

N° D'ORDRE : 33/2011-M/PH

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université des Sciences et de la Technologie
Houari Boumediene
Faculté de physique



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de MAGISTER

EN : **PHYSIQUE**

Spécialité : Matériaux et composants

Par : *Mr CHAIEB Zoubir*

Sujet:

***Contribution à l'étude de durcissement par
précipitation dans l'alliage Al-Cu-Mg***

Soutenu publiquement le 26 / 04/ 2011, devant le Jury composé de :

Mr. A.SOUALMIA	Professeur	à l'USTHB	Président
Mr. M.KADI-HANIFI	Professeur	à l'USTHB	Directeur de thèse
Mr. H.YOUSFI	Maître de Conférences	à l'ENP/ELHARACHE	Examineur
Mr. A.Raho	Maître de Conférences	à l'USTHB	Examineur
Mr. K.ABADLI	Chargé de cours	à l'ENP/ELHARACHE	Invité

Remerciements

*Je tiens à exprimer mon profond remerciement au professeur **Mr. Kadi Hanifi** pour m'avoir dirigé dans cette thèse.*

*Je remercie profondément Monsieur **Abd Arrahmane Azzedine RAHO**. Pour son aide, pour ses conseils, et les encouragements qu'il m'a cessé de me prodiguer tout le long de ce travail.*

Je tiens également à exprimer mes remerciements à Monsieur Bouzroua pour son aide.

*Je remercie profondément **Mr Achour soualmia** d'avoir accepté de présider le jury de la soutenance de ce mémoire, et à **Mr A.Raho, Mr Hamid.Yousfi et MrK.Abadli** de m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.*

*Je tiens à remercier tous les membres du laboratoire " Solutions solides" : **Hadjarab, A.Touati, A.Naimi, L.Djellal, Asma, Saida, Ouarda, Faiza, Ahmed***

J'exprime mon profond remerciement à mes amis, pour leur disponibilité, leur sympathie et leur aide.

Encore une dernière fois, merci à tous.

Dédicaces

A la mémoire de ma Mère

A mon Père

*Je dédie ce travail à mes très chers frères qui m'ont soutenu tout au
long de ma vie*

A mes chères Sœurs qui m'ont tout donné

Merci pour tout.....

SOMMAIRE

I.Introduction.....	1
Chapitre I :Notions de solution solides et de transformation de phases.	
<i>I.1. Généralités sur les métaux et l'alliage.....</i>	<i>3</i>
<i>I.2 .Définition.....</i>	<i>3</i>
<i>I.2.1 Composés intermétalliques</i>	<i>3</i>
<i>I.2.2. solutions solides</i>	<i>4</i>
<i>I.2.2.a . solution solide de substitution.....</i>	<i>4</i>
<i>I.2.2.b .solution solide d'insertion</i>	<i>4</i>
<i>I.3. Diagrammes d'équilibre</i>	<i>4</i>
<i>I.4. Phénomène de durcissement dans les alliages.....</i>	<i>6</i>
<i>I.4.1 .Durcissement par réduction de la taille des grains</i>	<i>6</i>
<i>I.4.2 .Durcissement par soluté</i>	<i>7</i>
<i>I.4.3 .Durcissement par déformation plastique (écrouissage).....</i>	<i>7</i>
<i>I.4.4. Durcissement par précipitation (durcissement structural).....</i>	<i>7</i>
<i>I.4.4. a. Les précipités cohérents</i>	<i>7</i>
<i>I.4.4. b. Les précipités semi-cohérents</i>	<i>8</i>
<i>I.4.4. c. les précipites incohérents.....</i>	<i>9</i>
<i>I.4.4.1. Effets à distance.....</i>	<i>9</i>
<i>I.4.4.1. a. Durcissement par différence de module de cisaillement</i>	<i>9</i>
<i>I.4.4.1. b. Durcissement par contraintes de cohérence</i>	<i>9</i>
<i>I.4.4.2. Effet à courte distance</i>	<i>10</i>
<i>I.4.4.2.a. Cisaillement des précipites par les dislocations.....</i>	<i>10</i>

I.4.4.2. b. Durcissement par incrément de surface	11
I.4.4.2. c. Durcissement par différence d'énergie de faute d'empilement.....	11
I.4.4.2. d. Durcissement par effet d'ordre.....	11
I.4.4.3. Contournement des précipités par les dislocations	12
I.5. Mécanisme de précipitation	13
I.5.1. Précipitation par germination et croissance	13
I.5.1.1. La germination	13
I.5.1.2. Croissance	15
I.5.2. Coalescence	15
I.5.3. Précipitation par décomposition spinodale	16
Chapitre II: Généralités sur Aluminium et ses alliages –système ternaire AlCuMg .	
II.1. Aluminium et ses alliages.....	18
II.2. Le système ternaire AlCuMg :	19
II.2. 1Diagramme de phase de AlCuMg :	19
II.2. 2Durcissement structural dans l'alliage Al Cu Mg.....	22
II.3. Les Zones GPB dans les alliages AlCuMg	23
II.4. Précipité métastable S"	26
II.5. Précipité d'équilibre S.....	27
Chapitre III: Techniques expérimentales.	
III.1. Elaboration.....	29
III.2. Traitements thermiques	30
III.2.1. Traitement d'homogénéisation.....	30
III.2.2. Traitement de revenu.....	31
III.3. Caractérisation par diffraction des rayons- X	32
III.4. Mesure de microdureté.....	32
III.4.1. Essai de microdureté.....	32
III.4.2. Observations métallographiques	33

Chapitre IV: Résultats et interprétation.

<i>IV.1 .Caractérisations des solutions solides AlCuMg par diffractions des rayons X :</i>	<i>34</i>
<i>IV.2 .détermination des paramètres de maille</i>	<i>35</i>
<i>IV.3 .Isochrones de dureté de AlCuMg :</i>	<i>37</i>
<i>IV.4 .Isothermes de dureté $H_v(t)$ d'AlCuMg</i>	<i>39</i>
<i>IV.4.1. Effet de la température :</i>	<i>39</i>
<i>IV.4.2 .Influence de l'étain (Sn) sur la cinétique de précipitation des zones GPB Dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg</i>	<i>42</i>
<i>IV.5. Cinétique de formation des zones GPB :</i>	<i>45</i>
<i>IV.5.1. Fraction transformée pour Al-2.6%Cu-1%Mg</i>	<i>45</i>
<i>IV.5.1.1 .Energie d'activation de la diffusion au cours de la germination et la croissance des zones GPB</i>	<i>47</i>
<i>IV.5.1.2. durée de vie τ des zones GPB</i>	<i>49</i>
<i>IV.5.1.3. paramètre de croissance</i>	<i>50</i>
<i>IV.5.2 .Fraction transformée pour Al-2.6%Cu-1%Mg-(Sn) :</i>	<i>52</i>
V. Conclusion	55
REFERENCES	56

Introduction

Introduction

Les alliages d'aluminium ont un large champ d'applications grâce à la diversité de leurs propriétés mécaniques. Les alliages corroyés d'aluminium se divisent en deux familles :

Les alliages trempants et les alliages non trempants. Les alliages qui répondent au durcissement structural par précipitation sont les alliages de la série 2xxx (*Al-Cu /AlCuMg*), la série 6xxx (*Al-Mg- Si*) et la série 7xxx (*Al-Zn*).

Les alliages d'aluminium à durcissement structural (à l'exemple de ceux de la série 2000) sont utilisés dans le cadre de l'allègement des structures notamment, de transport aérien, naval et terrestre.

Un alliage mis en solution à haut température puis trempé à l'eau, se trouve à l'état de solution solide sursaturée. Celle-ci évolue vers l'équilibre caractérisé par la précipitation d'une phase d'équilibre en passant par une succession d'états métastables caractérisés par la précipitation des phases métastables cohérentes ou semi-cohérentes avec la matrice.

Ces précipités entravent le mouvement des dislocations et sont responsables du durcissement de l'alliage. La précipitation des phases régie par la diffusion d'atomes de soluté au sein de la matrice, peut être accélérée par des traitements thermiques de revenu.

Le matériau réel (utilisé dans l'industriel) est généralement un alliage polycristallin. L'alliage est constitué d'un ensemble de grains, séparés par des joints de grains.

En tout point à l'intérieur du grain, on admet que le mécanisme de déformation est analogue à celui du monocristal équivalent, c'est-à-dire qu'il dépend de son orientation par rapport à l'effort.

Par ailleurs, du fait des différentes étapes de sa fabrication, l'alliage industriel contient très souvent des ségrégations d'impuretés, des précipités et des inclusions.

La déformation plastique étant provoquée par le déplacement irréversible des dislocations, toute barrière à leur mouvement augmente le durcissement du matériau. La contrainte extérieure à appliquer doit toujours augmenter pour permettre aux dislocations de poursuivre leur mouvement. Suivant l'interaction mise en jeu, on distingue différents types de durcissement :

- le durcissement par la forêt ou par écrouissage, qui est dû à l'interaction entre dislocation-dislocation

- le durcissement par les joints de grains, qui est dû à l'interaction entre dislocation-joints de grains

La modification de la composition chimique d'un alliage dans le souci d'améliorer ses performances se fait souvent au détriment d'une autre de ses propriétés. Il est alors essentiel de trouver un compromis, entre de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion.

1

Dans notre travail, nous nous proposons de mettre en évidence la précipitation des phases métastables et stables dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg (en masse) et l'influence de l'étain (Sn) sur l'alliage. D'après la littérature, lorsque le rapport de concentration Cu: Mg est compris entre 4:1 la solution solide sursaturée Al-2.6%Cu-1%Mg évolue vers l'équilibre selon la séquence :

Solution solide sursaturée → Zones (Guinier-Preston-Bagaryatsky) → Précipité métastable → Précipité d'équilibre

Après élaboration, nos alliages sont homogénéisés à haute température et trempés à l'eau. Les solutions solides obtenues ont été caractérisées par diffraction des rayons-X puis traitées à différentes températures de revenu. Des mesures de dureté ont permis d'établir des isothermes et isochrones de dureté qui ont mis en évidence la précipitation des phases métastables d'équilibre. Ce processus nous a permis de mettre en évidence l'effet de l'étain sur l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg, et qui est d'accélérer la cinétique de formation de l'alliage.

Ce mémoire est constitué de quatre chapitres :

Nous avons consacré les deux premiers chapitres aux des rappels théoriques concernant les alliages d'une manière générale ainsi que le système Al-Cu-Mg. Le troisième chapitre est traité de la description des techniques expérimentales utilisées. Dans le quatrième chapitre, sont exposés nos principaux résultats et leurs interprétations.

Chapitre I :
Généralités sur
les solutions
solides

I. Notions de solution solides et de transformation de phases

I.1. Généralités sur les métaux et les alliages

Généralement les métaux purs ne possèdent pas les critères des propriétés d'usage (la dureté, la résistivité électrique ...etc.). Mais la combinaison des métaux entre eux donne naissance à des alliages adaptés à leur utilisation et leur mise en forme. Les métaux purs sont alliés à d'autres éléments pour former des solutions solides qui peuvent être d'insertion ou de substitution selon que les atomes de soluté entrent en insertion ou en substitution dans le réseau (figure I.1). [1]. Les propriétés physiques des solutions solides peuvent être modifiées à l'aide de traitements thermiques ou mécaniques pour des usages spécifiques.

