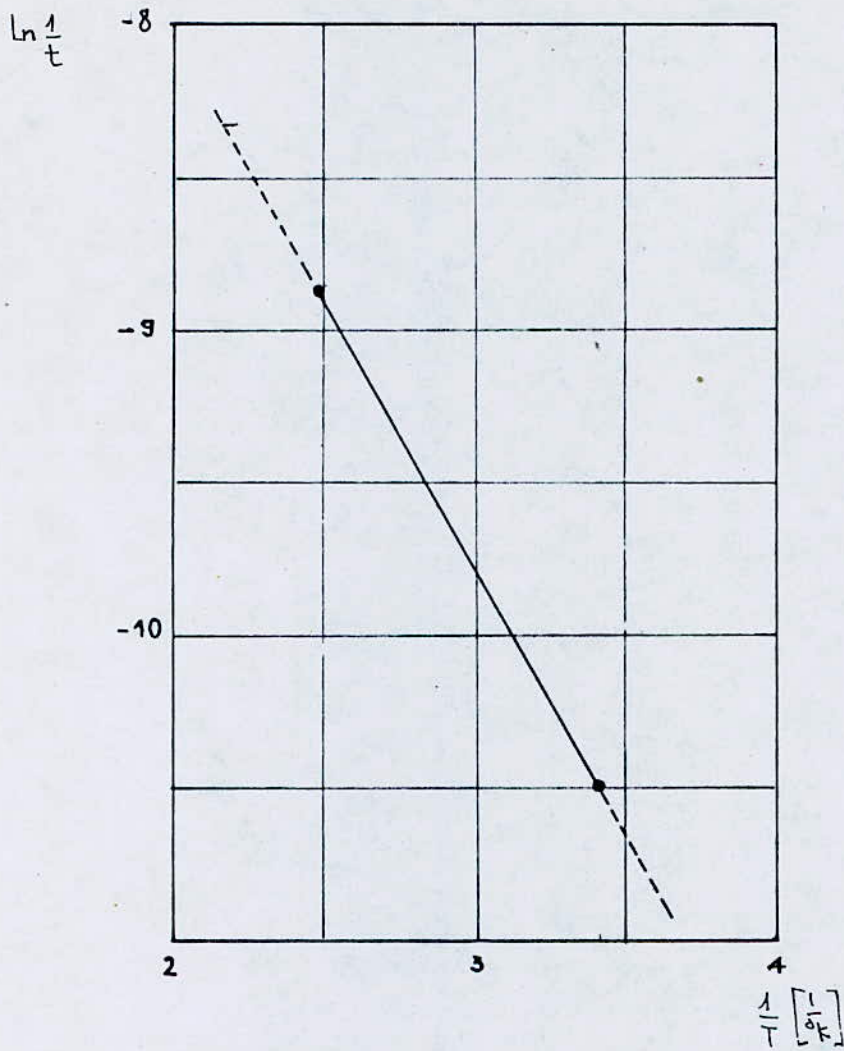


FIG. V-7 : COURBE D'ENERGIE D'ACTIVATION POUR
T = 20 à 130 °c

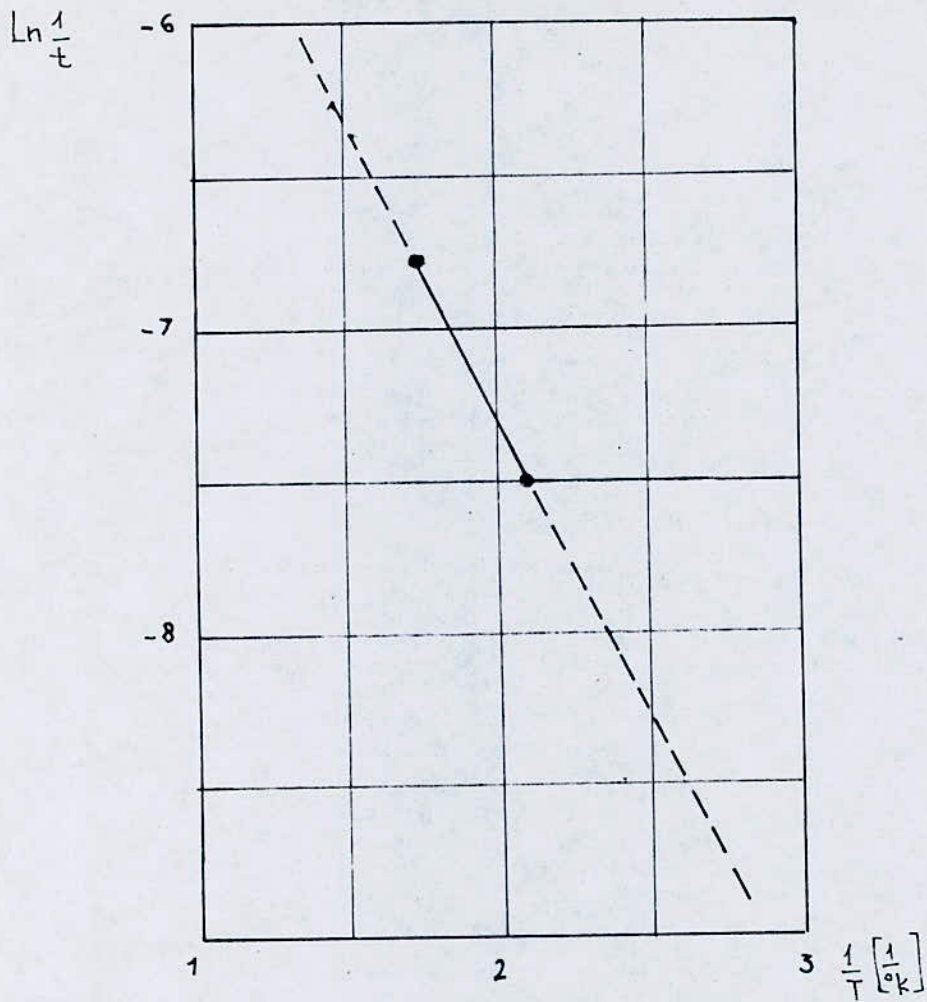


FIG. V-8 : COURBE D'ENERGIE D'ACTIVATION POUR T = 200. à 300°C

b) Pour l'intervalle des températures de 200° à 300°C, l'énergie d'activation de précipitation est : (Fig. V.8)

$$Q_2 = n \frac{\ln [1/(t_{\max, 200^\circ})] - \ln [1/(t_{\max, 300^\circ})]}{1/(200 + 273) - 1/(300 + 273)}$$

$$Q_2 = \frac{3(-7,50 + 6,80)}{2(2,11 - 1,75) \cdot 10^{-3}} = -2916 \text{ Cal/moles}$$

$$= -0,127 \text{ eV/at.}$$

$Q_1 - Q_2$ est très petit.

c) Comme nous l'avons montré Q_1 et Q_2 sont déterminés essentiellement par migration de lacunes et puisque le nombre de points déterminant Q_1 & Q_2 est très petit (2 points pour chaque cas), il est plus commode de calculer Q_3 dans l'intervalle de 20 à 300°C qui conduit à une erreur expérimentale plus faible (4 points) (Fig. V.9) :

$$Q_3 = n \frac{\ln[1/(t_{\max})]}{(1/T)} \quad \text{====>}$$

$$Q_3 = \frac{3(-6,80 + 10,49)}{2(1,75 - 3,43) \cdot 10^{-3}} = -3294,6 \text{ Cal/mole} = -0,143 \text{ eV/at}$$

On remarque ainsi que Q est déterminé par migration de lacunes [7].

