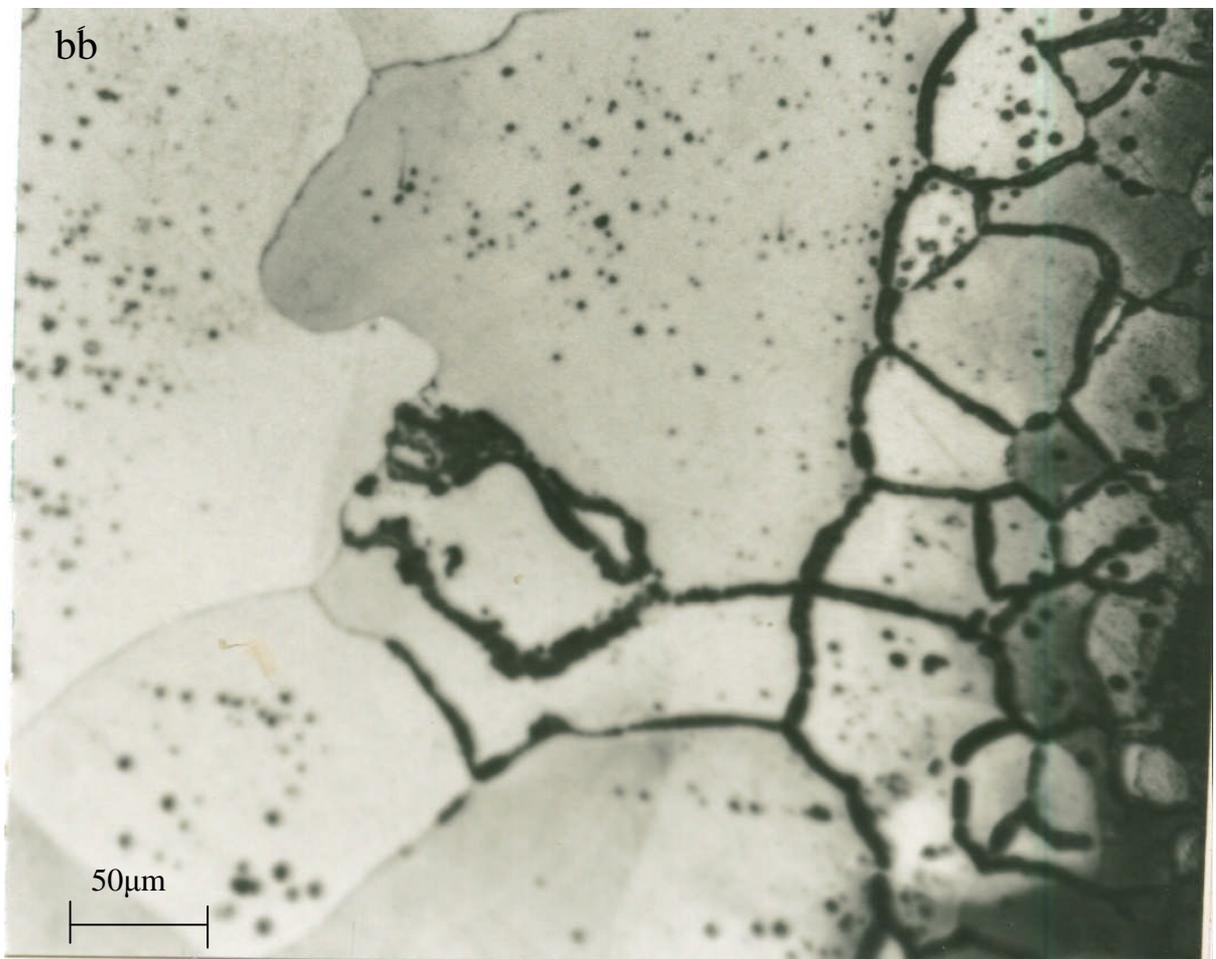


**SAID BENSAADA
M. BOUKHAROUBA**

Effet de la température et de la déformation plastique sur les mécanismes et cinétiques de la recristallisation, de la précipitation et de la dissolution discontinue dans les alliages métalliques binaires et ternaires



INTRODUCTION

La maîtrise et la compréhension des divers aspects des transformations des phases deviennent nécessaires pour la maîtrise de la technologie des matériaux métalliques. Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en grande partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent, c'est-à-dire par la microstructure. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés,

Une transformation de phase d'un système étudié est provoquée par la variation d'un paramètre extérieur particulier (Température ; déformation ?; champ magnétique;.....), ou les propriétés du système changent et elle a eu lieu lorsque le paramètre atteint une valeur seuil.

Malgré le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères etc...., les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressantes et qui ont longtemps attiré bon nombre de chercheurs c'est la précipitation discontinue qui se produit lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide d'une solution sursaturée (phase α_0) en deux phases distinctes β et α apparaissant le plus souvent sous forme de structure lamellaire, elle se fait à partir d'un joint de grain et par diffusion intergranulaire suivant plusieurs mécanismes tels que : la germination, la croissance et la coalescence.

La première découverte sur la précipitation discontinue été faite en 1930 dans l'alliage Ag-Cu riche en argent. Bien qu'une multitude de travaux ont été réalisés dans ce domaine, le sujet reste d'actualité, car d'une part cette réaction occupe une place importante a cause de son influence sur les caractéristiques mécaniques et physiques des alliages métalliques et d'autre part bon nombre de questions restent encore non élucidés et concernant en particulier le mécanisme, la cinétique, la forme et le type de précipité ainsi que la dissolution du précipité lamellaire.

Le but de ce travail est l'étude et la compréhension des différents phénomènes liés à la recristallisation,+ à la précipitation et la dissolution discontinue dans les alliages Cu-4,5at.% In , Al-15 at.% Zn, Mg-8at.% Al , Al-Si 8at. %Cu3at. % par :

- La mise en évidence des types de mécanismes et de cinétiques de la précipitation et dissolution discontinue appropriée a ces alliages.

- L'étude de l'influence de la température sur ces mécanismes.
- Le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques.
- Le suivi de l'évolution structurale au cours des différentes étapes de la réaction.
- La mise en évidence de l'effet de la déformation plastique.

A cet égard deux techniques d'analyse se complétant ont été utilisées notamment :

- La microscopie optique.
- La microdureté.

Le mémoire se compose d'une introduction où le travail est présenté, d'une conclusion où on résume l'essentiel des résultats obtenus et de cinq chapitres

- Le premier chapitre traite la théorie de recristallisation.
- Le deuxième chapitre est consacré à la précipitation discontinue
- Le troisième chapitre traite la théorie sur la dissolution du précipité lamellaire.
- Le quatrième chapitre consacré à une synthèse des études réalisées dans le domaine de la précipitation et dissolution discontinue et des évolutions successives de se produire dans les systèmes d'alliages Cu-In , Al-Zn, Mg-Al , Al-Si-Cu.
- Le cinquième chapitre est consacré aux méthodes expérimentales, les alliages utilisés, les résultats obtenus et leur interprétation.

I. RECRISTALLISATION

I.1. Ecouissage et défauts dans les cristaux

Les cristaux parfaits n'existent pas. Les cristaux réels comportent un grand nombre de défauts. En fait, de nombreuses propriétés des matériaux dépendent largement de la présence de défauts dans les cristaux dont ils sont constitués et ces défauts ne sont pas nécessairement avantageux. Un défaut est une imperfection ou une irrégularité, de l'ordre du diamètre atomique.

Dans les structures cristallines, on classe habituellement les défauts cristallins selon leur géométrie et leur nombre de dimension. [1]

- 1- Défauts ponctuels : Lacunes et interstitielles.
- 2- Défauts linéaires : Dislocations.
- 3- Défauts de surface : Défauts d'empilement.
- 4- Défauts à 3 dimensions : Macles et sous grains

Après déformation, les propriétés physiques et mécaniques du matériaux ont été altérées et la microstructure est modifiée de la façon suivante : [2]

- 1) Changement de la forme des grains.
- 2) Durcissement par écouissage.
- 3) Augmentation de la densité des dislocations (défauts)

Donc la déformation plastique d'un métal ou alliage métallique augmente son énergie interne par accroissement de la densité de structure : Lacunes, interstitiels, dislocation, etc.....

L'écouissage ne se produit que sur les matériaux ductiles et dans le domaine plastique, donc une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains.

L'écouissage peut constituer un moyen et par fois le seul, d'élever la limite élastique et la dureté d'un métal, mais quand il dépasse un certain taux d'écouissage, il peut présenter des inconvénients et peut être dangereux lorsqu'il devient une cause de fragilité, (exemple la concentration des contraintes).

I.1.1. Concentration de contraintes et écouissage local

Lorsque la pièce comporte une variation de section ou un défaut ou une cavité, inclusion (précipité) plus dur ou moins dur que le reste du matériau il peut se produire localement une concentration de contraintes. Alors que l'on pense être dans le domaine élastique, on entre localement dans le domaine plastique. Il peut donc se produire un écouissage local. Ce phénomène est une des principales causes de la naissance de fissures dans les phénomènes de fatigue. [3]

I.1.2. Multiplication des dislocations

La déformation plastique d'une pièce métallique se fait par le mouvement des dislocations. Ces dislocations se multiplient selon le mécanisme de Franck et Reed [3], Elles sont épinglées (par des défauts ponctuels, des précipités ou d'autres dislocations normales au plan de mouvement) ; les parties épinglées restent fixes, les parties mobiles s'étendent autour de l'épinglage. Lorsque les parties mobiles se rejoignent, cela forme une boucle de dislocation qui bouge (s'étend) librement tandis que la partie épinglée recommence le cycle.

Or, les dislocations se gênent mutuellement, si elles sont dans le même plan de glissement, elles s'attirent ou se repoussent et, si elles sont dans des plans orthogonaux, elles s'épinglent mutuellement (phénomène des « arbres de la forêt »). Donc plus il y a de dislocations, plus il y a de déformations possibles, mais moins les dislocations sont mobiles car elles se gênent.

La perte de mobilité des dislocations entraîne une élévation de la limite d'élasticité, donc de la dureté, ce qui constitue l'écrouissage. Après écrouissage une certaine quantité d'énergie a été emmagasinée dans le métal. Le métal peut être utilisé dans cet état en fonction des propriétés désirées : par ex une très grande dureté. L'élévation de la température permet d'activer des divers processus, qui conduisent à une restauration de la microstructure. C'est-à-dire vers un état de moindre énergie interne requiert une réduction du nombre de ces défauts.

Pour des déformations plastiques importantes cette réduction se fait par la formation de nouveaux grains.

La déformation plastique de l'alliage altère ses propriétés physiques et mécaniques. Après déformation (par exemple : laminage, tréfilage, emboutissage ou tout autre procédé de mise en forme), l'alliage est dans un état dit "écroui". Cet état se caractérise par une densité des défauts supérieure aux densités d'équilibre. Le réarrangement et l'élimination des défauts d'écrouissage lors de recuits à des températures supérieures à la température de déformation, conduisent à la formation de nouveaux cristaux d'orientation différentes de celle de la matrice dont ils sont issus : c'est la recristallisation.

I.2. Recristallisation

L'évolution de l'état écroui à l'état recristallisé est marquée par plusieurs stades qui sont :

La restauration, la germination et la croissance des grains. [4]

I.2.1. Restauration

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade appelé: Restauration des propriétés mécaniques et physiques, diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique par exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants. Le réseau cristallin conserve son orientation.

La diminution de l'énergie libre est alors due à :

- La réduction de la densité des défauts ponctuels : lacunes et interstitiels qui s'annihilent

récioproquement.

- A l'annihilation des dislocations de signes opposés
- A la résorption des boucles de dislocation.

Cependant, au stade de la restauration, la densité globale des dislocations varie peu. Celles qui restent se réarrangent en réseau plus stable. Elles se regroupent en parois ou sous-joints de grains par le mécanisme de (montée). Ces parois délimitent des cellules dites de polygonisation. Le recuit apporte suffisamment d'énergie pour mettre en mouvement les dislocations et leur permettre de s'annihiler soit par glissement soit par montée (figure.1) [5].

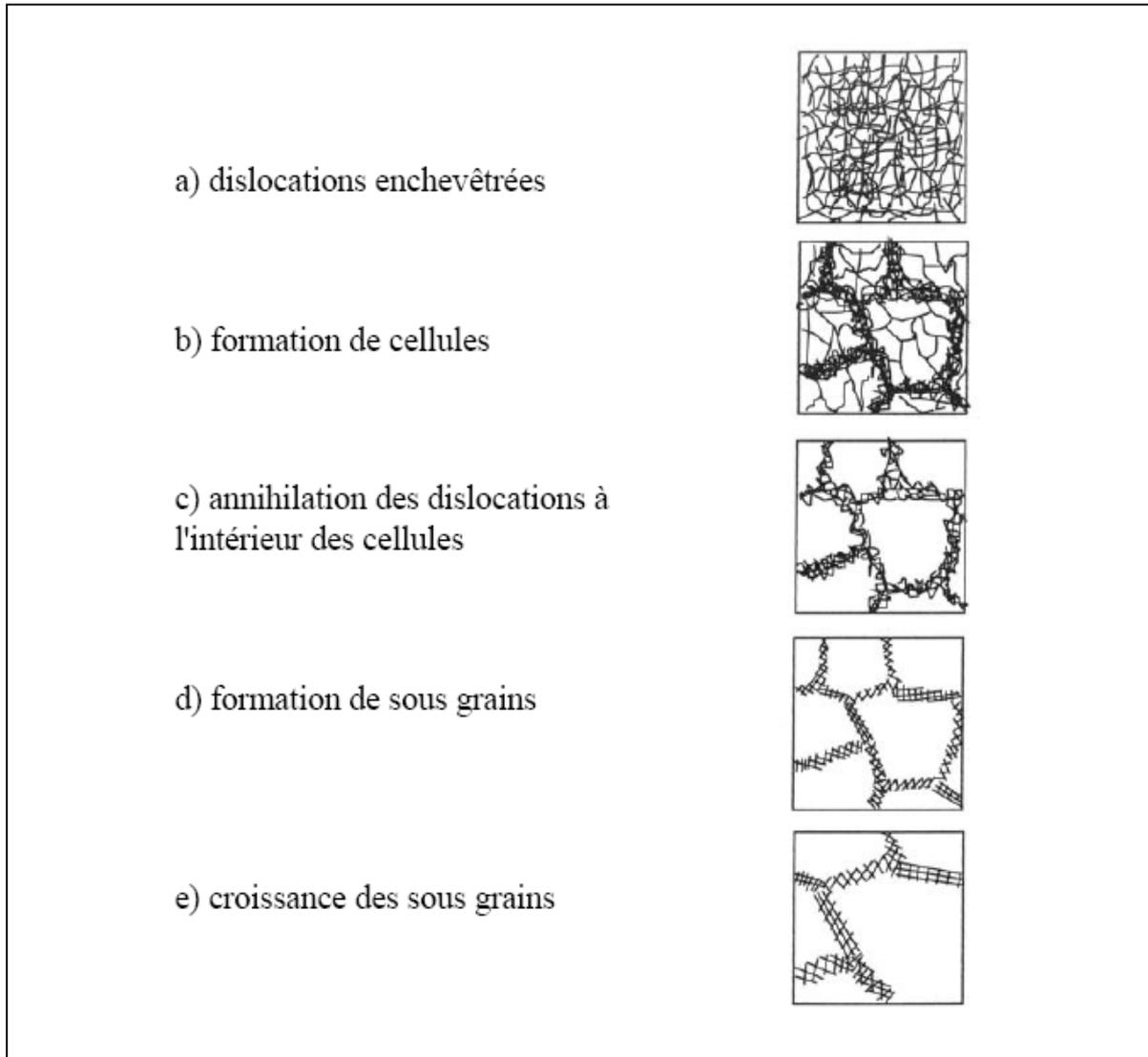


Figure.1. Récapitulation des différentes étapes de la restauration [5].

I.2.1.1. Polygonisation

Lorsqu'on chauffe un métal après l'avoir déformé, les défauts ponctuels (lacunes et atomes interstitiels) engendrés par l'écrouissage disparaissent rapidement ; La seule conséquence importante de cette diminution des défauts ponctuels est une baisse de la résistivité, car c'est une propriété très sensible à la présence de tels défauts.

Ensuite, il se produit une nouvelle répartition des dislocations en réseaux dont l'énergie est plus faible, ce rangement des dislocations est dû à une diminution de l'énergie totale du système, sous l'effet de la température, les dislocations s'éloignent les unes des autres. Elles se redressent et s'alignent selon des configurations plus stables dont l'énergie totale est moindre.

Ces nouveaux réseaux de dislocation forment des parois de cellules polygonales ; de là vient le nom de ce processus : polygonisation. La figure.2 illustre schématiquement la polygonisation d'un cristal déformé par flexion. Au cours de la restauration, les dislocations s'alignent pour former des joints de flexion ce qui fait que les zones du cristal bordées par ces joints sont libres de dislocation. [6].

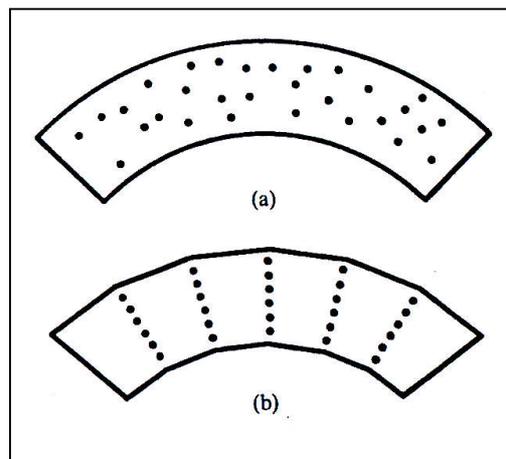


Figure.2. Polygonisation d'un cristal déformé par flexion

(les dislocations sont représentées par des points) [6]

a) Après la flexion, les dislocations sont réparties au hasard.

b) Après la polygonisation, elles forment des sous joints.

I.2.1.2. Effets de Restauration sur les propriétés du métal

A). Restauration de la résistivité électrique

Au cours d'un chauffage à partir d'une température assez basse (température inférieure ou égale à la température ordinaire), il est possible d'observer la migration des défauts ponctuels. Elle donne lieu à un ou plusieurs stades de diminution de la résistivité électrique (figure.3, 4)

B). Libération de l'énergie emmagasinée

Si on utilise des calorimètres différentiels à haute sensibilité notamment le calorimètre différentiel à balayage on observe sur un large domaine de température une libération d'énergie à un taux à peu près indépendant de la température.

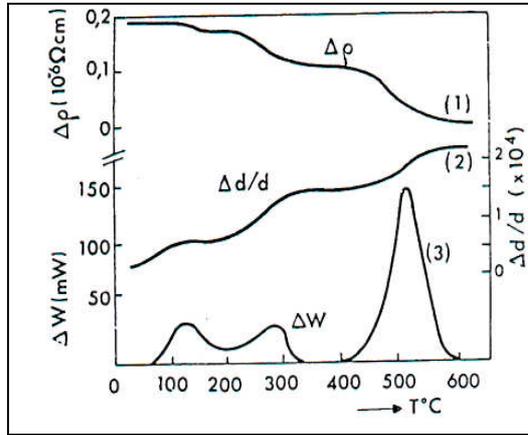


Figure.3. Restauration et recristallisation d'un nickel (pureté 99,95 %) au cours d'un chauffage et après une déformation par pression. [7]

(1) Résistivité (2) Variation de diamètre (3) Calorimétrie

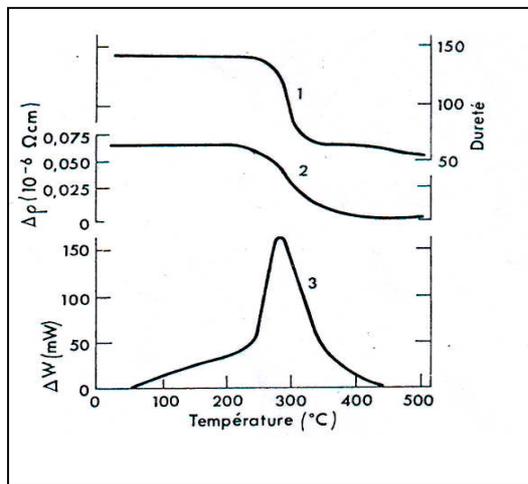


Figure.4. Restauration et recristallisation du cuivre [8]

(1) Résistivité, (2) Dureté, (3) Calorimétrie

C). Restauration des propriétés mécaniques

La manière la plus simple pour suivre cette évolution est la mesure de la dureté. Elle permet de limiter l'intervalle de température où se produit la restauration, mais pour comprendre le processus mis en jeu, il vaut mieux mesurer la limite d'élasticité et le taux de durcissement par écrouissage. La restauration des propriétés mécaniques ne commence donc à se manifester qu'à partir d'une température élevée (figure.5 et 6).

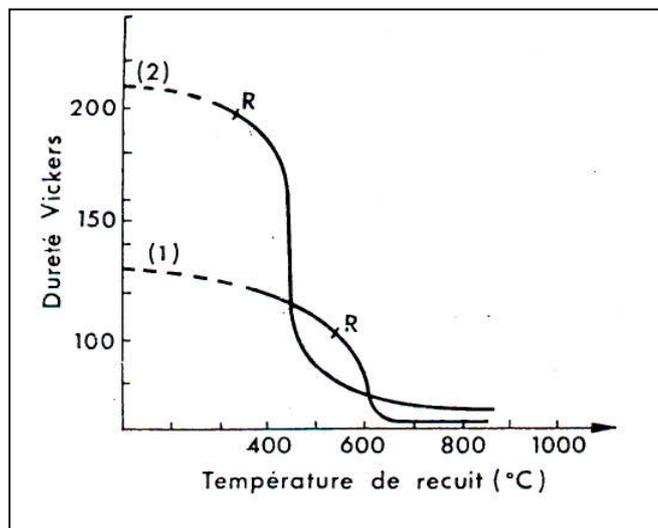


Figure.5. Restauration et recristallisation du fer [9] après une réduction d'épaisseur de:
 (1) 20 %, (2) 90 %, R indique le début de la recristallisation.

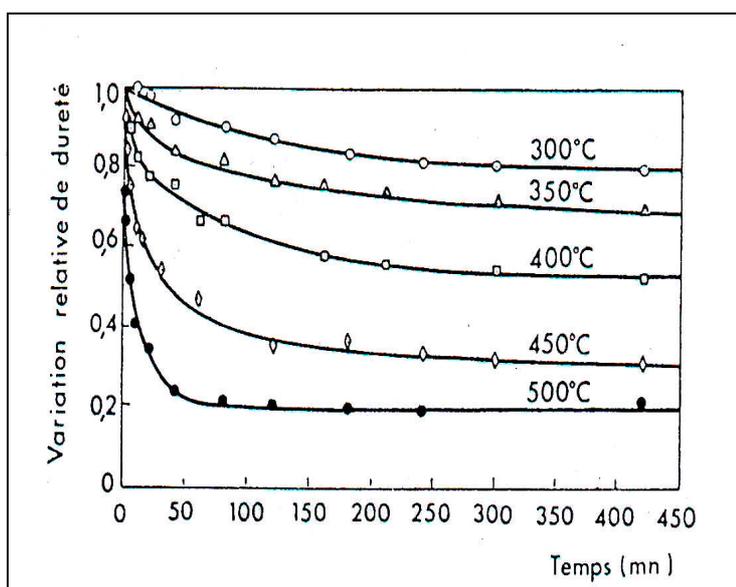


Figure.6. Cinétique de restauration du Fer [10]

D). Restauration de la micro structure

L'évolution de la microstructure est observée par microscopie optique, notamment par la technique des piqûres de corrosion après déformation, par diffraction de rayons X (aspect des taches des diagrammes de Laue) et par microscopie électronique à transmission et on peut observer:

- La disparition des défauts ponctuels (Lacunes et atomes interstitiels) engendrés par l'écroutissage.
- Réarrangement des dislocations, qui est du à une diminution de l'énergie totale du système.
- Répartition des dislocations pour former des sous joints (figure.7).

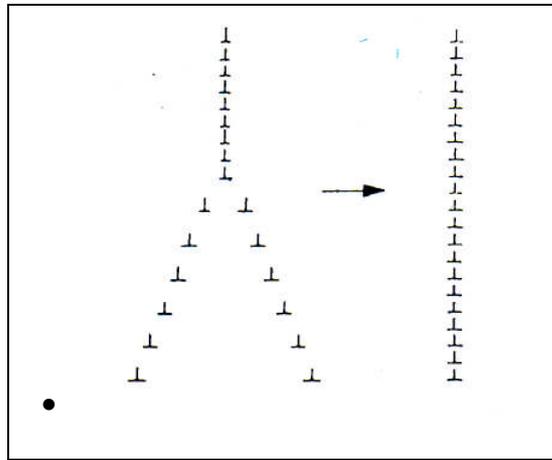


Figure.7. Répartition des dislocations pour former des sous joints [11]

I.2.2. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire résulte de la formation et de la croissance des germes en de nouveaux cristaux aux dépend d'une matrice se trouvant dans un état structural moins parfait. La recristallisation primaire proprement dite est achevée lorsqu'on entre dans le stade appelé croissance des grains. La recristallisation se distingue de la (restauration) par la germination et la croissance de nouveaux grains [12].

I.2.2.1. Germination

La création d'un germe de recristallisation est possible lorsque l'énergie de distorsion du réseau est plus grande que l'énergie interfaciale du nouveau grain. Les sites préférentiels de nucléation des nouveaux grains se situent donc dans des zones de forte déformation. A cet égard plusieurs modèles de germination ont été élaborés.

La germination consiste en une accumulation d'atomes dans certaines régions de la phase mère pour prendre une forme de germe. Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice ou ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépend des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres (figure.8).

Il existe peu de données expérimentales directes sur la formation des germes ; car on ne sait pas saisir les tous premiers stades de la transformation (la germination) [13].

La croissance de nouveaux grains est conditionnée par l'énergie de distorsion emmagasinée, c'est-à-dire pour diminuer l'énergie interfaciale totale il peut y avoir un grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints de grains, les gros grains absorbent en général les petits. La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, la force motrice est alors un énergie interfaciale des joints.

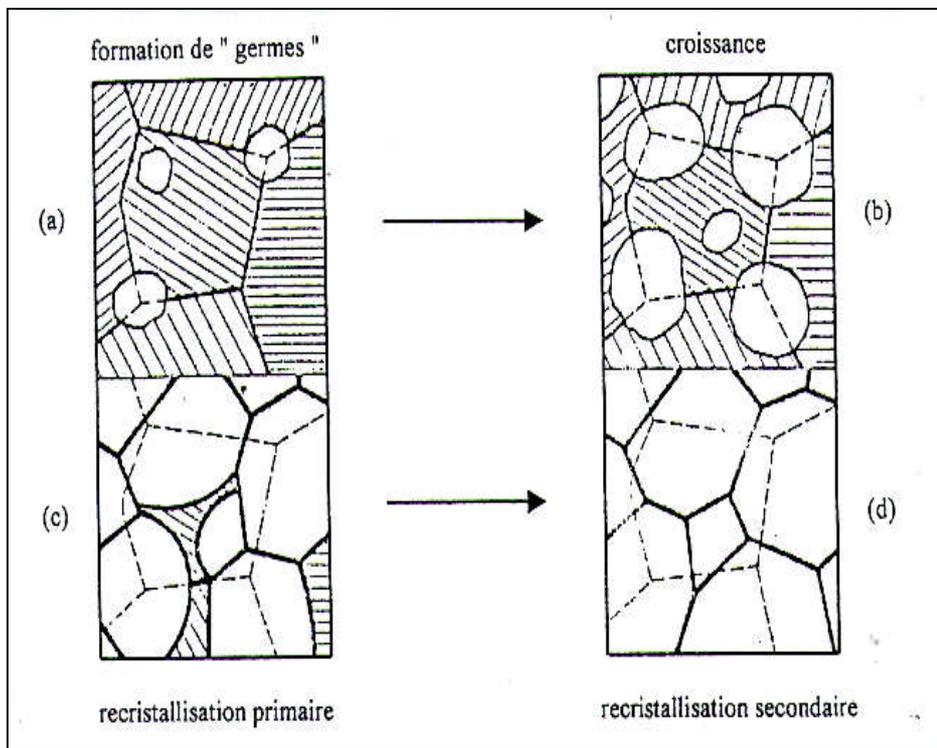


Figure.8. Schéma de la recristallisation [13].

La croissance des grains se fait dans la direction où la désorientation est plus faible. Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage. Nous envisagerons les types de germination [14].

A) Germination homogène

La germination homogène apparaît au hasard dans le réseau homogène et exempt de défauts structuraux. Sous l'action de l'agitation thermique, on suppose que des réarrangements atomiques à courte distance peuvent avoir lieu, conduisant à de petites fluctuations de composition de courte durée. Certaines régions où les fluctuations de composition sont proches de celles de la phase stable thermodynamiquement, peuvent devenir des sources potentielles de la transformation. En effet, ces petits domaines « embryon » peuvent évoluer et devenir des germes stables de la nouvelle phase.

Energie libre de formation d'un germe

Considérons à titre d'exemple la transformation : α sursaturée $\rightarrow \alpha$ d'équilibre + β . La variation d'énergie libre associée à un processus de germination de la phase β est la somme de trois contributions possibles :

- Si ΔG_v est la variation d'énergie libre volumique, aux températures où la phase β est stable, la formation d'un volume V de phase β conduit à une diminution de l'énergie libre d'une valeur $V \Delta G_v$. Notons par ailleurs que ΔG_v est nulle à la température d'équilibre T_e .

- La création d'une interface de surface totale A, provoque une augmentation de l'énergie libre du germe d'une valeur $A\gamma$ (γ est l'énergie libre d'interface α / β supposée isotrope).

- Lorsque le volume du germe de phase β est différent (ce qui est généralement le cas) du volume initialement occupé par la phase mère, l'énergie libre du germe augmente d'une valeur proportionnelle à V due à une énergie de contraintes d'accommodation par unité de volume de phase β (ΔG_s).

La variation totale d'énergie libre associée à la formation d'un germe de volume V s'écrit donc sous la forme :

$$\Delta G = -V\Delta G_v + A\gamma + V\Delta G_s = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma \quad (I.1)$$

En admettant que l'énergie d'interface ne dépend pas de son orientation, et en supposant que le germe a une forme sphérique de rayon r, l'équation (I.1) devient :

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3(\Delta G_v - \Delta G_s) + 4\pi r^2\gamma \quad (I.2)$$

La variation d'énergie libre de formation d'un germe est donc fonction de sa taille r (figure 9).

Notons par ailleurs que le terme d'énergie libre de contrainte d'accommodation abaisse la force motrice effective de la transformation de $(\Delta G_v - \Delta G_s)$ qui s'annule à une température T'_e inférieure à T_e . Par exemple, dans le cas de la germination homogène à partir d'une phase pure liquide le terme ΔG_s est nul. Pour que la germination ait lieu, la force motrice doit vaincre l'accroissement d'énergie due à la formation des interfaces. [15]

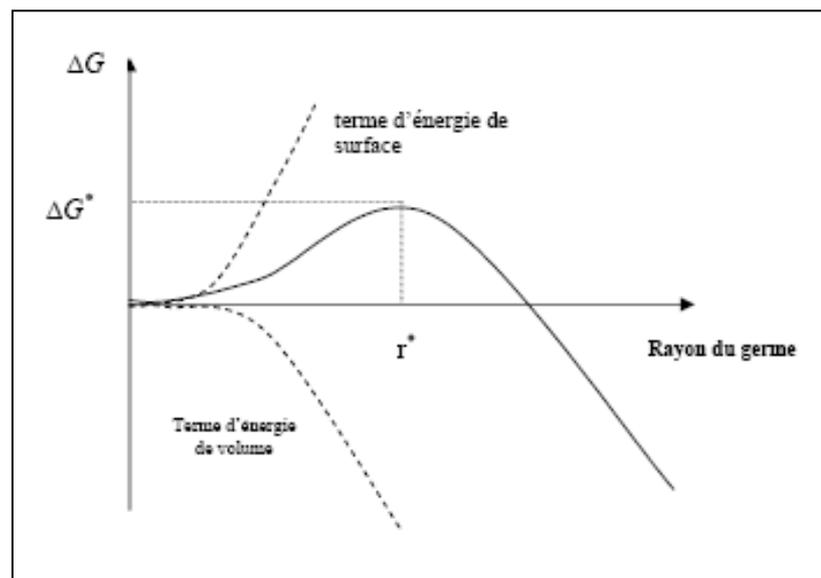


Figure.9. Evolution de l'énergie libre de formation d'un germe sphérique en fonction de son rayon r.

Nous constatons que si la taille des embryons est petite, c'est l'énergie d'interface qui est prédominante ; les germes sont donc instables et par conséquent, ils se désintègrent spontanément dans la matrice. Par contre, si la taille de l'embryon est suffisamment grande, la force motrice est prédominante ; les germes de telle taille peuvent évoluer et devenir stables. Il existe donc un seuil critique de taille des embryons au-delà duquel la germination peut avoir lieu permettant d'amorcer la transformation.

Par différentiation de l'équation (I.2), on obtient la taille critique d'un germe r^* :

$$r^* = \frac{2\gamma}{(\Delta G_v - \Delta G_s)} \quad (I.3)$$

En remplaçant dans (I.2) on obtient :

$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \frac{\pi\gamma^3}{(\Delta G_v - \Delta G_s)^2} \quad (I.4)$$

ΔG^* Représente la barrière d'énergie libre d'activation pour la formation d'un germe de rayon critique. [15]

B) Germination hétérogène

La germination dans un solide comme dans un liquide est souvent hétérogène ; les sites favorables de germination sont des défauts structuraux tels que les dislocations, les joints de grains, les inclusions, les surfaces libres, les lacunes en sursaturation, ... Tous ces sites sont dans un état hors équilibre, les atomes aux voisinages immédiats sont donc dans un état d'énergie supérieur augmentant ainsi l'énergie libre du système. Imaginons que la formation d'un germe de la nouvelle phase conduit à l'élimination d'un défaut. Alors, l'énergie libre de l'ensemble du système diminue d'une quantité égale à celle du défaut (ΔG_d). Donc, l'énergie des défauts joue le même rôle que celui de l'énergie volumique, c'est-à-dire, un rôle moteur. De ce fait, l'expression de la variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe de volume V s'écrit : [16]

$$\Delta G_{het} = V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma - \Delta G_d \quad (I.5)$$

La germination de nouveaux grains par croissance de sous-grains (modèle de Cahn-Cottrell), ce modèle a été suggéré indépendamment par Cahn [17] et par Beck [18]. Il a été étudié par la suite par Cottrell [19]. Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations de ces derniers, les sous-joints se transforment alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faibles densités de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer.

C) Germination par coalescence des sous grains

La coalescence de deux ou plusieurs sous-grains a été observé par Fujita [20]. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [21] et par Li [22,23]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous-grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule formée. Cette nouvelle cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles. Les travaux de Hu et Li ont été complétés par ceux de Ryum [24]. Ce dernier a montré que les sous-joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation.

D) Germination des nouveaux grains par migration d'un joint préexistant à la déformation plastique

Ce mécanisme apparaît lorsque le matériau est moyennement déformé. Un ou plusieurs sous-grains adjacents à un joint préexistant à la déformation vont croître en microscopie électronique par Bailey et Hirsch [25, 26,27] qui ont donné une explication du mécanisme. Lors de la déformation plastique, deux grains d'orientations différentes se déforment différemment. Il arrive alors qu'après déformation plastique, les densités de dislocation soient très différentes des deux côtés d'un joint. Cette différence peut alors migrer sous l'effet de la force chimique due à cette différence des densités de dislocations.

I.2.3. Croissance

Dans des conditions de recuit isotherme, la recristallisation primaire présente un temps d'incubation lié à la croissance des germes jusqu'à la taille critique de stabilité. Ensuite, la vitesse de recristallisation augmente, définissant le stade de croissance des nouveaux grains dans la matrice écrouie. La migration du joint de grain ou 'front de recristallisation) entraîne l'élimination des dislocations d'écrouissage.

La vitesse de migration du joint ou vitesse de croissance du grain dépend de la désorientation de la zone recristallisée par rapport à la matrice écrouie et de la pureté du métal. En effet, lorsque le front de recristallisation migre en entraînant avec lui, sa vitesse de migration est contrôlée par la diffusion de ces derniers, le joint migre indépendamment des atomes d'impuretés qu'il laisse derrière lui.

Dans ces conditions la vitesse du front dépend de la diffusion intergranulaire .

I.2.4. Recristallisation secondaire

Au terme de la recristallisation primaire, toute la matrice écrouie a été remplacée par de nouveaux grains. L'élimination des dislocations d'écrouissage a conduit à une diminution sensible de l'énergie libre du métal .Si toutefois, il subsiste une forte énergie libre due à

l'énergie de surface des joints de grains, le matériau continuera à évoluer de façon à réduire l'aire de ces interfaces. La croissance de certains grains au dépend des autres dont le rapport énergie de volume sur énergie de surface est plus défavorable, caractérise le phénomène de (recristallisation secondaire). Cette croissance généralement très forte, d'une partie seulement des grains est dite (anormale), (exagérée) ou (discontinue) [28]. Elle diffère de la croissance normale ou continue, ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains. Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (figure.10) [29].