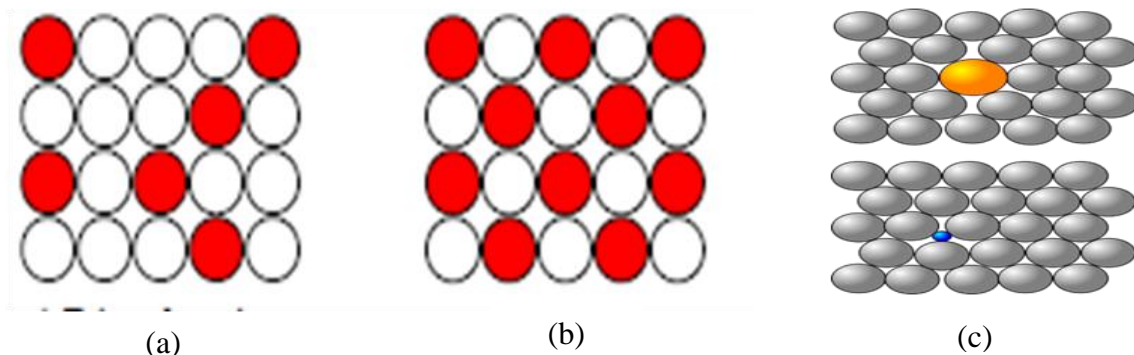


Figure I.1 : *Types de solutions solides : (a) solution solide de substitution désordonnée, (b) solution solide de substitution ordonnée, (c) Solution solide de substitution (haut) et d'insertion (bas).*

I.2. Définition

Un alliage métallique binaire est une substance cristallisée composée de deux éléments **A** et **B** possédant les caractéristiques de l'état métallique. Du point de vue cristallographique, les alliages peuvent être classés dans deux catégories ; les composés intermétalliques et les solutions solides [2].

I.2.1. Composés intermétalliques

Les composés intermétalliques sont des composés stables dans un étroit domaine de composition correspondant à une stœchiométrie A_mB_n . Ils ont, en général, une structure cristalline différente de **A** et de **B**.

I.2.2. solutions solides

On distingue deux types de solutions solides

I.2.2.a. solution solide de substitution

C'est le cas où les atomes de soluté B se substituent aux atomes de solvant A sans modification de la structure cristalline, mais avec distorsion du réseau cristallin. Pour prévoir la formation d'une solution solide de substitution entre deux éléments purs, on se réfère aux règles empiriques de **Hume-Rothery** ci-dessous

➤ **Effet de taille ou règle de 15%**

La solubilité du soluté est d'autant plus facile que les dimensions atomiques sont voisines. Si la différence de taille entre l'atome de soluté et celle de solvant est de plus de 15 %, il y a création de lacunes (solutions lacunaires)

➤ **Type de structure cristalline**

L'analogie des systèmes cristallins favorise la solubilité des atomes en substitution

➤ **Affinité chimique**

La solubilité est faible quand le soluté a tendance à former des liaisons chimiques

➤ **Différences des électrovalences**

La solubilité des atomes en substitution est d'autant plus importante que la valence du soluté est plus élevée que celle du solvant. Quand le soluté a une valence plus faible que celle du solvant, la solubilité est très faible.

I.2.2.b. solution solide d'insertion

Dans ce type de solution, les atomes de soluté occupent les sites interstitiels du réseau de la matrice. On obtient ainsi une solution solide d'insertion.

I.3. Diagrammes d'équilibre

Les solutions solides sont caractérisées par leurs diagrammes d'équilibre qui établissent les domaines d'existence des différentes phases en équilibre en fonction de la concentration et de la température. Les diagrammes de phase peuvent être à un seul fuseau lorsque les

constituants de la solution solide sont miscibles en toutes proportions, ou présenter une limite de solubilité lorsque la miscibilité est partielle figure (I.2).

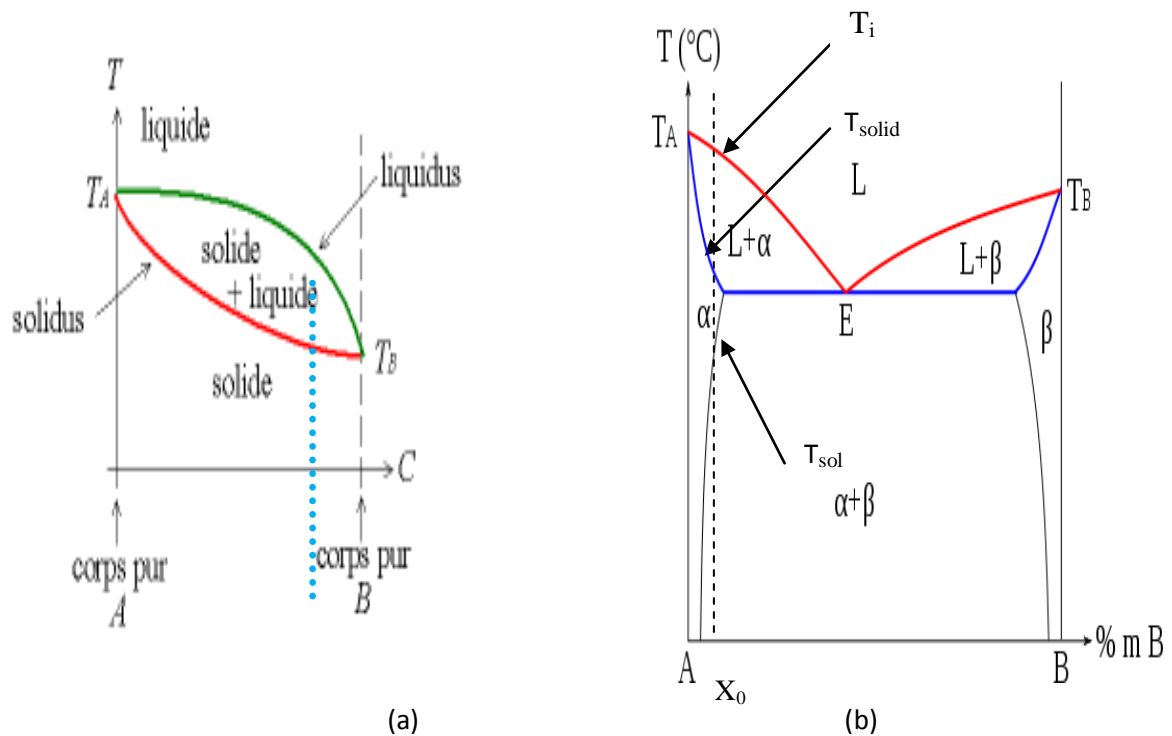


Figure I.2 : (a) diagramme d'équilibre d'une solution solide unique illimitée AB, (b) Diagramme d'équilibre présentant une réaction eutectique.

Solution solide limitée AB.

Dans le cas d'un diagramme de phase à un seul fuseau, Un alliage de concentration X_0 se trouve à l'état liquide à haute température T_L , lors d'un refroidissement lent, jusqu'à la température du liquidus T_{liquidus} , la solidification débute. Entre la température de liquidus et la température du solidus, l'alliage se trouve dans un état de mélange liquide et solide. A basse température ($T < T_{\text{solidus}}$); l'alliage est à l'état solide. L'alliage obtenu est monophasé.

Dans le cas de la solution solide limitée, l'alliage X_0 est entièrement liquide à haute température (c'est à dire température supérieure de T_{liquidus}). A T_{liquidus} début de la solidification de l'alliage, et avec la diminution de la température jusqu'à la température de solidus T_{solidus} l'alliage se trouve dans un domaine monophasé mélange de liquide et solide. L'alliage est à l'état de solution solide homogène α jusqu'à la température de limite de solubilité T_{solvus} . Au dessous de T_{solvus} précipitent des particules de phase d'équilibre β . L'alliage obtenu est constitué de deux phases α et β .

I.4. Phénomène de durcissement dans les alliages

Les propriétés mécaniques d'un matériau, sont liées à sa microstructure et précisément au mouvement facile ou difficile des dislocations [3-5]. En effet, pour améliorer les propriétés mécaniques d'un matériau, il faut créer des obstacles au mouvement des dislocations.

C'est le type d'obstacle qui va définir le mécanisme de durcissement, dont on peut citer quelques-uns :

- Durcissement par irradiation
- Durcissement en solution
- Durcissement par précipitation (durcissement structural)
- Durcissement par réduction de la taille des grains
- Durcissement par déformation plastique (écrouissage)

Dans notre travail interviennent les quatre derniers mécanismes.

I.4.1. Durcissement par réduction de la taille des grains

La taille des grains est gouvernée par plusieurs paramètres, comme la composition chimique du matériau, l'histoire thermique et mécanique subie par le matériau [3-5] (contrainte et déformation, chauffage/refroidissement.....).

Les joints de grains constituent des obstacles importants au mouvement des dislocations. Ainsi, réduire la taille des grains revient à augmenter la densité des joints de grains, et ainsi améliorer les propriétés mécaniques [5,6].

La loi de Hall-Petch [7,8] (équation. I. 1) décrit bien la variation des paramètres macroscopiques (propriétés mécaniques) en fonction des paramètres microstructuraux (taille des grains).

$$\sigma = \sigma_0 + K \frac{1}{d^{1/2}} \quad \text{(I.1)}$$

Où σ , représente la limite d'élasticité du matériau, K constante intrinsèque du matériau et d, la taille moyenne des grains

Il existe une relation proposée par TABOR (1975) (équations I. 2], I. 3]), reliant la contrainte d'écoulement σ à la microdureté H_v [9].

$$\sigma = 3H_v \quad (\text{I.2})$$

$$kH_v = H_0 + K' \frac{1}{d^{1/2}} \quad (\text{I.3})$$

Où k' constante intrinsèque du matériau.

Les moyens souvent utilisés pour réduire la taille des grains, sont les **DPS** (déformations plastiques sévères) par des traitements thermomécaniques [6, 10,11].

Enfin, l'avantage de la taille fine des grains est d'avoir de bonnes propriétés mécaniques tout en conservant les propriétés ductiles du matériau [4,6, 10,11].

I.4.2. Durcissement par soluté

Ce type de durcissement est obtenu par addition d'éléments d'alliage en solution. Le mécanisme de ce durcissement est expliqué par l'existence d'une force de freinage qui résulte d'une interaction entre les dislocations et les atomes étrangers en solution.

I.4.3. Durcissement par déformation plastique (écrouissage)

Lorsqu'un alliage subit une déformation plastique, sa microstructure et ses propriétés mécaniques sont modifiées. L'augmentation de la densité de joints de grains entrave davantage le mouvement des dislocations et en raison de l'augmentation de leur densité, les dislocations s'enchevêtrent et durcissent l'alliage.