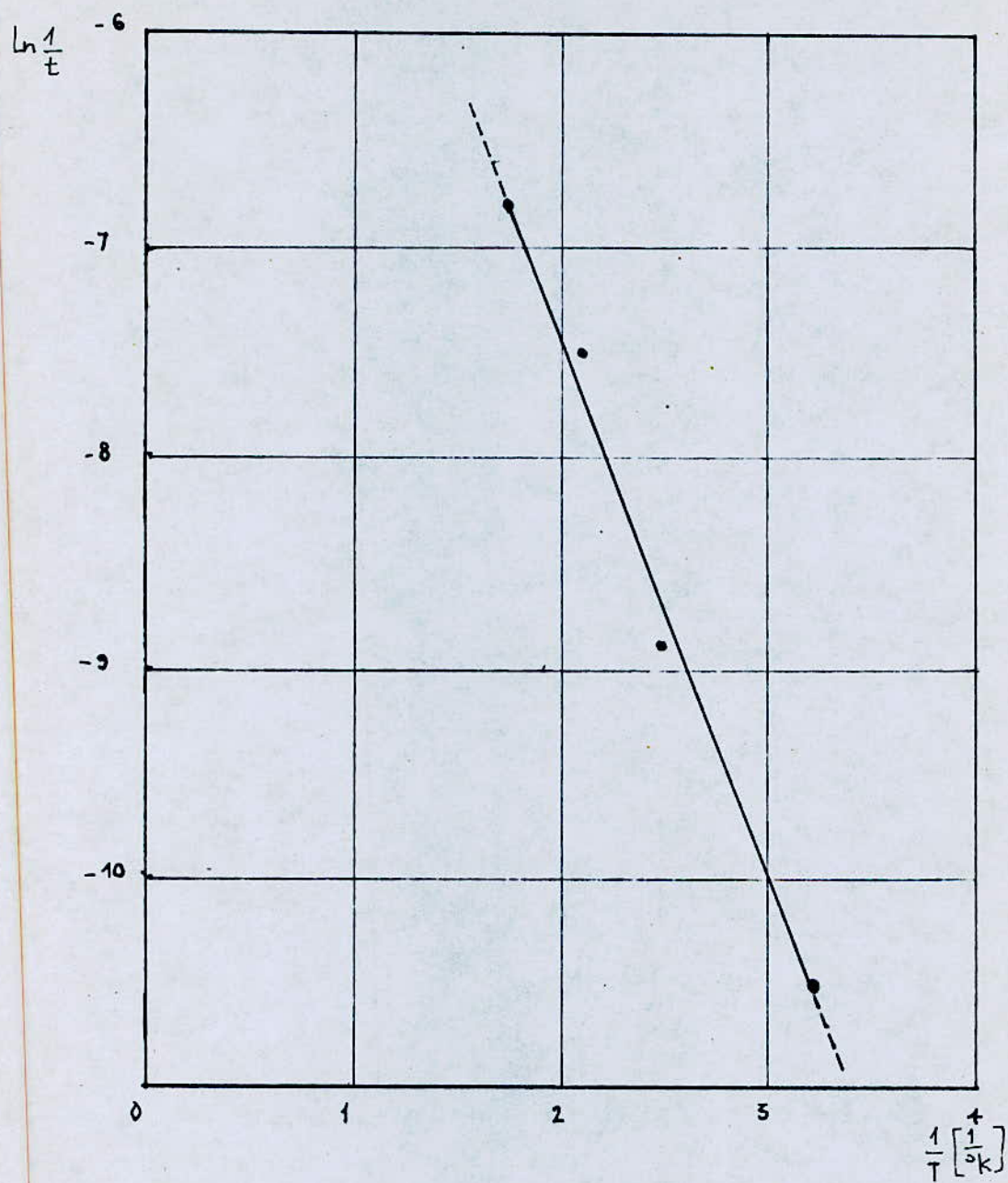


FIG. V-9 COURBE D'ENERGIE D'ACTIVATION POUR T = 20 à 300°C

D'une façon globale l'énergie d'activation de précipitation dans les alliages trempés est déterminée selon le nombre de lacunes en excès, le processus est contrôlé par migration de lacunes en excès.

5.4.-ETUDE DE LA CINETIQUE DE PRECIPITATION APRES TRAITEMENT DE REVERSION :

a) *Courbes isochrones de dureté :*

Pour l'étude de la cinétique après reversion, nous avons déterminé la température de reversion à partir des courbes isochrones de dureté : (Cf. Tableau 6.1 et 6.2. & Fig. V.10.)

| Température (°C) | Dureté Hv (Kg/mm ²) |
|------------------|---------------------------------|
| 20 | 70,2 |
| 130 | 67 |
| 200 | 89,2 |
| 300 | 62,6 |

Tableau 6.1.- Valeurs expérimentales de la dureté en fonction de la température pour un maintien isochrone de 30 minutes.

| Température (°C) | Dureté Hv (Kg/mm ²) |
|------------------|---------------------------------|
| 20 | 66,3 |
| 130 | 78,4 |
| 200 | 79,7 |
| 300 | 61,6 |

Tableau 6.2.- Valeurs expérimentales de la dureté en fonction de la température pour un maintien isochrone de 2 heures.