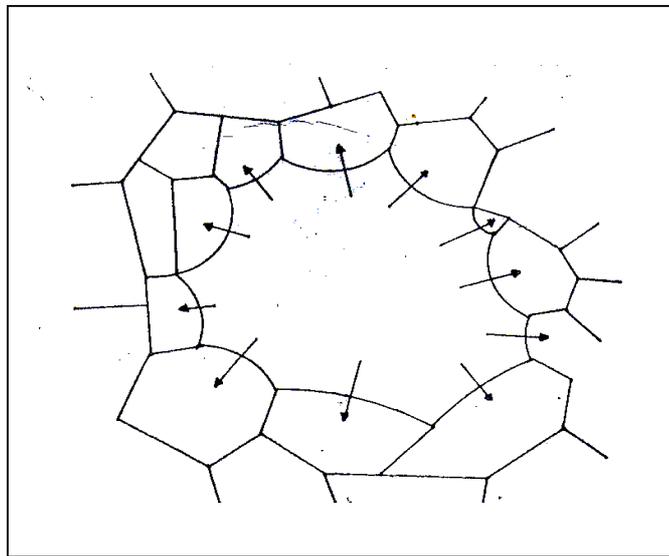


Figure.10. Croissance anormale du grain [29].

Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène. L'étude de la croissance est beaucoup plus sur que celle de la germination, car on peut mesurer directement les vitesses de croissance des particules du produit dès qu'elles atteignent une taille convenable $\cong 10 \text{ \AA}$.

La majorité des transformations dans lesquelles un germe de phase β croît dans une phase α de composition très différente, sont contrôlées par la diffusion. En effet, la croissance du germe de phase ne peut se poursuivre que par le drainage des atomes B en solution dans les atomes A. Les distances effectives sur lesquelles cette diffusion s'opère, augmentent avec la taille du précipité. C'est pourquoi, durant les derniers stades de la transformation, les atomes B sont sous la compétition indirecte des différents précipités en croissance. Par conséquent, la cinétique de transformation en générale s'en trouve considérablement réduite. Dans certains cas

où on peut envisager que la composition de la phase mère reste toujours uniforme durant toute la transformation, la cinétique de croissance est alors contrôlée par la réaction à l'interface entre la phase mère et le précipité. Dans ce cas, la vitesse de diffusion est plus rapide que la traversée de l'interface. Parfois, la diffusion et la réaction à l'interface ont des cinétiques voisines. La transformation est alors contrôlée à la fois par la diffusion et par la réaction à l'interface.

I.2.5. Recristallisation continue

La recristallisation peut se faire, non pas de façon discontinue c'est-à-dire par la formation et la migration d'un front de recristallisation (joint de grain), mais de façon continue, c'est-à-dire par croissance et coalescence des sous-grains, par rotation [30].

I.2.6. Recristallisation discontinue

A partir d'une certaine déformation, on peut localement atteindre une densité critique de dislocations qui permet la genèse de nouveaux grains dépourvus de dislocations. Ces grains vont ensuite croître en consommant toute l'ancienne structure et la microstructure résultante contiendra très peu de dislocations.

La germination et la croissance de nouveaux grains peuvent être induites par la présence suffisante de particules secondaires dures telles que les intermétalliques (figure.11).

Phénomène s'appelle la PSN ou Particule stimulated nucléation.

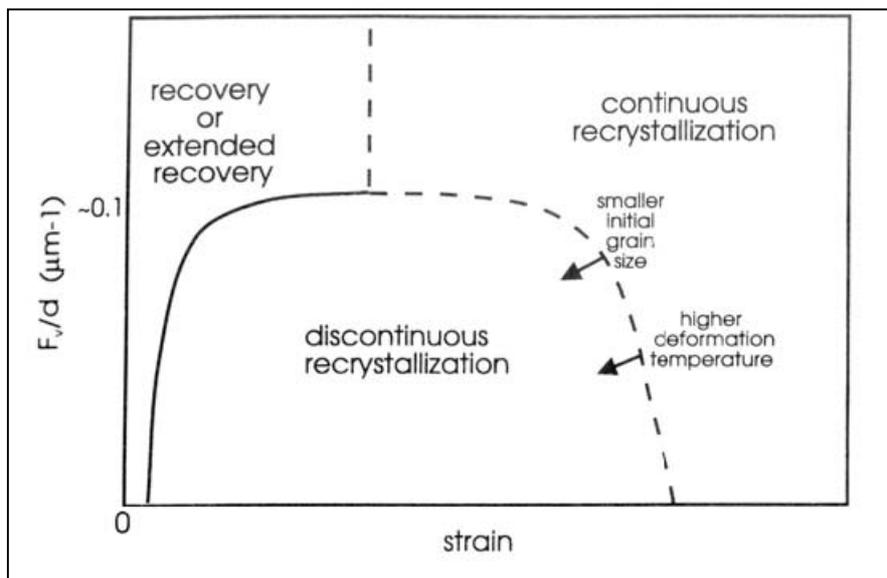


Figure.11. Répartition des phénomènes de restauration et recristallisation en fonction de la déformation et de la répartition des particules [31].

I.2.7. Rôle des particules secondaires sur la recristallisation

Au niveau des particules, une forte densité de dislocations et un large gradient d'orientations peuvent exister, ce qui favorise la recristallisation. La germination stimulée par particules est associée à la rotation de la structure granulaire dans le cas de particules mesurant plus de 100nm, ou à des zones déformées autour de petites particules lors de faibles

déformations (figure.12).La recristallisation germe au niveau d'un sous grain contenu dans la zone déformée qui va croître jusqu'à complète consommation de cette zone [31] [32].

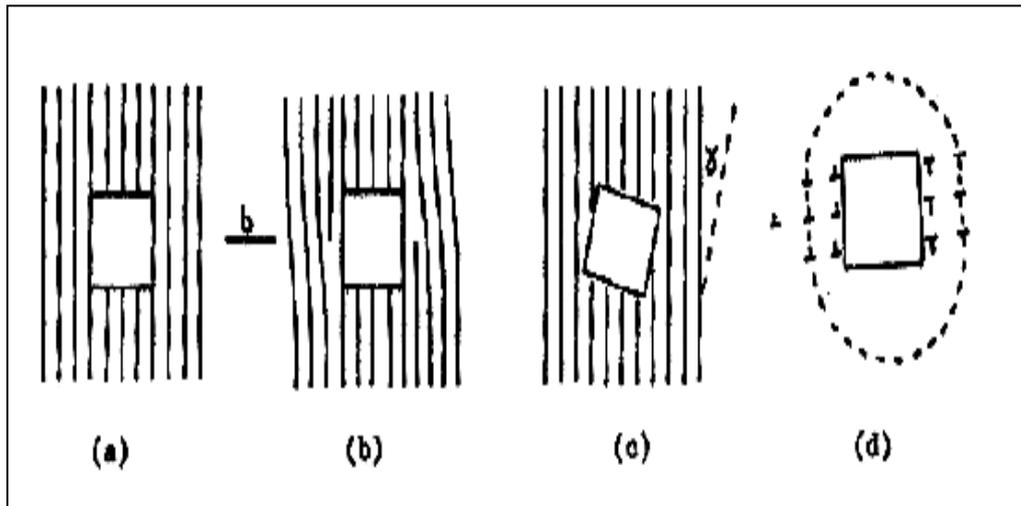


Figure.12. Schémas de la relaxation plastique

- a) non déformé b) non relaxé c) relaxation par rotation,
d) formation d'une zone déformée [31].

Si les particules ont une taille inférieure à 100nm, la germination et la croissance de nouveaux grains sont ralentis par la force de Zener. La même remarque est faite pour les alliages à solution solide, où ce sont les atomes de soluté qui ancrent les joints [33].

A partir de l'expression de la force de freinage par unité d'aire (équation I.1) et celle de l'énergie motrice de migration des joints (équation I.2), on peut calculer une taille critique correspondant à la taille maximale que peut atteindre le grain (équation I.3). Dans ce cas, la force de Zener est égale à la force motrice.

$$F_{zen} = \frac{3\gamma}{2} \frac{f}{r} \quad (I.6)$$

Avec r : le rayon des particules

f : la fraction volumique des particules

γ : L'énergie du joints par unité de surface

$$F_m = \frac{2\gamma}{R} \quad (I.7)$$

Avec R le rayon de courbure du joint

Si l'on considère que le rayon de courbure du joint est proche du diamètre du grain final,

La taille critique d_c est déterminée par l'équation (I.3)

$$d_c = \frac{4}{3} \frac{r}{f} \quad (I.8)$$

A) Cas des systèmes d'alliages Al-Mg

Les principaux paramètres jouant sur la cinétique de restauration sont la déformation initiale, la température du recuit et la pureté de l'alliage (figure.13 et 14) [34].

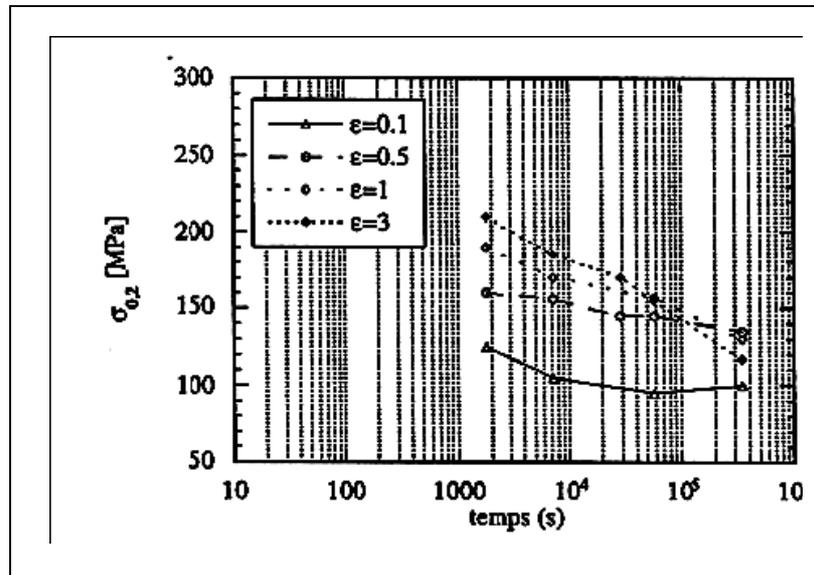


Figure.13. Effet de la prédéformation sur la cinétique de restauration à T=220°C d'un alliage 1070+2,5Mg (pds %) [34]

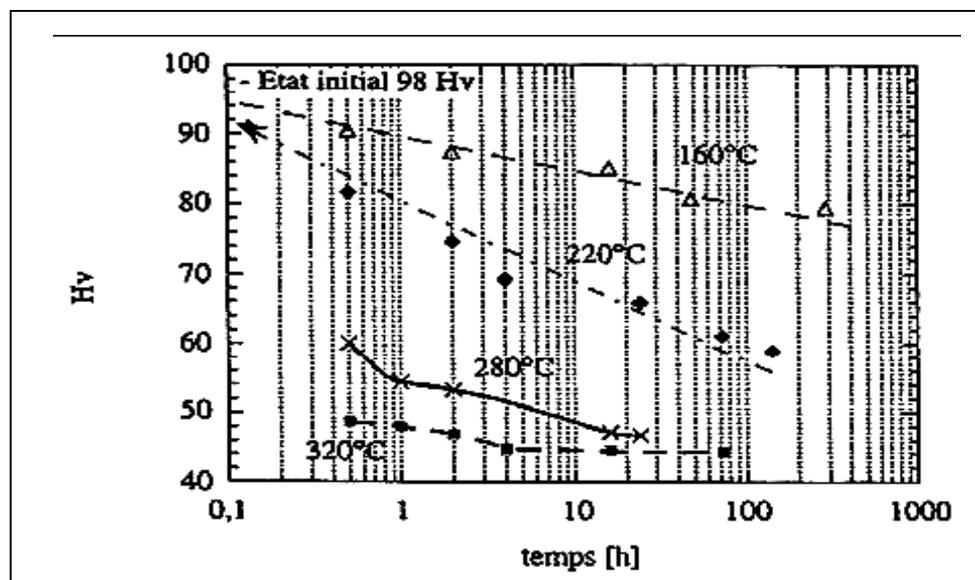


Figure.14. Effet de la température de recuit sur la cinétique de restauration d'un alliage 1070+2,5Mg (pds %) $\epsilon=0,5$ [34] Barioz [35].

La restauration dans les systèmes d'alliages Al-Mg se divise en deux stades, un premier rapide à temps court puis un second plus lent. Les atomes de soluté de Magnésium se mettent préférentiellement sur les dislocations afin d'accommoder la distorsion liée à la différence de taille entre les atomes d'aluminium et ceux de magnésium. Par conséquent, ils bloquent le

mouvement des dislocations et donc la restauration. Le premier stade d'adoucissement peut être attribué à la dissolution des amas de magnésium ségrégés aux niveaux des sous joints ou des dislocations, ce qui induit une chute rapide de la dureté dès le début du recuit (figure.15).

Le deuxième stade de restauration est lié au glissement dévié des dislocations sous l'effet de la contrainte interne et de l'activation thermique. La dureté chute très lentement.

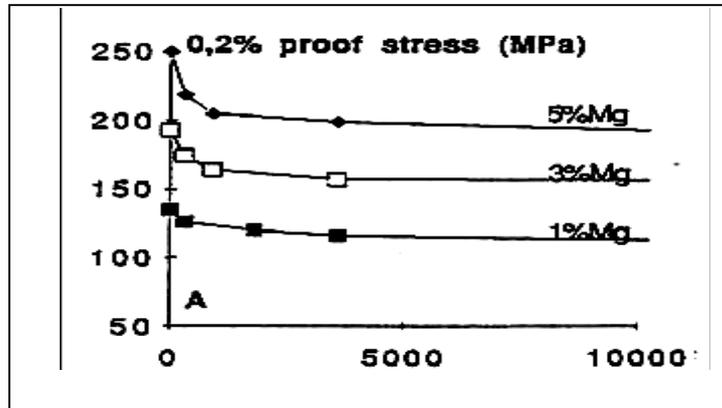


Figure.15. Evolution de la limite élastique en fonction du temps de recuit, effet de la concentration en Mg sur la cinétique de restauration d'alliages déformés à 0,5 et recuits à 160°C [35].

La recristallisation succède à la restauration selon un processus continu de croissance des sous grains et cause d'une chute rapide de la dureté (figure.16).

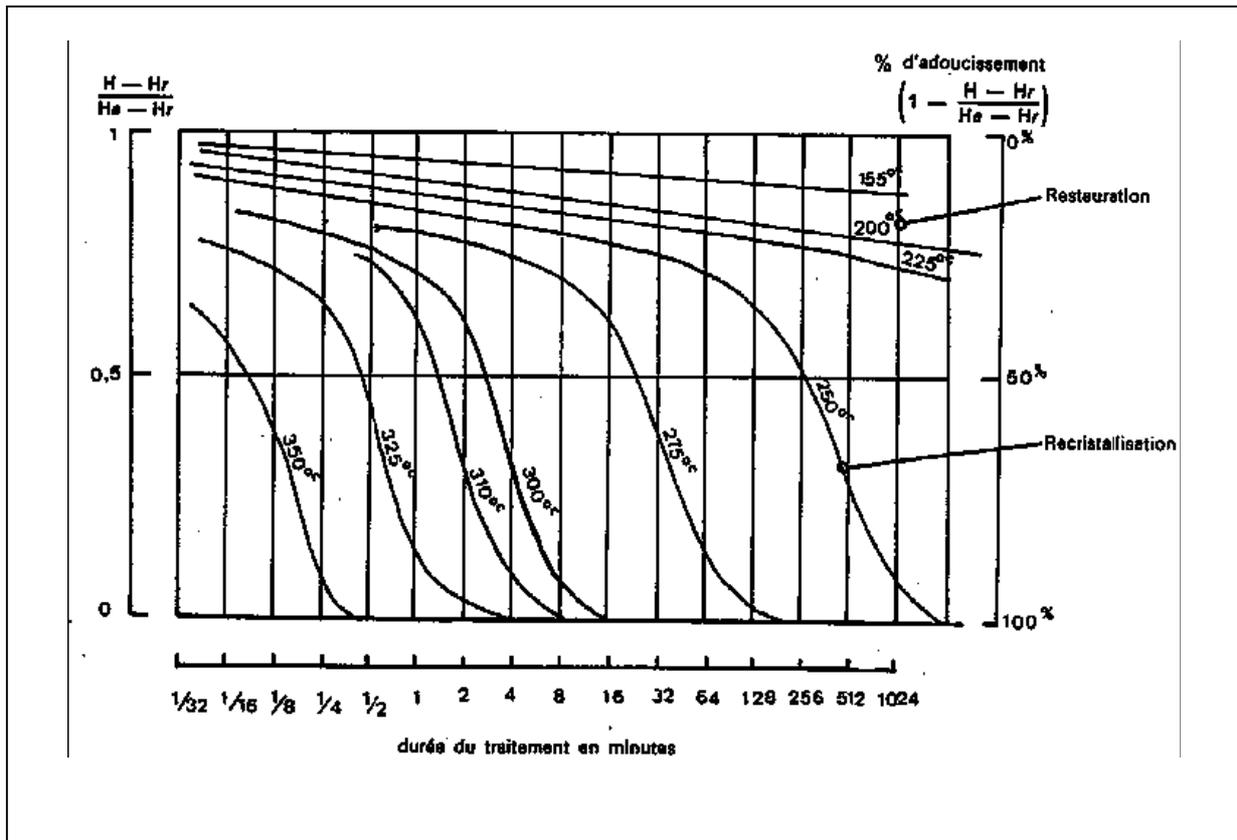


Figure.16. Cinétique de restauration-recristallisation de l'alliage Al- 3%Mg pour différentes températures de recuit [36].

II. PRECIPITATION DISCONTINUE

II.1. Généralités sur les phénomènes de précipitation

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur [37], le métallurgiste dispose de plusieurs méthodes qui, toutes consistent à créer des obstacles à l'intérieur du métal qui s'opposeront à la création de nouvelles dislocations ou au déplacement des dislocations existantes et dont les principales solutions sont :

- La mise à profit des joints de grains ; diminution du diamètre des grains (efficace dans les structures cubiques centrées).
- L'écroutissage par déformation plastique.
- L'addition d'éléments d'alliages en solution solide.
- La précipitation d'une deuxième phase dispersée.
- La précipitation d'un élément insoluble à basse température (durcissement structural).

Parmi ces solutions et celle que fera l'objet de notre étude est la précipitation d'une deuxième phase. Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir biphasé à des températures plus basses [38]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases, est habituellement désigné par le terme de précipitation. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés parfois dans un sens favorable. Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées ; qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation hétérogène et la précipitation homogène.

La précipitation homogène (continue) résulte des mécanismes mettant en jeu simultanément, tout au long de la transformation, l'ensemble des atomes concernés ; une des caractéristiques de la transformation continue et la variation continue du paramètre de réseau de la phase mère durant le vieillissement [39]. La précipitation continue est caractérisée par une croissance relativement lente des cristaux β individuels, les cristaux de la matrice conservent leur structure, mais leur concentration change continuellement. La précipitation est continue lorsque la saturation des cristaux mixtes métastables est faible (figure.17).

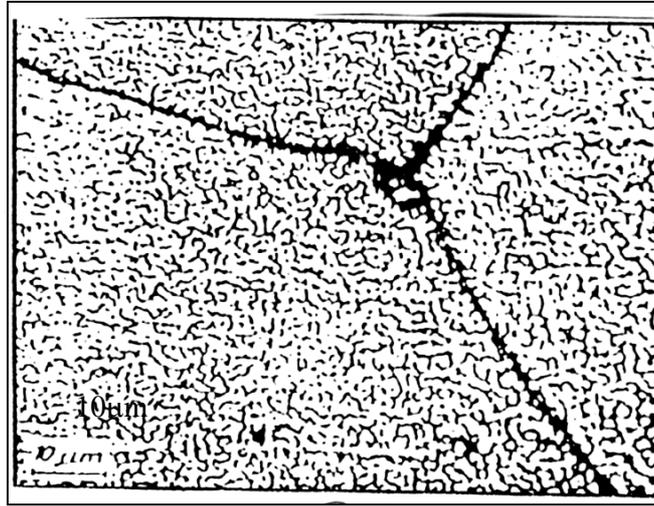


Figure.17. Précipitation continue dans l'alliage Cu-3%Ti [39]

Dans le cas de la précipitation hétérogène, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites ; parfois on confond la précipitation hétérogène et la précipitation discontinue qui n'en est en fait qu'un cas particulier [40].

Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente [41], dont l'une à une structure proche de la phase initiale (la matrice, ou phase mère) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.

La (figure.18) représente la précipitation discontinue dans l'alliage Ni-7.5at.%In [39].

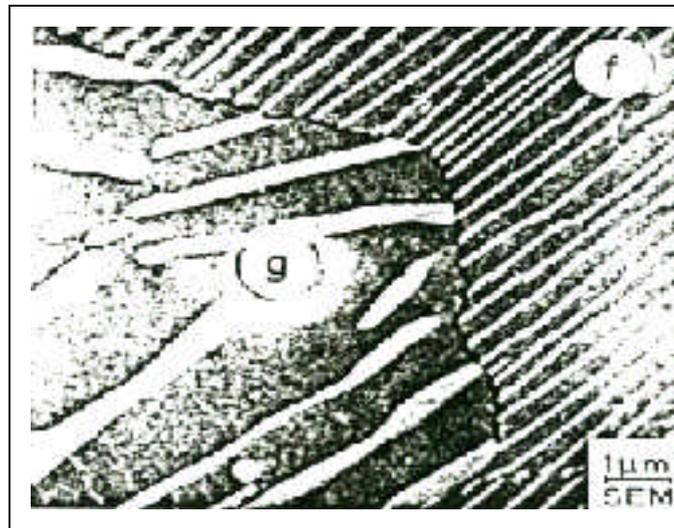


Figure.18. Précipitation discontinue dans l'alliage Ni-7.5at.%In après un vieillissement à $T = 774 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 35 min. f : lamelles fines ; g : lamelles coalescées [39].

II.2. La prédiction des transformations discontinues

De nombreuses hypothèses ont été avancées pour permettre de déterminer si la précipitation est continue ou discontinue. Des premiers travaux [42] ont proposé que la différence de taille de réseau entre la matrice et le précipité devait être supérieure à 1% pour avoir une précipitation discontinue. Mais des systèmes avec des écarts de seulement 0,02% tels que Al-Li précipite de manière discontinue en formant des précipités Al-3Li [43].

Böhm [43] a suggéré que la différence de taille entre le soluté et la matrice devait être supérieure à 11% pour qu'apparaisse une précipitation discontinue. Mais les systèmes Cu-Fe [46] et Cu-Co [47] pour lesquels les différences de rayon atomique sont respectivement de 1,6% et 2,3% ne suivent pas cette règle.

Meyrick [48] a plus récemment proposé que la précipitation discontinue devrait se produire pour des alliages dans lesquels le soluté ségrège aux joints de grains. Le soluté va former un précipité dans le joint et va en augmentons localement l'énergie à cause du transfert du soluté du joint vers le précipité. La diminution de la concentration intergranulaire en soluté ségrégé (à cause de sa précipitation) peut fournir la force motrice nécessaire pour le déplacement du joint dans le grain dans le cas où celui-ci n'a pas été appauvri en soluté. Ainsi la ségrégation du soluté peut être utilisée comme critère pour prédire la précipitation discontinue. Il n'explique toutefois pas les transformations discontinues pour les systèmes présentant un péritectique où la ségrégation n'est pas attendue aux joints des grains. Pourtant des transformations discontinues sont observées dans des systèmes péritectiques comme Al-Zr [49], Cu-Fe [50] ou bien Pb-Ca. Notons qu'il est, dans ce cas, difficile de pouvoir quantifier l'importance de la ségrégation dans les joints et son effet sur l'énergie du joint. Wirth et Gleiter [51] ont proposé, plus récemment, pour le système Cu-Ag que la précipitation discontinue ne pouvait avoir lieu que si la structure d'un joint statique se transformait en un joint de grande mobilité. En effet, expérimentalement, les joints à haute énergie peuvent provoquer la germination de la précipitation discontinue tandis que les joints à faible énergie ne le peuvent pas.

Le fait qu'aucun de ces critères ne soit entièrement satisfaisant pour prévoir si la précipitation discontinue aura lieu n'est pas surprenant quand on sait qu'il existe plusieurs types de précipitations discontinues et que de nombreux paramètres comme la composition chimique ou la température peut conduire à une modification des mécanismes.

II.3. Types de précipitation

Le phénomène de précipitation peut-être illustré par l'exemple de la solution solide Aluminium-Cuivre [51] (figure.19).

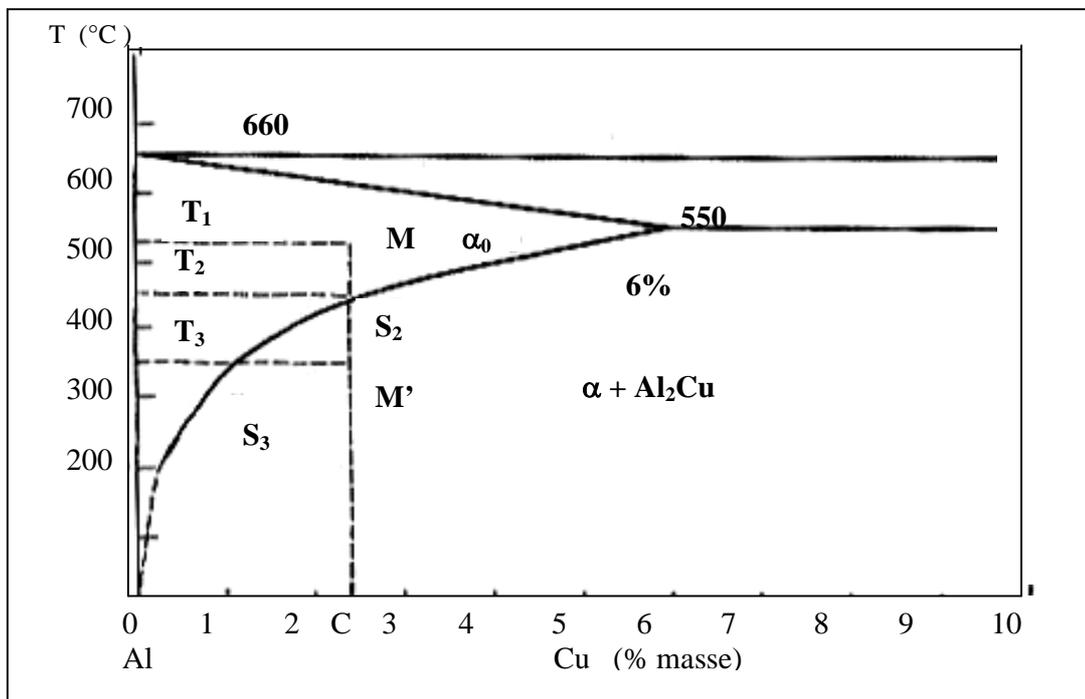
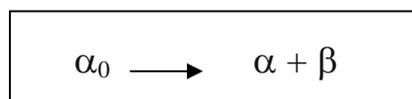


Figure.19. Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Cu [51].

Le diagramme comprend un domaine de phase α_0 (solution solide de cuivre dans l'aluminium) qui s'étend jusqu'à 6%. Considérons un alliage homogène de concentration C à une température T_1 (point M) dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé, si cet alliage est soumis à un refroidissement rapide de T_1 à la température ambiante, l'état stable à haute température deviendra hors d'équilibre. Le cuivre reste en sursaturation dans la solution homogène. Mais au contraire un revenu du même alliage à une température T_3 (point M') « refroidissement lent » doit le rendre comme siège d'une précipitation c'est-à-dire le transformer en un système d'équilibre biphasé ($\alpha + \beta$).

De la température T_1 à T_2 il n'y a aucune transformation, l'alliage reste homogène, au dessous de T_2 il y a transformation à l'état solide avec apparition d'une nouvelle phase β (Al_2Cu phase intermétallique) au sein de la solution solide. Ce phénomène est habituellement désigné par le terme de précipitation. Le point représentatif de la solution solide mère se déplace le long de la courbe $S_2 S_3$, la solution solide s'enrichit en aluminium au fur et à mesure qu'elle rejette des quantités croissantes de précipités, beaucoup plus riches en cuivre.



Où :

α_0 - Solution solide sursaturée en élément d'alliage (phase mère).

α - La phase appauvrie en élément d'alliage ayant le même réseau de structure que la phase mère.

β - Phase précipitée riche en élément d'alliage (dans notre cas la phase intermétallique).

Donc la phase α a la même structure que la phase initiale α_0 , elle se différencie uniquement par la concentration. La phase β peut-être :

- a) Un cristal mixte avec la même structure, le cas de la précipitation discontinue de l'alliage Au-Ni [52].
- b) Un cristal mixte avec une structure différente, le cas des alliages du système Pb-Sn [53].
- b) Phase intermétallique, le cas du système Cu-Zn [54].
- c) Phase liquide, le cas du système Pb-Bi [56].

Les phénomènes de précipitation prennent une place considérable dans les solutions métalliques, car elle modifie profondément les propriétés des alliages, parfois dans un sens favorable, ces modifications consistent le plus souvent à des élévations de la charge de la rupture et de la dureté [56], donc l'apparition de précipitation est le plus souvent accompagnée de changement de propriétés, la résistance est d'autant plus élevée que plus le précipité est finement reparti, même les propriétés magnétiques et électriques sont aussi influencées.

Les précipitations sont des sujets de recherches actuels, concernant surtout leurs mécanismes et leurs cinétiques. La première transformation est désignée par la précipitation continue, dite aussi homogène ou générale, c'est une transformation dans laquelle le transport des atomes se fait par diffusion, elle est caractérisée par une distribution uniforme des précipités dans la matrice [57]. L'appauvrissement de la phase mère en atomes de soluté permet de fournir les atomes nécessaires au développement du précipité. En pratique, la précipitation continue (homogène) ne se produit qu'exceptionnellement et la germination démarre presque toujours sur des hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant, soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation, ou encore les deux. Ces hétérogénéités peuvent être des impuretés, des inclusions, des dislocations, des surfaces ou des joints de grains [58]. Il est établi que la présence des défauts de réseau favorise la germination du précipité, dans des conditions où celle-ci aurait peu de chance de se produire en l'absence de ces défauts. Pour cette raison les cristallites formées sur les défauts apparaissent fréquemment avant les cristallites résultant de la précipitation homogène

[59].Expérimentalement, il a été montré qu'une déformation plastique préalable, au traitement de vieillissement favorise l'évolution de la précipitation continue au détriment de la croissance des cellules dans les alliages Cu-In. D.Biwilliams et E.P.Buther [60] affirment que sous l'influence de la déformation plastique la vitesse de la précipitation continue augmente. La déformation plastique introduit des défauts cristallographiques supplémentaires dans la matrice et la précipitation est activée sur ces défauts plans ou linéaires. Par conséquent, le degré de sursaturation de la matrice en atomes de soluté diminue, ce qui implique une diminution de la force motrice de la réaction de précipitation cellulaire.

Dans le cas d'autres alliages, la densité élevée de dislocation multiplie les sites favorables à la précipitation cellulaire, car les dislocations s'alignent pour former des joints de grains supplémentaires, ce qui favorise le type de décomposition.

La seconde connue sous le nom de précipitation discontinue ou encore connue auparavant sous l'appellation « le phénomène énigme », car ce n'est qu'en 1949 que Geisler [60] donna des références concernant cette dernière, elle est appelée aussi transformation cellulaire, allusion faite à la morphologie du produit de réaction. Cette réaction est caractérisée le plus souvent par une coexistence de la phase sursaturée initiale (α_0), au sein de laquelle la concentration du soluté demeure inchangée et les produits de précipitation qui sont deux phases ($\alpha+\beta$) avec un front de réaction précis dans les cristaux mixtes sursaturés (α_0).

Les deux phases ($\alpha+\beta$) correspondent aux phases d'équilibre dont les compositions respectives sont celles d'équilibre à la température considérée les changements de structures et de composition se produisent seulement dans les régions adjacentes à l'interface mobile.

Ainsi, aux interfaces entre régions qui ont subit la réaction de décomposition et celles ou cette dernière n'a pas encore lieu, il existe une discontinuité de concentration. Donc la phase mère ne subit pas de changement jusqu'à ce qu'elle soit balayée par l'interface et la transformation est complète dans les régions sur lesquelles l'interface est passée. Donc il y a apparition de colonies formées d'un agrégat avec une phase mère appauvrit et d'un précipité tels qu'un gradient de concentration discontinue apparaît avec la phase mère.

Dans la précipitation discontinue, le front de réaction présente une limite de phase incohérente [61] pour lequel la distance interlamellaire δ prend des valeurs de 0.5nm et dans des cas particuliers 1.0 nm (figure.20).

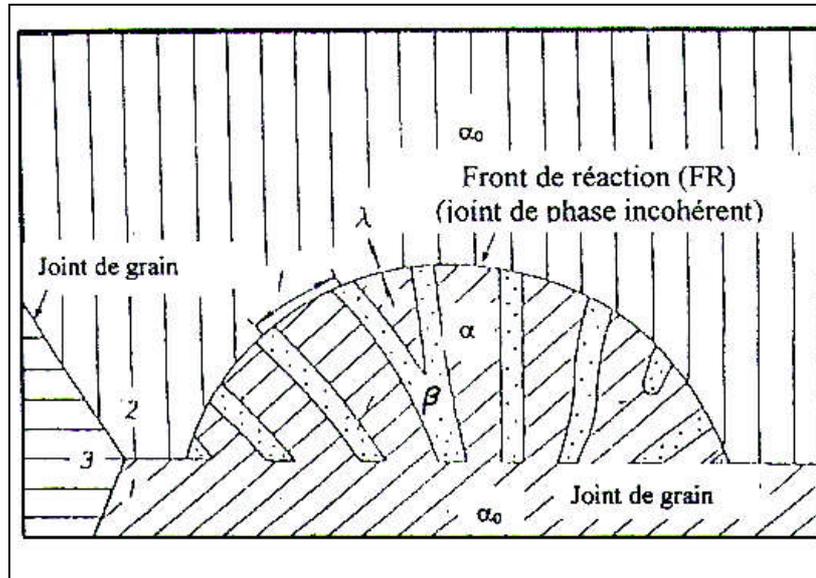


Figure.20. Schéma de la précipitation discontinue [61].

La croissance coopérative des deux phases débute le plus souvent sur les joints de grains mais dans le cas particulier sur la surface libre et la croissance isotherme s'effectue avec une vitesse constante, dans la mesure où il n'y a pas de réactions concurrentielles.

Lorsqu'on a atteint un stade de précipitation le plus souvent par la formation d'ourlets de précipitation, la distance interlamellaire (δ) reste approximativement constante et dans lesquels les lamelles se ramifient ou se forment de nouveaux germes de la phase β dans le front de réaction. La figure 20 indique une particularité de la précipitation discontinue ou la matrice (α) vidée de la cellule de précipitation à la même orientation que le grain 1 et la désorientation de la matrice dans le grain 2 est la particularité essentielle de la précipitation discontinue [62].

La figure 21 montre la précipitation discontinue dans l'alliage Mg -8,8at.%Al, obtenue par microscopie électronique, où on peut distinguer clairement les phases α_0 , α et β .

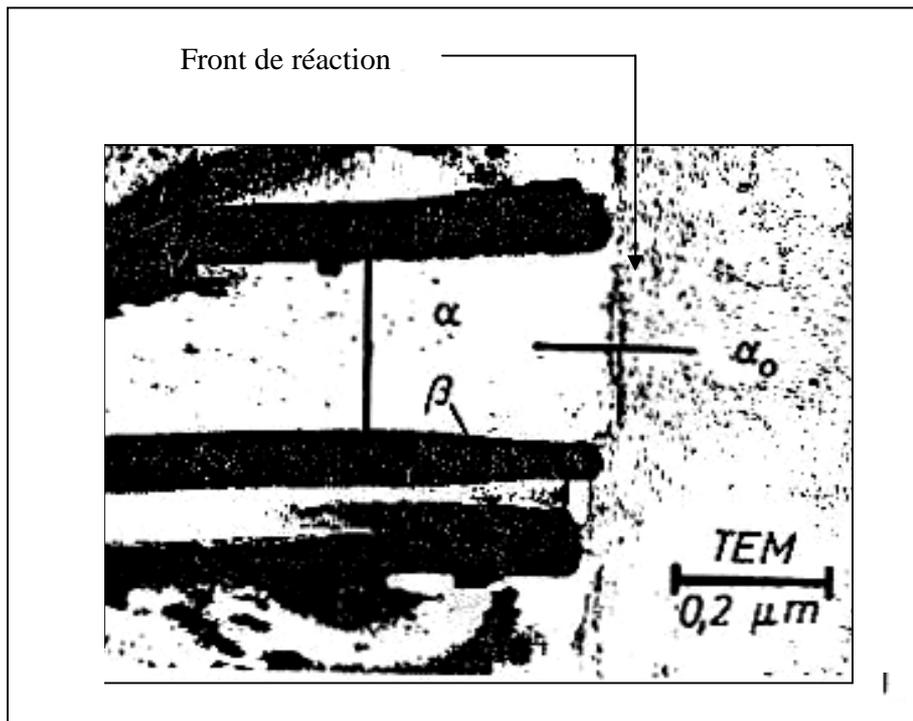


Figure.21. Précipitation discontinue dans l'alliage Mg-8At%Al [62]

La précipitation discontinue intervient à basse température et à mesure que la température s'élève, la probabilité de changement du mécanisme discontinu en mécanisme continu augmente. Un tel changement de mécanisme a été observé dans les alliages Cu-In [63].