I.4.4. Durcissement par précipitation (durcissement structural)

Les principaux mécanismes physiques du durcissement structural se classent en fonction du mode d'interaction entre les précipités et les dislocations ; ces modes d'interaction sont souvent simultanés et dépendent des caractéristiques physico-chimiques de la matrice et des précipités. Les précipités peuvent être cohérents, semi-cohérents ou incohérents avec la matrice.

I.4.4. a. Les précipités cohérents

Les précipités sont cohérents, s'il y a continuité géométrique des réseaux cristallographiques de la matrice et des précipités dans toutes les directions cristallographiques. Seules la nature et la disposition des atomes sur le réseau sont modifiées

(figure 1. 3. (a), (b) et (c)). L'écart à la cohérence δ dans un plan cristallographique est donné par la différence relative des distances réticulaires d_{hkl} dans le plan de la matrice et $d'_{h'k'l'}$, dans le plan de précipité :

$$\delta = (d_{hkl} - d'_{h'k'l'}) / (d_{hkl} + d'_{h'k'l'}) \quad (\text{I.4}). [12]$$

Cet écart est à l'origine de distorsions élastiques dans les réseaux cristallographiques des deux phases. Dans les alliages d'aluminium, la précipitation cohérente est le premier stade de la précipitation homogène. Les précipités cohérents sont nécessairement très petits à condition que l'écart à la cohérence ne soit pas très faible. Pour les zones Guinier-Preston, cet écart est faible

Lorsque l'écart à la cohérence est, ou devient, trop élevé, des dislocations sont nécessaires aux interfaces précipité-matrice pour accommoder les distorsions élastiques. Ce mécanisme s'observe pour des précipités possédant un très fort écart à la cohérence.

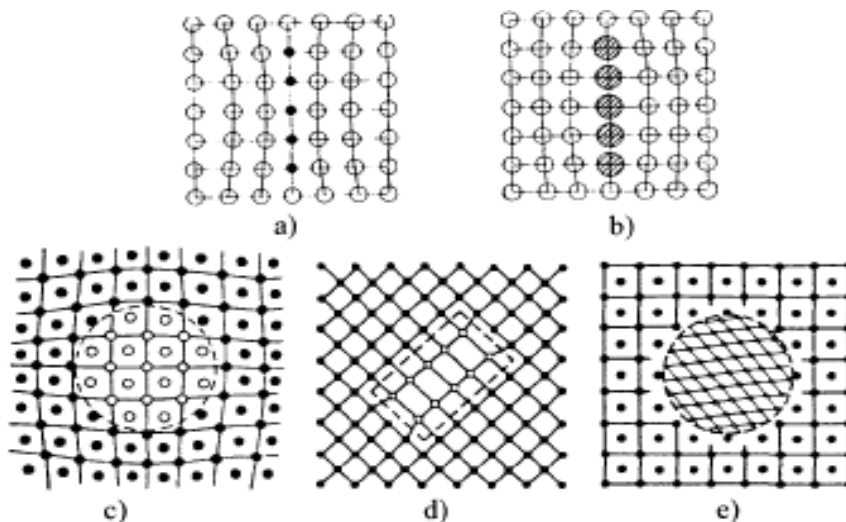


Figure I.3 : Représentations schématiques de précipités dans les solides cristallins : a) Zone GP, effet de taille négatif ; b) Zone GP, effet de taille positif; c) Précipité cohérent avec distorsion du réseau due à une variation de volume; d) Précipité semi-cohérent; e) Précipité incohérent. [13].

I.4.4. b. Les précipités semi-cohérents

Des précipités en relation d'orientation sont semi-cohérents si les réseaux de la matrice et des précipités ne sont cohérents que le long de quelques systèmes de plans ou de directions cristallographiques (figure I. 4. (a)).

I.4.4. c. les précipités incohérents

Les précipités sont incohérents, s'il n'existe aucune relation d'orientation cristallographique particulière entre le réseau de la matrice et celui du précipité (figure 1.4)

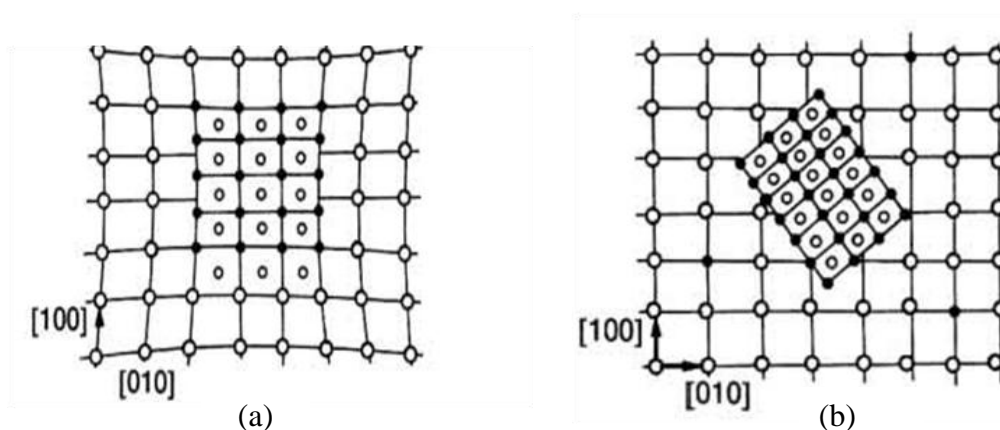


Figure I. 4 (a) : Représentation schématique du précipité semi-cohérent avec la matrice
(b) : précipité incohérent avec la matrice. [14]

I.4.4.1. Effets à distance

Les variations de volume liées à la précipitation ainsi que les différences entre les constantes d'élasticité des précipités et de la matrice sont à l'origine de microcontraintes internes au matériau qui affectent le mouvement des dislocations, générant ainsi un durcissement.

I.4.4.1. a. Durcissement par différence de module de cisaillement

L'énergie d'une dislocation, caractérisée par sa tension de ligne, est fonction du module de cisaillement de la matrice. Une différence ΔG de module de cisaillement entre la matrice G_m et une particule G_p induit une force d'interaction particule-dislocation, et génère un durcissement caractérisé par un accroissement de la contrainte seuil σ d'écoulement des dislocations de $\Delta\sigma$ [15].

I.4.4.1. b. Durcissement par contraintes de cohérence

Ce mécanisme est dû à la différence du paramètre de maille entre la matrice et les précipités cohérents ou encore une différence de coefficient de dilatation thermique entre la matrice et les précipités (cohérents ou incohérents).

Dans les deux cas, le champ de distorsion élastique autour des précipités interagit avec les champs de déformation associés aux dislocations et limite ainsi leur mouvement.

I.4.4.2. Effet à courte distance

I.4.4.2.a. Cisaillement des précipités par les dislocations

Le franchissement des précipités par les dislocations par cisaillement fait intervenir les caractéristiques chimiques et cristallographiques du précipité et celles de l'interface précipité-

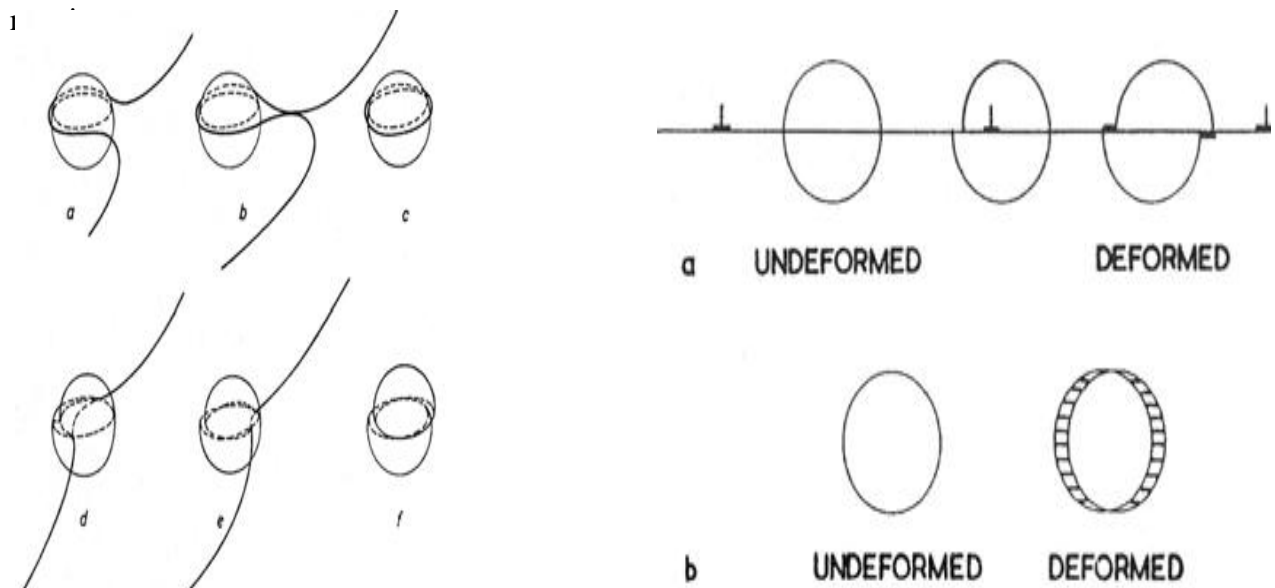


Figure I. 5: a)- Mécanisme de franchissement d'un précipité : a, b, c contournement et d, e, f cisaillement [Gerold 1979] b)- Mécanisme de cisaillement se produisant dans un seul plan [Kelly 1963].

Pour de faibles déformations plastiques, le cisaillement de précipités n'apparaît que lorsque ceux-ci sont cohérents ou semi cohérents et que la dislocation peut glisser de manière

continue dans la matrice à travers les précipités. Lorsque les plans de glissement de la matrice et des précipités sont en coïncidence, le cisaillement s'effectue dans un seul plan. Lors du cisaillement, plusieurs mécanismes peuvent gouverner le durcissement.

I.4.4.2. b. Durcissement par incrément de surface

La création d'une interface précipité-matrice supplémentaire dS apparaissant au cisaillement (figure I.6) nécessite l'apport d'énergie $\gamma_s dS$ où γ_s est l'énergie superficielle de l'interface du précipité qui s'oppose à sa création et contribue à freiner le mouvement des dislocations [16, 14,17].

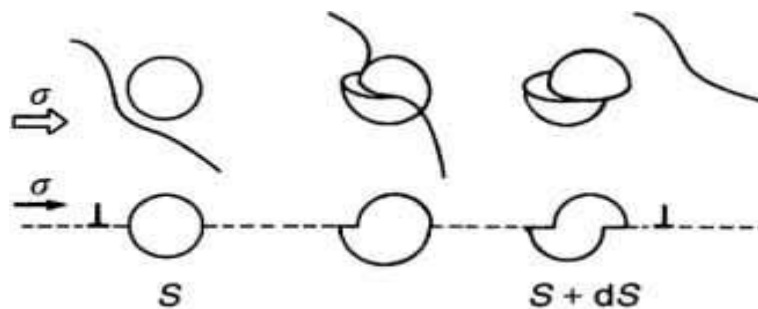


Figure I.6 : *Cisaillement d'un précipité sphérique dans le plan de glissement d'une dislocation coin.*

I.4.4.2. c. Durcissement par différence d'énergie de faute d'empilement

L'énergie de faute d'empilement d'un cristal est à l'origine de la dissociation en deux dislocations partielles. Selon la nature de la phase dans laquelle glisse la dislocation, la séparation de ces dislocations partielles est plus ou moins prononcée et gêne son mouvement [18].