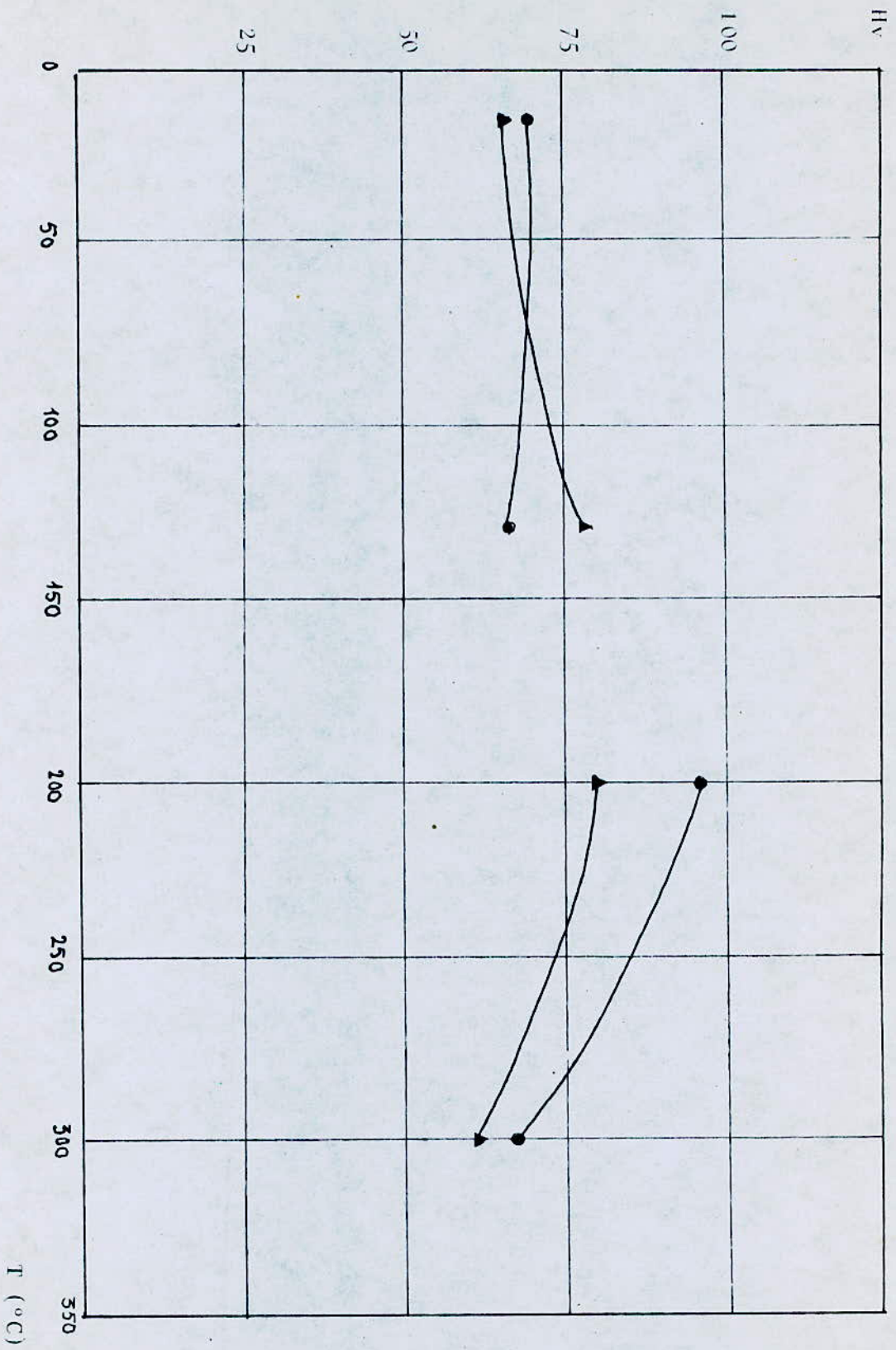


Fig. V.10.- COURBES ISOCHRONES DE DURETE ●: 0,5 (h) ▲: 2 (h)

▲: 2 (h)

A partir des courbes isochrones de dureté, nous avons montré que la dureté change en fonction de la température, mais l'allure de cette courbe n'apparaît pas entre 130°C et 200°C. Cela est dû au manque de valeurs expérimentales et d'après J. BERNARD [13] pour Al-Cu, il existe au moins un minimum de dureté dans cet intervalle de température.

Pour cela, nous avons choisi la borne supérieure de cet intervalle de température pour étudier la reversion et la détermination exacte du temps de maintien nécessaire à la dissolution totale des zones G.P.

b) La courbe isotherme de reversion à $T = 200^{\circ}\text{C}$ est donnée par la figure V.11. et les valeurs correspondantes au tableau 7.

| : Temps (mn) : | : Temps (sec) : | : d moy (μm) : | : Hv moy : |
|----------------|-----------------|-----------------------------|---------------------------|
| : | : | : | : (Kg/mm ²) : |
| : 3 : | : 180 : | : 36,83 : | : 68,5 : |
| : 5 : | : 300 : | : 38,33 : | : 63,2 : |
| : 9 : | : 540 : | : 35,61 : | : 73,2 : |
| : 13 : | : 780 : | : 37,8 : | : 64,9 : |
| : 17 : | : 1 020 : | : 37,6 : | : 65,6 : |
| : 22 : | : 1 320 : | : 34,9 : | : 76,1 : |

Tableau 7.- Valeurs expérimentales de la dureté Hv en fonction du temps pour un traitement de reversion à 200°C de l'alliage déjà mûri à 20°C pendant trois jours.