Le mécanisme de précipitation discontinue dépend en particulier du degré de sursaturation de la solution solide, il a été suggéré que la précipitation discontinue se produit lorsque la sursaturation est importante et sa cinétique est d'autant plus rapide que cette sursaturation est forte. Les places préférentielles d'apparition du précipité sont les imperfections tels que : dislocations, plans de glissement, joints de grains etc.....

La figure 22 schématise les différents types de précipitation :

- A (a) précipitation continue localisée (non observable par microscopie optique à ce stade), les précipités sont plus localisés sur les plans de glissement et dans les joints de grains.
- A (b) la précipitation continue élargie (croissance des particules et appauvrissement de la matrice), et survieillissement des précipités localisés, la précipitation sur les bandes de glissement n'apparaît pas et les précipités localisés peuvent être formés de structure de Widmanstätten.
- A (c) la sphéroïdisation des précipités dans la matrice appauvrie et non recristallisée.

- De B (a) à B (c) et de C (a) à C (c), les précipités lamellaires induisant la recristallisation qui est complète dans B (c) et C (c).
- Dans B (a) et B (b), la précipitation continue est sous forme de structure de Widmanstätten, cette dernière est consommée dans B (c). Aucune précipitation continue n'est observable par microscopie optique de C (a) à C (c).
- Dans B (d) et C (d) la sphéroïdisation des précipités est faite dans une matrice appauvrie et recristallisée.

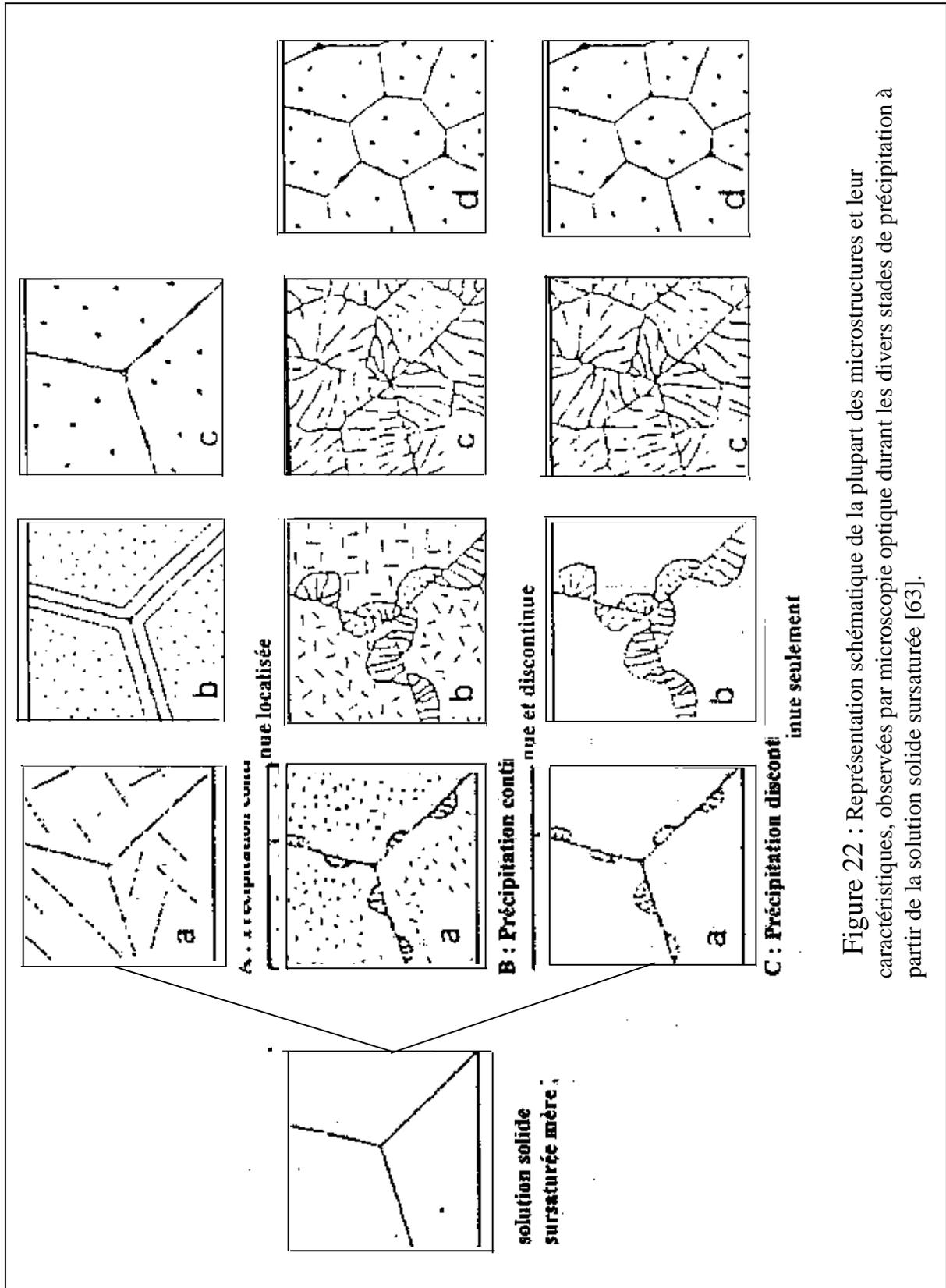
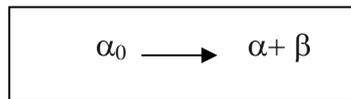


Figure 22 : Représentation schématique de la plupart des microstructures et leur caractéristiques, observées par microscopie optique durant les divers stades de précipitation à partir de la solution solide sursaturée [63].

II.4. Conditions nécessaires d'apparition de la précipitation discontinue

Le phénomène de précipitation discontinue a été découvert par Ageew et al [65,66], dans les alliages Ag-Cu. Depuis, sa compréhension a énormément évolué grâce au grand intérêt qu'elle présente au point de vue scientifique et industriel, non seulement vis-à-vis du mécanisme de la réaction proprement dite, mais aussi des modifications des propriétés du métal qu'elle présente.

La précipitation discontinue correspond à une réaction à l'état solide :



C'est une décomposition de la phase mère α_0 sursaturée en deux phases filles α (phase appauvrie en élément d'alliage) et β (composé intermétallique riche en élément d'alliage). Les deux phases croissent simultanément par mouvement d'un front de réaction (figure.23) qui limite la phase mère α_0 et le produit de précipitation $\alpha+\beta$.

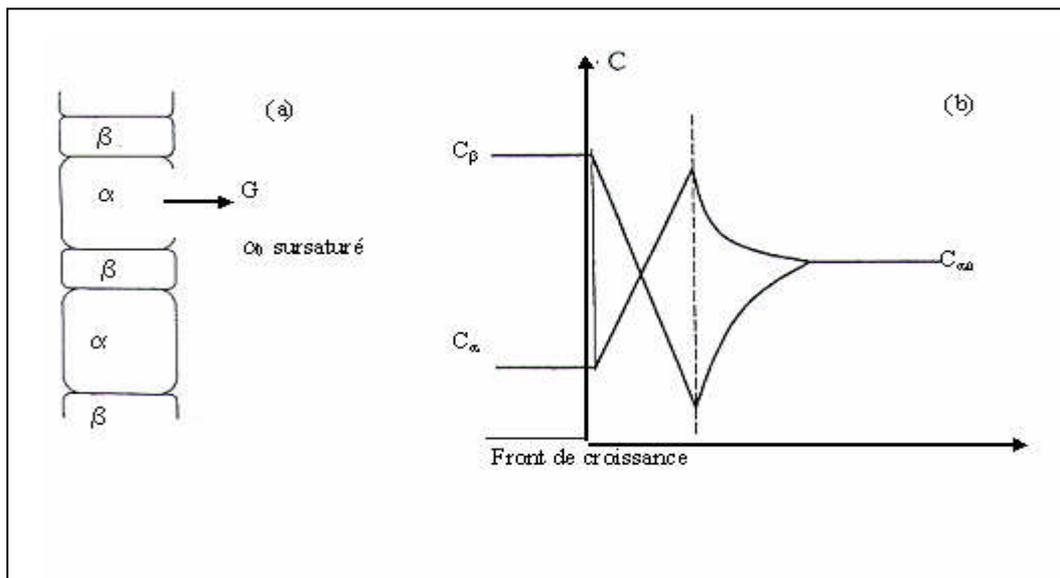


Figure.23. précipitations discontinue [57].

a) schéma de la microstructure

b) pour profil de concentration correspondant.

En ce front, la composition de α_0 change brusquement, α_0 et α représente la même phase, mais avec des compositions différentes. Comme la transformation progresse par avancé du front, le processus est appelé précipitation discontinue. Les deux phases α et β croissent sous forme de lamelles alternées, dont α reste relativement sursaturée et inhomogène. Le premier germe de la phase β se forme à un joint de grain, puis grâce à des germinations répétées, un paquet de lamelles peut croître, en formant un faciès de cellules en colonie ce qui conduit à l'appellation

fréquente de précipitation cellulaire. En effet, le joint de grain se déplace en restant confondu avec le front de réaction, de sorte que la diffusion intergranulaire peut alimenter le front en éléments d'alliage et permettre aussi une nouvelle étape de germination et de croissance sur les flancs de la colonie, et ainsi de suite...

Les conditions pour lesquelles le phénomène de précipitation discontinue peut exister sont très difficiles à prédire, car beaucoup de questions restent toujours ambiguës, malgré l'effort fourni par les différents auteurs relatif à cette question.

Il est impossible de prédire dans quel type de système binaire, la précipitation discontinue peut avoir lieu [57], mais beaucoup de questions restent posées concernant le force motrice réelle de la réaction proprement dite, tels que le mécanisme de germination et de croissance le plus approprié pour chaque type d'alliages. Si certains auteurs ont établi ou donné des critères pour lequel la précipitation discontinue puisse avoir lieu et avec une vitesse maximum. Ces critères ou règles ont été vérifiées par d'autres et ils ont pu constater qu'elles ne sont pas générales pour tous les alliages. Mais généralement, le phénomène de précipitation discontinue ne peut exister qu'aux conditions suivantes [67] :

- a) Qu'un des constituants (soluté) présente une solubilité plus grande à haute température qu'à basse température, on doit donc avoir un des types de diagrammes d'équilibre (fig.24 et 25).
- b) Avoir des alliages dont la composition est comprise entre C_1 et C_2 (figure.24).
- c) Il est, en outre, nécessaire d'effectuer un cycle de traitements thermiques du type :
 - (1)- homogénéisation ou mise en solution à une température appropriée T_H .
 - (2)- refroidissement brutal à basse température (hypertrempe, couramment appelée trempe).
 - (3)- revenu (ou traitement de vieillissement ou encore de maturation à une température intermédiaire T_V).

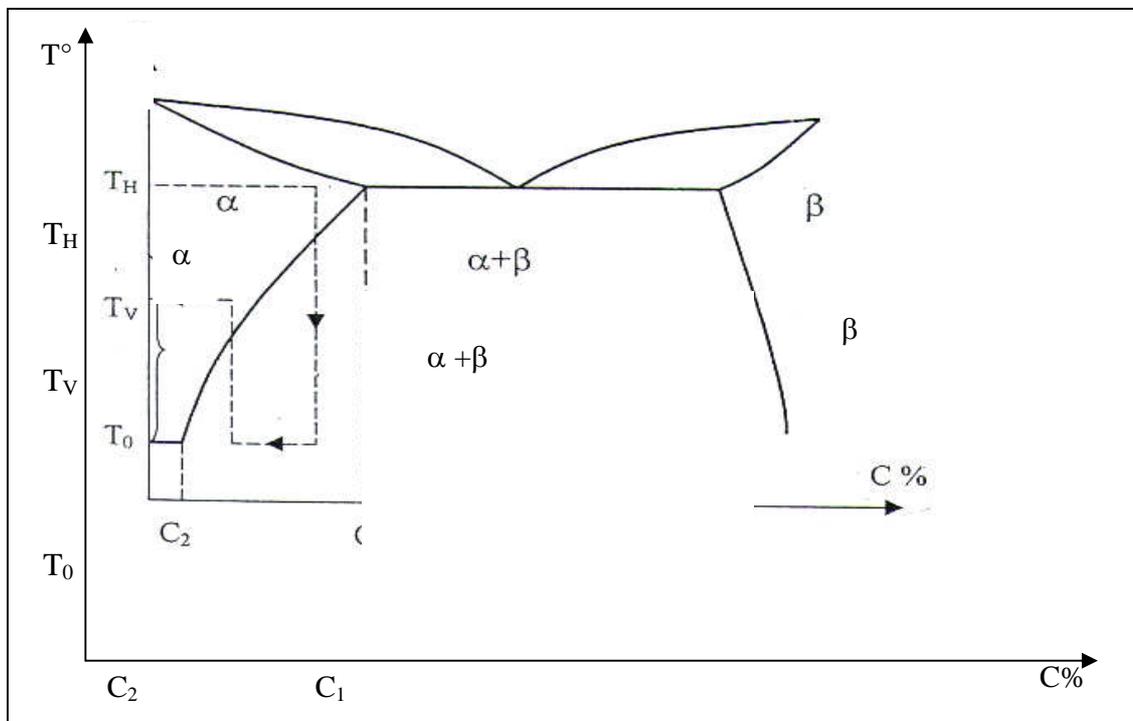


Figure.24. Diagramme d'équilibre à solubilité plus grande à haute température [67]

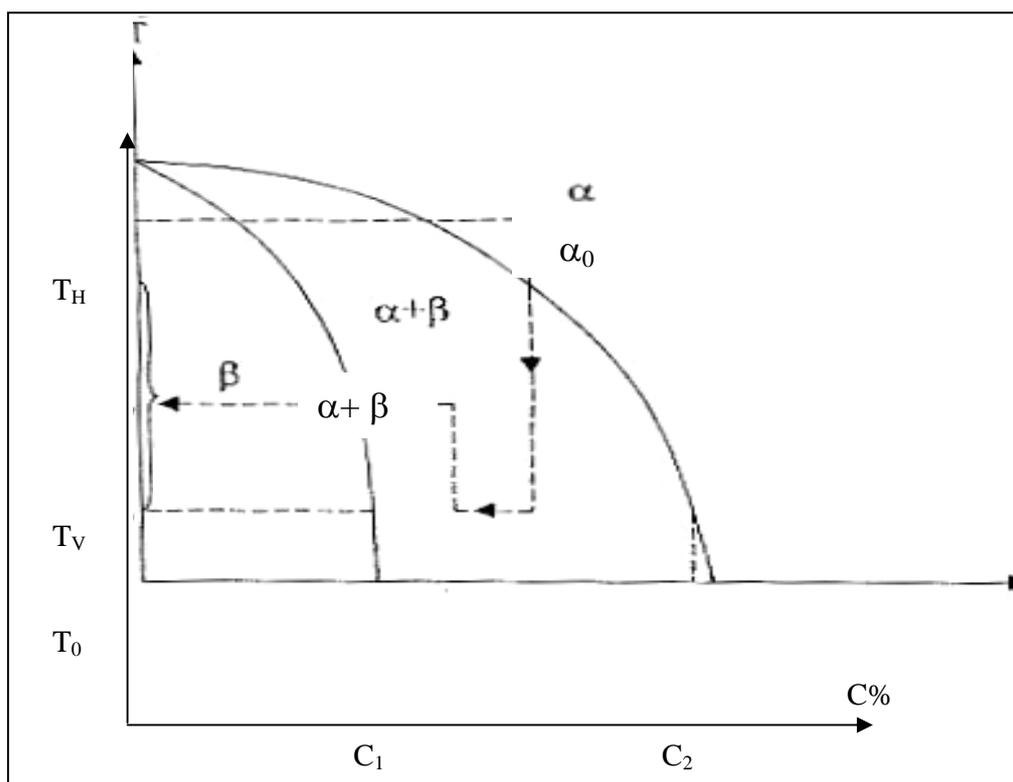


Figure.25. Diagramme d'équilibre à solubilité plus grande à haute température [67].

II.5. Types de précipitation discontinue

Les propriétés physiques et, en particulier, les propriétés mécaniques des alliages dépendent à la fois de la nature et de la forme des précipités ainsi que de leur état de dispersion c'est-à-dire du type de la précipitation discontinue et dont les principaux sont les suivants :

II.5.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations)

Les dislocations sont introduites dans l'alliage lorsque celui-ci trempé est soumis, avant le revenu à un traitement mécanique. La présence de dislocations dans les réseaux favorise la précipitation ainsi que le processus de germination et de croissance du précipité. Les dislocations introduites au cours d'un laminage contrôlé peuvent conduire à une précipitation abondante et très fine, favorable à l'amélioration de la résistance mécanique [67]. La (figure.26) représente schématiquement la réaction se produisant sur des dislocations.

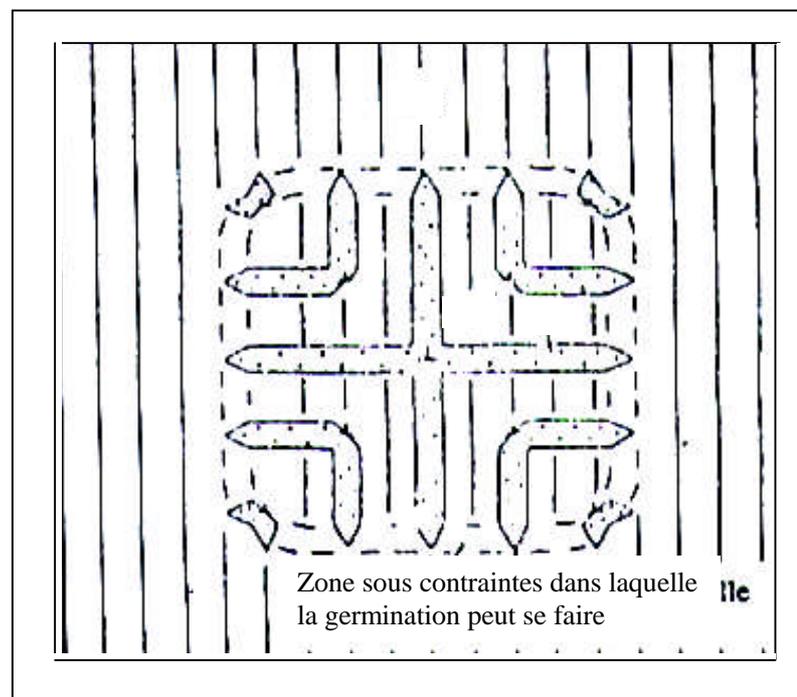


Figure.26. Réaction de précipitation discontinue se produisant sur des dislocations [67].

II.5.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins

Les joints intra-cristallins constituent le plus souvent des lieux privilégiés pour la formation des précipités. Le précipité apparaît le plus souvent en premier lieu le long des joints de grains. Ce n'est que par la suite qu'apparaît le précipité à l'intérieur des cristaux de la matrice de sorte que généralement le précipité intra-cristallin est plus volumineux à un instant donné du traitement de revenu, que le précipité intra-cristallin.

II.5.3. Précipitation aux joints d'interphases

Il s'agit d'un mécanisme de précipitation qui se produit à partir des joints d'interphases. Les joints d'interphases représentent des sites favorables pour la germination des particules d'une nouvelle phase à basse température. La précipitation discontinue aux joints d'interphases est semblable à celle se produisant aux joints de grains.

II.5.4. Précipitation interfaciale

Dans ce type de précipitation, la réaction s'effectue grâce au transport de la matrice par diffusion interfaciale le long du front de réaction qui est un joint de grain de forte désorientation.

II.6. Mécanisme de germination, de croissance et de coalescence

II.6.1. Mécanisme de germination

Il y a transformation discontinue, lorsque pendant la transformation, le grain est divisé en deux régions, l'une transformée ou la réaction est complète, l'autre non transformée avec une solution toujours sursaturée. La réaction progresse par le mouvement de la frontière qui sépare la partie transformée de la partie non transformée. Le joint de départ de cette transformation se situe au niveau des joints de grains. Deux monographies sur les précipitations discontinues ont été publiées par Williams et Butler [67] et par Gust [68].

Dans la littérature vers les années 1950-1960, la réaction discontinue est appelée réaction cellulaire, réaction au joint de grain, réaction de recristallisation ou encore réaction autocatalytique. Le terme de transformation discontinue semble le plus approprié et bien adapté actuellement. Elle est caractérisée par la concomitance de la précipitation au joint de grain et de la migration de ce dernier. La phase précipitée forme des lamelles cristallographiquement cohérentes avec la matrice et l'intervalle interlamellaire est lié à la vitesse du déplacement du front réactionnel. La force motrice réside dans la différence d'enthalpie libre de part et d'autre du front de transformation [68], entre le mélange transformé et la phase sursaturée, on observe une variation importante de la concentration du soluté dans le joint, résultant de la diffusion plus facile du soluté dans la zone frontière.

Les mécanismes d'amorçage des précipitations discontinues proposés se répartissent en deux groupes suivant que la précipitation induise le mouvement du joint de grains ou que la précipitation se fasse sur la frontière en mouvement. Le premier groupe comprend les mécanismes proposés par Tu et Turnbull [69], Ness et Billdal [70] Et Meyrick [71].

Le second groupe comprend les mécanismes de Fournelle et Clark [72] ainsi que ceux de Williams et Edington [73]. La formation des précipités peut se traduire par le mécanisme de plissage qui a été introduit par Tu et Turnbull [69] après leur étude sur les alliages PbSn.

Ce mécanisme débute par la minimisation de l'énergie d'interface du joint de grains avec la formation d'un précipité (figure.27a). Ce précipité est incohérent sur une de ses interfaces avec

le grain et cohérent ou semi-cohérent avec l'autre. Si le précipité grossit (figure 27b) en voulant maintenir sa basse énergie d'interface sur un côté, sa frontière va dévier de sa position d'origine pour une configuration plissée de plus haute énergie.

L'état de haute énergie peut être réduit par le déplacement du joint le long de l'interface de haute énergie (figure.27b).Le joint contourne le précipité pour former une nouvelle interface de basse énergie (figure.27c). Le précipité se retrouve ainsi dans le grain. Le joint de grains est de nouveau orienté pour voir apparaître un nouveau précipité (figure.27d).

Le processus se répète pour construire une série de particules parallèles qui font avancer le joint. Il est généralement accepté que dans ce mécanisme, ce ne soit pas le plissement mais la migration du joint de grains qui est le critère de la germination de la précipitation discontinue. Aaronson et Aaron [74] ont analysé le mécanisme de plissement d'un point de vue théorique. A cause du nouveau joint de grains formé lors du plissement, une plus grande force motrice est nécessaire pour l'amorçage par rapport à un joint immobile. Leur analyse montre que pour le germe à simple facette, le mécanisme de plissement est favorisé par un petit intervalle de relation d'orientation entre la face facettée du précipité et le joint de grains.

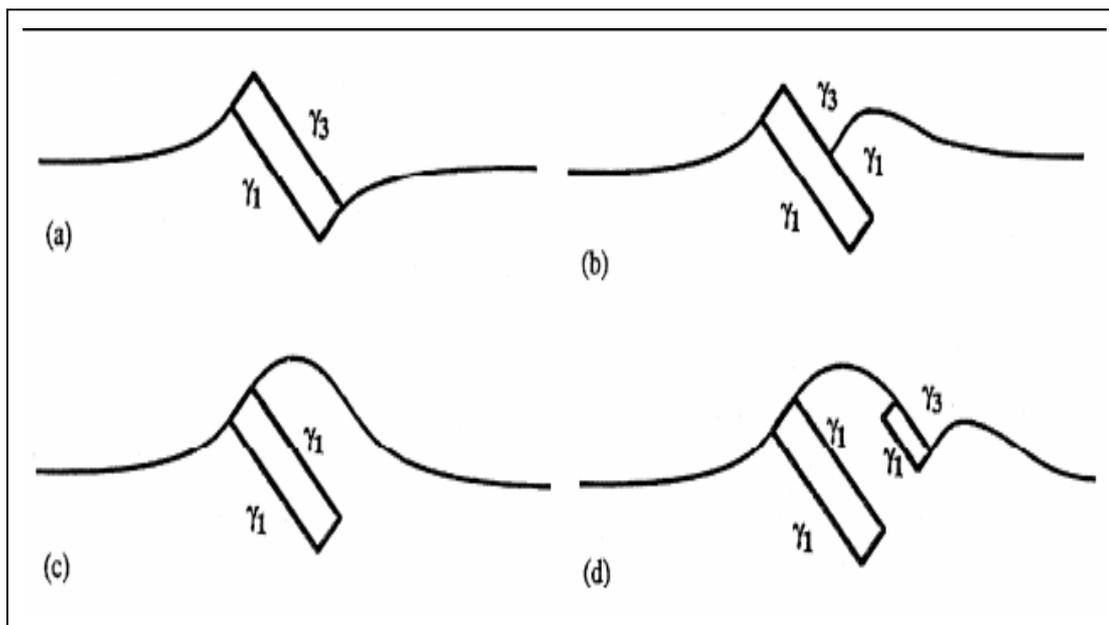


Figure.27. Schématisation du mécanisme d'amorçage d'une précipitation par plissage [69]

Un second mécanisme a été proposé par Ness et Billdal [71] en se basant sur leur étude des alliages AlZr. Ce mécanisme est similaire à celui décrit par Tu et Turnbull, [70], mais le mécanisme ne nécessite pas que le précipité ait une interface de basse énergie avec le grain. Au lieu de cela, de manière à minimiser la zone de haute énergie précipité/matrice à l'interface dans le joint de grains, le précipité va croître perpendiculairement à la frontière (figure.28).

Lorsque le précipité croît, le joint de grains est repoussé en avant ce qui permet la germination de nouveaux précipités (figure.28a).

La figure 28d illustre la ramification des précipités produite quand la courbure du joint induit une énergie d'interface trop grande entre la matrice et le précipité au joint de grains.

La ramification permet aux précipités de toujours croître de manière perpendiculaire aux joints de grain (figure.28f). Dans ce cas de précipitation, c'est de nouveau le mouvement du joint de grains et non la formation du précipité qui détermine la germination.

Un troisième mécanisme est proposé par Meyrick [72] qui donne un critère basé sur la minimalisation de l'énergie du joint lorsqu'il voit augmenter sa concentration en soluté. Si le soluté présent dans le joint de grains précipite, la quantité de soluté va diminuer et l'énergie du joint va augmenter. Pour baisser son énergie, le joint de grains va ensuite avancer dans la matrice plus riche en soluté.

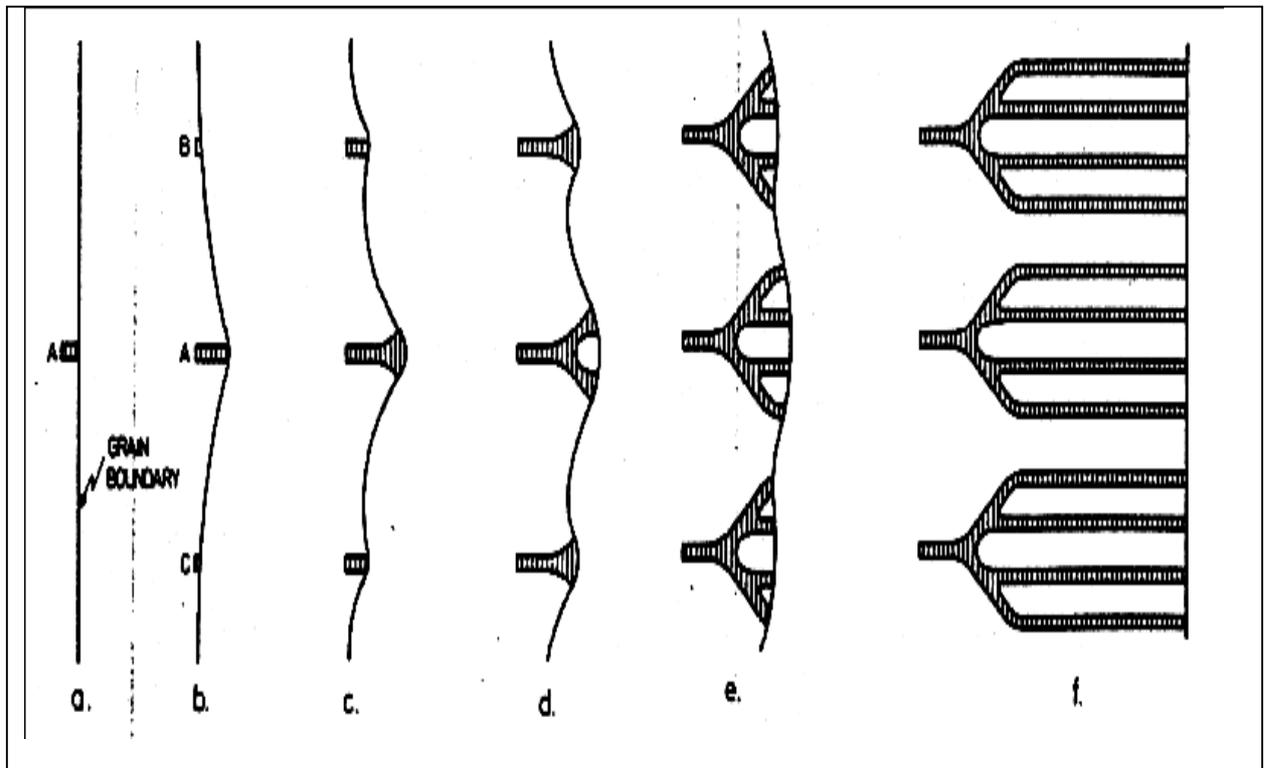


Figure 28. Schématisation du mécanisme de nucléation proposé par Ness et Billdal [71].

La seconde classe de mécanismes de germination avec précipitation sur le joint en mouvement peut être décrite par le mécanisme initialement proposé par Fournelle et Clark [73] dans les alliages du système Cu-In. Un joint avec une légère courbure va se déplacer vers son centre de courbure pour minimiser son énergie. Lors de ce mouvement, le joint accumule des atomes de soluté pouvant amener à la précipitation. Les précipités formés sont ancrés sur le joint mais le joint avance entre eux sous l'effet de l'énergie due au gradient de concentration de part et d'autre du joint (figure.29).

Le soluté est transféré vers les précipités qui croissent alors avec le déplacement du joint. Le point critique de ce mécanisme est la courbure entre les précipités liée au gradient de concentration en soluté. Le joint ne se déplacera que si l'augmentation de l'énergie associée à celle de la longueur du joint est compensée par la diminution de l'énergie résultant de l'appauvrissement en soluté dans le volume balayé.

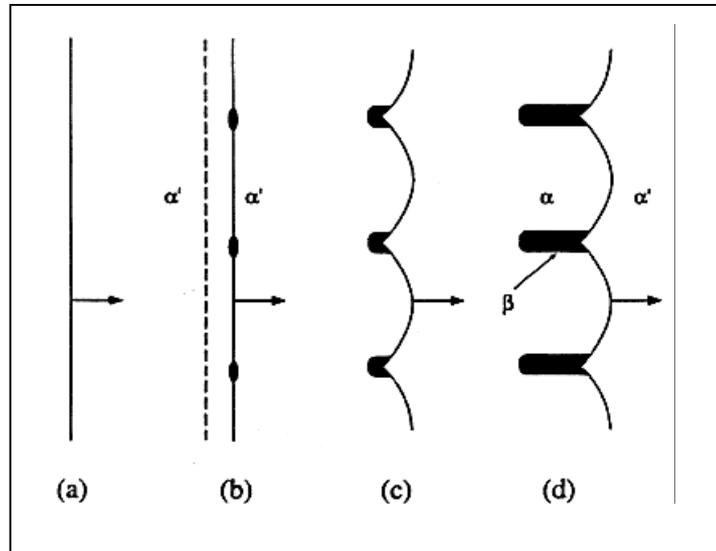


Figure.29. Schématisation du mécanisme de germination sur un joint de grains mobiles proposé par Fournelle et Clark [73].

Un second mécanisme de déplacement du joint de grains est proposé par Williams et Edington [74] pour traduire la réaction de précipitation discontinue de type 2 dans les systèmes d'alliages Al-Li. Le joint de grains se déplace et rencontre des précipités déjà formés (figure.30).

Les précipités présents dans le grain dans lequel se déplace le joint, sont dissous dans le joint et une reprécipitation se produit de nouveau dans le joint de grains (figure.30a et 30b). En avançant, le joint rencontre de nouveaux précipités qui permettent d'alimenter la réaction (figure 30c). Si lors de son déplacement, le joint de grains ne rencontre pas de nouveaux précipités à dissoudre, le soluté doit diffuser dans le joint pour assurer la croissance des précipités en formation (figure.30d et 30e).

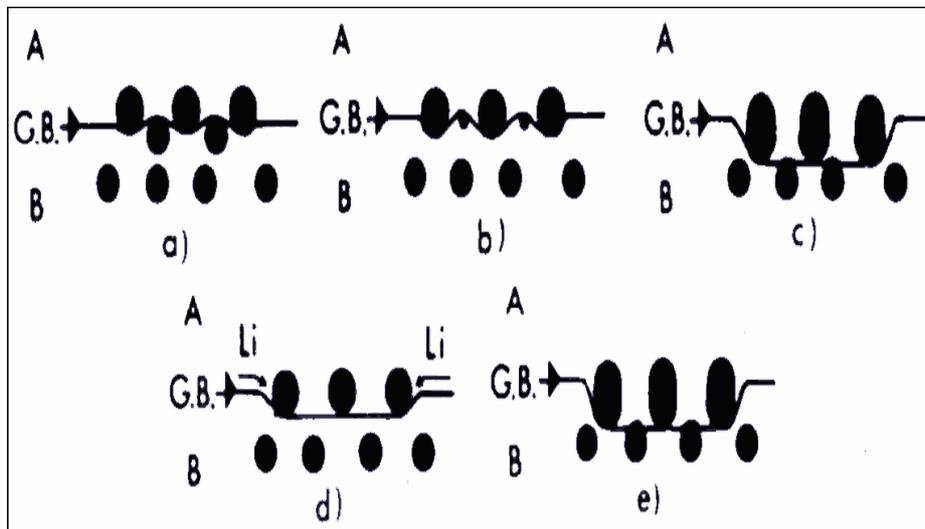


Figure.30. Schématisation du mécanisme de précipitation discontinue par grossissement compétitif proposé par Williams et Edington [74].

D'autres mécanismes de germination de précipités discontinus existent mais ne sont pas présentés ici. Notons aussi que plusieurs mécanismes peuvent être observés dans un même alliage selon la composition chimique et les conditions de vieillissement. Ces mécanismes ont été établis d'après des observations métallographiques en faisant un raisonnement a posteriori pour expliquer le phénomène de germination.

Des études microscopiques à l'échelle nanométrique sont souvent nécessaires pour pouvoir statuer sur un mécanisme de germination.

II.6.2. La morphologie et les mécanismes de croissance en précipitation discontinue

Les modèles de morphologie de précipitation par transformation discontinue supposent que la réaction est plane avec des espacements entre lamelles constants. Ce type de réaction plane est rare comme par exemple dans les alliages austénitiques FeMn. Les précipités formés derrière ce type de front sont fibreux et perpendiculaires aux joints mobiles.

Les précipités sous forme de particules sont généralement formés derrière des fronts non plans. La croissance de cellules de précipitation discontinue dépend directement des mécanismes de germination des précipités formés. Les modèles de croissance peuvent se répartir en deux groupes suivant que le mécanisme de germination ne se produit d'un ou des deux côtés du joint de grains. Fournelle et Clark [73] ont observé la croissance d'un seul côté du joint de grains et en déduisent que le joint doit d'abord migrer pour que la précipitation puisse avoir lieu. Ainsi, le déplacement du joint de grains se ferait vers le centre de courbure du joint, et la croissance, le long du joint de grains serait seulement dans une seule direction. Williams et Edington [74] ont suggéré que la croissance unidirectionnelle est liée à la température.

A haute température (supérieure à la moitié de la température de fusion), les processus thermiquement activés comme la diffusion et la croissance des grains sont importants. Le joint se déplace dans une seule direction pour minimiser sa position hors équilibre.