I.4.4.2. d. Durcissement par effet d'ordre

Ce durcissement suppose la présence de précipités de structure ordonnée. Leur franchissement par une dislocation de la matrice conduit à la formation d'une paroi d'antiphase où l'ordre chimique entre les atomes voisins n'est plus respecté (Figure1.7) ce mécanisme se caractérise microscopiquement par des empilements de dislocations appariées.

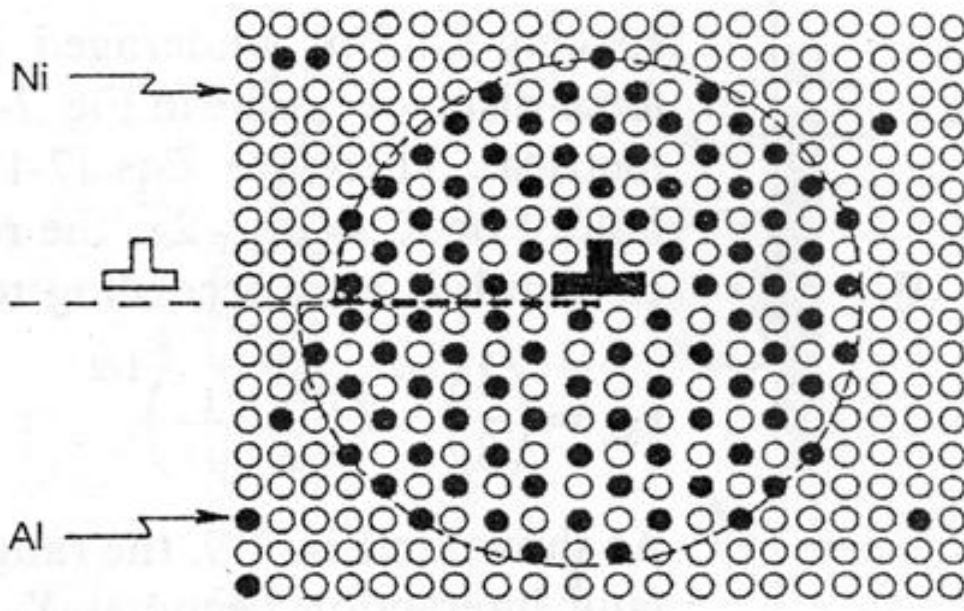


Figure I.7 : Représentation schématique de la paroi d'antiphase formée lors du passage d'une dislocation. [19]

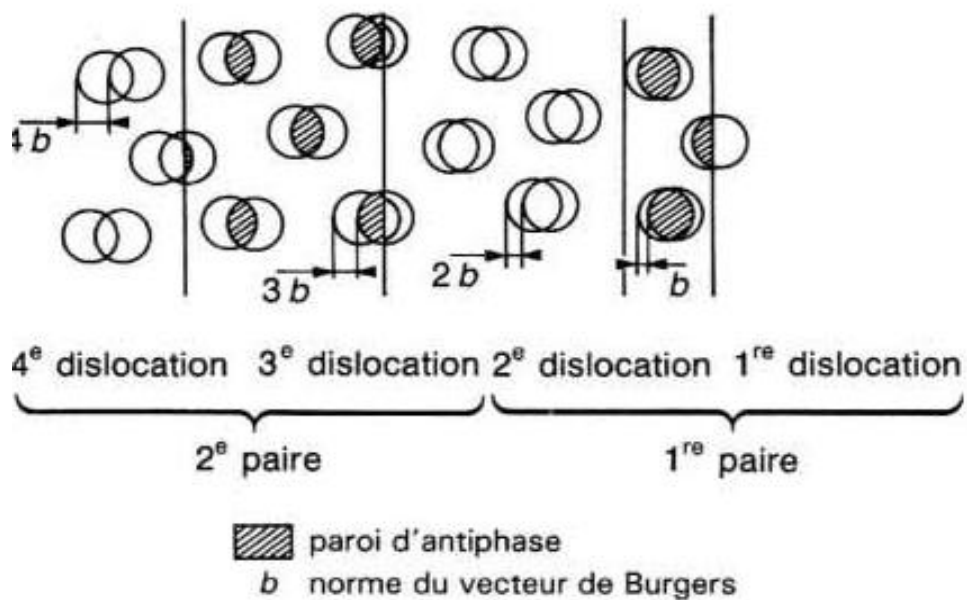


Figure I.8 : passages de deux superdislocations dans des précipites. [19]

I.4.4.3. Contournement des précipités par les dislocations

Le mécanisme de contournement le plus simple ou contournement d'Orowan est schématisé par la figure 1.9. (a). La dislocation évite par contournement le précipité tout en restant dans son propre plan de glissement. Les deux brins de la ligne de dislocation, incurvés de part et d'autre de l'obstacle, se recombinent, permettant l'échappement de la dislocation et laissent autour du précipité une boucle de dislocation.



Figure I.9 :a) Représentation schématique du mécanisme de contournement d'Orowan.

b) Boucles de dislocation dans un alliage du système Al-Li1. [20]

Ce mécanisme de contournement, concerne les précipités incohérents avec la matrice et les précipités cohérents lorsque le bilan énergétique est favorable au contournement.

I.5. Mécanisme de précipitation

I.5.1. Précipitation par germination et croissance

Selon la théorie de Gibbs, la formation de germes résulte de fluctuations très amples mais très localisées de l'arrangement atomique.

I.5.1.1. La germination

Les germes peuvent résulter de fluctuations statistiques de composition de taille suffisante (de l'ordre du nanomètre) au sein de la solution solide avec une cinétique de formation très rapide en présence de lacunes en sursaturation (Précipitation homogène), ou se former préférentiellement sur les défauts du réseau ou les interfaces préexistantes entre les différents grains ou les particules (précipitation hétérogène). La germination n'est possible

que si elle s'accompagne d'une diminution de l'énergie libre du système constitué initialement par la solution solide homogène.

La variation d'énergie libre nécessaire à la formation d'un germe de rayon r , $\Delta G(r)$ englobe une énergie libre de formation liée au volume du germe, $\Delta G_v = \Delta g_v \cdot (4/3\pi r^3)$, négative, une énergie libre de surface requise pour la formation d'une interface entre la matrice et le germe, $\Delta G_s = 4\pi r^2 \sigma$, où σ est l'énergie d'interface, et une énergie élastique de

distorsion des réseaux, ΔG_d , positive, dépendant de l'écart à la cohérence entre le germe et la matrice.

$$\Delta G(r) = \Delta G_v + \Delta G_s + \Delta G_d. [21]$$

La variation d'énergie libre associée à la création d'un germe sphérique de rayon r est donnée par l'équation suivante:

$$\Delta G(r) = \Delta G_v + \Delta G_d + 4\pi r^2 \cdot \sigma [22]$$

Elle croît avec le rayon du germe jusqu'à atteindre sa valeur maximale, ΔG^* , pour un rayon critique, r_0 , puis diminue au-delà (Figure I.10). ainsi, pour des raisons de stabilité thermodynamique : les germes de rayon inférieur au rayon critique se dissolvent tandis que ceux de rayon supérieur au rayon critique croissent et donnent des précipités. Ceux-ci se développent jusqu'à la phase de coalescence qui consiste en un grossissement des précipités de grande taille au détriment de ceux de petite taille.

Pour qu'un germe puisse croître, son énergie doit être supérieure à la barrière d'énergie :

$$\Delta G_{r_0} = 4/3 \cdot \pi \cdot r_0^2 \cdot \sigma. [23]$$

Dans le cas d'un faible écart à la cohérence, ΔG_d peut être négligée et $r_0 = -2 \cdot \sigma / \Delta g$

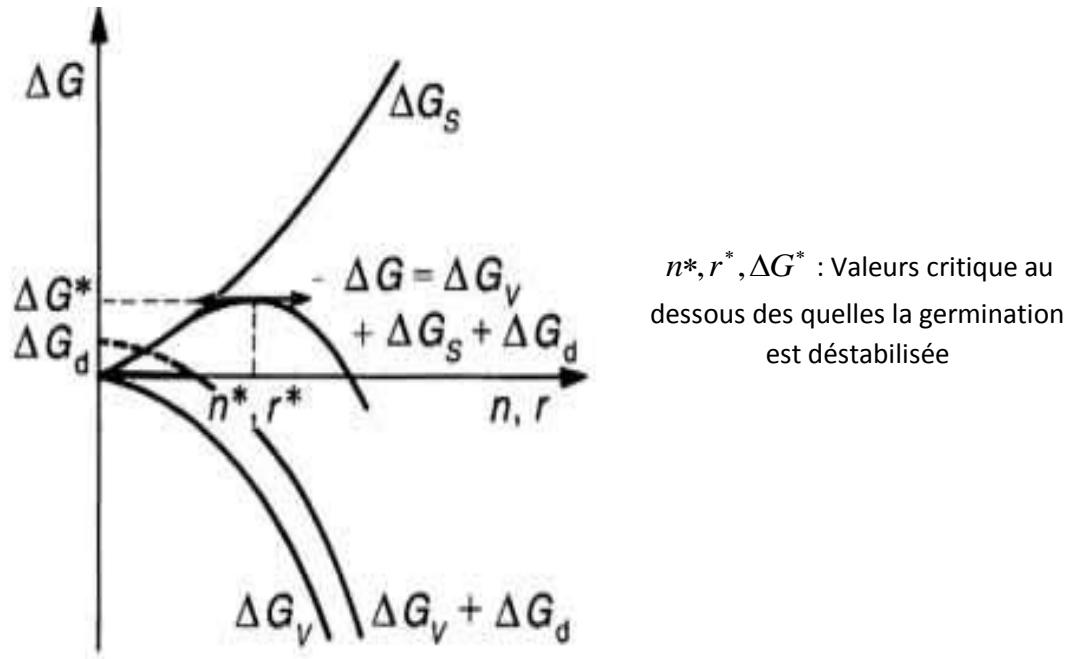


Figure I.10 : représentation schématique des énergies mises en jeu pour la formation D'un germe. [23]

I.5.1.2. Croissance

La croissance ultérieure des germes et des précipités est régie par la diffusion des atomes de soluté vers les germes, qui est thermiquement activée.

Le traitement de revenu provoque la croissance initiale des précipités par drainage du soluté selon un processus régi, soit par le transfert du soluté à l'interface entre la matrice et le précipité, soit par la diffusion du soluté dans la matrice, soit par un mode de contrôle mixte. Il s'ensuit l'existence d'un gradient de concentration en soluté dans la matrice à partir de l'interface entre la matrice et le précipité.