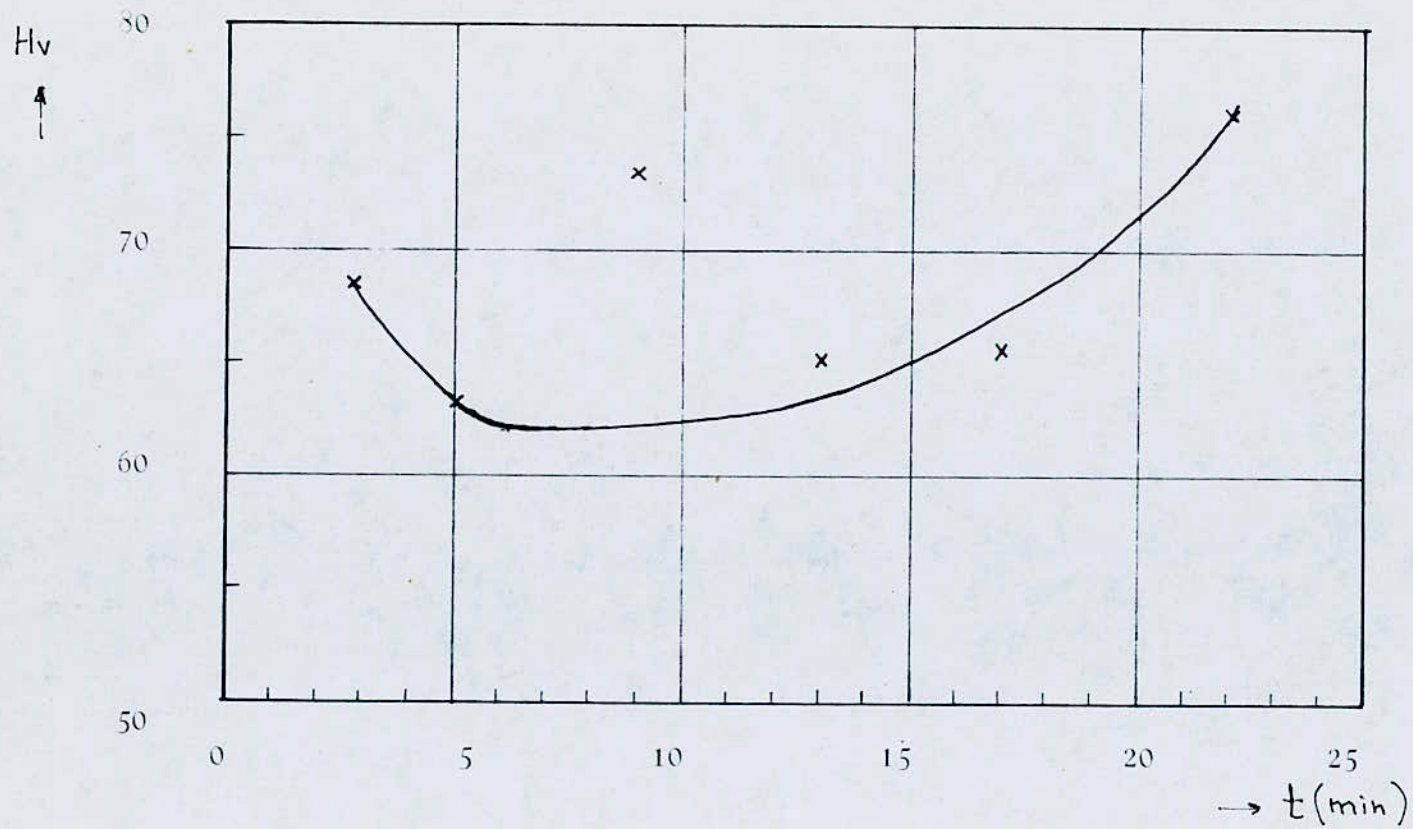


FIG. V-11 EVOLUTION DE LA DURETE LORS DE LA REVERSTION DES ZONES G.P à 200°C.

| Temps (h) | Temps (sec) | d moy (μm) | Hv moy (Kg/mm ²) |
|-----------|-------------|-------------------------|---------------------------------|
| 0,1 | 360 | 41,7 | 53,3 |
| 0,16 | 600 | 41,1 | 54,9 |
| 0,33 | 1 200 | 37,75 | 65,5 |
| 0,50 | 1 800 | 34,77 | 76,6 |
| 1 | 3 600 | 36,2 | 70,8 |
| 2 | 7 200 | 37,7 | 65,2 |
| 3 | 10 800 | 34,95 | 75,9 |
| 21 | 75 600 | 35,3 | 74,4 |
| 27 | 97 200 | 34,92 | 76,1 |
| 45 | 162 000 | 33,78 | 81,2 |

Tableau 8.- Valeurs expérimentales de la dureté Hv en fonction du temps à T = 130°C pour des échantillons revertis 6 min. à 200°C après avoir déjà muris 3 jours.

La courbe donnée à la figure V.11. montre que le minimum de la dureté à 200°C est atteint pour t = 6 minutes, cette valeur expérimentale correspond donc à la dissolution d'un taux maximum de zones GUINIER-PRESTON.