Ainsi l'amorçage de cellules de précipitation discontinue par le mécanisme de Fournelle et Clark résulte de la croissance dans une seule direction, selon le sens de courbure du joint dans sa position initiale. D'après les recherches de Williams et Butler [78], cette relation est toujours vérifiée à haute température. La croissance dans deux directions à partir d'un joint de grains nécessite que la réaction s'initie de chaque côté du joint.

La croissance issue de ces cellules de précipitation résulte de ce qui a été appelé le mécanisme de formation en " S " décrit par Fournelle [78] ou croissance en double front décrit par Frebel [79]. Si la courbure du joint change le long de celui ci, la croissance peut avoir lieu ensuite dans deux directions de part et d'autre du joint de grains. Cependant, sur un joint initialement droit, cette ondulation dans les deux directions est due au grossissement d'un précipité en contact avec le joint et doit avoir lieu avant que la morphologie du double front puisse se développer. Certaines études [74], [79], ont montré que ce mécanisme prédomine dans des domaines de températures inférieures à la moitié de la température de fusion de l'alliage. Une étude bibliographique sur le sujet [77] montre que la croissance dans deux directions se manifeste dans 15 alliages sur 23 à basse température.

Dans de nombreux systèmes, la précipitation discontinue à une structure lamellaire.

Les mécanismes de ramification des lamelles ont été répertoriés par Butler [BUTLER 1979] (figure.32). La multiplication peut se faire suivant trois mécanismes : par ramification [78],[80], par germination sur le joint ou par germination derrière le joint de grains.

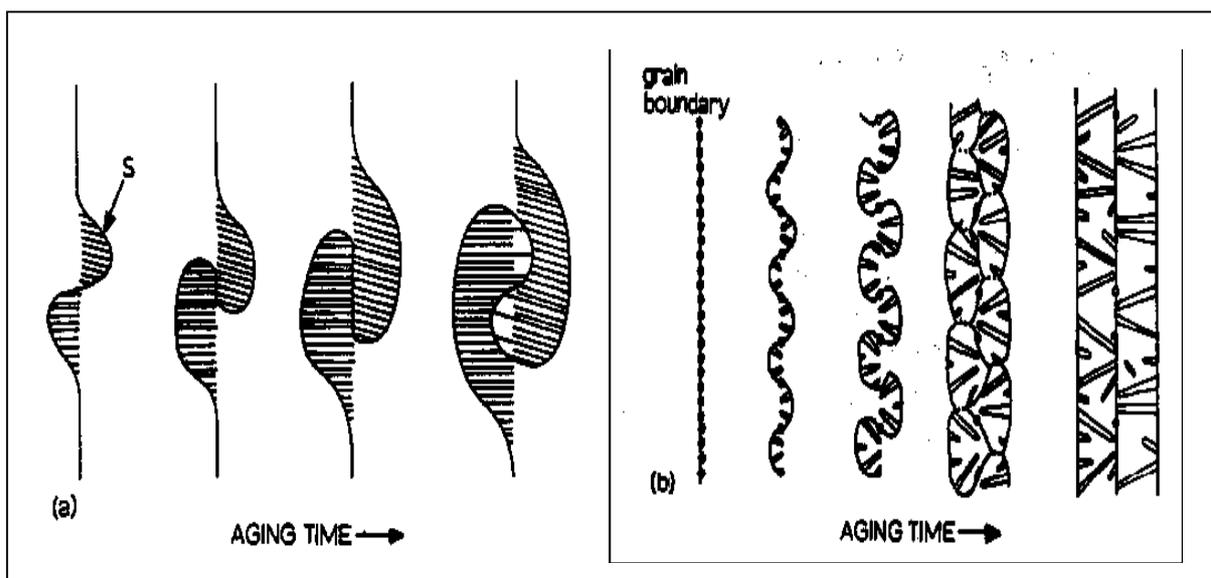


Figure.31. (a) Schématisation du mécanisme en S d'après Fournelle et Clark [78].
(b) développement de double front par mécanisme en S selon M. Frebel [79].

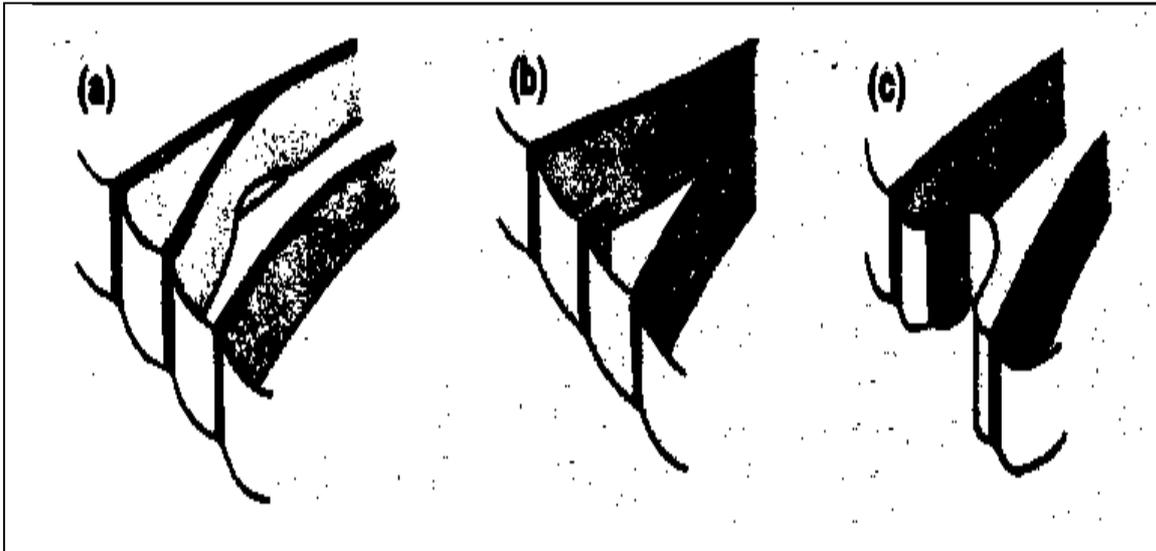


Figure.32. Mécanismes de multiplication des lamelles : (a) ramification, (b) nucléation sur le joint,(c) germination en retard sur un joint [81].

II.6.2.1. Précipitation dans un alliage déformé.

Dans un alliage déformé, on observe une ségrégation des atomes de soluté sur les défauts de structure tels que dislocations ou joints de grains, qui donne lieu au phénomène de précipitation discontinue (précipitation préférentielle sur les défauts de structure).

II.6.2.2. Ségrégation du soluté

La ségrégation aux interfaces telles que sous-joints et joints de grains ou sur les dislocations s'explique par le fait que la distorsion élastique due aux atomes de soluté peut être relaxée sur les défauts de structure. Il en résulte une force attractive F entre les atomes de soluté et les dislocations ou les joints. Les atomes de soluté vont alors migrer vers le joint avec une vitesse v donnée par l'équation d'Einstein.

$$v = \frac{Df}{KT}$$

D étant le coefficient de diffusion du soluté à la température T et k la constante de Boltzmann. Il est généralement admis [82] que pour un alliage dilué la concentration d'atomes à l'interface immobile est donnée par une distribution de Boltzmann, c'est-à-dire de type

$$C_{\text{int}} = C_0 \text{Exp}^{-\frac{U}{KT}}$$

Où U est l'énergie d'interaction. Lorsque les sous-joints ou les joints sont mobiles, l'énergie d'interaction conduit à un drainage des atomes de soluté par l'interface. Dans le cas d'une solution solide sursaturée, la concentration à l'interface augmente jusqu'à la saturation de celle-ci. A ce stade on peut observer la formation de précipités sur les sous-joints et les joints de grains, ou encore le grossissement de précipités antérieurement formés selon un mécanisme décrit par Russel et Aaronson [83].

II.6.2.3. Précipitation discontinue

La nucléation de la précipitation a souvent lieu sur les hétérogénéités telles que les dislocations ou les joints de grains qui favorisent la formation du germe par diminution de l'énergie de distorsion et de l'énergie de surface [84]. Cahn [85], par exemple, a établi que la nucléation sur les dislocations est favorable à cause du transfert de l'énergie élastique de la dislocation vers le germe. Généralement, les sous-joints de grains composés de dislocations individuelles favorisent la formation de germes cohérents alors que le joint de grain favorise l'apparition de germes incohérents [86].

II.6.3. Effet de la précipitation discontinue sur les propriétés des alliages

Généralement, la précipitation discontinue a des effets sur les différentes propriétés des alliages, il est important de comprendre tous les mécanismes régissant cette réaction pour en être en mesure de la contrôler et même éventuellement de l'éliminer.

II.6.3.1. Effet sur les propriétés mécaniques.

Le durcissement d'un alliage dépend essentiellement de la dimension et répartition des précipités. Ainsi la cohérence entre la phase mère et les précipités est responsable du durcissement d'un nombre important d'alliages [87]. Plusieurs alliages ont fait l'objet d'étude et dont les travaux ont montré que la précipitation discontinue a des effets néfastes sur les propriétés mécaniques.

II.6.3.2. Effet sur les propriétés physiques

Des études ont été réalisées sur des alliages tels que Al-Ag et ont montré que l'apparition de la précipitation discontinue est accompagnée par une diminution de la supraconductivité de ces alliages. La précipitation discontinue augmente les régions à énergie de surface positive qui empêche la formation de fines zones supraconductrices et normales qui sont caractéristiques d'une structure très désirée par la supraconductivité [88].

II.6.3.3. Effet sur les propriétés chimiques

La bonne résistance à la corrosion que possédant les super-alliages diminue au moment de la formation des précipités lamellaires tel que Cr_{23}C_6 , , cette diminution est caractérisée par une attaque intergranulaire qui peut conduire à une rupture brusque du matériau [89]. Le même phénomène sous forme de corrosion sous tension est observé dans l'alliage Ti-8Mo-8V-3Fe-3Al dont le responsable est la formation de la particule α au niveau du joint de grain.

II.7. Interactions précipitation recristallisation

Les différentes forces qui gouvernent la recristallisation sont influencées par la précipitation de manière "statique" ou "dynamique". Les interactions sont "statiques" lorsque les précipités sont

présents dans l'alliage et leur taille et leur distribution restent inchangées au cours de la recristallisation. Deux forces sont affectées par les interactions statiques

A) la force motrice due à l'écroutissage

Les gros précipités présents dans l'alliage avant la déformation plastique, retiennent les dislocations et augmentent ainsi localement la force motrice

$$F_{\Lambda} = \alpha G b^2 (\Lambda - \Lambda_0)$$

B) la force de freinage dû aux précipités

La distribution de petits précipités dans la matrice freine la migration du front de recristallisation et retarde la croissance des grains. Les interactions "dynamiques" proviennent de la précipitation discontinue et de la ségrégation des atomes de soluté sur le front de recristallisation. La précipitation discontinue accroît la force motrice de migration du front alors que la ségrégation des atomes de soluté crée une force de freinage sur celui-ci.

II.7.1. Diagramme TTT

L'effet global des forces chimiques d'interactions précipitation recristallisation peut être représenté schématiquement sur un diagramme TTT (Température Temps Transformation). (Kornbogen et Kster [30]. (figure.33) Ces diagrammes permettent une étude phénoménologique de l'évolution d'un alliage déformé.

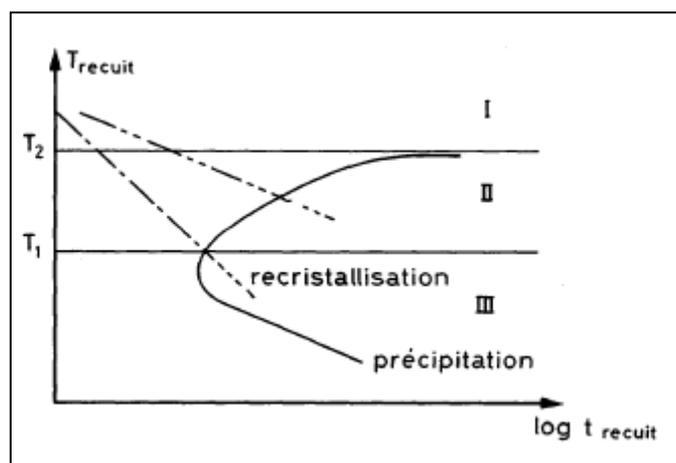


Figure.33. Diagramme TTT, d'un alliage en solution solide sursaturée et fortement écroui.

On distingue généralement trois domaines d'évolution.

$T > T_2$:

La précipitation ne se fait pas dans ce domaine. La recristallisation n'est soumise qu'à l'influence des atomes de soluté

$T_1 < T < T_2$:

La précipitation a lieu après le début de la recristallisation Deux cas peuvent alors se présenter

- la recristallisation se termine avant que ne commence la précipitation, auquel cas la recristallisation ne subit que l'influence des atomes de soluté, comme dans le domaine I.
- la précipitation commence entre le début et la fin de la recristallisation; dans ce cas les premiers stades de cette dernière sont influencés par les atomes de soluté et les derniers par la précipitation.

$T < T_1$:

La précipitation commence avant la recristallisation. Deux cas peuvent de nouveau se présenter

- la précipitation se termine avant le début de la recristallisation et cette dernière est affectée par la présence des précipités.
- la recristallisation commence entre le début et la fin de la précipitation. Elle est alors influencée par la présence des précipités et par la précipitation elle-même.

II.7.2. Influence des précipités sur la germination de la recristallisation

A) influence des gros précipités espacés

La germination de la recristallisation se fait dans des zones de fortes désorientations dans la structure écrouie. La formation des sites de germination est favorisée par l'existence dans la matrice de gros précipités incohérents, suffisamment espacés qui jouent le rôle de source de dislocations et créent localement de très fortes distorsions du réseau [90.91]. La germination de la recristallisation stimulée par la présence des gros précipités a souvent été observée .Humphreys [92]. L'a étudiée dans des monocristaux d'alliages d'aluminium. Il montre qu'elle a lieu lorsque la taille des précipités est supérieure une valeur critique qui augmente lorsque le taux de déformation plastique diminue. La germination se fait par *une* polygonisation rapide dans les zones de forte densité de dislocations et de grande désorientation qui entourent les précipités. Un modèle rend compte de la déformation hétérogène qui a lieu en présence de précipités non déformables. La germination au voisinage des gros précipités se rencontre dans d'autres types d'alliages. Dermarkar et Strudel, par exemple, l'ont observée dans des alliages à base de nickel [93].

B) petits précipités rapprochés

A l'inverse des gros précipités suffisamment espacés, les petits précipités rapprochés freinent le processus de germination de la recristallisation [94,95]. Les études de l'influence des petits précipités sur la germination rassemblées et discutées par Hornbogen et Kèster [30], puis par Humphreys [96,97] ont mis en évidence deux effets inhibiteurs de la germination.

- les petits précipités non déformables favorisent une distribution homogène des dislocations avec des sous-grains peu désorientés les uns par rapport aux autres. Cette absence de désorientation locale du réseau peut réduire fortement la germination.
- les petits précipités très efficaces dans l'ancrage des sous-joints gênent fortement et peuvent même empêcher leur déplacement. Nes [98] propose un modèle théorique pour expliquer le faible taux de germination en présence de précipités finement dispersés dans la matrice avant écrouissage. Il part du fait que :

A) les petits précipités ancrent les sous-joints et stabilisent la structure des sous-grains à une taille d_{lim} telle que.

$$d_{lim} = \frac{4r}{3f}$$

r étant le rayon des précipités et f leur fraction volumique.

B) les sous-grains capables de croître sont ceux dont le diamètre d est tel que

$$d \geq d_{crit} \geq \bar{d}$$

avec

$$d_{crit} = \frac{\bar{d}}{1 - a\alpha / d_{lim}}$$

\bar{d} étant la taille moyenne des sous-grains et, une constante de l'ordre de l'unité. Il montre alors que pour une distribution gaussienne de la taille des précipités, le nombre effectif de sites de germination N est relié au nombre de sites potentiels N_0 , que renferme la matrice écrouie par la relation :

$$\frac{N}{N_0} = 1 - \operatorname{erf} \left\{ \frac{\frac{\bar{d}^2}{d^2}}{\sqrt{2}\sigma \left(\frac{4r}{3f\alpha} - \bar{d} \right)} \right\}$$

α étant la déviation standard de la gaussienne.

Il est ainsi possible de relier le nombre de germes effectifs à la dispersion f/r des particules.

II.7.3. Effets des précipités sur la croissance

Mould et Cotteriil [99] ont montré que la croissance des grains peut être aussi affectée par la présence de précipités dans la matrice. Ils ont établi que la taille de précipités n'influence pas la croissance; le seul paramètre important est la distance moyenne entre les précipités. Lorsque cette distance est supérieure à une valeur critique, d_0 , qui dépend de la taille des sous-grains, les précipités n'ont qu'une faible influence sur la croissance des grains. En effet les joints se freinent mutuellement les uns les autres avant d'être en contact avec les précipités. Par contre, l'influence des précipités sur la migration des joints de grains est grande lorsque la distance entre précipités est inférieure à d_0 . Dans ce cas les joints doivent rencontrer beaucoup de précipités avant d'être en contact les uns avec les autres.

II.7.3.1. Particularités des alliages AL-Mn

Diagramme de phases

Une caractéristique importante du diagramme de phases du système Al-Mn est le fait que la température de l'eutectique et celle de la fusion de l'aluminium ne diffèrent que d'environ 1 degré (figure.34).

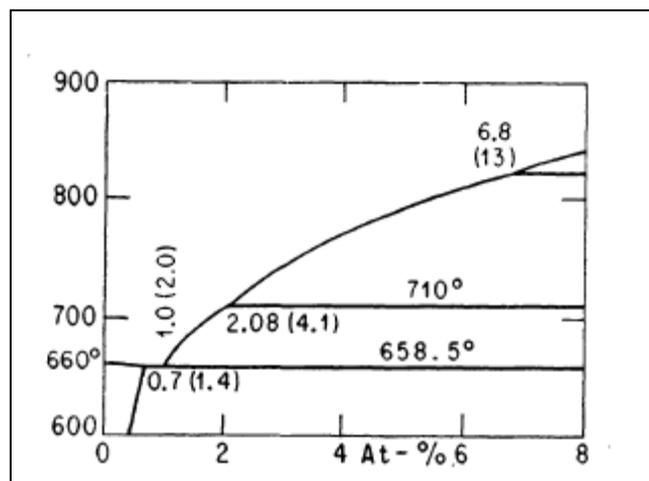


Figure.34. Diagramme de phases du système Al-Mn à faible teneur en Mn. D'après [100]

La phase "liquide Al" est mal définie. Des fluctuations de l'alliage autour de la concentration de 1% Mn peuvent donner une décomposition eutectique. La formation pendant la coulée de précipités Al_6Mn ne peut être évitée que si certaines précautions sont prises. L'homogénéisation de l'alliage est très difficile.

II.7.3.2. Interaction précipitation recristallisation dans les alliages d'Al-Mn

Nes et Embury [101] ont montré que la structure recristallisée des alliages Al-Mn se caractérise par une distribution inhomogène de la taille des grains parce qu'il se forme des sites préférentiels de germination aux endroits où la solution solide est appauvrie en Mn. Morris et Duggan [102] ont montré par la suite que ces sites préférentiels d'apparition des nouveaux grains se localisent autour des gros précipités que renferme l'alliage avant la déformation plastique. Enfin Furrer [103] a établi que la présence de Fe et de Si dans l'alliage favorise la formation de gros précipités $Al_6(Fe,Mn)$ et $Al_3Si(Fe,Mn)_3$ qui augmentent la distorsion du réseau dans leur voisinage immédiat. Ainsi dans les alliages d'aluminium en général, et dans le système Al-Mn en particulier, le rôle statique des gros précipités préexistant la déformation a été bien établi. Ils favorisent la formation de sites préférentiels de germination parce que de très fortes distorsions du réseau apparaissent dans leur voisinage. Toutefois, les germes des nouveaux grains sont observés bien après leur formation. De ce fait les mécanismes associés au tout premier stade de la germination sont encore mal connus. D'autre part, l'influence des petits précipités est moins bien comprise que celle des gros. En particulier, dans le système Al-Mn, les rôles du Mn en solution solide et de l'interaction précipités- dislocations est encore mal compris. Le frottement intérieur permettant de suivre de façon continue et simultanée l'évolution de la solution solide et celle du réseau des dislocations, nous nous proposons de l'utiliser pour étudier de façon dynamique l'évolution de la solution solide, celle du réseau des dislocations et leur influence réciproque au cours de la recristallisation.

III. DISSOLUTION DU PRECIPITE LAMELLAIRE.

III.1. Dissolution du précipité lamellaire.

La dissolution discontinue (DD) est une transformation de phase à l'état solide qui apparaît par la migration inverse du front de réaction formé lors de la précipitation discontinue [104,105]. La réaction débute à des températures proches de la température de limite de solubilité (solvus) et donne une solution solide non homogène $\alpha\sim$ suivant la réaction :



Où :

α est la phase appauvrie en atomes du soluté

β est la phase riche en atomes du soluté

La dissolution discontinue est observée dans plusieurs systèmes d'alliages. Dans une importante recherche bibliographique sur la dissolution discontinue, Pawlowski [106] a cité dix systèmes d'alliages caractérisés par une dissolution discontinue :

Al-Zn [107,108], Cu-Ag [109,110], Cu-Cd [111], Cu-In [112], Cu-Ti [113,114],
Cu-Sb [115], Co-Al [116,117], Ni-In [118,119], Pp-Sn [120,121] et Fe-Zn [122].

La dissolution cellulaire discontinue est le résultat d'un Processus de diffusion au front de la cellule (FC) ou à la position originale du joint de grain (O.J.G) (figure.35) qui se déplace dans la direction de la structure biphasée. Dans d'autres travaux Pawlowski, Zieba et Truzkowski [123,124] trouvèrent que le germe du processus de dissolution se forme plus facilement au front de la cellule qu'à la position originale du joint de grain, mais la vitesse de leurs croissances est la même. D'après Pawlowsk [27] la dissolution cellulaire discontinue apparaît quand les quatre principales conditions suivantes sont retenues :

- 1) Les cellules des phases formées sont le résultat d'une précipitation discontinue.
- 2) La température du processus dépasse la température critique de la dissolution discontinue ($T_d > T_{cr}$) et reste inférieure à la température au-dessus de laquelle on n'aura que la dissolution continue.
- 3) La diffusivité du joint entre les phases lamellaires α et β est inférieure à la diffusivité au front de réaction.
- 4) La distance interlamellaire et la force motrice sont assez grandes.

La réaction de dissolution discontinue (DD) peut apparaître dans trois sites différents [125], principalement au front de la réaction de la colonie de PD ; l'intersection de deux colonies de la PD et la position originale du joint de grain (JG) (figure. 36).

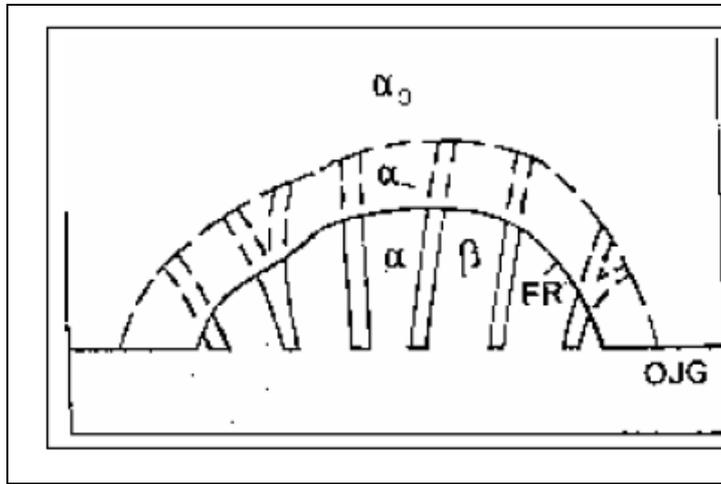


Figure.35. Représentation d'une dissolution discontinue [126].

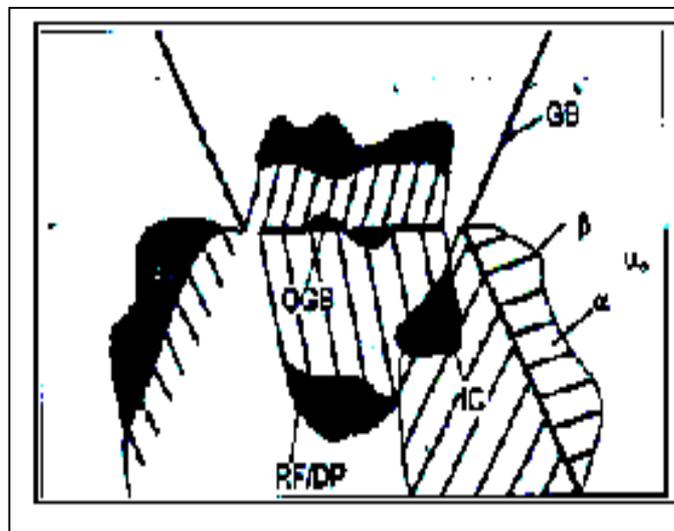


Figure.36. Représentation schématique de la dissolution discontinue (DD), dans : le front de réaction de précipités discontinus (FR/PD) ; l'intersection de deux colonies (IC) et dans la position originale de joint de grain (OGB) [127].

III.2. Mécanismes de la dissolution discontinue

Dans une étude faite par Chuang et al [128] sur un alliage du système Ni-In, ils trouvèrent les résultats suivants :

- La dissolution discontinue s'opère sur un large intervalle de température.
- La durée de dissolution discontinue peut prendre un temps en nombre d'heures.
- La vitesse de dissolution discontinue est plus importante ($10^{-9} - 10^{-7}$) que la vitesse de la précipitation discontinue ($6 \cdot 10^{-11}$).

D'autre part, Scharfenberger et al [129] ont schématisé les mécanismes de la dissolution discontinue après chaque stade de la précipitation discontinue (figure.37).

Pawlowski [106] a divisé les mécanismes de début de la dissolution discontinue en quatre modèles avec les sites à partir desquels ce processus peut se produire.

- Le front de réaction de la cellule.
- Les points d'intersection de deux cellules.
- La position originale du joint de grain.
- La zone d'intersection d'une cellule lamellaire fine et grossière.

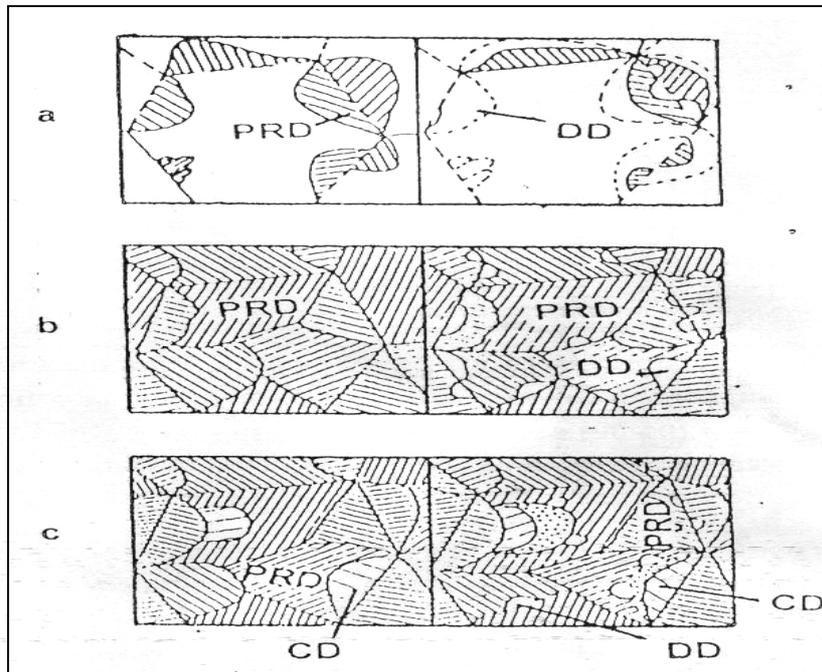


Figure.37. Schéma de la dissolution discontinue

- (a) après une précipitation discontinue partielle
- (b) après une précipitation discontinue complète et
- (c) après une coalescence discontinue partielle [130]

IV. THEORIE SUR LA PRECIPITATION DISCONTINUE DANS LES SYSTEME D'ALLIAGES Cu-In, Al-Zn, Al-Mg et Al-Si-Cu

IV.1. Précipitation discontinue dans le système d'alliages Cu-In

Les solutions solides sursaturées du système Cu-In se décomposent suivant les modes continus et discontinus. La partie intéressante du diagramme d'équilibre Cu-In est représentée par la (figure.38) [131] NewYork, (1958) avec un domaine de transition de la précipitation discontinue en continue selon Bohm [132] , Predel et Gust [133]. Dans le domaine de transition, en plus de l'existence des deux mécanismes discontinue et continue, il à été observé une réaction de grossissement lamellaire conduisant a une distance inter-lamellaire de 2 à 5 fois. En général la précipitation discontinue intervient à basse température, à mesure que s'élève la température, la probabilité de changement du mécanisme discontinue en mécanisme continue augmente. La précipitation discontinue se produit moins rapidement que celle continue.

Les places préférentielles d'apparition du précipité sont les imperfections tels que :

- Dislocations,
- Porosité
- et Joint de grain.

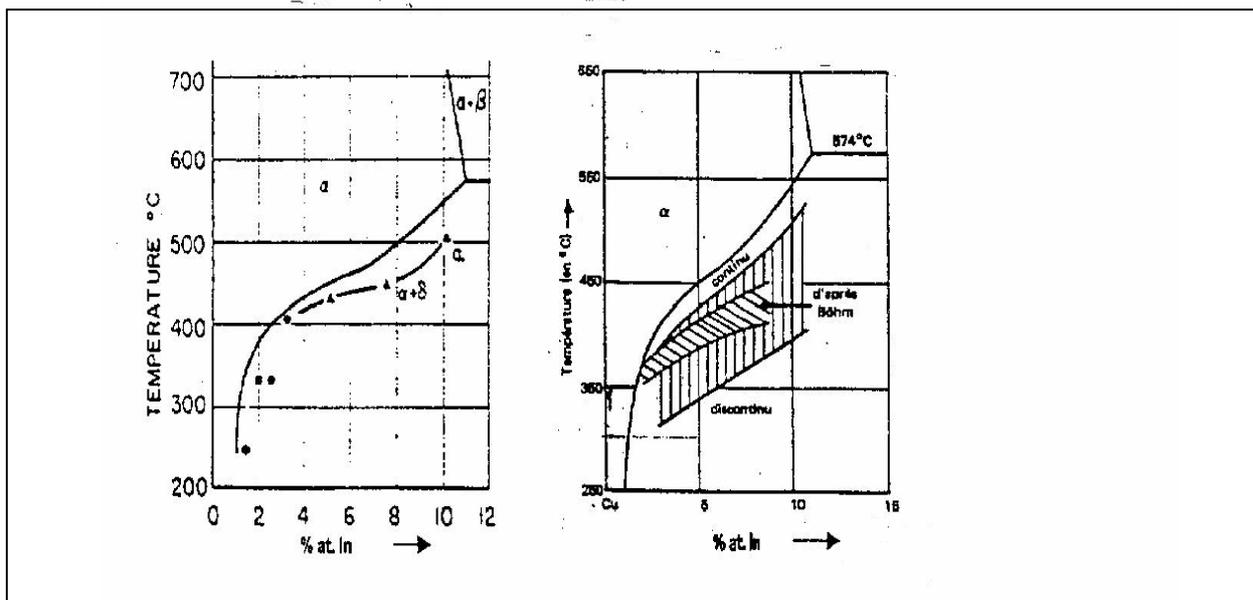


Figure.38. Partie du diagramme d'équilibre du système d'alliages Cu-In [131-133]

Les mécanismes d'initiation de la précipitation discontinue (germination) proposés par Fournelle et Clark [134], puis par Tu et Turnbull [135] sont les plus plausibles dans ce système d'alliage, c'est à dire c'est une transformation liée à la dynamique du joint de grain. Le modèle de croissance le plus rencontré dans ce système d'alliage est celui proposé par Frebel et Schenk [136] par l'utilisation du terme « double seam » pour décrire la croissance du précipité dans les deux directions. La vitesse de croissance des lamelles précipitées dépend essentiellement de la vitesse de recuit de vieillissement et de la teneur du soluté dans le système d'alliage Cu-In [137]. Deux types de réactions cellulaires ont été observés par Spenger et Mack [138] lors des travaux expérimentaux dans ce système d'alliage, l'une fine et l'autre grossière est pas d'autre précipité à autre morphologie, dans les deux cas les lamelles sont réparties uniformément (figure.39).

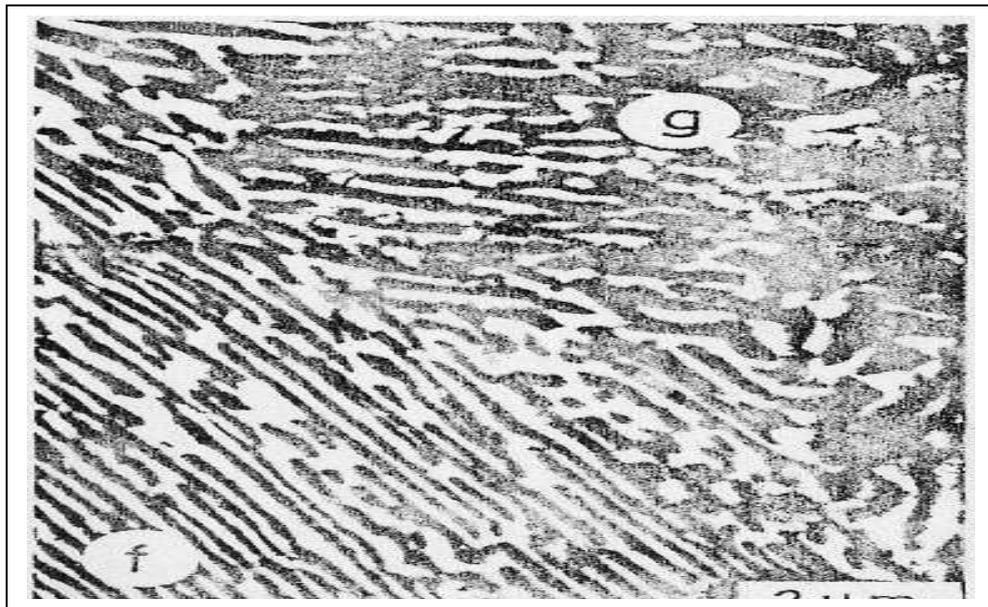


Figure.39. Morphologie du précipité lamellaire dans l'alliage Cu-7.5at % In, homogénéisé, trempé ensuite vieilli pendant 35 heures à 392°C [139]

Les lamelles fines sont parallèles, presque identiques et réparties uniformément, par contre la répartition des lamelles épaisses est chaotique. La croissance du précipité observé dans le système d'alliages Cu-In a différentes formes (figure .40).

a-Forme d'ourlets [140]

b-Forme quadratique [1411]

c-Forme fissurée [141]

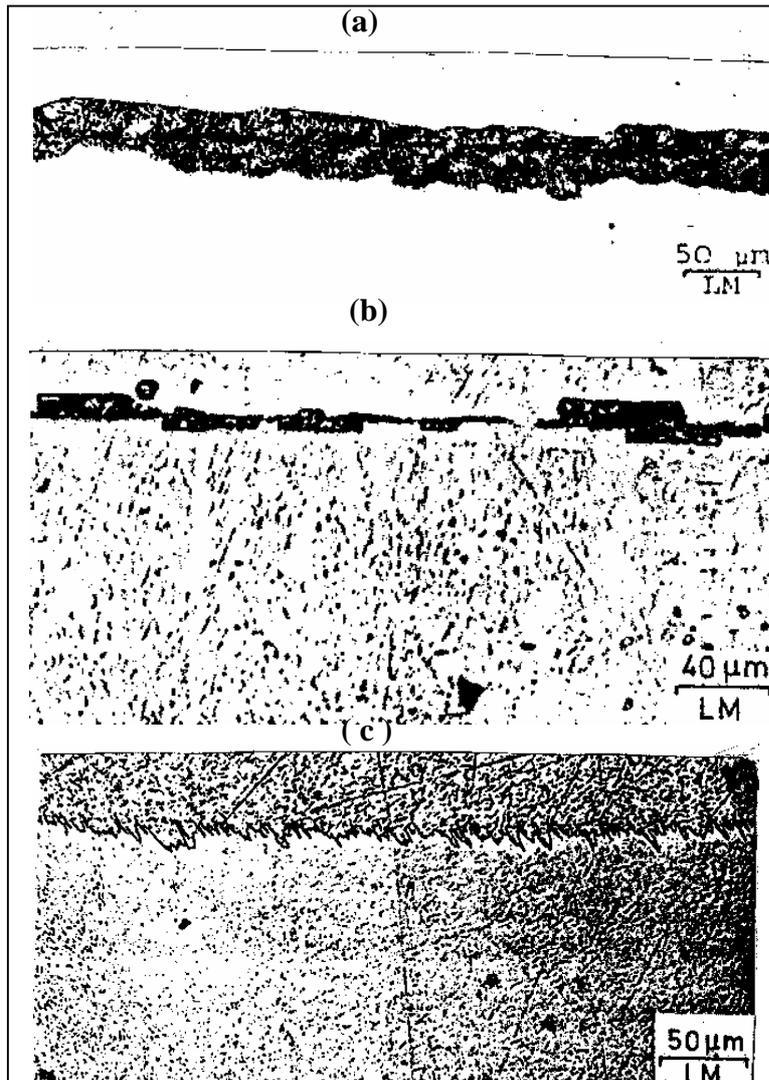


Figure.40. Types de croissance du précipité lamellaire [142,143]

Cependant Les transformations à l'état solide, du fait des déformations qui leur sont associés créent des incompatibilités de déformation à l'échelle des phases et des contraintes internes qui vont affecter les processus de transformation eux même. Expérimentalement il à été démontré qu'une déformation préalable au traitement de vieillissement influe sur le mécanisme et la cinétique de la précipitation. [144]. D.B.Williames [145] affirma que sous l'influence de la déformation plastique , la vitesse de précipitation continue augmente par conséquent, le degré de sursaturation en atome de soluté diminue, ce qui implique une diminution de la force motrice de la réaction de précipitation cellulaire.