- **cinétique de croissance**

Les cinétiques de transformation de phases résultant d'un processus de germination et croissance sont généralement régies par la loi de transformation proposée par Johnson Mehl-Avrami-Kolmorov [24-26]. Elle exprime le taux d'avancement de la transformation au cours du temps :

$$F=1-\exp(-kt)^n$$

Où k est une constante dépendant de la température et de la vitesse de la transformation et n, le paramètre de croissance variant de 1 à 4 selon le type de transformation.

I.5.2. Coalescence

Au cours de la croissance d'une phase, la matrice s'appauvrit en atomes de soluté jusqu'à l'équilibre. Au voisinage de l'équilibre, aux faibles sursaturations, les particules de phase précipitée de taille supérieure à une taille critique se développent au détriment des plus petites. Pour de faibles fractions volumiques précipitées, le rayon critique est donné par la relation:

$$r_0(x) = -2\sigma/\Delta G_v(x) = (2\sigma V/RT\varepsilon) (1-x_e)/(x_p-x_e) \log(x/x_e). [21]$$

Et la barrière d'énergie à la formation d'un précipité de rayon critique est donnée par:

$$\Delta G_{r_0}(x) = (4\pi/3) [r_0(x)]^2 \sigma. [21]$$

Où σ est l'énergie libre d'interface, V , le volume de N_a atomes à l'intérieur des précipités, x , la concentration moyenne de la matrice en atomes de soluté, x_e , la concentration en atomes de soluté de la matrice à l'équilibre métastable, x_{pe} , la concentration en atomes de soluté des précipités à l'équilibre métastable et ε , un facteur thermodynamique.

I.5.3. Précipitation par décomposition spinodale

La courbe d'énergie libre molaire de Gibbs, représentée à une température T (Figure I.1), est caractérisée par deux points d'inflexion I et J aux concentrations x_I et x_J .

Une diminution continue et progressive de l'énergie libre chimique du système de concentration comprise entre x_I et x_J , favorable du point de vue thermodynamique, est obtenue par la démixtion de la solution solide initiale en deux composantes dont l'une est de plus en plus appauvrie en soluté et l'autre, de plus en plus enrichie en soluté.

La précipitation, qui s'initie alors à partir de fluctuations de faibles amplitudes et très étendues en composition au sein de la solution solide, se produit dans tout le grain.

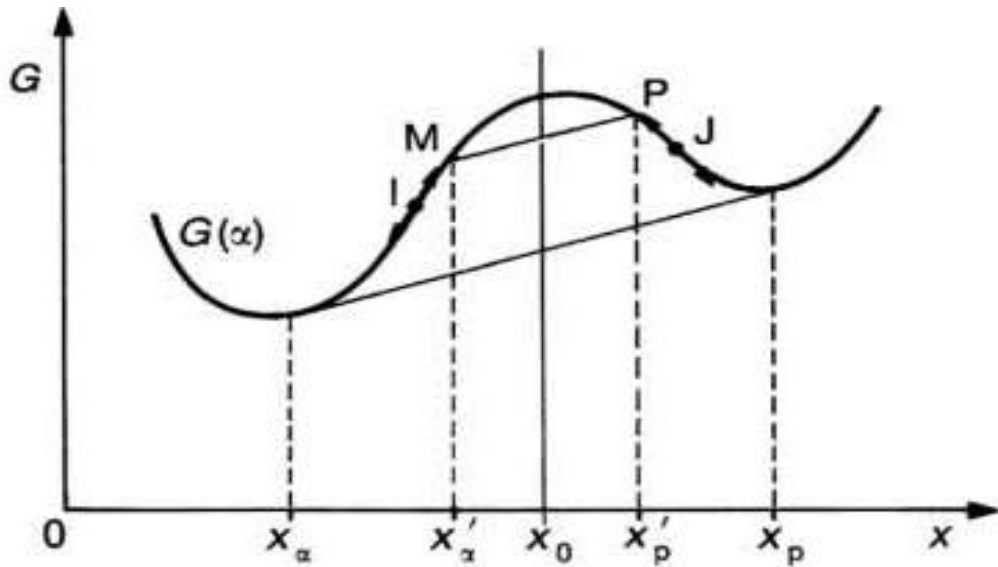


Figure I.11 : Courbe d'énergie libre G à basse température d'un alliage de concentration x_0 [27].

Les différences de compositions, très faibles au début de la démixtion de l'alliage, tendent à s'amplifier au fur et à mesure de l'avancement de la décomposition, le soluté migrant vers le précipité par diffusion à courte distance en remontant le gradient de concentration jusqu'à la composition finale du précipité x_p . Il en résulte une microstructure caractérisée par une modulation apparemment périodique de la distribution de précipités dans la matrice. [22].

Chapitre II :

Systeme

Aluminium-Cuivre-Magnésium

II. Généralités sur l'aluminium et ses alliages –Système ternaire AlCuMg :

II.1 .Aluminium et ses alliages

L'élément aluminium a été découvert en 1825. C'est l'élément métallique le plus présent à la surface de la terre. En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2 % environ de celle des aciers. Cependant, ce métal (et ses alliages) arrive en seconde position.

L'ensemble de ses propriétés physiques en font un matériau remarquable. Les conductivités électrique (62 % de celle du cuivre) et thermique de ce matériau sont élevées. De plus, sa masse volumique de $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$ en fait un matériau léger et de ce fait très intéressant, notamment pour des applications dans le secteur de l'aéronautique. Néanmoins, l'utilisation de l'aluminium pur reste limitée en raison de ses propriétés mécaniques médiocres.

Ainsi, il apparaît intéressant et nécessaire de développer des alliages d'aluminium ; le choix des éléments d'additions se fait dans le but d'obtenir une amélioration de certaines caractéristiques par rapport aux propriétés de l'aluminium pur. Il existe de nombreux domaines d'applications pour ces alliages et de nombreuses nuances ont donc été développées afin de satisfaire les caractéristiques requises. Néanmoins, la modification de la composition chimique d'un alliage dans le but d'améliorer une performance donnée s'accompagne souvent d'une chute en ce qui concerne une autre propriété. Il est alors essentiel d'adopter un compromis : par exemple, entre de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion.

Il existe environ 310 alliages d'aluminium différents. Certains alliages possèdent des caractéristiques mécaniques qui répondent aux besoins du domaine aéronautique, comme par exemple l'alliage 2024 utilisé dans les structures des avions et le revêtement de leur fuselage. L'aéronautique est donc un grand « consommateur » d'alliages d'aluminium, Comme cela apparaît dans le tableau suivant :

Appareils	Alliages Al	Alliages Ti	Composites - organiques	Aciers	Autres
A310	67%	5%	10%	13%	5%
A320	58%	6%	20%	13%	3%
A330/A340	73%	6.5%	10%	7.5%	3%
A380	75%	7%	8%	7%	3%

Tableau II.1 : Répartition des matériaux constituant certains appareils d'airbus industries (%en masse). [28].

II.2. Le système ternaire AlCuMg :

Les alliages d'aluminium basés sur les ajouts de Cu et Mg sont les principaux éléments d'alliage constituant un groupe de technologie importante de matériaux légers structurels [29-30]. Les alliages AlCuMg ont de nombreuses excellentes performances, telles que : module d'élasticité élevé, bonne résistance à la corrosion et de bonnes propriétés à haute température. Ils sont largement utilisés dans l'aviation comme nouveaux matériaux de structure qui constituent, principalement, de nombreux types d'instruments tels que le cadre, l'hélice, le piston. [31,33].

Il est bien connu que la série des alliages d'aluminium Al-Cu-Mg est largement utilisée dans les applications aéronautiques qui exigent la tolérance aux dommages de fatigue [34,36].

En raison de leur forte teneur en cuivre, les alliages AlCuMg sont un candidat potentiel pour un certain nombre d'applications industrielles [37], Ils sont principalement considérés comme un substitut de matériaux à base de fer pour les éléments de structure de l'industrie du transport [38].

La nature du renforcement de phases précipitées dans les alliages Al-Cu-Mg est déterminée par les niveaux de soluté et le rapport de Cu: Mg, ainsi que les paramètres de traitement thermomécanique. Il y a généralement une augmentation significative de la dureté et de niveaux de résistance avec une augmentation du rapport Cu: Mg [39].

II.2. 1. Diagramme de phase de AlCuMg :

Les diagrammes d'équilibres des alliages binaires sont différents de diagrammes d'équilibre ternaires,

Ces derniers consistent en deux types de coupes :

- Une Coupe verticale pour une concentration fixée par exemple, x : ce diagramme est nommé diagramme quasi-binaire, l'étude de ce dernier est la même que celle du diagramme des alliages binaires.
- Une Coupe verticale à température fixée : Il est le plus utilisé et on obtient un diagramme sous forme équilatérale

La connaissance de ces deux types de coupes nous permet de déterminer l'évolution d'alliages.

La Figure II-1 représente la relation entre la projection isotherme de liquidus, solidus et solvus et le diagramme de phase à trois dimensions.

Le diagramme d'équilibre de l'alliage AlCuMg présente une réaction eutectique à 548°C. A 650°C l'alliage est à l'état liquide. Entre 650°C et 570°C, on a deux phases, liquide et solide, et entre 570°C et 500°C l'alliage est à l'état solide, Au dessous de 500°C l'alliage est à l'état solide, La gamme de température d'homogénéisation va de 500°C jusqu'à 570° C.