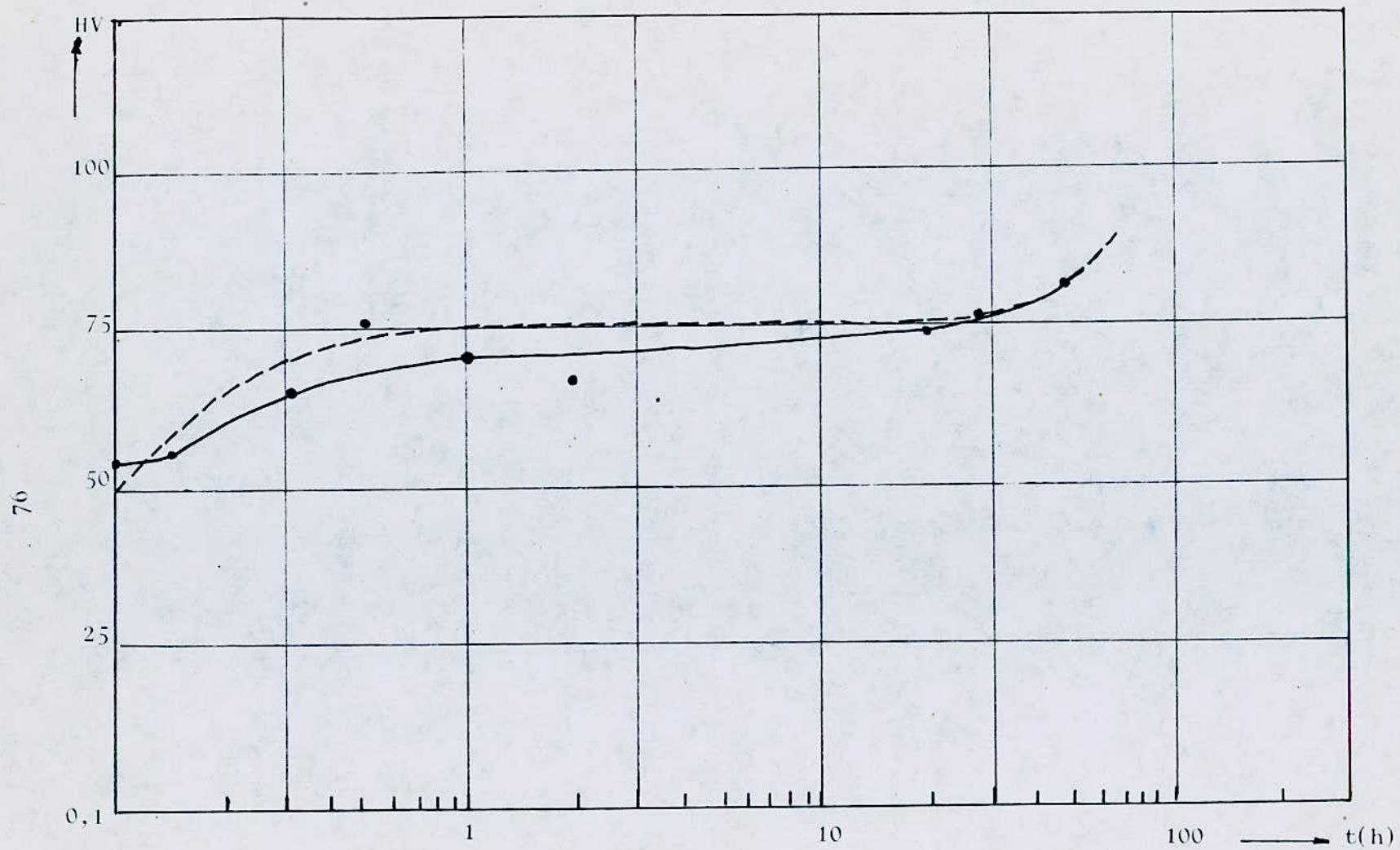


FIG. V-12 COURBE ISOTHERME DE DURETE A $T = 130^{\circ}\text{C}$ (après traitement de reversion).

----- Sans reversion

————— Après reversion

La diminution de la dureté commence à partir de 3 minutes sur la courbe puis augmente à partir de 6 minutes. Cette augmentation traduit la reformation de ces zones [7], dont on donnera la cinétique de la reformation à 130°C et 200°C au paragraphe suivant.

c) *Cinétique de précipitation après reversion :*

à $T = 130^{\circ}\text{C}$:

Les résultats de la microdureté sont donnés au tableau 8 et à la figure V.12.

Cette courbe présente une constance de dureté jusqu'à environ 10 minutes qui est de 54 Hv, puis une augmentation rapide jusqu'à 67 Hv après 2 heures de maintien à cette température. Ensuite l'allure change pour atteindre 76 Hv en 27 heures, enfin elle reprend avec une vitesse plus élevée pour atteindre 81,2 Hv après 45 heures.

Le petit palier au début du processus correspond probablement à la non-dissolution totale des zones GUINIER-PRESTON.

La croissance de la dureté, après 10 minutes, est due à la reformation des zones [6]. Cette croissance devient lente à partir de deux heures sous l'effet de la diminution de la sursaturation et du nombre de lacunes en excès.

| Temps (h) | Temps (sec) | d moy (μm) | Hv moy (Kg/ m^2) |
|-----------|-------------|-------------------------|-------------------------------|
| 0,1 | 360 | 37,97 | 64,2 |
| 0,16 | 600 | 36,13 | 71,1 |
| 0,33 | 1 200 | 31,9 | 91,1 |
| 0,50 | 1 800 | 35,25 | 74,60 |
| 1 | 3 600 | 35,7 | 72,8 |
| 2 | 7 200 | 36,75 | 68,6 |
| 3 | 10 800 | 36,95 | 67,9 |
| 22 | 79 200 | 34,69 | 77 |

Tableau 9 : Valeurs expérimentales de la dureté Hv en fonction du temps à $T = 200^\circ\text{C}$ pour des échantillons revertis 6 minutes à 200°C après avoir déjà mûri 3 jours

Enfin l'augmentation de la dureté est expliquée par la formation de la phase θ'' à partir des zones G.P. dont une fraction sert de germe pour cette phase et d'autres zones se redissolvent une deuxième fois [6].