Fournelle et Clark [146] considèrent que le développement de la précipitation discontinue se fait sur un joint de grain libre et grâce à la faible courbure existante du joint de grain que la force motrice de migration initiale est produite, ce qui conduit à la formation sur les sites de joint de grain les allotriomorphes suite à l'accumulation des atomes d'indium.

Hamana et al [147] ont étudié l'alliage Cu-15 mass.% In au cours des différents traitements thermiques. Ils ont montré qu'un recuit à 400°C, après trempe à partir de 630°C, conduit seulement à une précipitation discontinue, par contre un pré recuit à basse température permet de développer le mécanisme de précipitation continue lors d'un revenu ultérieur à 400°C. Ce changement de mécanisme a été attribué au fait que la diffusion intergranulaire est défavorisée. Hamana et Choutri [148] ont étudié l'influence de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation de la solution solide sursaturée Cu-15 mass.% In et ils ont constaté que la vitesse de la réaction dépend beaucoup du taux de déformation. Les déformations inférieures au taux critique, ralentissent le processus de décomposition de la solution solide, par contre ceux supérieurs l'accélèrent. Ils ont expliqué ces résultats par l'influence de la migration des joints de grains sur la formation des cellules précipitées.

En général la vitesse de migration des joints de grains dépend fortement du degré de déformation. L'élévation de la vitesse de précipitation dans le cas des déformations élevées est due à l'augmentation de la densité du front de réaction formé à partir du réarrangement des nouvelles dislocations introduites par la déformation plastique. Ces nouveaux fronts de réaction constituent des sites supplémentaires pour la précipitation.

Dans le cas de faibles déformations, la précipitation s'amorce seulement aux joints de grains originaux; la faible déformation stimule la croissance des grains et accélère donc le mouvement du joint de grain. Durant les premiers temps de vieillissement, les joints de grains sur lesquels la croissance des précipités n'a pas encore débutée migrent rapidement et les germes formés ne peuvent pas croître.

Il a été démontré [149] qu'un traitement adéquat effectué sur l'alliage Cu-7.5 at.% In permet le développement de deux mécanismes de dissolution des produits de la précipitation discontinue.

1. Une dissolution discontinue, contrôlée par la diffusion interfaciale, dont les joints de grains migrent vers leurs positions originales laissant derrière eux une solution solide non homogène.

Dans ce contexte Il apparaît, que le critère essentiel pour l'apparition de la précipitation discontinue est la capacité d'une interface de subir la migration activée thermiquement.

2. Une dissolution continue contrôlée par une diffusion en volume.

IV.2. Précipitation discontinue dans le système d'alliages Al-Zn

La précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn a fait l'objet de nombreuses études, ayant contribué à la compréhension des différents mécanismes et cinétiques de cette réaction, tels que croissance, coalescence et dissolution [150,151].

Cependant beaucoup de questions restent posées à cause de la complexité des phases formées, car les transformations dans les alliages Al-Zn sont caractérisées par la formation de phases métastables, ces phases sont sensibles à la vitesse de trempe, à la température d'homogénéisation et au contenu de l'impureté (concentration de l'alliage).

Il est connu qu'après trempe, les alliages du système Al-Zn ne restent pas homogène, dont l'intérieur comprend des lacunes de miscibilité. La matrice CFC forme des fluctuations de concentrations qui sont connues comme des précipités métastables de type zones de Gunier-Preston (zones G.P). Les zones G.P sont définies comme de petits domaines dont la composition en soluté est supérieure à celle de l'alliage initial. Ils sont cohérents avec la matrice appauvrie au point de vue réseau cristallin.

La concentration dans les zones G.P est définie par une lacune de miscibilité métastable et l'existence d'une telle lacune fut mise en évidence pour la première fois par Gerald [152] par la méthode de diffusion centrale des rayons X.

L'apparition des zones G.P provoque un durcissement maximal de l'alliage, par contre l'apparition du précipité intermédiaire provoque son adoucissement et ses propriétés baissent encore d'avantage avec le précipité d'équilibre. Ceci est expliqué par le fait que les zones GP sont beaucoup plus importantes en nombre que les précipités et créent donc des obstacles au mouvement des dislocations.

La version révisée du diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Zn [153] est représentée par la figure 41. C'est un système eutectique caractérisé par une large solubilité du Zinc dans l'Aluminium, La solubilité maximale de l'élément Zn dans l'Al est de 67% à la température eutectique de 381°C (654K).

La solution solide (β) riche en Zn a une solubilité maximale de 2.8% à la température eutectique et a une structure cristalline hexagonale compacte. La lacune de miscibilité existe dans le domaine de la phase α entre 277°C (550K) et 351,5°C (625K).

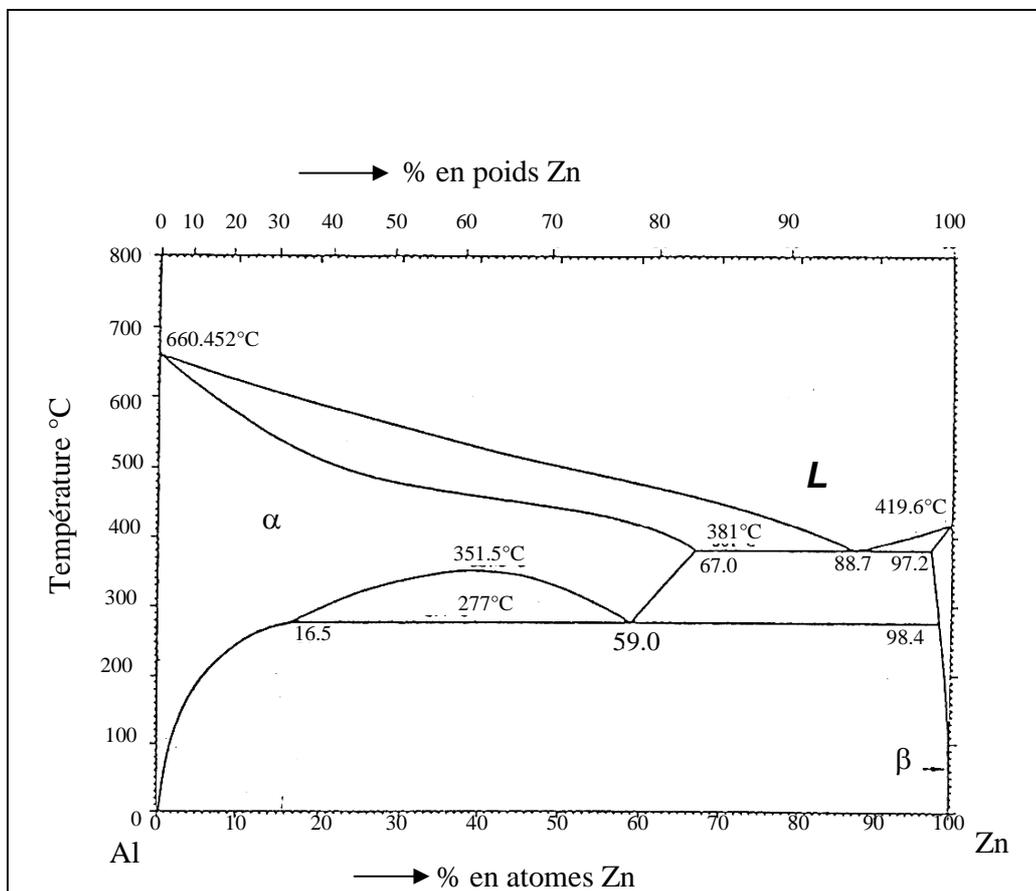


Figure 41. Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Zn [153].

La figure 42 illustre une version plus ancienne du diagramme d'équilibre du même système d'alliage, avec les lignes de solubilité métastable. Les zones G.P et la phase R sont les phases métastables qui se forment par le processus de précipitation continue. L'apparition de ces phases montre le comportement complexe de la précipitation dans le système d'alliages Al-Zn. Les phases métastables apparaissent sous forme de zones de Guinier-Preston et commence souvent par l'apparition de ségrégations ou amas qui conservent la structure de la solution solide α et qui sont totalement cohérents. Telles zones ont été mis en évidence pour la première fois dans le système d'alliages Al-Cu par Guinier et Preston. [154,155].

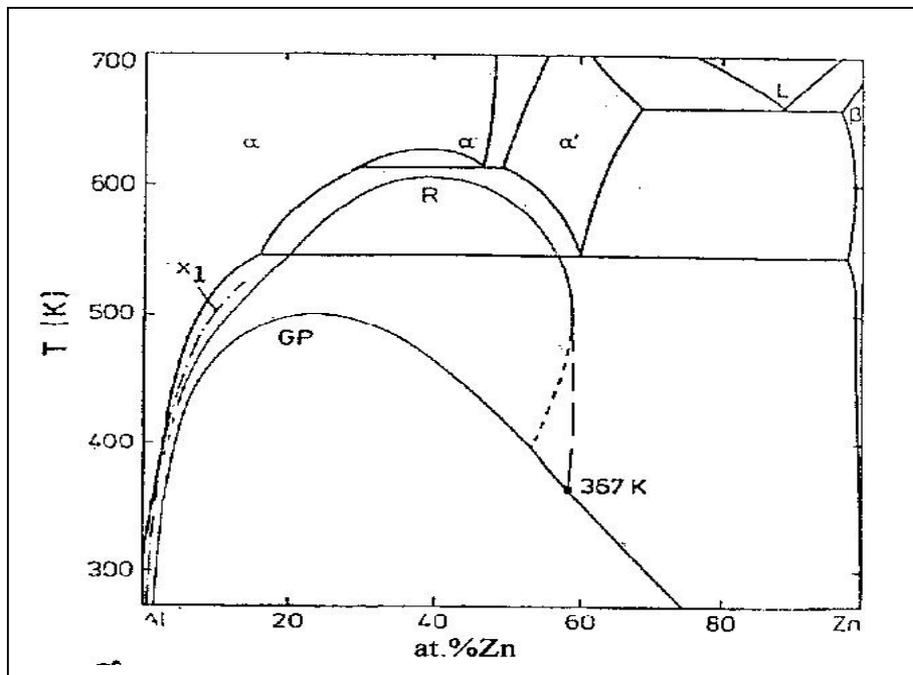
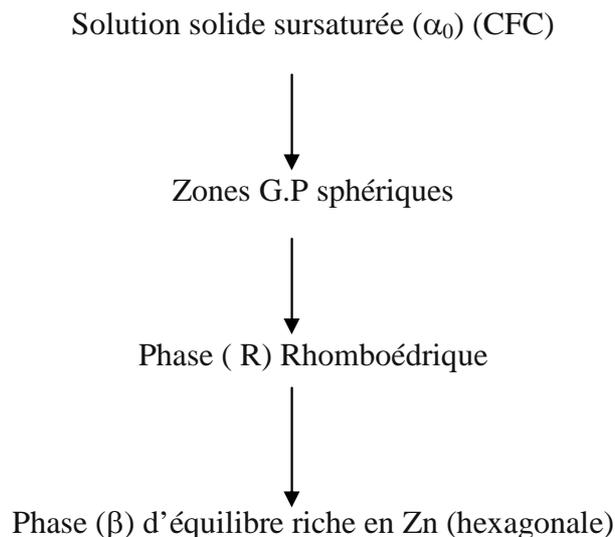


Figure.42. Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Zn avec les lignes de solubilité métastables [153].

La séquence de formation du précipité dans la solution solide d'Al-Zn est la suivante :



La précipitation discontinue dans les alliages Al-Zn est en général réalisée grâce à la phase β sur le joint de grain et beaucoup d'auteurs [154,155] considèrent que le phénomène de précipitation discontinue est dû à la migration du joint de grain, dont la diffusion des atomes de soluté s'effectue sur la limite des joints de grains, qui représente la trajectoire de transport rapide et elle est effective pour permettre la formation cellulaire, par contre la diffusion en volume est en général longue pour la précipitation discontinue.

La précipitation discontinue dans le système d'alliages Al-Zn se produit dans un intervalle de température très petit ($62^\circ\text{C} - 150^\circ\text{C}$) [156,157] au dessus de cette température son apparition est peu probable, mais une exception ou W.Lacom et al [158] ont pu observé une précipitation

discontinue dans ce même système d'alliages à une température de 30°C pour une durée de maintien de 20 heures.

L'inégalité remarquée dans la décomposition cellulaire peut-être attribuée aux différences dans la mobilité des limites de grains. La microscopie électronique à transmission a montré que la transformation discontinue est complète pour tous les alliages contenant plus de 38at%Zn. Outre cela la vitesse de croissance augmente avec l'augmentation de la température de vieillissement et la coalescence discontinue peut se faire à partir d'une précipitation continue et de même la coalescence continue peut retarder l'évolution de la coalescence discontinue. Les caractéristiques de la précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn est la suivante :

- Les précipités se forment sur les joints de grains à grand angle, de même qu'à l'intérieur du grain.
- Les précipités formés sur les joints de grains sont des lamelles parallèles, presque identiques et ayant la même distance interlamellaire.
- Trois types de réaction lamellaire sont observés pour des températures de vieillissement basses. Une morphologie typique de la réaction de précipitation discontinue dans l'alliage Al-15at.%Zn est illustrée par la figure. 43, où on peut distinguer clairement le précipité sur le joint de grain qui indique le début de précipitation. Pendant la migration du joint de grain, une région étroite se trouvant derrière la limite du joint de grain, est épuisée d'éléments de soluté par diffusion, cela résulte en la formation d'une Zone libre irréfléchie adjacente à la limite du joint de grain.

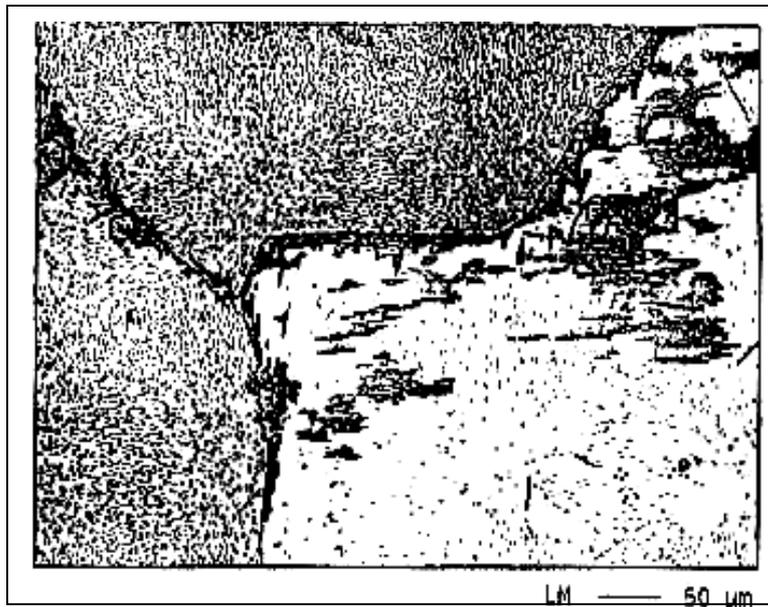


Figure 43. Précipitation discontinue dans l'alliage Al-15 at.% Zn [156,157].

Le mécanisme de Tu et Turnbull est improbable dans ce système d'alliages, un mécanisme alternatif suggéré par Fournelle et Clark [158] serait le plus vraisemblable qui opère dans le système d'alliages Al-Zn. La figure 44 montre un excellent exemple de la précipitation discontinue dans le cas d'alliages Al-15 at%Zn ou le « mécanisme - S » est prédominant.

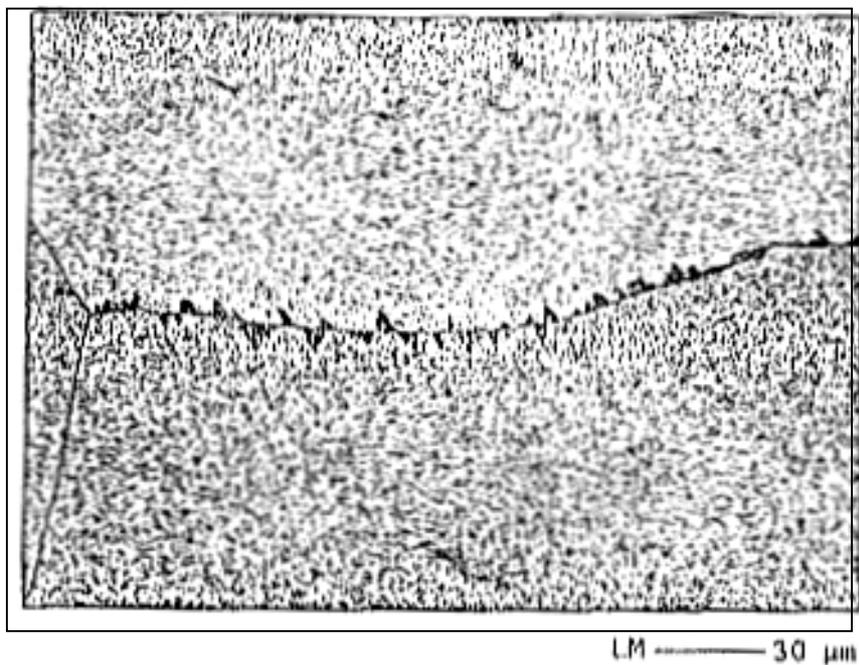


Figure.44. Mise en évidence du «mécanisme - S» lors de la précipitation discontinue dans Al-15at%Zn [156 157].

IV.3. Précipitation et dissolution discontinue dans le système d'alliage Mg-Al

IV.3.1. Précipitation discontinue

La réaction de précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Mg a fait l'objet de nombreuses investigations théoriques et expérimentales ayant contribué à la compréhension des différents mécanismes les gouvernant. Afin de mettre en évidence les différentes phases existantes dans le système d'alliages Al-Mg, considérons le diagramme d'équilibre de ce système (figure.45) [159].

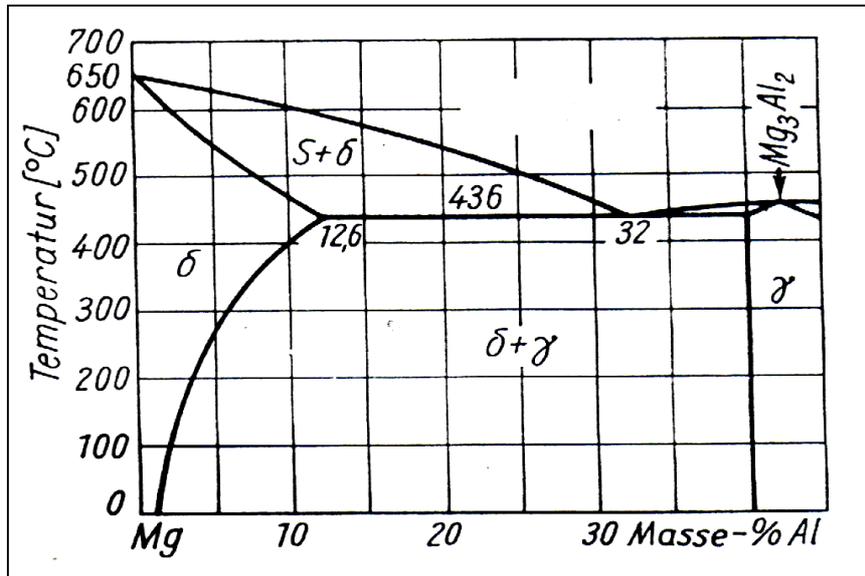


Figure.45. Diagramme d'équilibre du système d'alliages Mg-Al [159].

A la température de 436°C et à une concentration de 32 % d'aluminium, Les cristaux de magnésium δ (α) forment la phase intermédiaire γ (β) (Mg_3Al_2), qui est l'eutectique. La solubilité de l'aluminium à la température eutectique est très élevée (12,64 %), mais elle diminue rapidement avec la diminution de la température, elle est de 2,3 % à 100°C. Les alliages techniques de ce système d'alliages une concentration maximum en aluminium de 10 %. Le recuit d'homogénéisation dans le domaine de la phase δ entre 400°C et 500°C conduit à l'élimination de la différence de concentration en aluminium dans les joints de grains et la matrice. Un refroidissement lent conduit à la précipitation de cristaux de forme ponctuelle et qui croissent par la suite en donnant des lamelles γ (Mg_3Al_2), ayant une structure ressemblant l'eutectoïde perlite de l'acier. Le précipité lamellaire se forme uniquement dans les alliages de ce système avec une concentration en aluminium supérieur à 6%.

L'étude faite par J.Gjonnes [160] a montré que la précipitation discontinue dans ce système d'alliages apparaît uniquement aux hautes et basses températures, tandis que les températures intermédiaires favorisent la précipitation discontinue. Aux hautes températures la précipitation discontinue disparaît parce que la diffusion en volume empêche sa croissance et aussi parce que sa germination devient difficile. A basse température, la précipitation continue qui se produit au

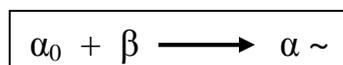
début du recuit bloque l'initiation de la précipitation discontinue. Les valeurs maximales de la microdureté sont obtenues à la fin de la réaction de précipitation, par contre la coalescence des lamelles conduit à une diminution de la microdureté et à une augmentation de la distance interlamellaire sans globalisation.

Comme il est connu, la déformation plastique juste après trempe introduit des défauts dans la matrice conduisant à l'accélération du processus de la précipitation. Cependant dans ce système d'alliage le vieillissement à des températures élevées peut déclencher en plus du processus de précipitation, le processus de recristallisation pouvant entraîner un ralentissement du processus de la précipitation gouvernée par la diffusion. Cela signifie que la recristallisation conduit à la formation d'une nouvelle matrice contenant beaucoup moins de dislocations et à grains plus fins que ceux de l'alliage écroui. Mais la formation de germes d'une nouvelle phase au sein d'une solution solide sursaturée et déformée après trempe, peut s'opposer au mouvement des joints de grain et par conséquent, retarder la recristallisation et conduit à une interaction entre la précipitation et la recristallisation [161]

La précipitation discontinue est peu documentée, elle semble avoir un rôle non général, elle dépend de l'alliage considéré, car elle peut accélérer ou retarder la cinétique de la précipitation discontinue et/ou associée à la recristallisation. Dans ce type d'alliage la prédeformation plastique conduit à la formation de dislocations et macles. Au cours du vieillissement les cellules précipitées sont bloquées par les macles, c'est-à-dire l'existence d'une interaction du front de réaction avec les joints de macles, de même les dislocations deviennent le siège d'une précipitation discontinue.

IV.3.2. Dissolution discontinue

La dissolution discontinue (DD) des phases à l'état solide peut s'opérer en principe à toute température supérieure à la température de solubilité correspondant à la composition de l'alliage. Elle conduit à la migration inverse du front de réaction de la précipitation discontinue (DP) en laissant derrière lui une solution solide non homogène $\alpha \sim$, caractérisée par des fluctuations de concentration. Cette réaction est de la forme :



Dans un alliage du système Cu-Cd, Sulonen [162] observa que le précipité β laisse une trace (ombre) lors de la dissolution discontinue due à la non homogénéité de concentration en soluté dans la zone dissoute et qui disparaîtra après le prolongement de la durée de dissolution. Il arriva à la conclusion que la dissolution discontinue et la précipitation discontinue diffèrent principalement par le stade de germination qui n'est pas une étape nécessaire dans la dissolution discontinue.

Tu et Turnbull [163] remarquèrent lors d'une étude dans un alliage du système Pb-Sn que la force motrice de dissolution diffère d'une cellule de précipité à une autre et cela est dû à la

distance interlamellaire, de même ils définirent une température critique de dissolution inférieure à la température de solubilité. Chuang et al [164] dans une étude sur un alliage du système Ni-In trouvèrent que la dissolution discontinue peut prendre des heures et que la vitesse de la dissolution discontinue est nettement supérieure à celle de la précipitation discontinue.

Pawłowski et Bradai [165,166] ont établi un modèle schématisé de la dissolution discontinue, avec le front de réaction de la précipitation discontinue (RF/DP), les colonies de précipité (IC), le joint de grain original (OGB) (figure.46 et 47). Sulonen [162] observa dans un alliage du système Al-Zn qu'une prédeformation à la dissolution conduit à l'accélération de cette dernière à dominance continue, par contre la réaction de dissolution se fait d'une façon discontinue dans les échantillons non déformés. Dauger [167] trouva lors de la dissolution dans un alliage du même système, que la phase dissoute conduit au durcissement de l'alliage. De même Pawłowski [168] trouva lors d'une étude sur des alliages des systèmes Al-Zn, Cu-Ag, Cu-Ti et Co-Al que la phase dissoute conduit aussi au durcissement de l'alliage, la fragmentation des lamelles β cause les mêmes effets et que les propriétés mécaniques après la dissolution discontinue dépendent étroitement des propriétés avant la dissolution.

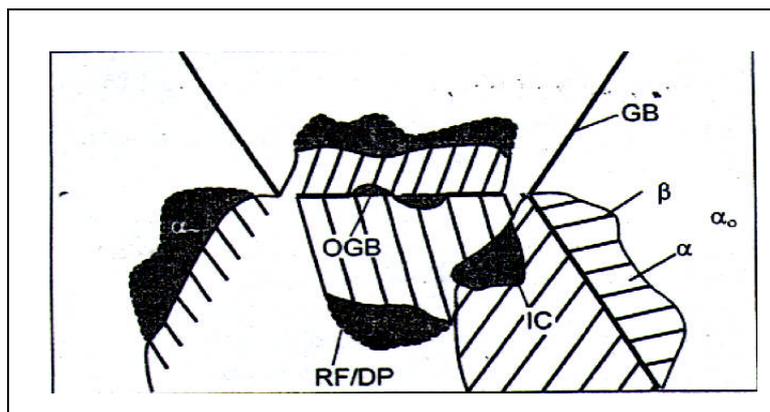


Figure.46. Représentation schématisée de la dissolution discontinue [166]

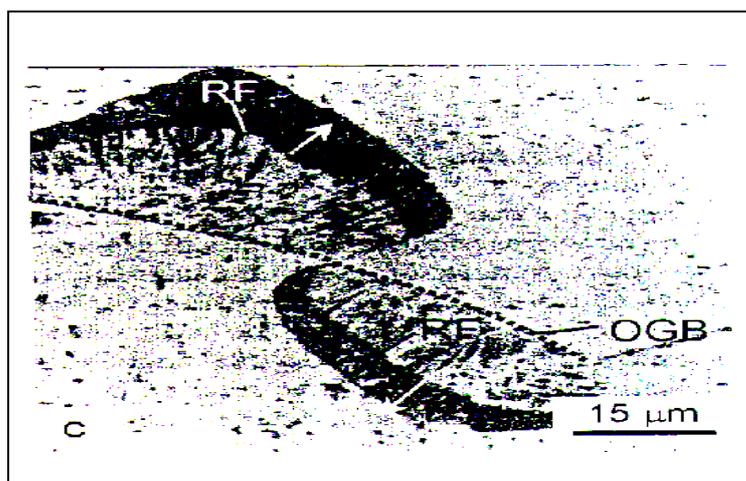


Figure.47. Dissolution discontinue dans l'alliage Mg-10 mass.% Al [166].

V.4. Précipitation dans le système d'alliage Al-Si-Cu

Plusieurs alliages commerciaux de fonderie contiennent à la fois du cuivre et du silicium comme élément principaux d'alliage. Les défauts et les criques dans les pièces coulées ou soudées à base d'alliage Al-Si-Cu sont fortement dépendants de la composition. Ce type de défauts apparaît en grand nombre près de la limite de solubilité, lorsque la quantité d'eutectique présente est minimal. Aucun composé ternaire (Al-Si-Cu) est formé ; les phases en équilibre avec l'Aluminium sont CuAl_2 et Si.

Un alliage de composition eutectique contient de 26 à 31 et de 5 à 6.5 % de Si ; il se solidifie entre 520 et 525°C. La solubilité du Si dans le CuAl_2 , ou du cuivre et l'aluminium ensemble, dans le silicium, est fort probablement faible.

La composition de l'alliage seule n'est pas suffisante pour conférer au matériaux les propriétés mécaniques requises pour les applications industrielles, c'est pourquoi on a recours à des traitements thermiques, qui selon les cas produisent un adoucissement ou un durcissement, ainsi que les changements de comportements vis-à-vis de la résistance à la corrosion de la fatigue, du fluage de l'allongement. [169]. Les atomes de cuivre (Cu) dissout en solution se précipitent selon la température de vieillissement dans la matrice en formant une nouvelle phase de précipité $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$.

selon la figure 48, la phase $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ ne se forme pas instantanément mais après une certaine durée de vieillissement et suivant la séquence ci dessous, il se forme des phases ou zones de Guinier Preston Θ' en premier, le schéma technologique de la précipitation dans le système d'alliage donnée par la (figure 49).

Homogénéisation des cristaux mixtes (500°C) —————> solution sursaturée en atome de cuivre (20°C) —————> vieillissement —————> zones de Guinier Preston.

La structure dendritique de cet alliage est caractérisée par des dimensions de 20 μm .

La taille de grain est d'environ 0.4mm. On note que l'espace interdendritique contient également des précipités Al_2Cu et de composés intermétallique. Le processus de coalescence peut se résumer par : solution solide sursaturée (ssss) \rightarrow zonesGP \rightarrow Θ' \rightarrow Θ .

Θ (phase stable). Un résumé de la cristallographie de ces phases se trouve dans le tableau ci-dessous. On rappelle que le durcissement structural est principalement en fonction de la cohérence ou non de ces composées avec la matrice [170].

Phase	composition chimique	cristallographie	morphologie
Θ''	Al_2Cu	Quadratique (a=0.404nm, c=0.769nm)	disques
Θ'	Al_2Cu	Quadratique (a=0.407nm, c=0.581nm) Tétragonale (a=0.404nm, c=0.580nm)	Plaquettes
Θ	Al_2Cu	Quadratique (a=0.606nm, c=0.487nm)	sphéroïdes

Tableau de la morphologie cristallographique des phases

La coalescence des précipites durcissants est contrôlée par la diffusion des divers éléments chimique on solution dans l'alliage et par les énergies interfaciales entre matrice et précipites.

Si un alliage est maintenu à une température de vieillissement constante, la concentration des atomes de soluté dans la matrice est voisine de celle donnée par le diagramme d'équilibre binaire. Donc, à fraction volumique constante, si le nombre de particules diminue et que leur taille augmente, c'est pour minimiser l'énergie totale du système en diminuant l'énergie d'interface .On sait en effet qu'à volume égal, beaucoup de petites particules ont une aire (et donc une énergie) bien supérieure à quelques grosse particule [171].

Les composés intermétallique sont très pénalisants pour la durée de vie en fatigue de la culasse, car ils sont beaucoup plus durs que le reste de l'alliage et sont des sites d'amorçage de fissure préférentiels par décohésion avec la matrice et effet d'entaille des composés en aiguille, localisés dans les joints de grain et l'eutectique et se trouvent sous forme d'écritures chinoises, De petites aiguilles /plaquettes ou encore de cristaux polygonaux.

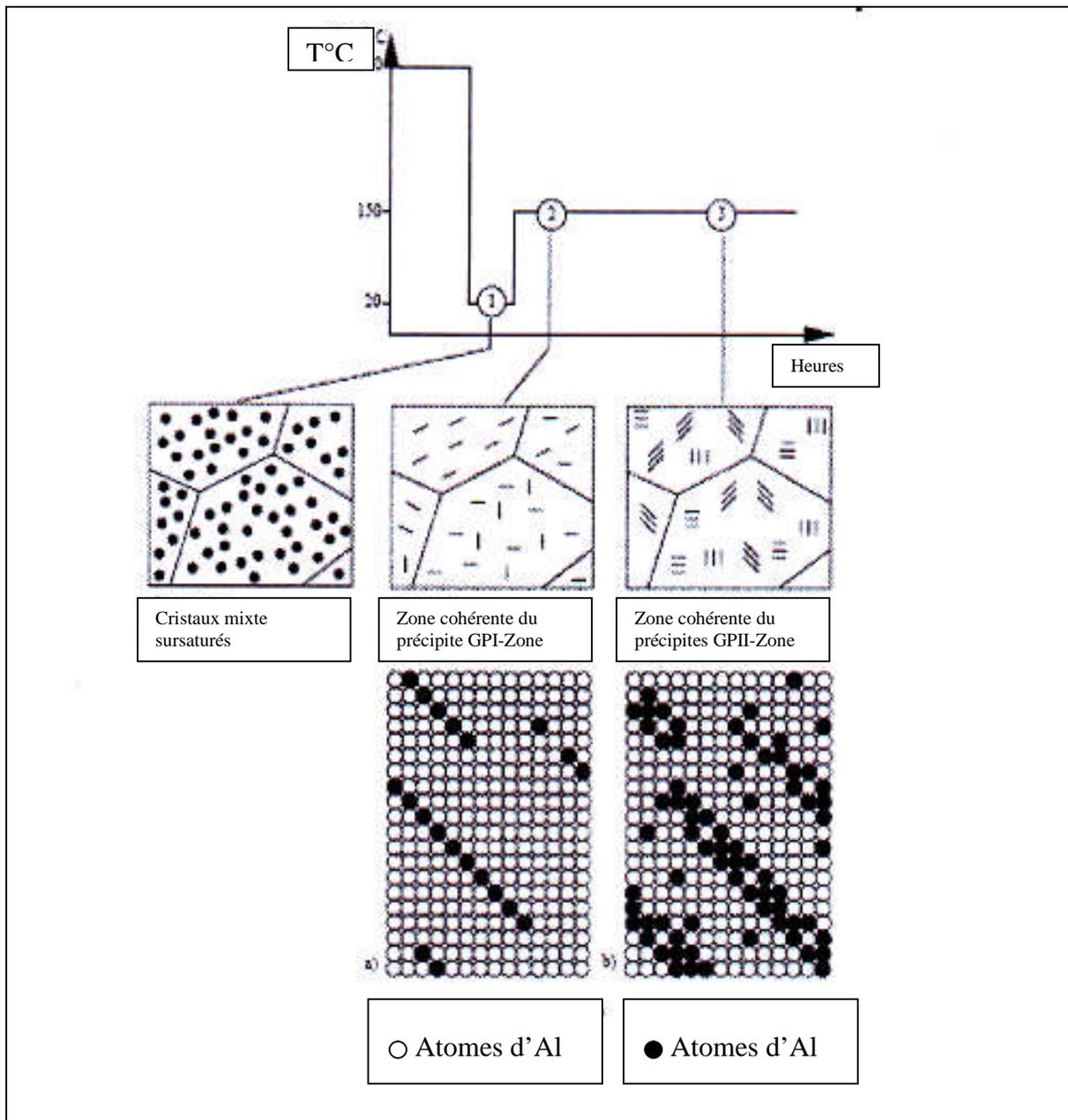


Figure.48. Etapes possibles de la précipitation dans les systèmes d'alliages Al-Si-Cu [172].