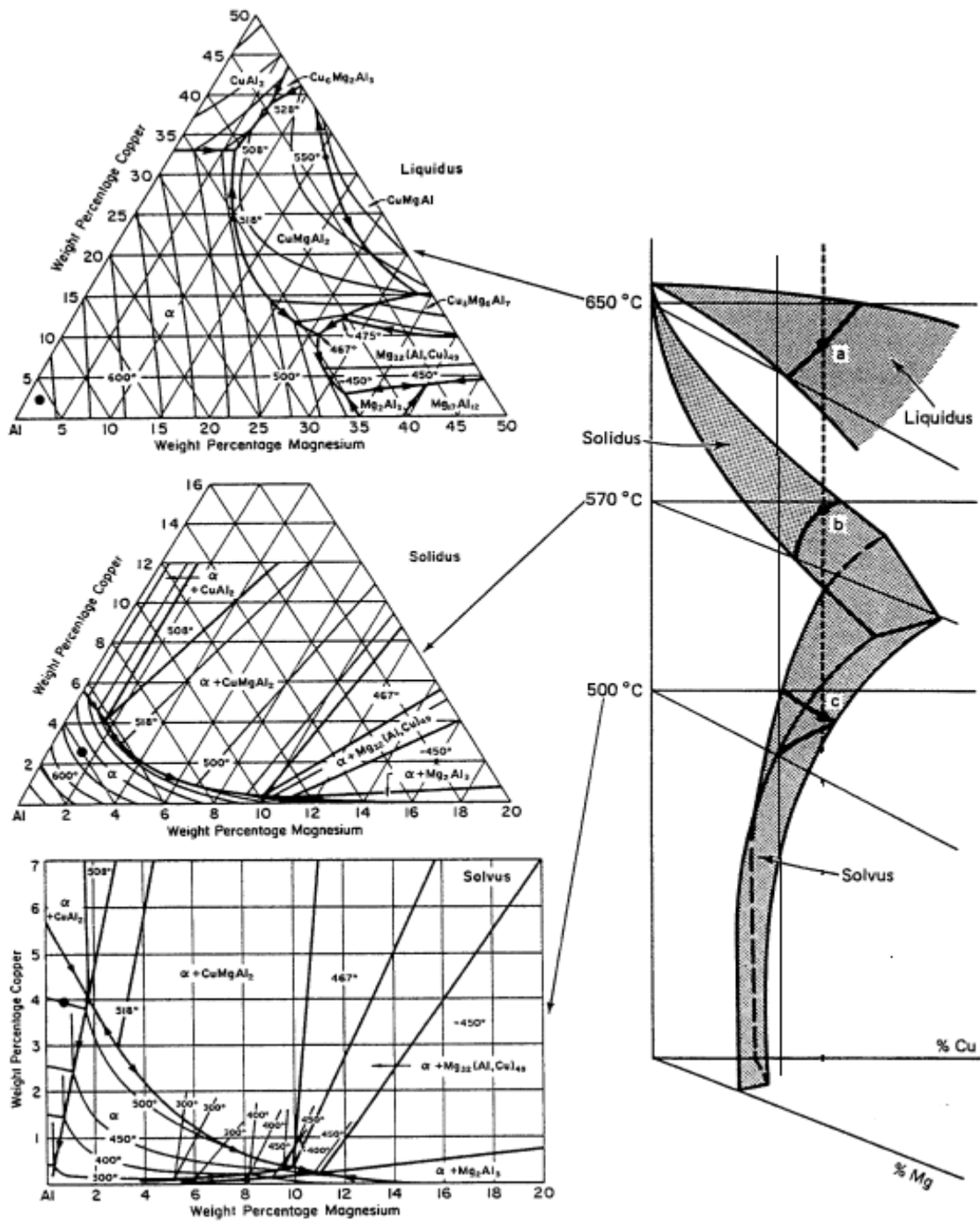
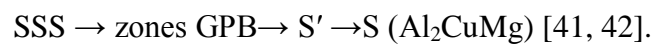


Figure II.1. Diagramme d'équilibre de l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg. [40].

II.2. 2. Durcissement structural dans l'alliage Al Cu Mg

La séquence de précipitation des alliages AlCuMg peut être résumée par :



Où SSS représente la solution solide sursaturée, et GPB signifie Guinier–Preston–Bagaryatsky (Une expression popularisée par Silcock). S' est la phase métastable de transition et S (Al₂CuMg) la phase d'équilibre stable.

Zones Guinier-Preston (GP) et Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB) :

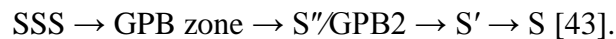
Deux types de zones peuvent être observés dans l'alliage AlCuMg :

a)- Un type qui est prédominant dans l'alliage dont le rapport des nombres d'atomes Cu et Mg, (N_{Cu}/N_{Mg}), est élevé (environ trois) et qui est le même que le type de zones trouvées dans les alliages binaires Al-Cu : Les zones Guinier-Preston

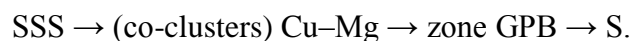
b)-Un deuxième type de zones habituellement dénommé Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB). Ces zones apparaissent dans l'alliage Al-Cu-Mg dont le rapport des nombres d'atomes Cu et Mg, (N_{Cu}/N_{Mg}) est voisin de 1.

Notre alliage Al2.6%Cu1%Mg (en poids) donne comme rapport des nombres d'atomes Cu et Mg, (N_{Cu}/N_{Mg})= 0.99≈1

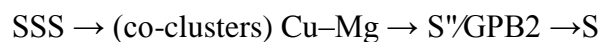
Au le début des années 1950, Bagaryatsky était le premier qui a proposer une séquence de précipitation avec quatre étapes pour le vieillissement des alliages AlCuMg



Ringer et al. [44,45] ont proposé la séquence de précipitation par vieillissement suivante :



Par une combinaison de techniques (MET) et (DSC) Wange et al. [46,47] ont confirmé l'existence de la phase S'' [48], et ont proposé la séquence de précipitation suivante :



Pour une large gamme d'alliages ternaires Al-Cu-Mg vieillis jusqu'au maximum de dureté dans la gamme de températures moyennes (120–220°C), le durcissement est dû à la précipitation du zones GP (Cu, Mg), des zones GPB et de la phase S' orthorhombique (éventuellement S) Al₂ Cu Mg [49,50].

Lorsque le vieillissement est effectué à des températures suffisamment basses (généralement inférieure à 200°C), deux étapes distinctes de durcissement par précipitation dans les alliages AlCuMg sont observées, la première étape est une augmentation très rapide de dureté après trempe et représente environ 60% du maximum de durcissement, la seconde étape est l'augmentation jusqu'au pic de dureté. L'origine du durcissement initial rapide est en litige.

La formation des zones Guinier–Preston–Bagaryatsky (GPB) [51], des co-clusters Cu–Mg [52,53] et l'interaction dislocation-soluté [54,55] seraient le mécanisme de durcissement rapide dans les alliages AlCuMg.

Dans les années 1990 on a montré que la première phase de durcissement par vieillissement était due à la formation de co-clusters [56,57] où les co-clusters sont définis comme des amas formés par 2 éléments d'alliage.

Pour la séquence de précipitation proposée par Ringer et al. [56,45], les co-clusters sont responsables du durcissement initial. La GPB zone est le précipité dominant jusqu'au maximum de durcissement, et la phase S apparaît dans le stade d'adoucissement.

Alors que pour la séquence de précipitation de Wange et al. [46,47], la phase S est la responsable du durcissement maximal. S"/GPB2 a été considéré comme une phase ayant une contribution limitée au durcissement des alliages dont contenus en cuivre sont élevés. [58].

II.3. Les Zones GPB dans les alliages AlCuMg

Pour une solution solide traitée, trempée et vieillie, les atomes de soluté ont tendance à se ségréger pour former l'embryon ou précurseur de structure de la zone GPB, au stade de vieillissement prématuré des alliages AlCuMg, et cela est dû à la forte interaction entre les atomes de soluté et les lacunes [59,60].

La preuve de l'existence des zones GPB a été initialement établie par une étude de diffusion des rayons X aux petits angles [31,35].

Une étude récente a montré que les preuves de l'existence des zones GPB sont faibles, et aucun des modèles des zones GPB riches en cuivre et magnésium présenté depuis les années 1950, [51,61, 62,63] n'a été confirmé de manière indépendante. Au lieu de cela, des

travaux récents [32,64, 42] utilisant la technique trois dimensions atome sonde (3DAP) montrent que la coopération Cu-Mg-clusters apparaît au lieu des zones GPB, au cours du vieillissement initial.

Selon Bagaryatsky, la première phase à se former (maintenant appelé zone Guinier–Preston–Bagaryatsky [GPB]) forme un arrangement atomique dans lequel les atomes de cuivre et magnésium remplissent la famille du plan $\{100\}$ de la matrice d'aluminium d'une manière similaire à celle de la phase stable S. sur les plans $\{100\}_s$ [65].

Silcock. [51]. a fourni une interprétation différente pour les zones GPB, Il a conclu que les zones GPB étaient de particules en forme d'aiguilles, avec un diamètre de 1 - 2nm et une longueur de 4-8nm. Il a proposé que les zones GPB pouvaient avoir une maille tétragonale avec les paramètres $a = 0.55 \text{ nm}$, $c = 0.404 \text{ nm}$ [51].

Depuis les premiers travaux de Bagaryatsky et Silcock, un grand nombre de recherches ont porté sur la formation de la zone GPB en utilisant diverses techniques expérimentales, notamment la diffraction par rayons X, la microscopie électronique en transmission (MET), la tomographie par sonde atomique, la calorimétrie différentielle à balayage, et la technique de résonance magnétique nucléaire (RMN) utilisée, dans les travaux de Allekseev et al. [64].

Ces recherches sur les zones GPB ont pu confirmer leur morphologie en forme d'aiguille prédite par Silcock [55, 53 ,65], La détection des zones GPB n'a été possible que dans les étapes ultérieures du vieillissement artificiel [55,53]. Des observations après un vieillissement naturel ou avec un temps de vieillissement artificiel court n'ont pas pu révéler leur présence.

Lors de la première (rapide) étape de durcissement aucun précipité distinct ne peut être détecté par (MET) conventionnelle mais des expériences de DSC montrent clairement un effet

de dissolution attestant qu'un pré-précipité métastable se forme [34,66]. L'utilisation de la sonde atomique pour étudier les GPB a été faite dans plusieurs études [31, 67, 55 ,53].

Le classement des zones GPB comme étant la première phase à se former a été reconsidéré et il a été proposé que les "clusters" atomiques étaient la première structure de

précipitation. Les "clusters" ont été considérés comme des zones GPB, à cause du manque de forme caractéristique, de composition et de structure cristalline.

Depuis le milieu des années 1990, la microscopie ionique atome sonde de champ (APFIM) et en trois dimensions atome sonde (3DAP) ont mis en évidence que la première étape de durcissement était due à la formation de co-clusters [31, 45, 52,57].

Plusieurs structures ont été proposées pour les zones GPB, GPB2 et la phase S'', comme indiqué dans le tableau ci-dessous :

Structures cristallographiques	composition	Nom de la structure	Les données expérimentales du modèle soutien	références
Ordre à courte distance d'une couche de Cu +Mg et plusieurs couches Al sur la famille {1 0 0} d'aluminium	Al _x CuMg	GPB	XRD	[68]
Monoclinic, $a = 0.400$ nm, $b = 0.925$ nm, $c = 0.718$ nm, $\alpha = 88.6^\circ$	Al ₂ CuMg	S''	XRD	[32]
Monoclinic, $a = 0.32$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.254$ nm, $\beta = 91.7^\circ$.	Inconnu	S''	HREM	[69]
Orthorhombic, $a = 0.405$ nm, $b = 0.906$ nm and $c = 0.725$ nm	Al ₂ CuMg	GPB	proposed	[29]
Orthorhombic, $a = 0.405$ nm, $b = 0.405$ nm and $c = 0.81$ nm, Imm2	Al ₂ CuMg	S''	TEM	[74]
Tetragonal, $a = 0.405$ nm, $c = 0.81$ nm, P4/nbm	Al ₂ CuMg	GPB	FPTEC	[70]
Tetragonal, CuAuI type, $a = 0.47$ nm, $c = 0.4$ nm	Al ₂ CuMg	GPB	XRD	[34]
Tetragonal $a = 0.55$ nm, $c = 0.404$ nm	Al ₂ CuMg	GPB	XRD	[71]

Tetragonal, $a = 0.58 \text{ nm}$, $c = 0.808 \text{ nm}$	Al_xCuMg	S''	TEM	[72]
Cubic, $a = 0.827 \text{ nm}$	$\text{Al}_5\text{Cu}_5\text{Mg}_2$	S''	XRD	[71]

Tableau II.2 : différentes propositions de structure de GPB, GPB₂, et S''.