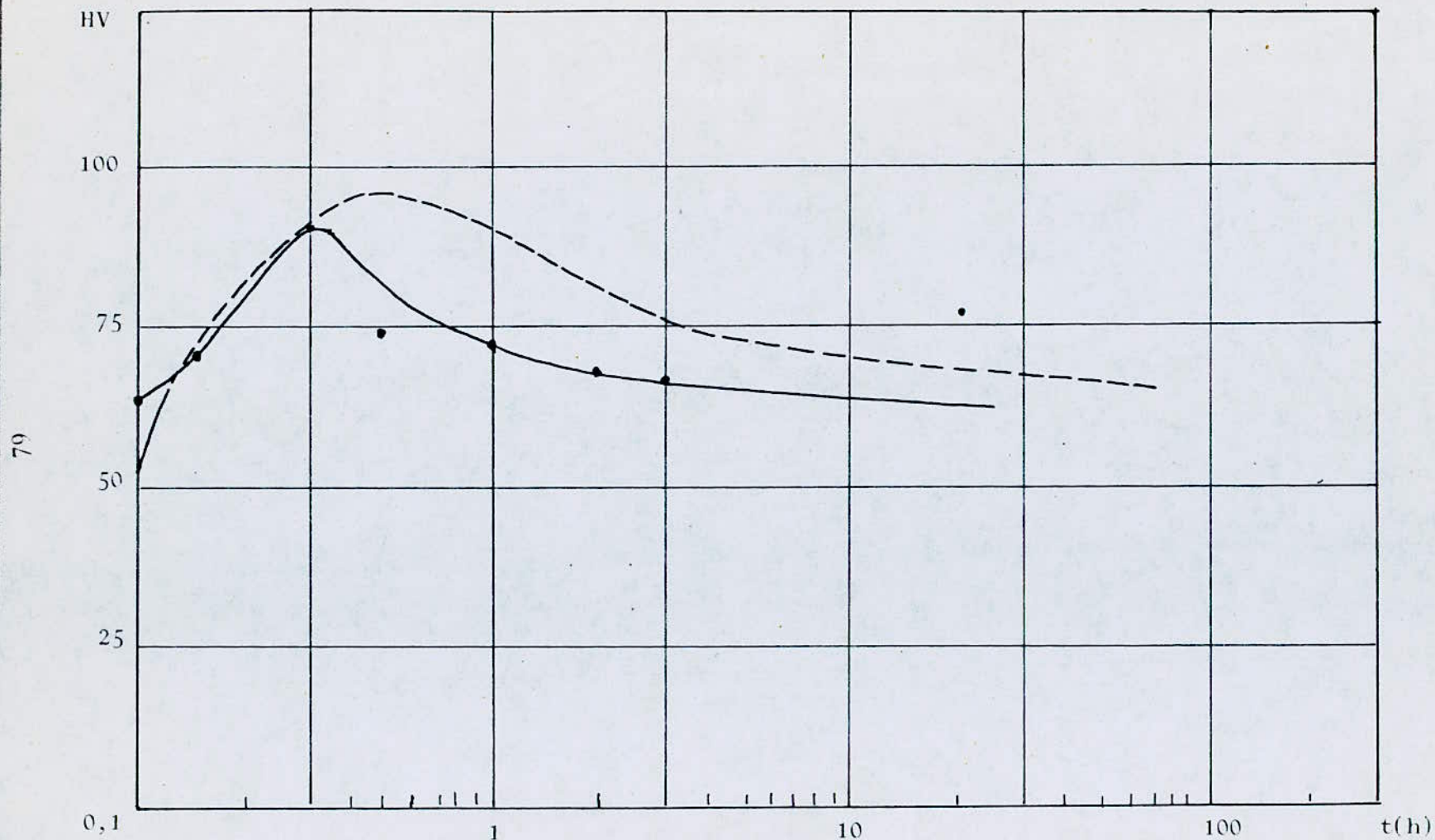


FIG. V-13 COURBE ISOTHERME DE DURETE A $T = 200^{\circ}\text{C}$ (après traitement de reversion).

----- sans reversion
 ————— après reversion

à $T = 200^{\circ}\text{C}$:

La courbe que nous avons obtenue présente deux phases d'évolution : une augmentation rapide de 64,2 Hv à 91,1 Hv en 20 minutes puis une diminution jusqu'à 63 Hv après 22 heures de maintien. (Cf. Tableau 9 & Fig. V.13.)