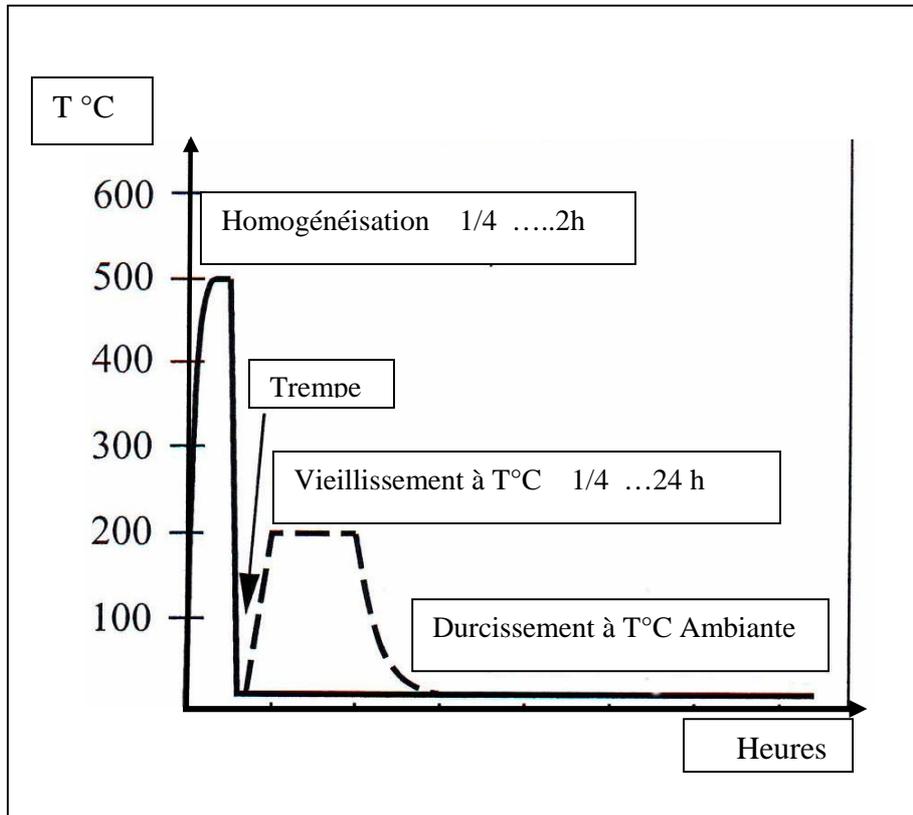


Figure.49. Schéma technologique du durcissement (précipitation) dans le système d'alliage Al-Si-Cu

V. METHODES EXPERIMENTALES, RESULTATS ET INTERPRETATION

V.1. Alliages étudiés et méthodes expérimentales

V.1. 2. Alliages étudiés

Notre choix s'est porté sur quatre alliages : Cu-4,6at.% In , Al-15 at.% Zn, Mg-8at.% Al et Al-Si 8at.%Cu3at. %

A) L'alliage Cu-4,6 at.% In

L'alliage en question est l'alliage Cu- 4,6 at.-% In , préparé par fusion sous atmosphère inerte (Argon) à partir du cuivre (5N5Cu) et de l'indium (5N5In) très purs. Les échantillons destinés aux travaux expérimentaux sont trempés avec une structure monophasée, c'est-à-dire homogénéisés pendant 21 jours à $T = 620\text{ }^{\circ}\text{C}$ ensuite trempés dans l'eau glacée.

B) L'alliage Al-15 at.%Zn

Il est élaboré par fusion sous atmosphère inerte (Argon) à partir de l'aluminium (3NAL) et du Zinc (4N₅ Zn) très purs. Les lingots obtenus à subit un premier recuit d'homogénéisation pendant 2 jours à $T= 360^{\circ}\text{C}$, suivi d'un deuxième recuit d'homogénéisation pendant 21 jours à $T= 440^{\circ}\text{C}$ et d'une trempe dans une solution methanol-sel-glace à $T= -10^{\circ}\text{C}$.

C) L'alliage Mg-8 mass. % Al

L'alliage Mg-8wt. % Al est préparé par fusion sous atmosphère inerte à partir des composants (Al et Mg) de haute pureté. Les lingots obtenus ont été homogénéisés à 440°C pendant 44 heures et trempés dans l'eau glacée. Ensuite vieilli à $T_c^{\circ} = 220^{\circ}\text{C}$ pendant 50 heures

D) L'alliage Al - 8%Si - 3%Cu

L'alliage en question a été élaboré aux laboratoires de l'institut de métallurgie de TU-Freiberg (Allemagne) à partir du Aluminium Silicium et du Cuivre très pure, sous forme de lingots cylindriques de diamètre de 10 mm. Au point de vue historique, ils ont subit un recuit d'homogénéisation à 550°C pendant 50 heures suivi d'une trempe à l'eau glacée, donc les échantillons destinés aux travaux expérimentaux sont trempés avec une structure monophasée.

V.2. Traitements thermomécaniques

Afin que les échantillons ne subissent pas d'oxydation lors des traitements thermiques (traitement de recristallisation, traitement de recuit de vieillissement et dissolution du précipité) un ensemble de recuit sous vide à été conçu à cet égard. (figure.50).

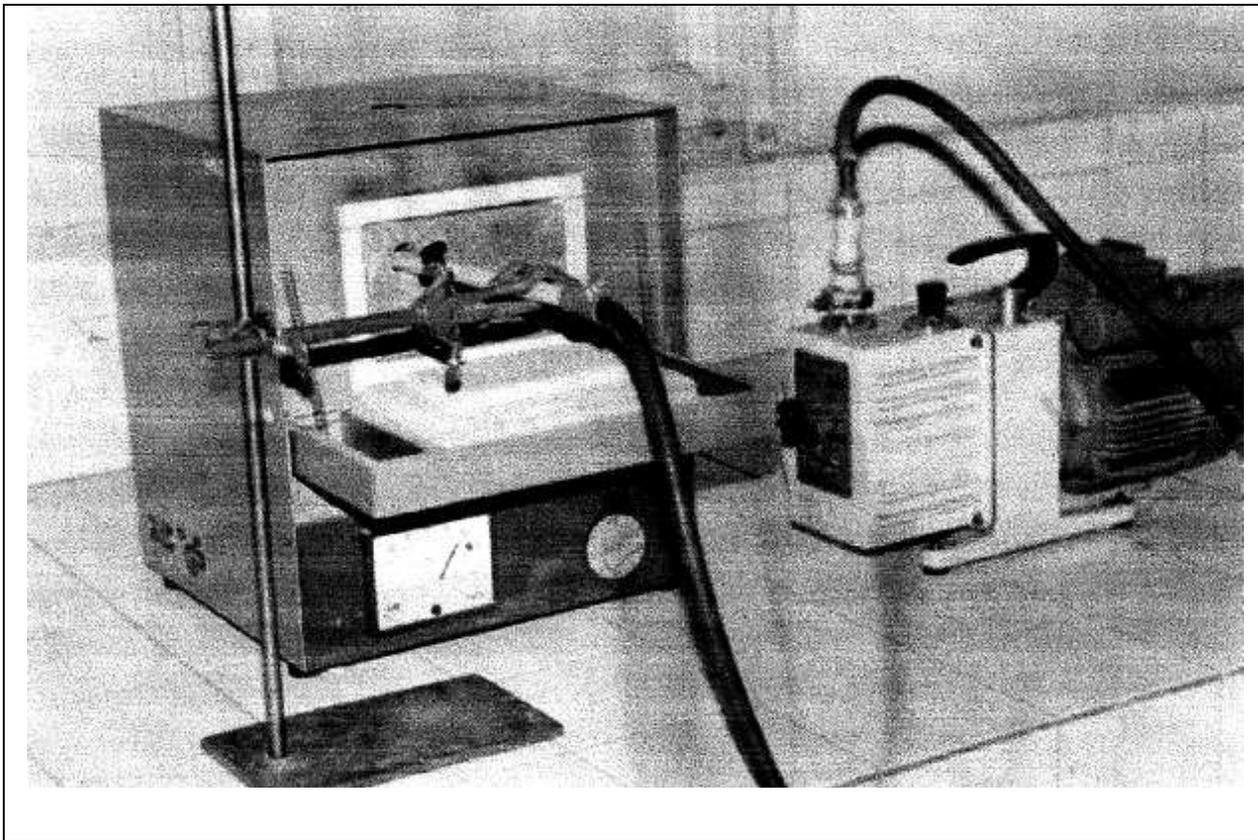


Figure.50. Ensemble de traitements thermiques (Four + Pompe à vide)

Dans le but de mettre en évidence l'influence du taux de déformation sur les mécanismes de la précipitation et de la recristallisation, la déformation des échantillons est obtenue par laminage a froid.

V.3. Préparation des échantillons

Pour les observation aux microscopes optique, les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs de différentes granulométries du 180 au 1000, ensuite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée de granulométrie 4, 1 et ½ . Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par un réactif approprié voir tableau ci-dessous

Systèmes d'alliages	Réactif et composition	Durée d'attaque en secondes
Cu-In	HNO ₃ à 40 %	10 à 15
Al-Zn	Réactif de Keller en ml (HF 05 HCl 09, HNO ₃ 22 et Eau distillée 74)	10 à 15
Mg-Al	Réactif de Keller	7 à 12
Al-Si-Cu	Acide fluorhydrique + glycérine	10 à 20

Tableau des Principaux réactifs utilisés

V.4. Méthodes expérimentales

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- La microscopie optique.
- La microdureté Vickers (HV).

V.4.1. Microscope optique (MO)

L'utilisation du microscope optique (figure.51) nous à permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains, forme et répartition des précipités mouvement du joint de grain) durant les traitements thermomécaniques, et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissements.



Figure.51. Microscope Optique

V.4.2. Microdureté Vickers (HV)

La microdureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté

$$H=F/S$$

Nous avons utilisé un microduromètre Vickers du type Wolpert, (figure.52) équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte sur la phase désirée et par la suite mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir des tableaux appropriés au microduromètre en question.

Les variations de microdureté avec les traitements thermiques peuvent-être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV= 1854.4 P/d^2$$

Où :

P : charge appliquée (gf).

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μm).



Figure.52. Appareil de la microdureté

V. 5. Précipitation dans l'alliage Cu-4,6at.% In

Les échantillons destinés aux travaux expérimentaux sont homogénéisés pendant 21 jours à la température de 620°C, ensuite trempé dans l'eau glacée, on a utilisé différents échantillons déformés par laminage à froid pour la mise en évidence de l'effet de la déformation sur les mécanismes de la précipitation discontinue.

Les traitements de vieillissement sont effectués à une température de 400°C, suffisante pour provoquer uniquement la précipitation discontinue. L'évolution structurale et celle de des propriétés mécanique lors des différents stades des traitements ont été suivies par la microscopie optique et la microdureté.

La température de vieillissement de 400°C a favorisé uniquement la précipitation discontinue (lamellaire) et pas d'autre précipité à autre morphologie et quelque soit le taux de la déformation des échantillons (figures.53, 54 et 55).Le mécanisme de plissement cité en bibliographie a été observé, c'est à dire dans les premiers temps de germination le joint se plisserait localement pour absorber le précipité, ce qui confirme une précipitation due à une dynamique du joint de grain. Les (figures.53, 54 et 55) montrent la formation d'une cellule lamellaire à partir d'un joint de grain de la matrice sursaturée α_0 progressant à l'intérieur du grain et elle est constituée des deux phases α et δ , sous forme d'agrégats à structure lamellaire alternée. La croissance des lamelles est plus remarquée dans les échantillons déformés que dans l'échantillon non déformé, c'est une croissance en largeur aboutissant à des ourlets étroits.

La densité importante de dislocations introduite par déformation plastique dans l'alliage en question, ainsi que la température de vieillissement de 400°C ont pu stimuler le processus de diffusion et de croissance du précipité lamellaire dans tous les échantillons quelque soit leur taux de déformation (figures.53, 54 et 55).

Cependant l'effet de la température et du taux de déformation est très clair, car le processus de germination est beaucoup plus accéléré pour les échantillons déformés est plus particulièrement pour les taux de déformation élevés.

L'évolution de la microdureté ,la (figure.56) montre clairement le durcissement structural de tous les échantillons lors de la précipitation discontinue, cependant ce durcissement est relativement important avec l'élévation du taux d'écrouissage.

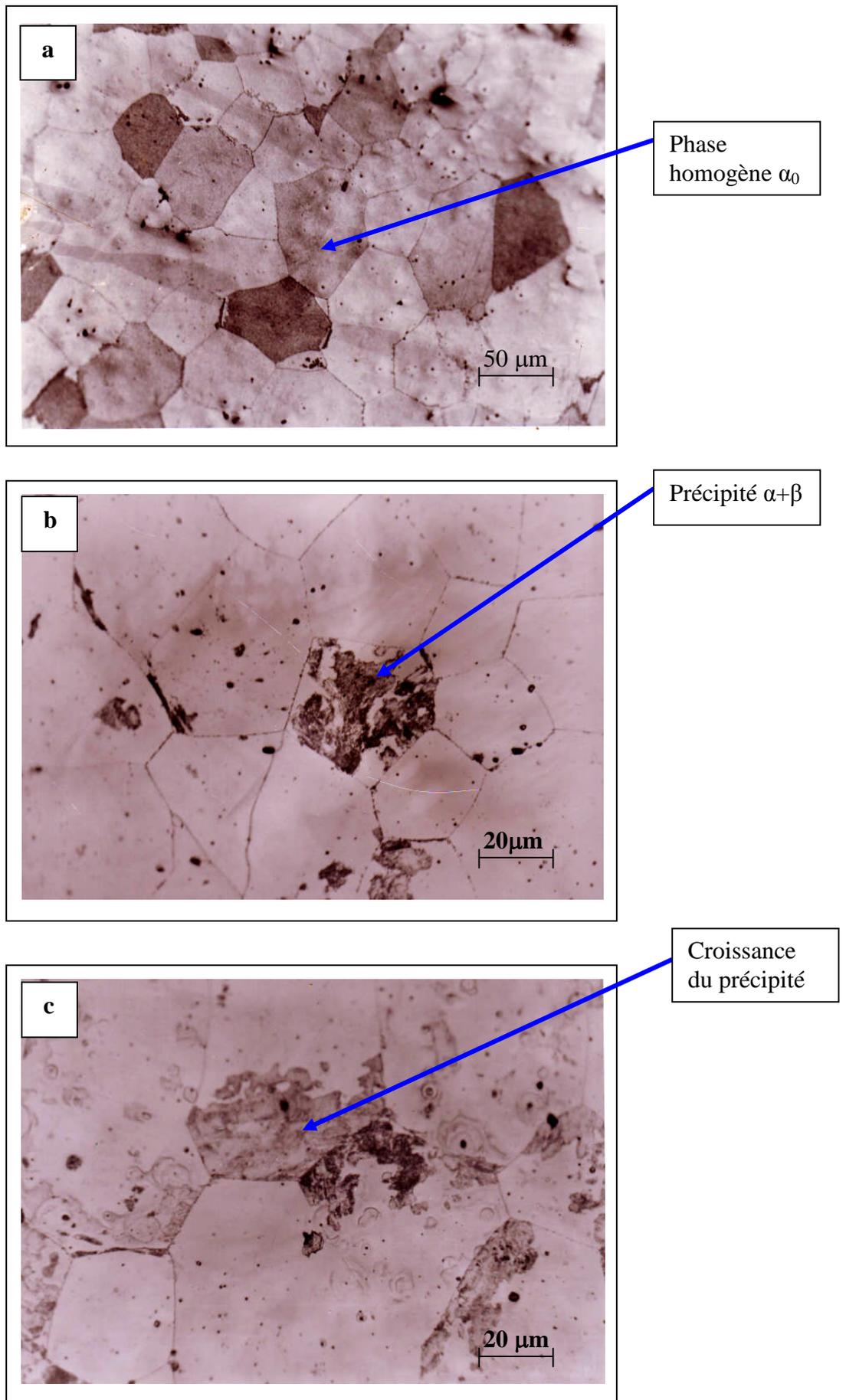


Figure.53. Evolution structurale de l'alliage Cu-4.6At.-%In, homogénéisé pendant 21 jours à 620°C , trempé dans l'eau glacée(a) , ensuite vieilli à 400°C pendant 56 heures (b)et pendant 74 heures (c)

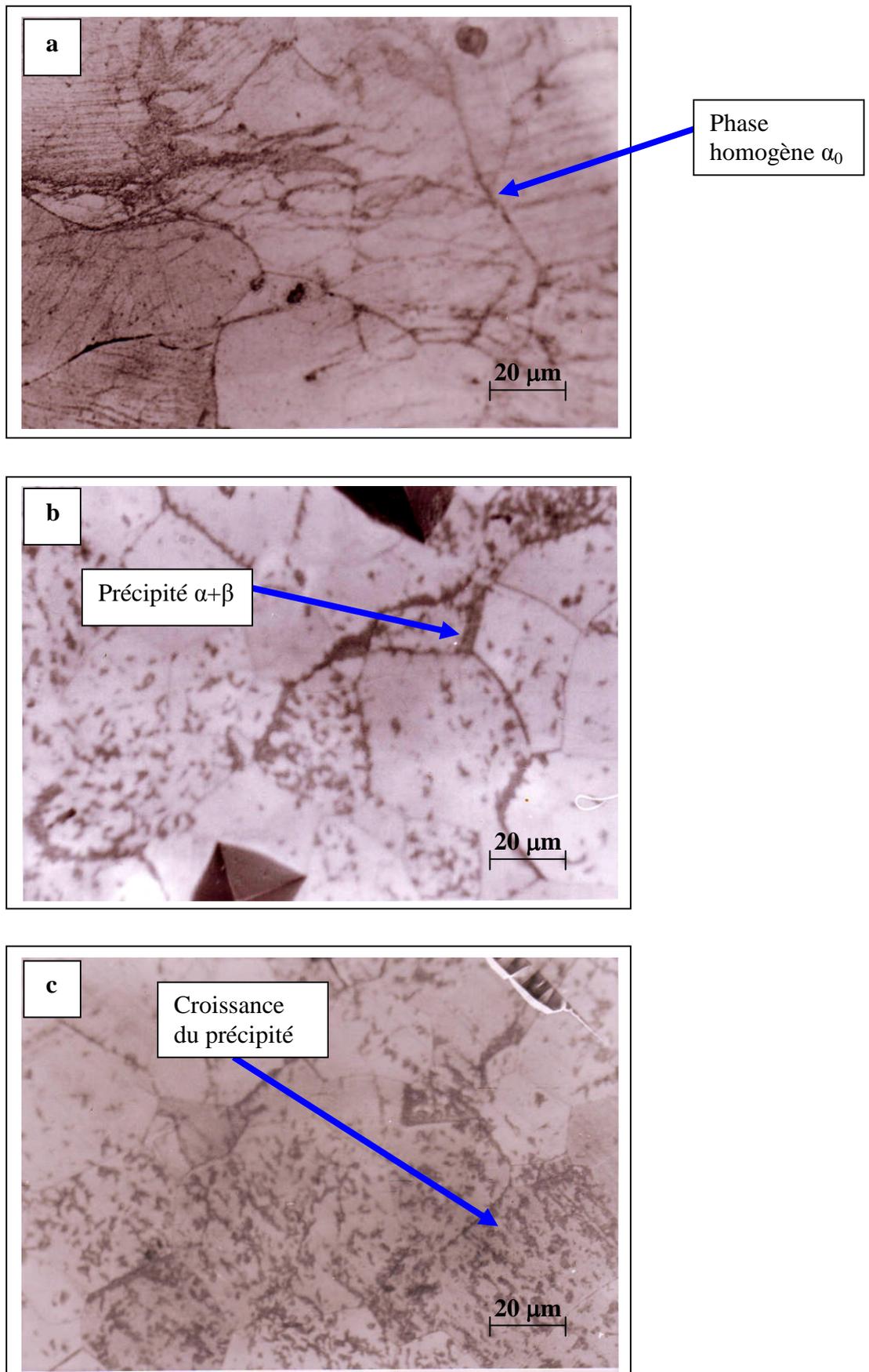


Figure.54. Evolution structurale de l'alliage Cu-4.6At.-%In, homogénéisé pendant 21 jours à 620°C, déformé de 15% trempé dans l'eau glacée, (a), ensuite vieilli à 400°C pendant 56 heures (b) et pendant 74 heures (c)

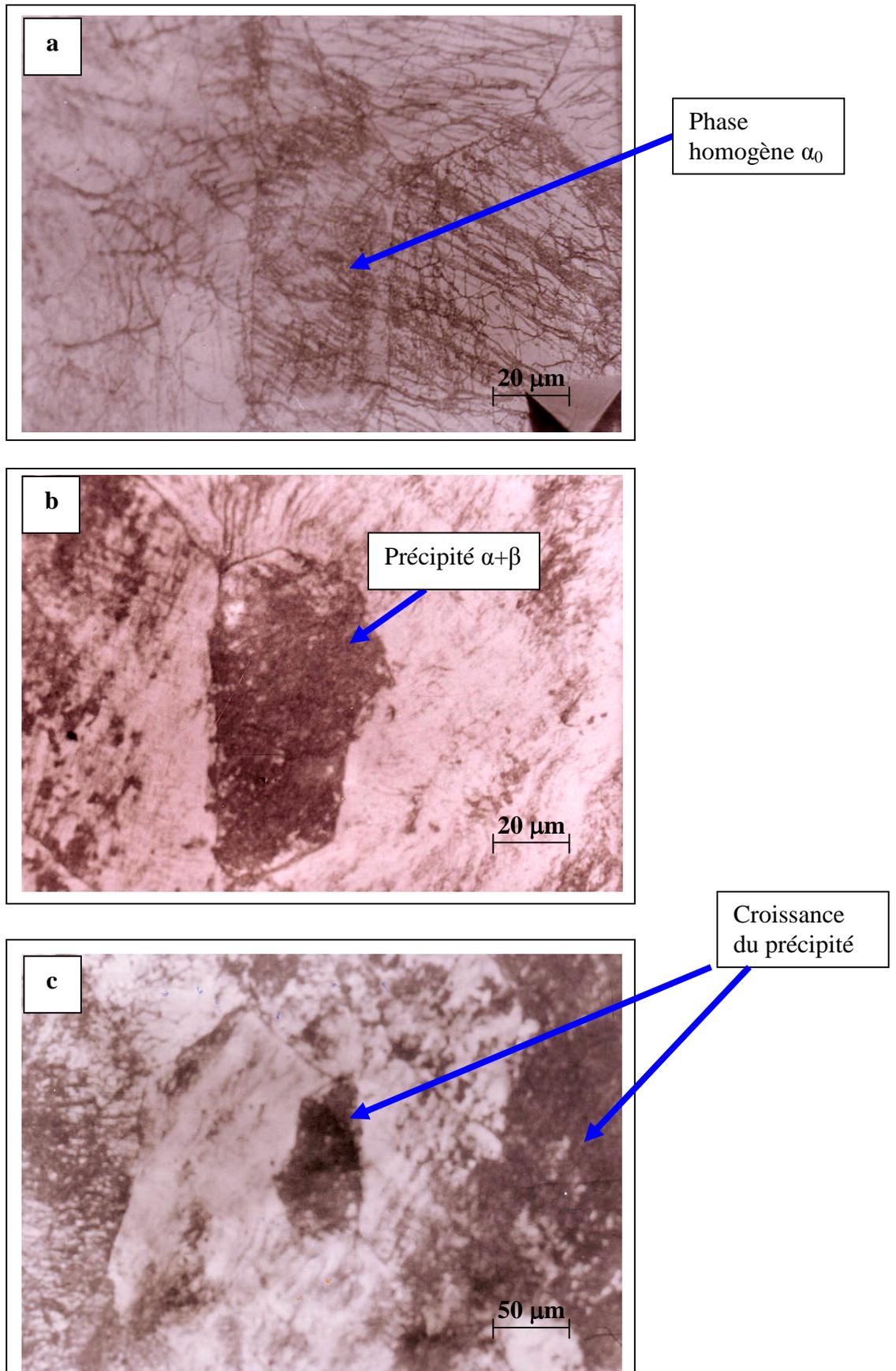


Figure.55. Evolution structurale de l'alliage Cu-4.6At.-%In , homogénéisé pendant 21 jours à 620°C , déformé 65 % trempé dans l'eau glacée, (a) , ensuite vieilli à 400°C pendant 56 heures (b) et pendant 74 heures (c)

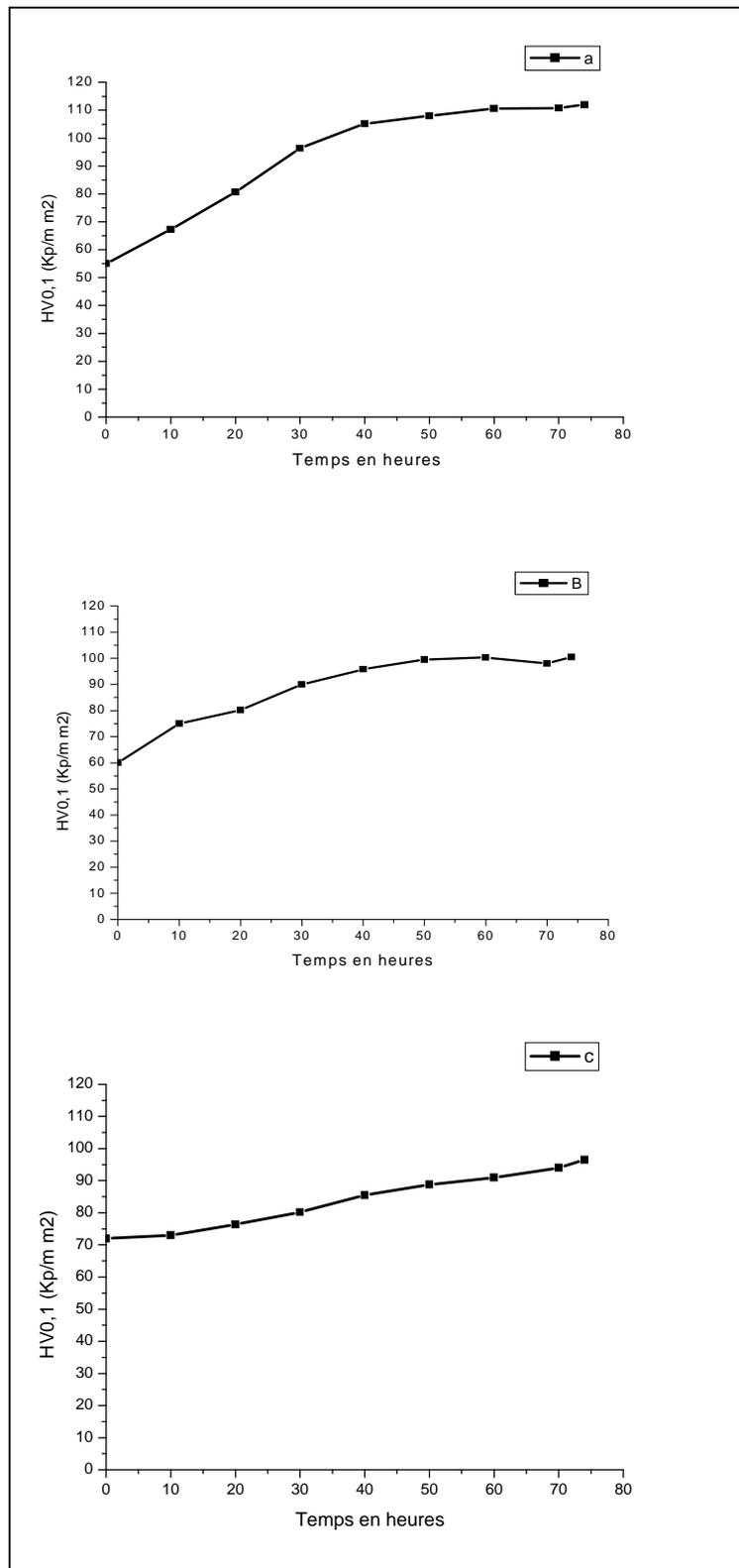


Figure.56. Evolution de la microdureté $HV_{0,1}$ en fonction de la durée de recuit de vieillissement de l'alliage Cu-4.6 at.%In , homogénéisé pendant 21 jours à $T= 620^{\circ}\text{C}$, trempé à l'eau glacée ensuite recuit à $T= 400^{\circ}\text{C}$,(a) échantillon non déformé, (b) échantillon déformé de 15% (c) échantillon déformé de 65%

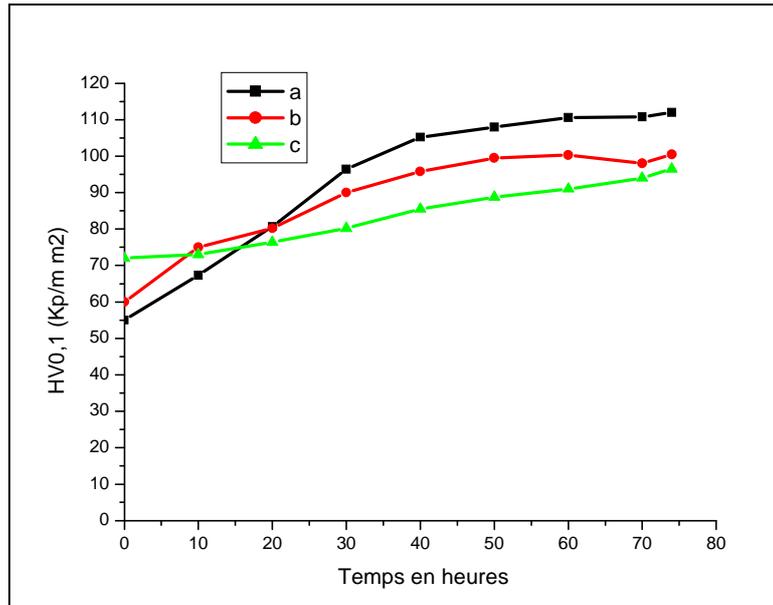


Figure.56. Evolution de la microdureté $HV_{0,1}$ en fonction de la durée de recuit de vieillissement de l'alliage Cu-4.6 at.% In, homogénéisé pendant 21 jours à $T= 620^{\circ}\text{C}$ trempé à l'eau glacée ensuite recuit à $T= 400^{\circ}\text{C}$,(a) échantillon non déformé, (b) échantillon déformé de 15% (c) échantillon déformé 65% .

V.6. Dissolution dans l'alliage Mg-8at.% Al

L'alliage Mg-8mass.% Al est préparé par fusion sous atmosphère inerte à partir des composants (Mg et Al) de haute pureté. Les lingots obtenus ont été homogénéisés à 440°C pendant 50 jours, ensuite trempés dans l'eau glacée. Les échantillons destinés aux travaux expérimentaux ont subi une deuxième homogénéisation à 440°C pendant 36 heures, trempés dans l'eau glacée, ensuite vieilli à 220°C pendant 50 heures. Les conditions du recuit de dissolution sont obtenues simultanément à partir de la littérature et du diagramme d'équilibre du système d'alliage Mg-Al. Pour la mise en évidence de l'effet de la température sur les mécanismes de la dissolution, on a choisi trois différentes températures 295°C , 285°C et 275°C .

Les observations microscopiques ont montrées que les températures de 295°C , 285°C et 275°C utilisées pour le développement de la dissolution du précipité lamellaire dans l'alliage Mg-8 mass.% Al, vieilli à 220°C pendant 50 heures, ont montré que la dissolution se fait selon le mode discontinu et à partir du joint de grain (figure.57). Les joints de grains sont caractérisés par un plissement pour absorber le précipité lors de leur mouvement inverse et le mécanisme développé dans ces conditions est à simple couture (figure.58). Cependant la vitesse de dissolution discontinue est nettement supérieure à celle de la précipitation discontinue et l'effet de la température est uniquement remarquable sur la vitesse de dissolution, plus la température

est élevée, plus le processus de dissolution est accéléré. De même la phase dissoute a conduit pour toutes les températures utilisées à une chute de la microdureté HV (figure.59).

Les résultats obtenus montrent que la dissolution du précipité lamellaire dans l'alliage Mg-8 mass.% Al se fait suivant le mode discontinu et le mécanisme à simple couture pour les trois cas de température. Elle débute à partir d'un joint de grain caractérisé par un plissement pour absorber le précipité lors de son mouvement inverse. L'effet de la température est remarquable uniquement sur la vitesse de dissolution et dont la phase dissoute a conduit à une chute de la microdureté HV.

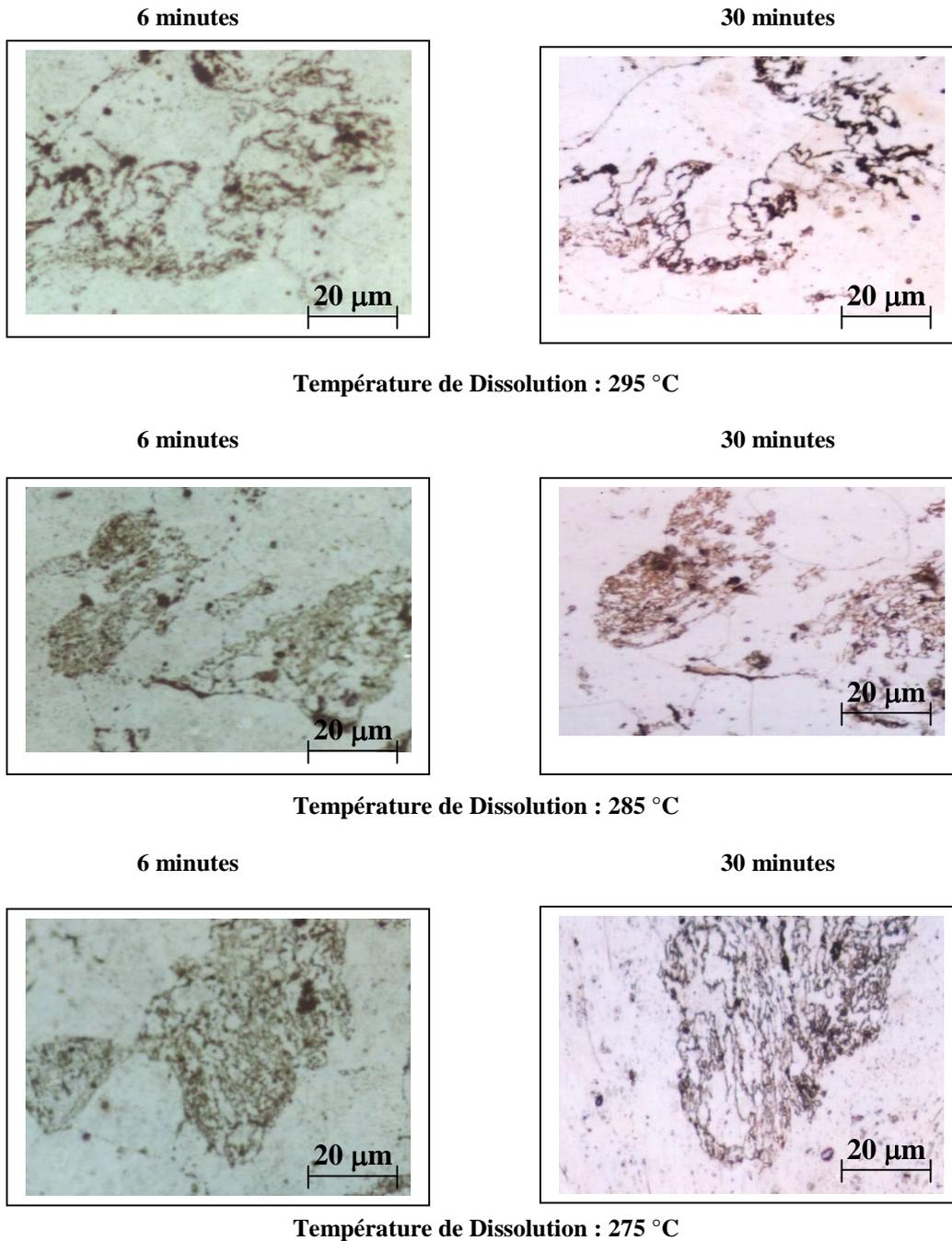


Figure.57. Evolution structurale de l'alliage Mg-8 mass.% Al, homogénéisé à 440 °C pendant 36 heures, trempé dans l'eau glacée, vieilli à 220 °C pendant 50 heures, ensuite recuit à 295 °C, 285 °C et 275 °C.

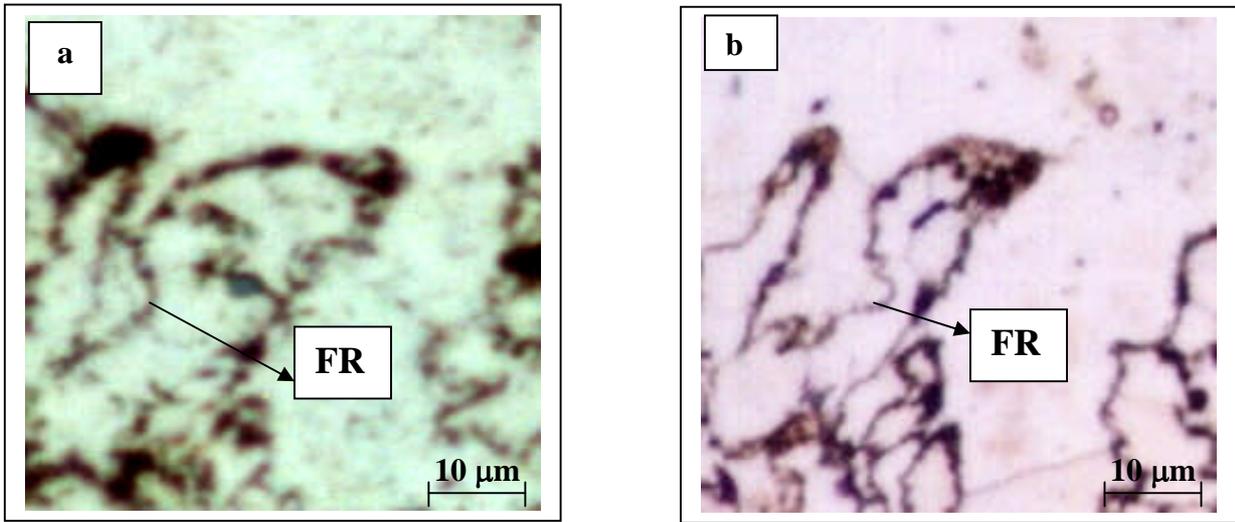


Figure.58. Evolution structurale de l'alliage Mg-8 mass.% Al, homogénéisé à 440 °C pendant 36heures, trempé dans l'eau glacée, vieilli à 220 °C pendant 50heures, ensuite recuit à 295 °C pendant 6 minutes (a) et pendant 30 minutes (b).