Bien que les structures cristallines de zones GPB et la phase métastable S'' soient contestées par un bon nombre de chercheurs internationaux ces dernières années, la structure la plus acceptée est le modèle de [48,73] proposé par Perlitz et Westgren pour la zone GPB qui a une structure P4/nbm avec des paramètres de maille $a = 0.405 \text{ nm}$, $c = 0.810 \text{ nm}$ et illustré à la figure suivante :

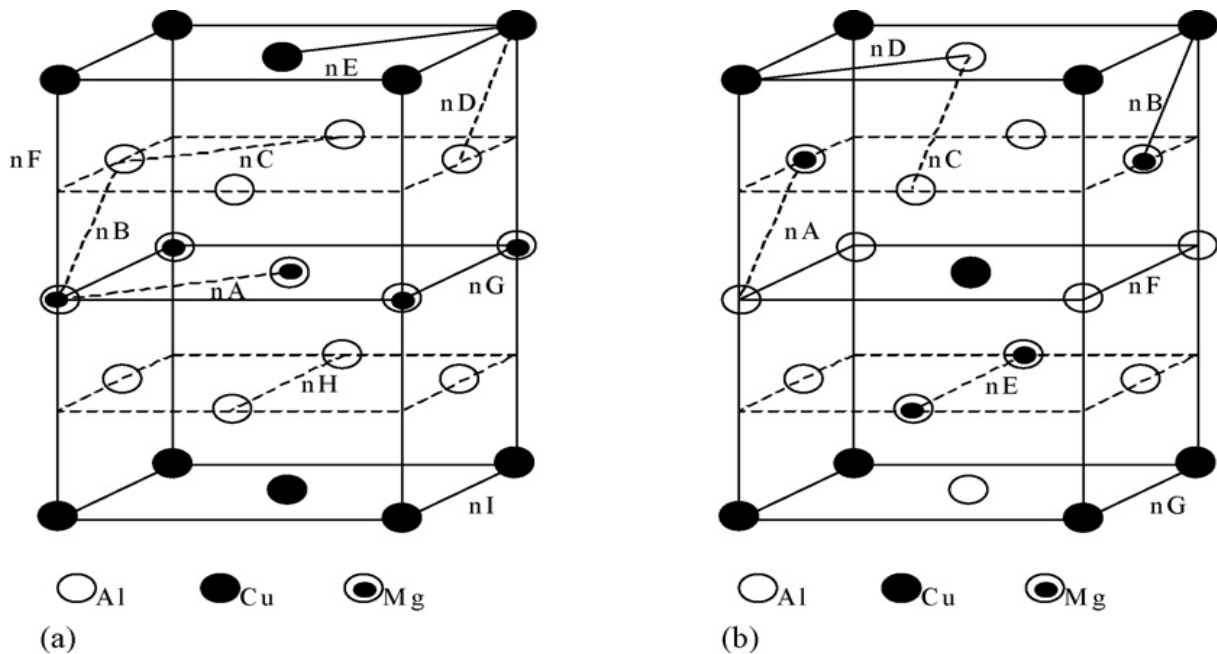


Figure II.2 : Les modèles structurels de la zone de GPB (a) et les modèles structuraux de la phase S'' (b).

II.4. Précipité métastable S''

L'existence d'une phase (appelée S'' ou GPB₂) différente de la phase S et GPB ont été rapportés [74, 33, 69,75]. Charai et al. [69] et Kovarik et al. [75] Au moyen de la haute

résolution microscopie électronique (HREM) ont effectué un travail indiquant la présence d'une phase intermédiaire appelée S'' ou GPB₂.

Par une combinaison des techniques (MET) et (DSC) Wang et al. [39,41] ont confirmé l'existence de la phase S'' [42].

La structure de S'' n'a pas été clairement confirmée, ils ont proposé plusieurs structures :

Orthorhombique [76, 77,78], cubique [51], Tétragonale [79,62], monoclinique [80].

Une nouvelle structure [66,81] à été proposée pour GPB₂/S'' avec la composition Al₅(Cu, Mg)₃ et une structure orthorhombique de paramètres de réseau a = 0.405 nm, b=1.62 nm et c = 0.405 nm, qui est compatible avec les résultats obtenus (HREM) et (TEM) [42]. Les GPB₂ (deuxième zones) ont été trouvés seulement pour un vieillissement à haute température [51]. Silcock. [51] a proposé que la structure du GPB₂ était liée à des cubes Mg₂Al₅Cu₅.

La structure de S'' proposée par Cuisiat et al. [76], et la structure GPB proposée par Wolverton [62], sont illustrées dans la figure ci-dessous :

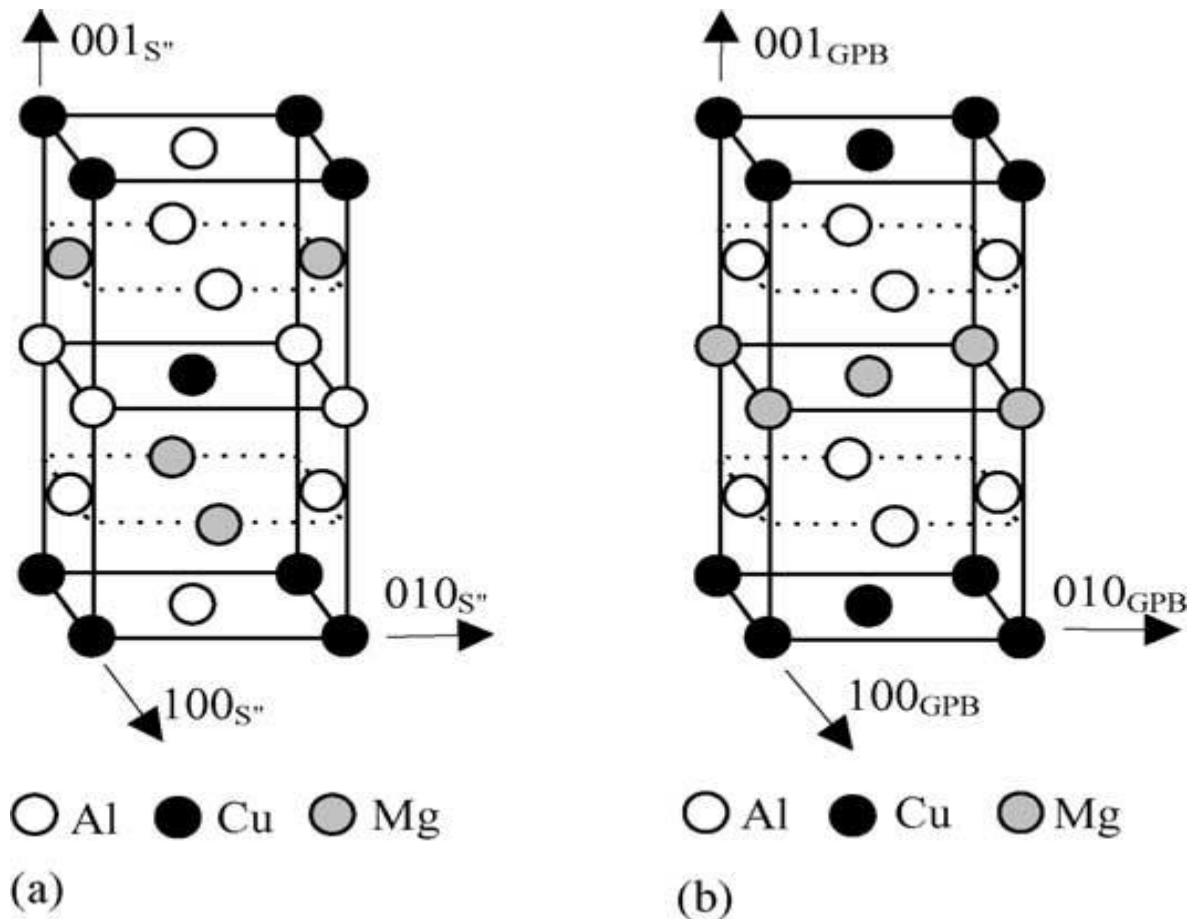


Figure II.3 : (a) structure S'' proposée par Cuisiat et al.

(b) structure GPB proposée par Wolverson.

II.5. Précipité d'équilibre S

Les précipités S' et S ayant une structure très proche et peu différentiable, il est de coutume de noter la phase $S'(S)$. Les précipités de phase $S'(S)$ se présentent sous forme de lattes sur les plans $\{012\}_\alpha$ et allongées le long des directions $\langle 001 \rangle_\alpha$ de la matrice.

Les relations d'orientations sont [Bagaryatskii 1952] [Silcock 1960] [Wilson 1965]:

$$[100]S' // [100]_\alpha \text{ le long de la latte}$$

$$[010]S' // [0-21]_\alpha \text{ et } [001] S' // [012]_\alpha [28].$$

Des études récentes (par exemple [55]) excluent l'existence d'une phase indépendante S' qui est maintenant considérée comme continue plutôt que distincte de la phase S.

Comme S' a la même structure que la phase S avec une légère différence dans leur paramètre du réseau, il est maintenant considéré qu'il n'y a pas de distinction entre la phase S et S'.

Quelques structures de la phase S ont été signalées [82-84], mais la structure la plus acceptée pour la phase S semble être celle proposée par Perlitz et Westgren [82], qui a une structure orthorhombique avec les paramètres de maille $a = 0,400 \text{ nm}$, $b = 0,923 \text{ nm}$, $c = 0,714 \text{ nm}$. La structure de la phase stable S est un composé ternaire Al_2CuMg , principalement sous formes de lattes [84].

Chapitre III :
Techniques
expérimentals

III. Techniques expérimentales

III.1. Elaboration

On a élaboré deux échantillons :

Echantillon 1 : Alliage Al-2.6%Cu-1%Mg (en masse), la pesée des éléments est faite à l'aide d'une balance type **SARTORIUS** de précision 10^{-4} gramme Figure (III.1). Ces éléments sont d'une pureté de 99,99%. Au préalable on a trempé Aluminium dans de la soude NaOH pour le désoxyder.

Les températures de fusion sont : 660°C pour l'Aluminium, 1084°C pour le Cuivre et 650°C pour le magnésium, et comme Magnésium se vaporise à 1084°C on a commencé par l'élaboration de l'alliage Al-Cu, puis on a incorporé Magnésium.

Les trois matériaux sont mis dans un creuset en graphite qui est placé dans un four qui pouvait atteindre 1200°C Figure (III.2), on a fixé la température de four à $T=800^{\circ}\text{C}$, on maintient l'échantillon a cette température pendant 5heures, ensuite on procède à un refroidissement lent en arrêtant l'alimentation du four. On effectue une deuxième fusion, afin d'assurer une bonne miscibilité. La multiplication de la fusion provoque une perte de masse .