La première tranche correspond à la précipitation de la phase θ' à partir de θ'' qui disparaît après quelques temps de maintien. Cette phase dispersée croît pour atteindre le maximum de dureté, puis diminue sous l'effet de la perte de cohérence avec la matrice. Cette perte de cohérence est liée à l'effet de taille des particules coalescées [1].

D'une manière générale la courbe présente une cinétique de précipitation de la phase θ' plus rapide que celle obtenue sans reversion. Ce phénomène peut être expliqué par la formation d'un complexe lacune-impureté qui possède une énergie d'activation de migration plus faible que les lacunes sans impuretés, or une vitesse de migration plus importante [20].

La dureté, après reversion reste faible en comparaison avec celle dans traitement de reversion car le nombre de lacunes en excès après reversion est plus faible et le nombre de particules donc est faible [17]

CONCLUSION

La métallographie optique nous a permis de suivre l'évolution de l'alliage par sa structure aux différents stades de traitements, et confirme ainsi les techniques d'élaboration, de traitement d'homogénéisation, de mise en solution - trempe et de revenu.

Les courbes isothermes de dureté ont pu mettre en évidence l'influence des différents facteurs : Temps, température de revenu et le traitement de reversion sur la cinétique de précipitation. Cette cinétique est liée au nombre de lacunes figées au début du processus et qui sont à l'origine des évolutions structurales. Avec la diminution de la concentration de lacunes en excès, on a successivement l'apparition des zones GUINIER-PRESTON, θ'' , θ' et θ .

D'autre part, les énergies d'activation de précipitation calculées montrent thermodynamiquement la quantité d'énergie nécessaire à la migration de lacunes dans notre alliage.

Ce travail peut être poursuivi en étudiant la cinétique à d'autres températures, pour augmenter ainsi la précision sur le calcul de l'énergie d'activation de précipitation, et déterminer les différents mécanismes de précipitation, comme il peut être aussi poursuivi en utilisant des techniques de caractérisation directes plus performantes (Analyses aux rayons X et microscopie électronique) pour mettre en évidence l'évolution structurale dans notre alliage, et faire l'étude de cette précipitation après addition des éléments de transition comme manganèse (Mn).

BIBLIOGRAPHIE

1.- GUILLET

Théorie de transformation de phases à l'état solide des métaux.
(1978)

2.- J. FREIDEL

Les dislocations, Ed. Gauthier Villars, DUNOD (1956)

3.- GROUPE PECHINEY

Aluminium, T 1 (1964)

4.- R. DEVALAY

Traitement thermique des alliages d'Al. Tech. d'ing. M4- 1290
(1986)

5.- J. BURKE

Cinétique de la transformation de phases dans les métaux.
Masson et Cie. (1968)

6.- F. FOUQUET, M. KOHEN & J. MERLIN

Etude de la précipitation après reversion dans un alliage Al-Cu 4 %. Mem. Scien. Rev. Met. n° 9 (1973) p : 683-691

7.- P. VIGIER, M. DENOX & A.M. ZAHRA KUBIK.

La formation des zones GUINIER-PRESTON dans l'alliage Al-Cu 4 %
Mem. Scien. Rev. Met. n° 1 (1972) p : 51-65

8.- H. MICHEL & M. GANTOIS

Mécanisme de précipitation et de durcissement dans les alliages Fe-cr contenant du Si et Ti.
Mem. Scien. Rev. Met. n° 9 (1973) p : 681.

9.- A.G. DIRKS & J.J. VAN DEN BROEK

θ -Al₂Cu formation at room temperature in metastable Al-Cu alloy film. Acta Met. Vol. 37 n° 1 (1989) p : 9-15

10.- G.M. RAYNAUD and P. GUYOT

Coherent precipitation effect on thermopower of Al-Cu alloys.
Acta. Met. n° 1 (1988) p : 143-147

11.- IRMANN

Fonderie d'aluminium. Préface GADEAU.

12.- I.K. UMANSKI

Physique des métaux. Edition Mir, Moscou (1978)

13.- J.BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT & J. TALBOT
Métallurgie générale. 2° Edition MASSON (1984)

14.- I. LAKHTINE

Métallographie et traitement thermique des métaux.
Ed. Mir Moscou (1978)

15.- J.W. MARTIN & R.D. DOHERTY

Stability of microstructure in metallic systems.
N.Y. Cambridge University Press (1976)

16.- L.F. MONDOLFO

Aluminium alloys structure and properties.
Butters Worths. (1979).

17.- B. JAOUJ

Etude de la plasticité et application aux métaux.
DUNOD (1965)

18.- M. RUIN

*Aperçus théoriques et aspects pratiques du traitement thermique
des alliages légers.* Traitement thermique 204-86 p : 55

19.- CAHN

Physical metallurgy. N.Y. Cambridge University Press (1965)

20.- J. PHILIBERT

La diffusion dans les solutions solides (1985) Paris.