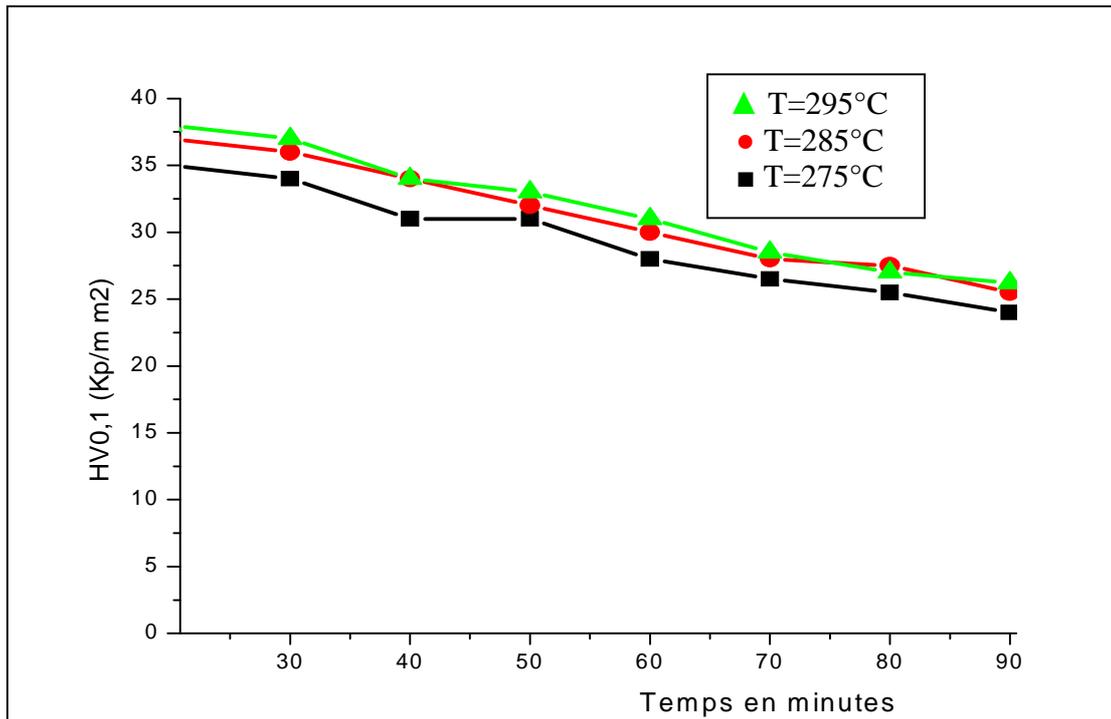
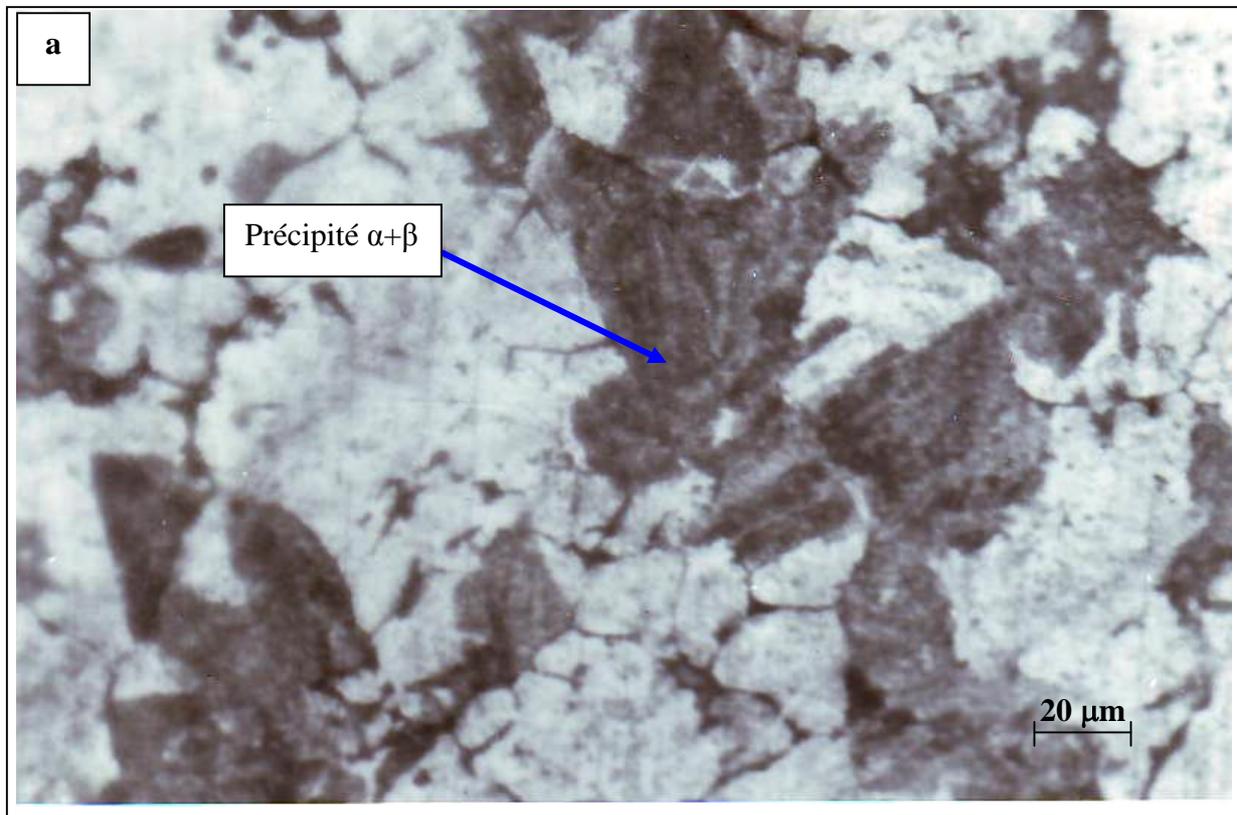


Figure.59. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Mg-8 mass.% Al, homogénéisé à 440 °C pendant 36heures, trempé dans l'eau glacée, vieilli à 220 °C pendant 50 heures, ensuite recuit à 295 °C, 285 °C et 275 °C

V.7. Dissolution d'alliage Al-15at.% Zn

Les lingots obtenus ont subi un premier recuit d'homogénéisation pendant 2 jours à $T=350^{\circ}\text{C}$, suivi d'un deuxième recuit d'homogénéisation pendant 21 jours à $T=450^{\circ}\text{C}$ et d'une trempe dans une solution méthanol-sel-glace à $T=-10^{\circ}\text{C}$, ensuite déformé de 35% et vieilli à 150°C pendant 72 heures et enfin recuit pendant 30 minutes.

La température de recuit de 295°C a conduit à une dissolution contrôlée par une diffusion en volume avec immobilité du joint de grain (figure.60), donc le mode de dissolution continu est le plus probable dans ce type d'alliage et à cette température. La dissolution est accompagnée d'un durcissement de l'alliage sans aucun changement de la taille des grains (figure.61). Cependant le temps de maintien optimal pouvant conduire à une dissolution complète peut-être estimé plus exactement par diffraction des rayons X.



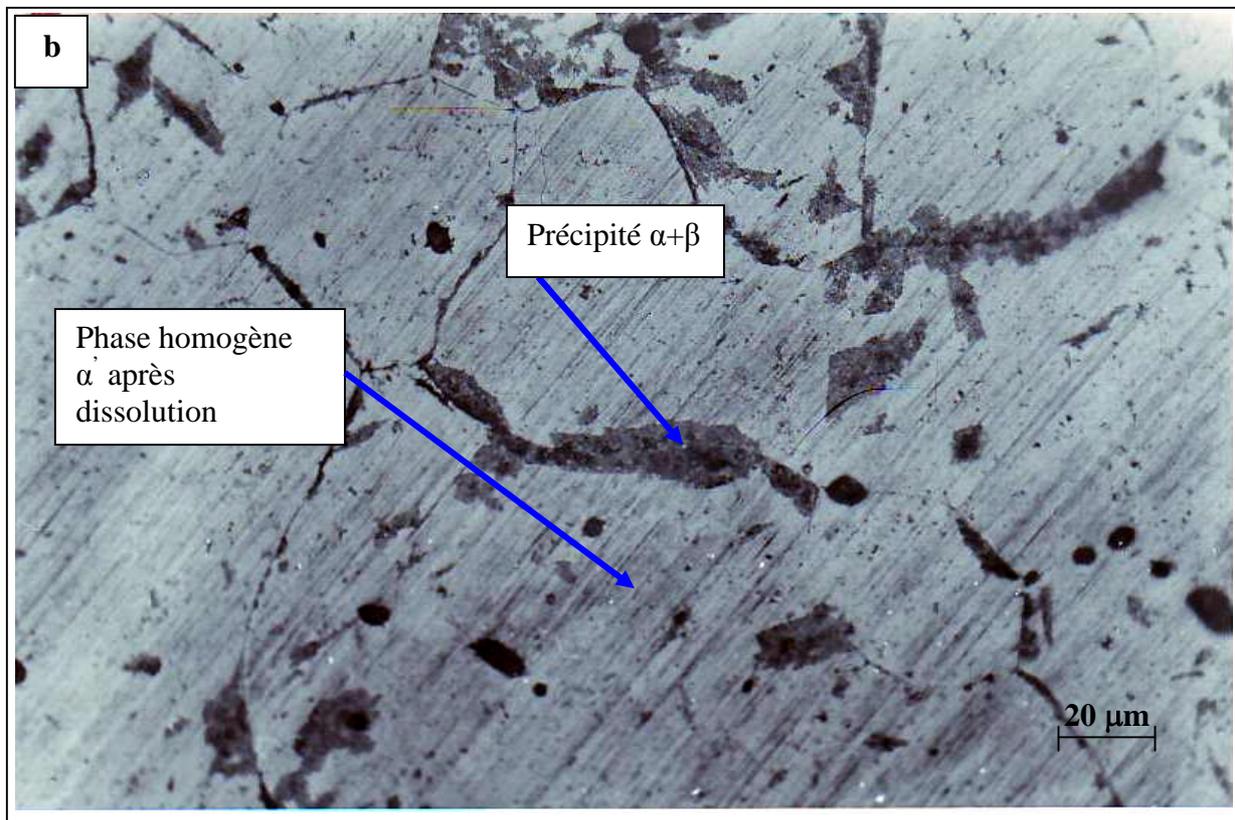


Figure.60. Evolution structurale de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 450°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 35% ensuite vieilli à 150°C pendant 72 heures (a) et enfin recuit à 295°C pendant 30 minutes (b).

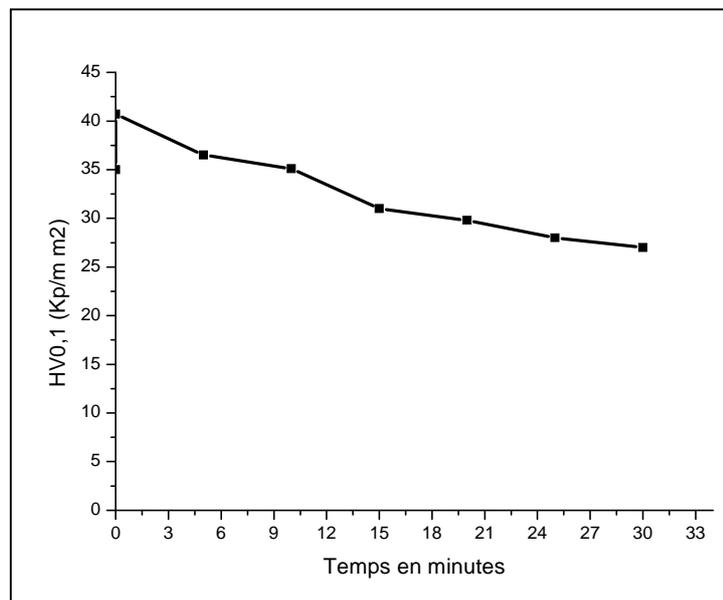


Figure.61. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 450°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 35%, ensuite vieilli à 150°C pendant 72 heures et enfin recuit à 295°C pendant 30 minutes.

V.8. Précipitation dans l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.%

L'alliage en question a été élaboré aux laboratoires de l'institut de métallurgie de TU-Freiberg (Allemagne) à partir du Aluminium Silicium et du Cuivre très pure, sous forme de lingots cylindriques de diamètre de 10 mm. Au point de vue historique, ils ont subi un recuit d'homogénéisation à 550°C pendant 50 heures suivi d'une trempe à l'eau glacée, donc les échantillons destinés aux travaux expérimentaux sont trempés avec une structure monophasée. Outre cela, pour la mise en évidence de l'effet du taux de déformation sur les mécanismes et cinétique de la précipitation, différents échantillons ont été utilisés

- a) non déformé b) déformé de 20% b) déformé de 70%.

La déformation et effectuée par laminage à froid le tableau ci-dessous indique le composition chimique de l'alliage utilisé

Elément	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Ca	Sr
% At	7.8	3	0.31	0.47	0.24	0.24	0.2	0.0005	0.010

Tableau de composition chimique de l'alliage utilisé

Le microscope optique et le microdurete sont les principales méthodes d'analyse utilisées dans cette partie de travail. Les résultats obtenus montrent d'une part que l'alliage en question se décompose suivant le mode discontinue et avec comme phase précipitée, la phase intermétallique Al_2Cu . La décomposition se fait sur les joints de grains et d'autre part le taux de déformation à une influence remarquable sur la vitesse de précipitation. Plus le taux est élevé plus la précipitation et accélérée (figure 62, 63 et 64).

La morphologie du précipite et du type Rosette et la même pour tous les échantillons. La réaction de précipitation se ralentit pour les échantillons après une certaine durée de recuit de vieillissement, probablement à cause de la totalité du soluté dissout. Cependant il existe une corrélation entre la précipitation et les propriétés mécanique tels que la microdureté, car les mesures de la microdureté ont montré que la précipitation discontinue conduit à une élévation de la dureté de l'alliage (figure.65 et 66)

La phase stable θ (Al_2Cu) ne se forme pas instantanément, mais après une certaine durée de vieillissement et suivant une séquence organisée, c-à-d ils se forment les phases métastables (θ'' et θ') appelées zone de Guinier Preston [173], ensuite la phase stable Al_2Cu .

La phase précipité Al_2Cu diminuant fortement la ductilité de l'alliage et donc considérée nuisible aux propriétés mécaniques.

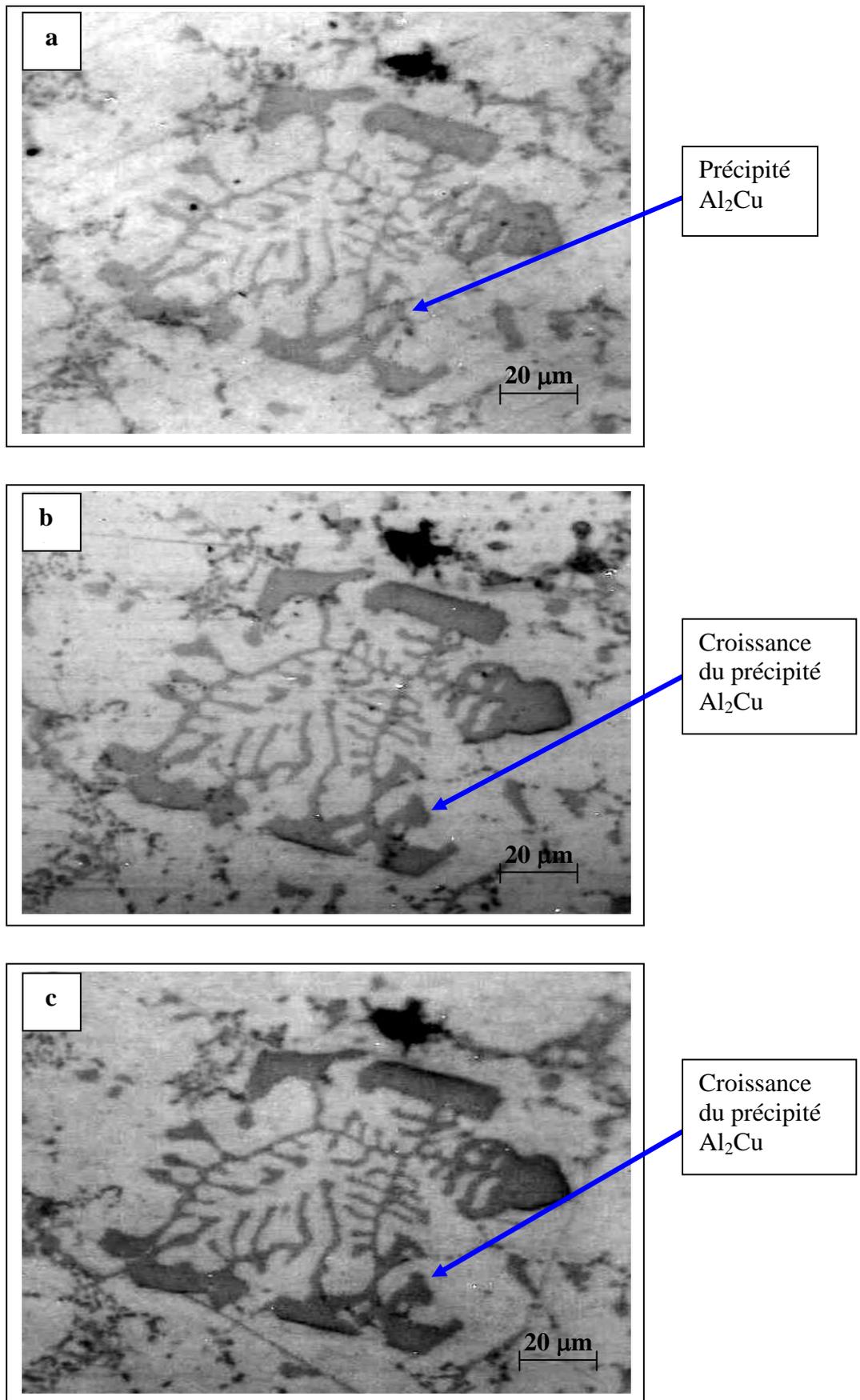


Figure .62. Evolution structurale de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% homogénéisé à 550°C pendant 50 heures, ensuite vieilli à 220°C pendant 72 heures (a) , pendant 150 heures (b), pendant 270 heures (c)

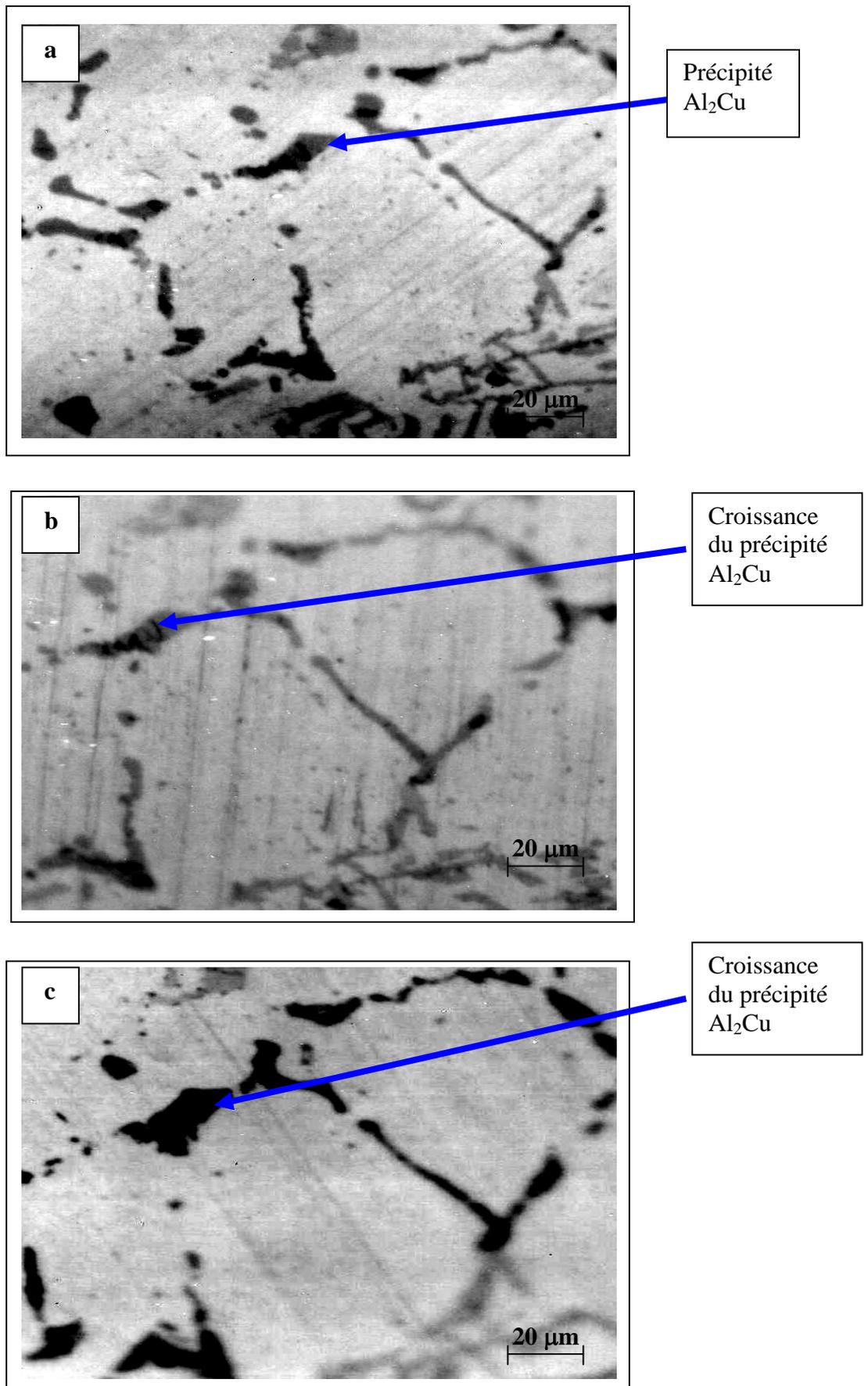


Figure.63. Evolution structurale de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% déformé de 20% homogénéisé 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C pendant 72 heures (a) , pendant 150 heures (b), pendant 270 heures (c)

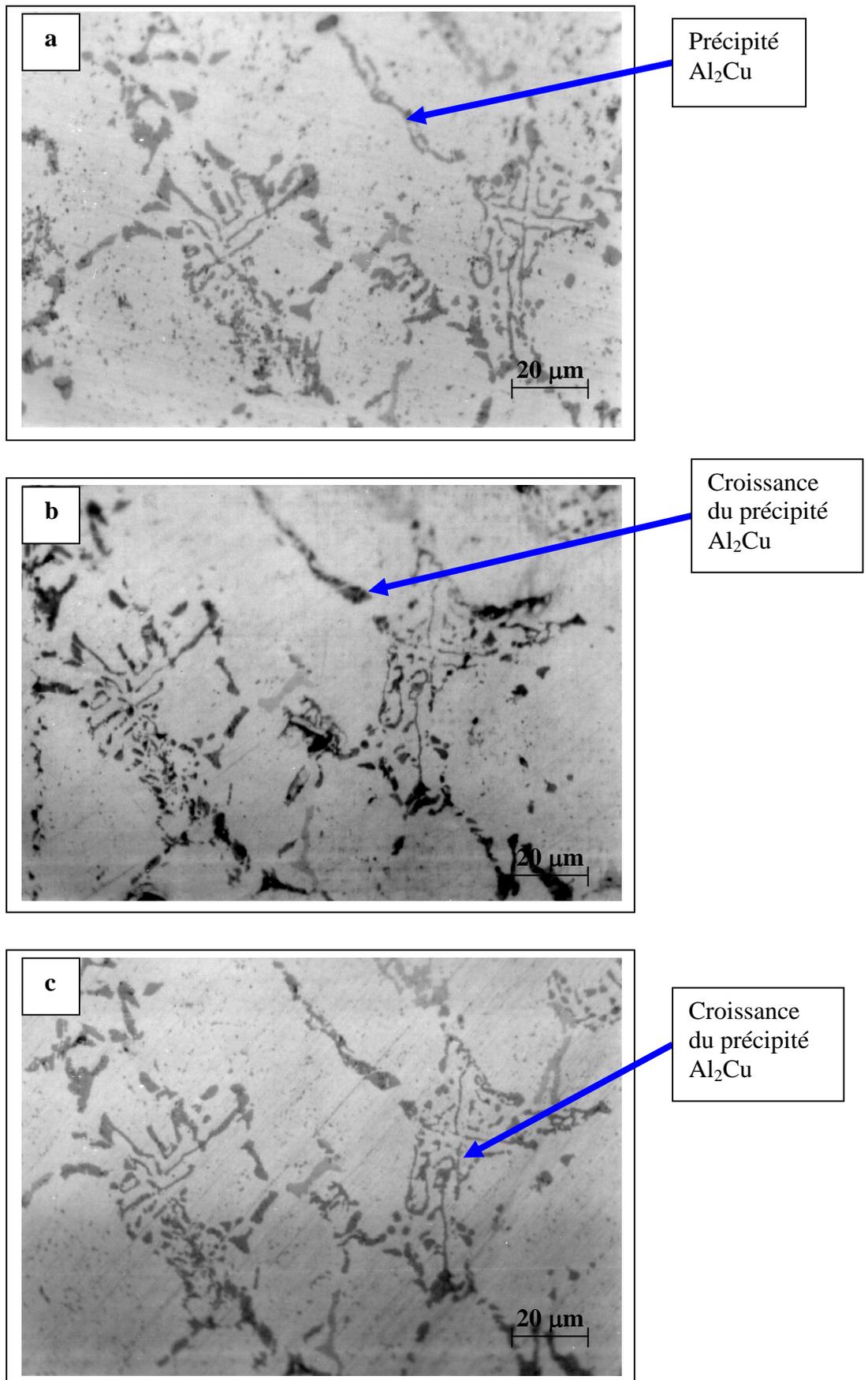


Figure.64. Evolution structurale de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% déformé de70% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C pendant 72 heures (a) , pendant 150 heures (b), pendant 270 heures (c)

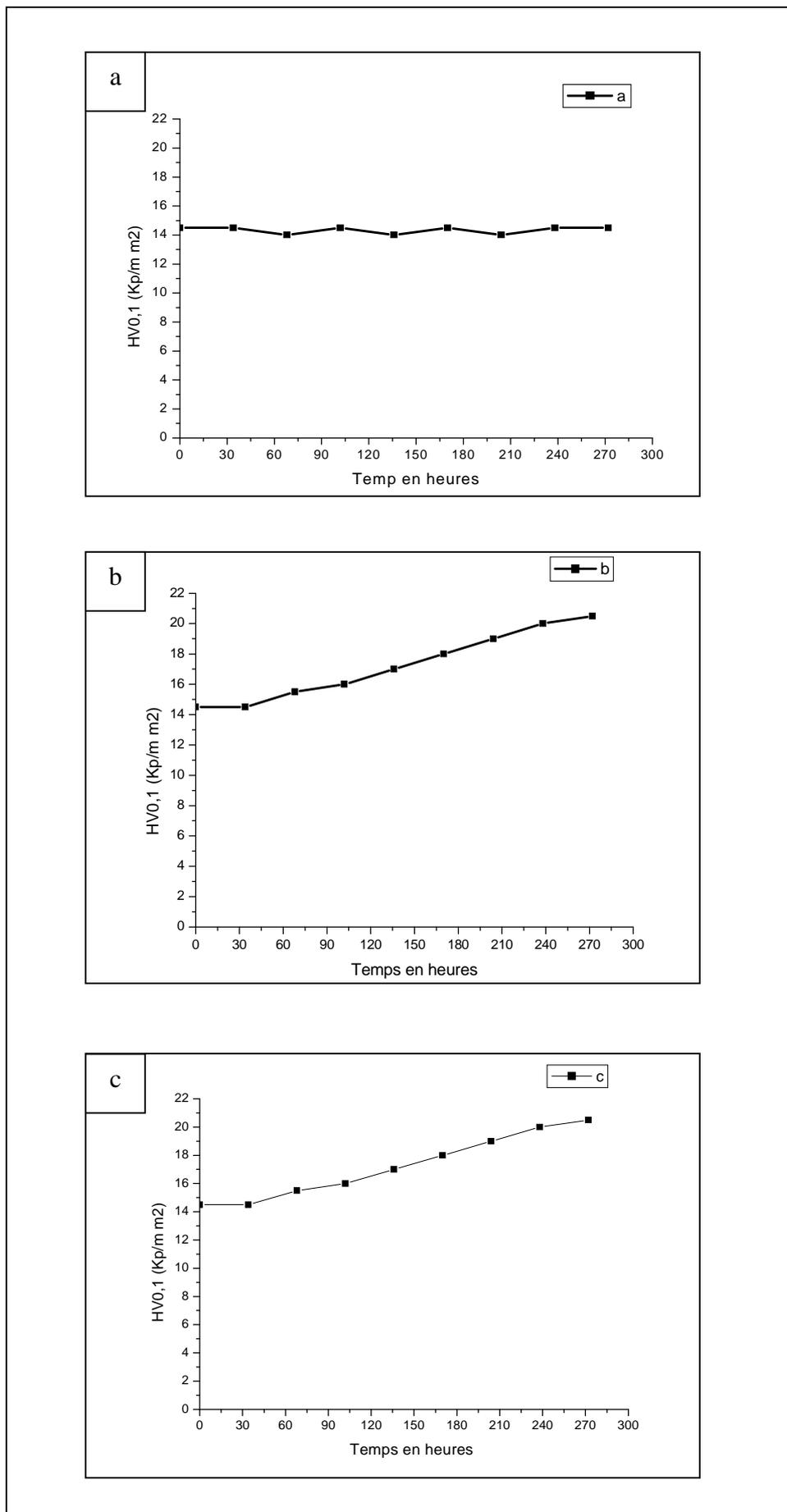


Figure.65. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C (a) non déformé ,(b) déformé de 20% (c) déformé de 70%

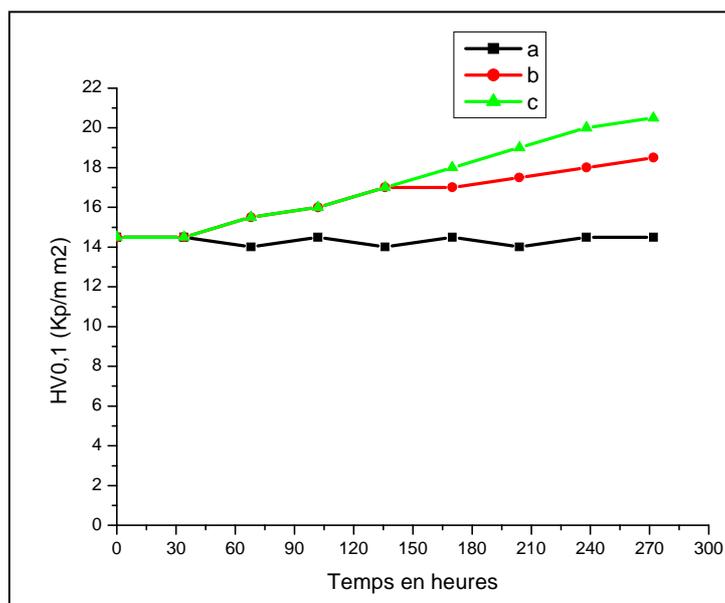


Figure.66. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C (a) non déformé ,(b) déformé de 20% (c) déformé de 70%

V.9. Dissolution dans l'alliage Al-Si 8at. %Cu3at.%

Les échantillons utilisés à cet égard ont subi une recuits d'homogénéisation à $T = 550^{\circ}\text{C}$ pendant 50 heures, suivi d'une trempe à l'eau glacée ensuite recuit à $T = 220^{\circ}\text{C}$ pendant 270 heures .Le but de ce travail est de mettre en évidence, d'une part l'effet de la température sur le vitesse de dissolution et d'autre part l'effet de la dissolution sur la dureté HV.

Les résultats ont montré que la phase intermétallique Al_2Cu se dissout aux température choisit de 480°C et 520°C qui sont proche de la température de mise en solution 550°C .

Les (figures.67 et 69) montrent que la vitesse de dissolution croît avec l'augmentation de la température, car durant le traitement à hautes températures le transfert de masse du corps dissous se produit dans des secteurs d'énergie élevée. Le mode de dissolution discontinue et le mode le plus probable dans ce type d'alliage et il conduit à une dissolution contrôlée par une diffusion en volume. La dissolution est accompagnée dans les deux cas de température par un adoucissement de l'alliage (abaissement de la dureté HV) (figure.68 et 70).

Cependant le temps de maintien optimal pouvant conduire à une dissolution complète peut-être estimé plus exactement par diffraction des rayons X.

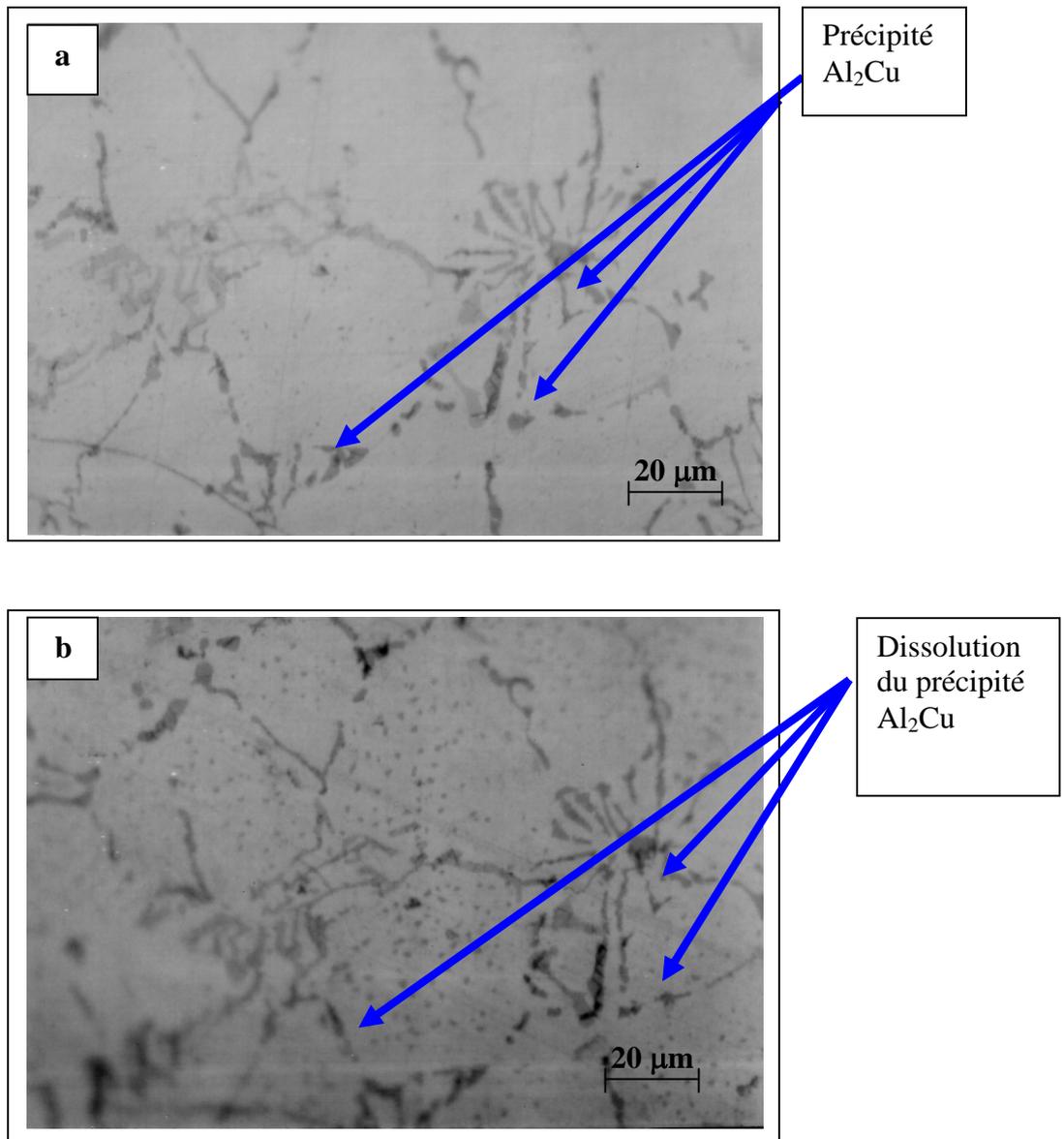


Figure.67. Evolution structurale de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% déformé de 20% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite recuit à 220°C pendant 270 heures (a) , et recuit à 480 pendant 16 minutes (b)

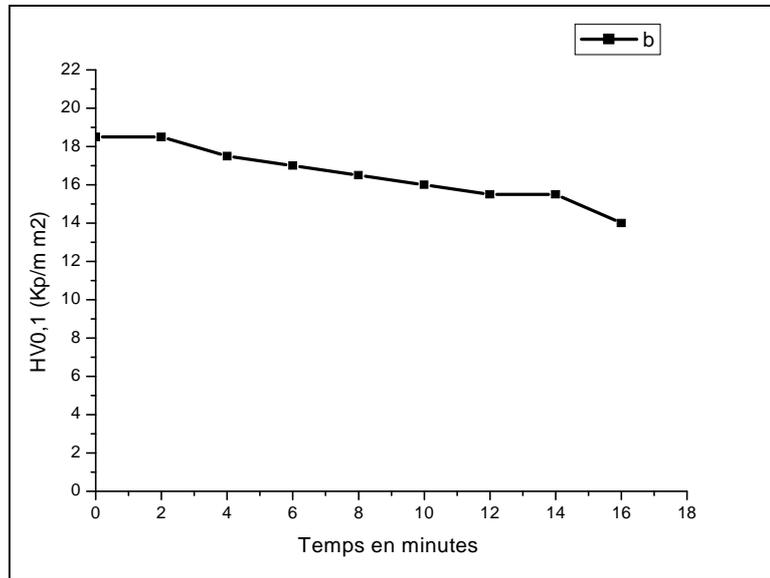


Figure.68. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-Si8at.%Cu3at.% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C pendant 270 heures et recuit à 480 pendant 16 minutes

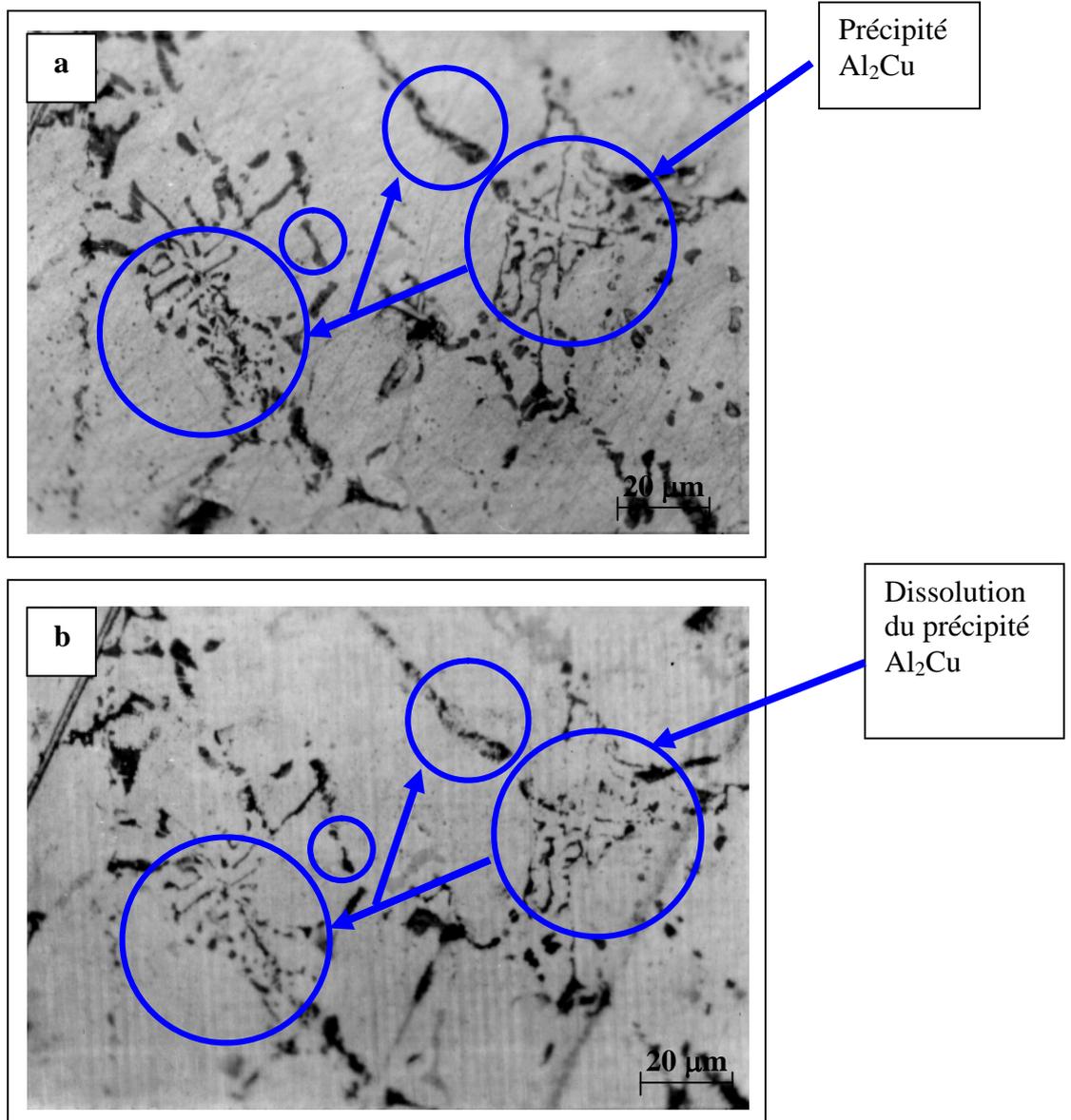


Figure.69. Evolution structurale de l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.% déformé de 70% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite recuit à 220°C pendant 270 heures et recuit à 520 pendant 16 minutes.

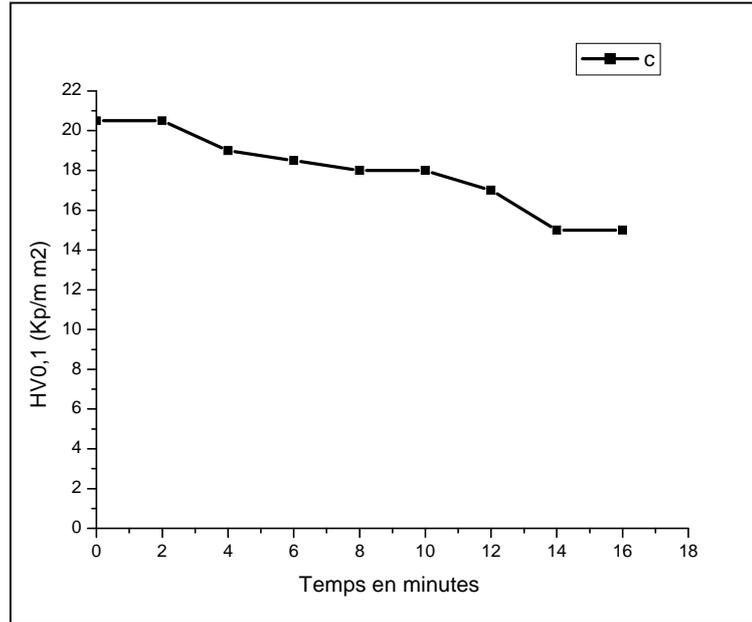


Figure.70. Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-Si8at.%Cu3at.% homogénéisé à 500°C, pendant 50 heures ensuite vieilli à 220°C pendant 270 heures et recuit à 520 pendant 16 minutes.

CONCLUSION GENERALE

L'étude des phénomènes de recristallisation, de précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Cu-4,6at. %In, Al-15at. %Zn, Mg-8mass.%Al et Al-Si8at.%Cu3at.% nous a permis de mettre en évidence, l'effet de la température et de la déformation plastique d'une part sur les mécanismes et cinétiques qui les gouvernent et d'autre part sur les propriétés mécaniques. Cette étude nous a permis d'obtenir les résultats suivants :

Dans l'alliage Cu-4,6at. %In, la température de vieillissement de 400°C a favorisé uniquement la précipitation discontinue (lamellaire) et pas d'autres précipités à autre morphologie et quel que soit le taux de la déformation des échantillons. La croissance des lamelles est plus remarquable dans les échantillons déformés que dans l'échantillon non déformé. Cependant l'effet de la température et du taux de déformation est très clair, car le processus de germination est beaucoup plus accéléré pour les échantillons déformés est plus particulièrement pour les taux de déformation élevés.

L'évolution de la microdureté montre clairement le durcissement structural de tous les échantillons lors de la précipitation discontinue, cependant ce durcissement est relativement important avec l'élévation du taux d'écrouissage.

Les températures de 295°C, 285°C et 275°C utilisées pour le développement de la dissolution du précipité lamellaire dans l'alliage Mg-8 mass.% Al, vieilli à 220°C pendant 50 heures, ont montré que la dissolution se fait selon le mode discontinu et à partir du joint de grain. Les joints de grains sont caractérisés par un plissement pour absorber le précipité lors de leur mouvement inverse et le mécanisme développé dans ces conditions est à simple couture. Cependant l'effet de la température est uniquement remarquable sur la vitesse de dissolution, plus la température est élevée, plus le processus de dissolution est accéléré. De même la phase dissoute a conduit pour toutes les températures utilisées à une chute de la microdureté HV.

Dans l'alliage Al-15at.%Zn, La température de recuit de 295 °C a conduit à une dissolution contrôlée par une diffusion en volume avec immobilité du joint de grain, donc le mode de dissolution continu est le plus probable dans ce type d'alliage et à cette température. La dissolution est accompagnée d'un durcissement de l'alliage sans aucun changement de la taille des grains. Cependant le temps de maintien optimal pouvant conduire à une dissolution complète peut-être estimé plus exactement par diffraction des rayons X.

Les résultats obtenus montrent d'une part que l'alliage Al-Si8at.%Cu3at.% se décompose suivant le mode discontinue et avec comme phase précipitée, la phase intermétallique Al₂Cu. La décomposition se fait sur les joints de grains et d'autre part le taux de déformation a une influence remarquable sur la vitesse de précipitation. Plus le taux est élevé plus la précipitation est accélérée. La morphologie du précipité est du type Rosette et la même pour tous les échantillons. Cependant il existe une corrélation entre la précipitation et les propriétés

mécanique tels que la microdureté, car les mesures de la microdureté ont montré que la précipitation discontinue conduit à une élévation de la dureté de l'alliage. La phase stable θ (Al_2Cu) ne se forme pas instantanément, mais après une certaine durée de vieillissement et suivant une séquence organisée, c-à-d ils se forment les phases métastables (θ'' et θ') appelées zones de Guinier Preston [173], ensuite la phase stable Al_2Cu . La phase précipité Al_2Cu diminuant fortement la ductilité de l'alliage et donc considérée nuisible aux propriétés mécaniques. Le mode de dissolution discontinue est le mode le plus probable dans ce type d'alliage et il conduit à une dissolution contrôlée par une diffusion en volume. La dissolution est accompagnée dans les deux cas de température par un adoucissement de l'alliage (abaissement de la dureté HV).

RESUME

Ce travail a pour but de mettre en évidence, d'une part l'effet de la déformation plastique et de la température sur les mécanismes de la recristallisation et de la précipitation discontinue et d'autre part l'effet de la température sur les mécanismes et le comportement de la réaction inverse qui est la dissolution du précipité, dans les alliages Cu-4,6 at.% In, Al-15 at.% Zn, Al-Si 8at.%Cu3at.% et Mg-8 mass.% Al.

Différentes techniques d'analyse ont été utilisées à cet égard pour le suivi de l'évolution microstructurale et des propriétés mécaniques lors des différents traitements thermomécaniques tels que :

- La microscopie optique.
- La microdureté Vickers (HV).

Les résultats obtenus sont cohérents entre eux et confirment plusieurs travaux consacrés à l'étude de ces réactions.

Mots clés : Recristallisation ; précipitation ; dissolution ; déformation ; température
Température ; déformation plastique

SOMMAIRE

Introduction.....	03
-------------------	----

Chapitre I RECRISTALLISATION

I.1. Ecrouissage et défauts dans les cristaux.....	06
I.1.1. Concentration de contraintes et écrouissage local.....	06
I.1.2. Multiplication des dislocations.....	07
I.2. Recristallisation.....	07
I.2.1. Restauration.....	07
I.2.1.1. Polygonisation.....	08
I.2.1.2. Effets de Restauration sur les propriétés du métal.....	09
A) Restauration de la résistivité électrique.....	09
B) Libération de l'énergie emmagasinée.....	09
C) Restauration des propriétés mécaniques.....	10
D) Restauration de la micro structure.....	11
I.2.2. Recristallisation primaire.....	12
I.2.2.1. Germination.....	12
A) Germination homogène.....	13
B) Germination hétérogène.....	15
C) Germination par coalescence des sous-grains.....	16
D) Germination des nouveaux grains par migration d'un joint.....	16
préexistant à la déformation plastique	
I.2.3. Croissance.....	16
I.2.4. Recristallisation secondaire.....	16
I.2.5. Recristallisation continue.....	18
I.2.6. Recristallisation discontinue.....	18
I.2.7. Rôle des particules secondaires sur la recristallisation.....	18
A) Cas des alliages Al-Mg.....	20

CHAPITRE II PRECIPITATION DISCONTINUE

II.1. Généralités sur les phénomènes de précipitation.....	24
II.2. La prédiction des transformations discontinues.....	26
II.3. Types de précipitation.....	27
II.4. Conditions nécessaires d'apparition de la précipitation discontinue.....	34

II.5. Types de précipitation discontinue.....	37
II.5.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations).....	37
II.5.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins.....	37
II.5.3. Précipitation aux joints d'interphases.....	38
II.5.4. Précipitation interfaciale.....	38
II.6. Mécanisme de germination, de croissance et de coalescence.....	38
II.6.1. Mécanisme de germination.....	38
II.6.2. La morphologie et les mécanismes de croissance en précipitation discontinue.....	42
II.6.2.1. Précipitation dans un alliage déformé.....	44
II.6.2.2. Ségrégation du soluté.....	44
II.6.2.3. Précipitation discontinue.....	45
II.6.3. Effet de la précipitation discontinue sur les propriétés des alliages.....	45
II.6.3.1. Effet sur les propriétés mécaniques.....	45
II.6.3.2. Effet sur les propriétés physiques.....	45
II.6.3.3. Effet sur les propriétés chimiques.....	45
II.7. Interactions précipitation recristallisation.....	45
A) la force motrice due à l'écroissage.....	46
B) la force de freinage due aux précipités.....	46
II.7.1 Diagramme TTT.....	46
II.7.2 Influence des précipités sur la germination de la recristallisation.....	47
II.7.2 A) influence des gros précipités espacés.....	47
II.7.2 B) petits précipités rapprochés.....	48
II.7.3. Effets des précipités sur la croissance.....	49
II.7.3.1. Particularités des alliages AL-Mn.....	49
II.7.3.2. Interaction précipitation recristallisation dans les alliages d'Al-Mn.....	50

C H A P I T R E III DISSOLUTION DU PRECIPITE

III.I. Dissolution du précipité lamellaire.....	52
III.2 Mécanismes de la dissolution discontinue.....	53

CHAPITRE IV

THEORIE SUR LA PRECIPITATION DISCONTINUE DANS LE SYSTEME D'ALLIAGES Cu-In, Al-Zn, Al-Mg et Al-Si-Cu

IV. Théorie sur la précipitation discontinue dans les systèmes d'alliages Cu-In, Al-Zn, Al-Mg et Al-Si-Cu.....	56
IV.1. Précipitation discontinue dans le système d'alliages Cu-In.....	56

IV.2. Précipitation discontinue dans le système d'alliages Al-Zn.....	60
IV.3. Précipitation et dissolution discontinue dans le système d'alliage Mg-Al.....	65
IV.3.1. Précipitation discontinue.....	65
IV.3.2. Dissolution discontinue.....	66
IV.4. Précipitation discontinue dans le système d'alliages Al-Si-Cu.....	68

CHAPITRE V

METHODES EXPERIMENTALES, RESULTATS ET INTERPRETATION

V. Alliages étudiés et méthodes expérimentales.....	73
V.1. 2. Alliages étudiés.....	73
A) L'alliage Cu-4,6 at.% In.....	73
B) L'alliage Al-15 at.%Zn	73
C) L'alliage Mg-8 mass. % Al.....	73
D) L'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.%.....	73
V.2. Traitements thermomécaniques.....	73
V.3. Préparation des échantillons.....	74
V.4. Méthodes expérimentales.....	75
V.4.1. Microscope optique (MO).....	75
V.4.2. Microdureté Vickers (HV).....	76
V. 5. Précipitation dans l'alliage Cu-4,6at.% In.....	78
V.6. Dissolution dans l'alliage Mg-8at.% Al.....	83
V.7. Dissolution d'alliage Al-15at.% Zn.....	87
V.8. Précipitation dans l'alliage Al-Si 8at.%Cu3at.%.....	89
V.9. Dissolution dans l'alliage Al-Si 8at. %Cu3at. %.....	94
CONCLUSION.....	99
RESUME.....	101

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Sciences et génie des matériaux D.Willian 5^{em} edition DUNOD (2000).
- [2] Thèse de Dr. S.Bensaada P 8 Univ Batna (2005).
- [3] Wikipedia encyclopédie.
- [4] Thèse de doctorat Cherif Diallo Ecole Polytechnique de Lausanne P 4,5 (1983).
- [5] Thèse de doctorat Cécile GENEVOIS .(L'INPG) P 20,(2004).
- [6] Sciences et génie des matériaux P 160 D.Willian 5^{em} edition DUNOD (2000).
- [7-11] J.Philibert ,A.Vignes ,Y.Bréchet , P.combrade.Métallurgie du minerai
au matériau P 678-682 edition MASSON (1998).
- [12] Thèse de doctorat S.Bensaada. Uni Batna P 11. (2005).
- [13] F.Abdellioua, Influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des alliages
à base de cuivre, mémoire de magistère, P 53-59, (2002).
- [14] F.Abdellioua, Influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des
alliages à base de cuivre, mémoire de magistère, P.53-59, (2002).
- [15-16] Technique de l'ingénieur , Durcissement par précipitation des alliages d'Aluminium
M 240-2.
- [17] R.W.Cahn Proc.Phys.20.60A P 323 (1950).
- [18] P.A.Beck J.Appl.Phys.20 P 637 (1949).
- [19] A.H.Cottrell in Progress in Metal Physcs) Ed.b.Chalmers, pergamon Press ,
London 4 , P 225, (1953).
- [20] H. Fujita J. Phys. Soc. Japan 16 P 397 (1961).
- [21] H.Hu in "Recovery and Recrystallization of Metals" ed. L. Himmel, John Wiley and
Sons, New York, P 31 (1964).
- [22] J.C.M. Li J. Appi. Phys. 33 , 2958 (1962).
- [23] J.C.M. Li in "Recrystallization, Grain Growth and Textures" ed. H. Margolin, ASM,
Metals Park, Ohio, P 45 (1966).
- [24] N. Ryum Acta Met. 17 P 831 (1969).
- [25] J.E. Bailey and P.B. Hirsch Proc. Roy. Soc. 267 A P 11 (1962).
- [26] J.E. Bailey in "Electron Microscopy and Strength of Crystals" eds. G. Thomas and J.
Washburn Interscience, New York, , P. 535 (1963).
- [27] J.E. Bailey and P.B. Hirsch Phil. Mag. 5 P 485 (1960).

- [28] K. Detert in "Recrystallization of Metallic Materials" ed. F. Haessner, Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, P 97 (1978).
- [29] J.Boiley et P.Hirsch, Proc.Royal soc.A267, P 11 (1962).
- [30] E. Horbogen and U. Içster in "Recrystallization of Metallic Materials" ed. F. Haessner, Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, P 159 (1978).
- [31] F.J. Humphreys. Recrystallization '90, ed. by T. Chandra, The Materials, Metals and Materials Society, (1990).
- [32] M.G. Ardakani et F.G. Humphreys. Acta Metallurgica, vol.42, P 763 (1994).
- [33] P.R. Mould et P. Cotterill. Journal of Materials Science, vol.2, P 241- 167 (1967).
- [34] Verdier 1996 Thèse de Docteur INP Grenoble (1996).
- [35] C. Barioz, Y. Bréchet, J.M. Légrésey et al. In Proc. 3rd Int. Conf on Aluminium, Trondheim Norway, P 347 (1992).
- [36] F.R. Boutin. Revue de l'aluminium, 1973 reaction in dilute Al-Li alloys", Acta Metallurgica, Vol. 24, P 323-332, (1976).
- [37] A.Hässner, in " Diffusion in Metallischen werkstoffen " Verlag für grundstoffindustrie, Leipzig, P 41, (1970).
- [38] M.Hillert, in „ The Mechanism of phase transformations in Crystalline Solids“, Monograph and Report Series N°33, Institute of Metals, London, P.231, (1969).
- [39] T.-H. Chuang, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, (1983).
- [40] L.N.Larikov and O.A.Shmatko, " Cellular Precipitation in Supersaturated Solid Solutions", Nauk. Dumka, Kiev, (1976).
- [41] M.Hillert, Met. Trans.3, P 2729, (1972).
- [42] W.C. Hagel, H.J. Beattie, Trans. AIME, 215, P 967-976, (1959).
- [43] D.B. Williams, E.P. Butler, " Grain boundary discontinuous precipitation reactions", International Metals Reviews, P 153-183, (1981).
- [44] H. Bohm, Zeitschrift fur Metallkunde, P 564-571, (1961).
- [45] J.B. Newkirk, W.G. Martin, Trans. ASM, P 572-580, (1958).
- [46] A. Perovic, G.R. Purdy, Acta. Metallurgica, P 53-64, (1981).
- [47] G. Meyrick, " On the initiation of discontinuous precipitation", Scripta Metallurgica, P 649-653, (1976).
- [48] E. Nes, H. Billdal, "The mechanism of discontinuous precipitation of the metastables

- Al₃Zr phase from an AlZr solid solution”, *Acta Metallurgica*, Vol. 25, P 1039-1046, (1977).
- [49] J.B. Newkirk, W.G. Martin, *Trans. ASM*, P 572-580, (1958).
- [50] B. Wirth, H. Gleiter, *Acta Metallurgica*, Vol. 29, P 1825-1830, (1981).
- [51] R Wurster-Scheiffele, *Diplomarbeit Universität Stuttgart*, (1977).
- [52] W.Gust, B.Predel and T.Nguyen-Tat, *Z. Metallk.*, 67, P110, (1976).
- [53] Y.C.Liu and H.I.Aaronson, *Acta Met.*, 16, P.1343, (1968).
- [54] B.Predel and W.Gust, *Mater.Sci.Eng.*, 17, P 41, (1975).
- [55] Ye.S.Kucharenko, *Phys.Met.Metallogr.*, 39 (4), P 121, (1975).
- [56] E.Hornbogen, *Met.Trans.*, 3, P 2717, (1972).
- [57] E.Hornbogen, *Met.Trans.*, 3, P 2717, (1972).
- [58] P.Villers and L D.Calvert (Hrsg), *Pearson Handbook of crystallographic phases 3*, Am.Soc for Metals, Metals Park, Ohio, (1985).
- [59] D.B.Williams and E.P.Butler, *Int.Met.Rev.*, 26, P 1533-1539, (1981).
- [60] A.H.Geisler and J.B.Newkirk, *Metals Techn.*, 15, Publ. N° 2444, (1949).
- [61] M.P.Puls and J.S.Kirkaldy, *Met.Trans.*, 3, P 2777, (1972).
- [62] D.A.Porter, D.B.Williams and J.W.Edington, in “ *Electron Microscopy, Vol. I, The Australian Academy of science, Canberra*, P 656, (1974).
- [63] D.J.H.Corderoy and R.W.K.Honeycombe, *J.Inst.Met.*, 64, P 65, 93 (1963).
- [64] N.Agreew and G.Sachs, *Z.Phys.*, 66, P 293, (1930).
- [65] N.Agreew, M.Hansen and G.Sachs, *Z.Phys.*, 66, P 350, (1930).
- [66] G.B.Gibbs, *Phys.Stat.Sol.*, 16, K27, (1966).
- [67] D.B.Williams and J.W.Edington, *Acta.Met.*, 24, P 323, (1976).
- [68] W.Gust, B.Predel, et V.Roll, *Acta.Met*, 28, P 1395, (1980).
- [69] K.N. Tu, D. Turnbull, " Morphology of cellular precipitation of tin from leadtin bicristals 2 ", *Acta. Metallurgica*, Vol. 15, P 1317-1323, (1967).
- [70] E.Nes, H.Billdal, “The mechanism of discontinuous precipitation of the metastables Al₃Zr phase from an AlZr solid solution”, *Acta Metallurgica*, Vol. 25, P 1039-1046, (1977).
- [71] G. Meyrick, " On the initiation of discontinuous precipitation”, *Scripta Metallurgica*, P 649-653, (1976).
- [72] R.A. Fournelle, J.B. Clark, " The genesis of the cellular precipitation reaction ",

- Metallurgical Transactions, Vol. 3, P 2757-2767, (1972).
- [73] D.B. Williams, J.W. Edington, "The discontinuous precipitation reaction in dilute Al-Li alloys", Acta Metallurgica, Vol. 24, p 323-332, (1976).lead-tin bicrystals 2 ", Acta Metallurgica, Vol. 15, P 1317-1323, (1967).
- [74] H.I. Aaronson, H.B. Aaron, «The Initial Stages of the cellular Reaction ", Metallurgical Transactions, Vol 3, P 2743-2756, (1972).
- [75] G.J. Cocks, R.A. Legge, D.R. Miller, Met. Sci., Vol. 14, P 480-484, (1980).
- [76] M.H. Ainsley, G.J. Cocks, D.R. Miller, Met. Sci., Vol. 12, P 20-24, (1979).
- [77] D.B. Williams, E.P. Butler, «Grain boundary discontinuous precipitation reactions", International Metals Reviews, P 153-183, (1981).
- [78] R.A. Fournelle, Acta Metallurgica, Vol. 27, P 1135-1145, (1979).
- [79] M. Frebel, J. Schenk, Zeitschrift fur Metallkunde, Vol. 70, P 230-240, (1979).
- [80] K.N. Tu; «The cellular reaction in PbSn alloys ", Metallurgical Transactions, Vol. 3, P 2769-2776, (1972).
- [82] K. Lflicke and H.P. StUwe Acta Met. 19 P 1087 (1971).
- [83] K.C. Russel and H.I. Aaronson Scripta Met. 18 P 559 (1974).
- [84] Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Queré "Eléments de Métallurgie Physique 4 1073 ed. Commissariat à l'énergie atomique Saclay (1978).
- [85] J.W. Cahn Acta Met. 5 P 168 (1957).
- [86] H.I. Aaronson, H.B. Aaron and K.R. Kinsman Metallography 4 (1971).
- [87] J.M.Schapiro and J.S.Kirkaldy, Acta.Met., 16, P 579, (1968).
- [88] U.Roll, Doktorarbeit, , Universität Stuttgart, (1978).
- [89] R.C.Weast, "Handbook of Chemistry and physics ", Chem .Rubber Co, Boca Raton, Florida, (1985).
- [90] E. Hornbogen Batelle conférence on "Fundamental aspects of alloy design" Harrison Hot Springs,3.C. Canada (1975) .
- [91] N. Hansen Mem. Sci. Rev. Métallurgie 3. P 189. (1975).
- [92] F.J. Humphreys Acta Met 25 P 1323 (1977).
- [93] S. Dermarker and J.L. Strudel in "Recrystallization and grain growth of multi-phase particle containing materials" Proceedings of the first Ris International Symposium of Metallurgy and Materials Science" eds. N. Hansen, A.R. Jones and T. Leffers (1980). Verlag GmbH, Stuttgart, P 159 (1978).

- [94] R.D. Doherty and J.W. Martin J. Int. Metals 91 P 332 (1963).
- [95] O. Preston and N.J. Grant Trans Met. Soc. A.I.M.E. 221. P 164 (1961).
- [96] F.J. Humphreys Metal Science 13 P 136 (1979).
- [97] F.J. Humphreys Acta Met. 27 P 1801 (1979).
- [98] E. Nes Acta Met. 24 P 391 (1976).
- [99] R. Mould and P. Cotteriil Jour. of Mat. Sci. 2 P 241 (1967).
- [100] Hansen in Constitution of binary alloys, Mc Graw-Hill Book Company
New York P 111 (1958).
- [101] E. Nes ami J.D. Embury Z. Metallkde Bd 66 H.10, P 589 (1975).
- [102] P.L. Morris and B. Duggan Metal. Science 12. (1978).
- [103] P.Furrer Z. Metallkde Bd 70 H.11, P 699. (1979).
- [104] I.Manna, Interf. Sci. 6., 113. (1998).
- [105] P. Zieba, W. Gust. Int. Mater. Rev. 43., P 70. (1998).
- [106] A.Pawlowski, "Discontinuous Dissolution in Aged Alloys", Archive of Metallurgy,
Vol 34 (1989).
- [107] A. Pawlowski, W. Truszkowski, Acta. Matall. 30, P.37, (1982).
- [108] A. Pawlowski, P. Zieba, Mater. Sci and Eng., A 108, P 9 (1989).
- [109] S.Stiltz, PhD thesis, University of Stuttgart (1981).
- [110] P. Zieba, A. Pawlowski, "Proc. Symposium phase Transformation in Casting Alloys-
Theory and Application", Rzesjow, Polland, P.197 (1989).
- [111] M. S. Sulonen, Acta. Metall., 8, P. 669 (1960).
- [112] S. P. Gupta, Mat. Sci. Eng. 83, P. 255 (1986).
- [113] M. B. Ilkin, O. A. Shmatko, I. G. Primak, Metallofizika., 9, p. 25 (1987).
- [114] A. Pawlowski, P. Zieba, M. Hamankiewicz, A. Gluc, M. Socjusz-Podosek, Archives of
Metallurgy 34, P. 373 (1989).
- [115] T. J. Chang, W. Gust, Anais do 70 CBECIMAT, UFSC, Florianopolis, Sc, P 7-14
Dezembro (1986).
- [116] J. Dutkiewicz, A. Pawlowski, O.A. Shmatko, Fiz. Metall., 62, P 1223 (1986).
- [117] A. Pawlowski, W. Gust, Z. Metallk, (1989).
- [118] S. M. Abdou, PhD thesis, University of Stuttgart (1987).
- [119] T. H. Chuang, PhD thesis, University of Stuttgart (1983).
- [120] K. N. Tu, D. B. Turnbull, Metall. Trans. A2, P 2509 (1971).

- [121] M. S. Sulonen, in *Reactivity of Solids*, Proc. Internat. Symposium on the Reactivity of Solids, Amsterdam, P 257 (1961).
- [122] T. H. Chuang, W. Gust, B. Predel, R. A. Fournelle, Proc. 7th Brazilian Congr. Eng. Mater, Sci., A. Blased., Florianopolis, P 281, Santa Catarina (1986).
- [123] A. Pawlowski, W. Truszkowski, *Acta. Matall.* 30, P 37, (1982).
- [124] A.Pawlowski, P. Zieba, *Mater. Sci and Eng.*, A 108, P 9 (1989).
- [125] M.Sulonen, *Ann. Acad. Cient Fennicac*, A.V 14 (1997).
- [126] Z. Boumerzoug. Thèse de Doctorat, Université de Constantine (1998).
- [127] D. Bradai, P. Zieba, E. Bischoff, W. Gust, *Materials Chemistry and Physics*, 72., P 401- 404 (2001).
- [128] T.H.Chuang, R.A.Fournelle, W.Gust and B.Predel, *Proceeding of Jimis.4*, Supplement to Transactions of the Japan Institute of Metals, (1986).
- [129-130]] W.Scharfenberger, G.Schmitt and H.Borchers, *Z.Metallkde.*, 63, P.553, (1972).
- [131] M.Hansen and K.Anderko, “ Constitution of Binary Alloys “, MvGraw-Hill,
- [132] H.Böhm, *Z.Metallkde.*, 50, P.87, (1959).
- [133] B.Predel, M.Frebel and W.Gust, “ Untersuchung zur diskontinuierlichen Auscheidung in Metallischen Systemen “, Westdeutscher Verlag Opladen, (1977).
- [134] R.A.Fournelle, J.B.Clark, *Met.Trans.*, A3, P.1489, (1991).
- [135] K.N.Tu and T.Turnbull, *Acata Met.*, 15, P.369, (1967).
- [136] M.Frebel and K.Behler, *Mater.sci.Eng.*, 22, P.201, (1976).
- [137] J.M.Schapiro and J.S.Kirkaldy, *Acata Met.*, 16, P.579, (1968).
- [138] C.W.Spinger and D.J.Mack, *J.Inst.Metals*, 8, P.258-263, (1981).
- [139] B.Predel and W.Gust, *Mater.Sci.Eng.*, 16, P.239, (1974).
- [140] W.Gust, M.B.Hintz, B.Predel and U.Roll, *Acta Met.*, 28, P.1235, (1980).
- [141] W.Gust, B.Predel and U.Roll, *Acta Met.*, 28, P.1395, (1980).
- [142] W.Gust, M.B.Hintz, B.Predel and U.Roll, *Acta Met.*, 28, P.1235, (1980).
- [143] Gust, B.Predel and U.Roll, *Acta Met.*, 28, P.1395, (1980).
- [144] S.V.Sudareva, T.P.Krinitcina and Y.P.Romanov, *Fiz.Metal.Meatlloved.*, 3, P.127, (1991).
- [145] D.B.Williams and E.P.Butler, *Int.Met.Rev.*, 26, P.153, (1981).
- [146] R.A.Fournelle, J.B.Clark, *Met.Trans.*, A3, P.1489, (1991).
- [147] D.Hamana, N.Tabet and A.F.Sirenko, *Mémoires et Etudes Scientifiques, Revue de Metallurgie*, P.97-103, (1985).

- [148] D.Hamana and H.Choutri, *Scripta Metallurgica and Materialia*, vol.25, P.859-864, (1991).
- [149]. B.Predel and W.Gust, *Mater.Scie.Eng.*, 19, P.217, (1975).
- [150] U.K.Malhotra and K.B.Rundmann, *Met.Trans.*, 3, P.1521, (1972).
- [151] N.A.Chatanova and M.I.Zacharova, *Phys.Met.Metallogr.*,26, P.123, (1968).
- [152] V.Gerald, *Phys.Status.Solid.*, 1, P.37, (1961).
- [153] J.Schelten, *Z.Naturforschg.*, 23a, P.109, (1968).
- [154] A.Guinier, *Solid.State Phys.*, 9, P.293, (1959).
- [155] A.Pawlowski, and W.Truszkowski, *Acta.Met.*, 30, P.37-50, (1982).
- [156] R.Zieba and A.Pawlowski, *Mater.Sci.Eng. A.108*, P.9-17, (1990).
- [157] S.E.Bauman, J.Michael and D.B.Williams, *Acta Met.*, 29, (1981).
- [158] W.Lacom and C.V.Zahra, *Scripta Met.*, 18, P.721, (1975).
- [159] Schumann, *Metallographie*, VEB Deutscher Verlag, (1974).
- [160] J.Gjønnes and T.Östme, *Z.Meatlkde.*, 31, P.604, (1970).
- [161] W.Gust, B.Predel and K.Diekstall, *Z.Metalkde.*, 69, P.75, (1978).
- [162] M.S.Sulonen, *Acta Metal*, Vol.8, P. 1924-1929, (1960).
- [163] K.N.Tu and D.Turnbull, *Metallurgical Transaction*, Vol.2, P.2511-2515, (1971).
- [164] T.H.Chuang, W.Gust and R.A.Fournelle , *Eng. And Sci. of Mat.*, Universidade Federal, Florianapolis Santa Catarina, P.7, (1986).
- [165] A.Pawlowski and P.Zieba, *Mater.Sci.Eng. A.108*, P.9, (1989).
- [166] D.Bradai,P.Zieba, E.Bischoff and W.Gust, *Mater.Chem. and phys.*72, P.401-404,(2001).
- [167]. A.Dauger, E.K.Boudili and M.Roth, *Scripta Met.*, 24, P.1119, (1976).
- [168]. A.Pawlowski, *Arch.of.Met.*, Vol.34, P.124-130, (1989).
- [169]. A.M. Samuel, F.H. Samuel, C. Villeneuve, H.W. Doty et S. Valtierra, "Effect of trace elements on of Al- Si-Cu (319) cast alloys", *International Journal of Cast Metals Research*, , vol. 14, P. 97-120 (2001).
- [170]. J.E. Hatch (éd.), *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA, , P. 144-148 (1984).
- [172]. J.E. Davis (éd.), *Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM Specialty Handbook, ASM International, Materials Park, Ohio, P. 784 (1993).
- [173]. H. Rockenschaub, T. Pabel, G. Geier,M. Hopfinger, „Beschleunigung der Auslagerungsvorgänge der Druckgusslegierung Al Si9Cu3(Fe) bei gleichzeitiger Erhöhung der mechanischen Eigenschaften – Teil 1, *Druckguss-Praxis*,3, S. 95-104. (2005).