Echantillons 2 : on effectue les mêmes étapes d'élaboration que pour l'échantillon1 puis on ajoute 0.02% (en masse) d'étain (Sn).



Figure III.1 : balance type SARTORIUS.



Figure III.2 : Dispositif d'élaboration

III.2. Traitements thermiques

III.2.1. Traitement d'homogénéisation

Les traitements d'homogénéisation se font juste après l'élaboration, dans un four à moufle **IVAL** de température maximale 800°C (Figure III.3).

Un creuset en graphite contenant l'échantillon est suspendu au milieu de l'enceinte du four à l'aide d'un fil de tungstène.

Afin d'éviter l'oxydation de l'échantillon, l'enceinte est balayée par un flux de gaz inerte(Argon), processus appel l'on dit (Traitement sous Argon).

Le four vertical (Figure III.3) est porté à la température 520°C (valeur déterminée sur une partie du diagramme d'équilibre dans le domaine monophasé) pendant une durée de 10 jours pour assurer l'homogénéisation de l'échantillon.

L'opération de trempe est assurée par simple chute libre de l'échantillon dans un bac rempli d'eau, situé au-dessous du four. Nous obtenons ainsi une solution solide sursaturée homogène.



Figure III.3 : *dispositif d'homogénéisation*

III.2.2. Traitement de revenu

Après avoir découpé l'échantillon en petits morceaux, on procède à leur polissage fin avant de les réhomogénéiser à la température 520°C pendant 2 jours et de les tremper à l'ambiante (température comprise entre 19°et 25°C). Les échantillons se trouvent ainsi dans un état de solution solide sursaturée métastable, cet état peut évoluer au cours du temps par précipitation. L'évolution se produit soit lentement par simple maintien à la température ambiante (vieillessement naturel), soit par traitement thermique en portant l'échantillon aux températures désirée (inferieure à la température de solvus) : c'est le traitement de revenu (vieillessement artificiel).

Pour ces traitements on a utilisé une étuve de température maximale 200°C(Figure III.4), Pendant le traitement, les échantillons sont mis dans un bain d'huile pour les protéger de l'oxydation.



Figure III.4 : dispositif de revenu pour traitement de revenu.

III.3. Caractérisation par diffraction des rayons- X

Les échantillons homogènes sont caractérisés par diffraction des rayons X. La radiation utilisée est $K\alpha_1$ du cuivre de longueur d'onde ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) avec un diffractomètre R-X

L'analyse de diffraction des rayons X est faite pour le but de confirmer l'homogénéisation de l'alliage AL-2.6%-1%Mg.



Figure III.5 : diffractomètre X'PERT PRO MPD.

III.4. Mesure de microdureté

III.4 .1. Essai de microdureté

Dans notre étude nous avons déterminé la dureté de **VICKERS**. Nous avons utilisé un microduremètre de type **SHIMADZU** (Figure III.5.1), dont le pénétrateur est un diamant pyramidal à base carrée d'angle au sommet de 136° , soumis à une charge de 100 g (Figure III.5.2).

La dureté H_v est reliée à la diagonale de l'empreinte D par la relation :

$$H_v = 0.1854 \cdot P/D^2$$

Où, p charges appliquées sur le pénétrateur (g), D , longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (en micromètres)

Chaque point porté sur la courbe est la moyenne d'un minimum de huit essais de dureté. La charge est appliquée pendant une durée de 15 secondes.

Précision des essais : il y a deux types d'erreur :

- une erreur systématique due à l'appareil de l'ordre de 3.84%.
- une erreur statistique due à l'inhomogénéité de l'échantillon.



Figure III.6 : photo du microduremètre

Type (SHIMADZU).

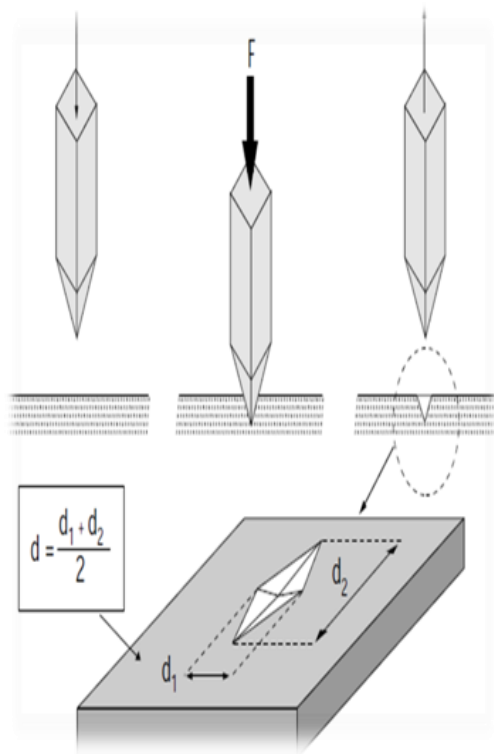


Figure III.7 : procédure d'un essai de dureté.

Vickers.

Chapitre IV :
Résultats et
interprétation

IV. Résultats et interprétation

IV.1. Caractérisations des solutions solides AlCuMg par diffractions des rayons X :

Les enregistrements obtenus au diffractomètre montrent que la solution solide AlCuMg donne des raies de diffraction aux positions angulaires analogues à celle données par le réseau C.F.C de l'aluminium qui est métal de base, Al, (Figures 1et2), ces résultats, en accord avec les prévisions théoriques [85], confirment que nous sommes en présence d'une solution solide de substitution désordonnée.

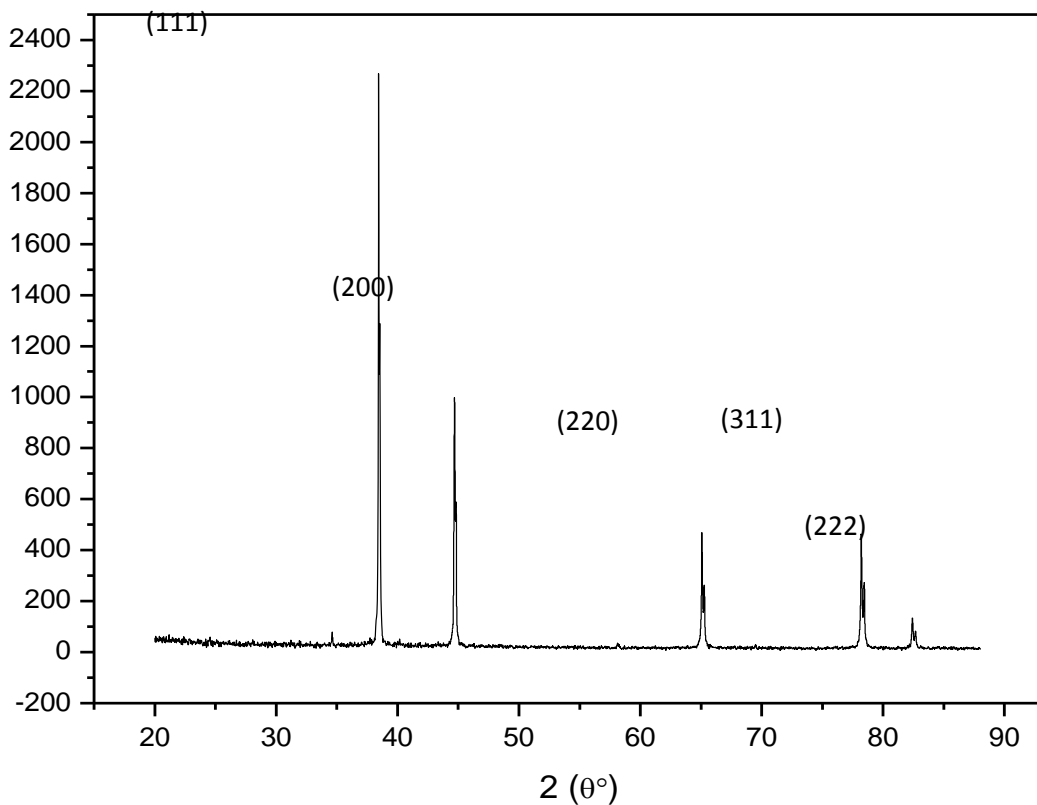


Figure IV .1 : Spectre de diffraction des rayons X de Al (pur).

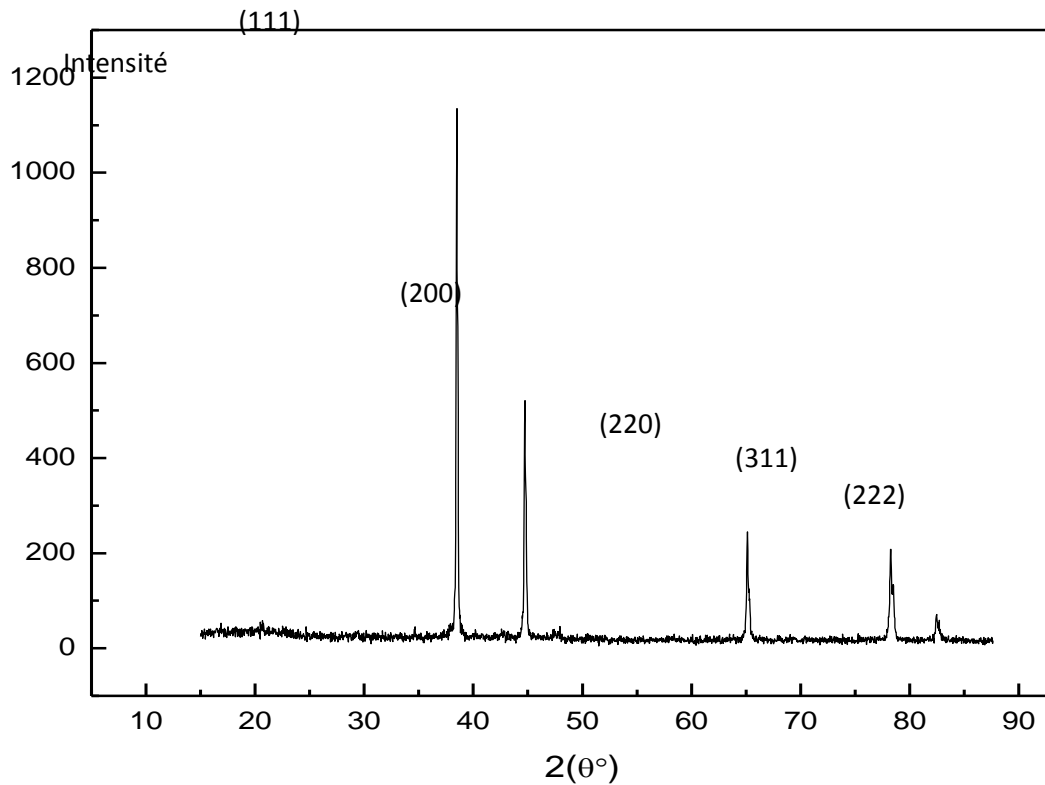


Figure IV .2 : Spectre de diffraction des rayons X de AlCuMg (homogène).

IV.2.Détermination des paramètres de maille

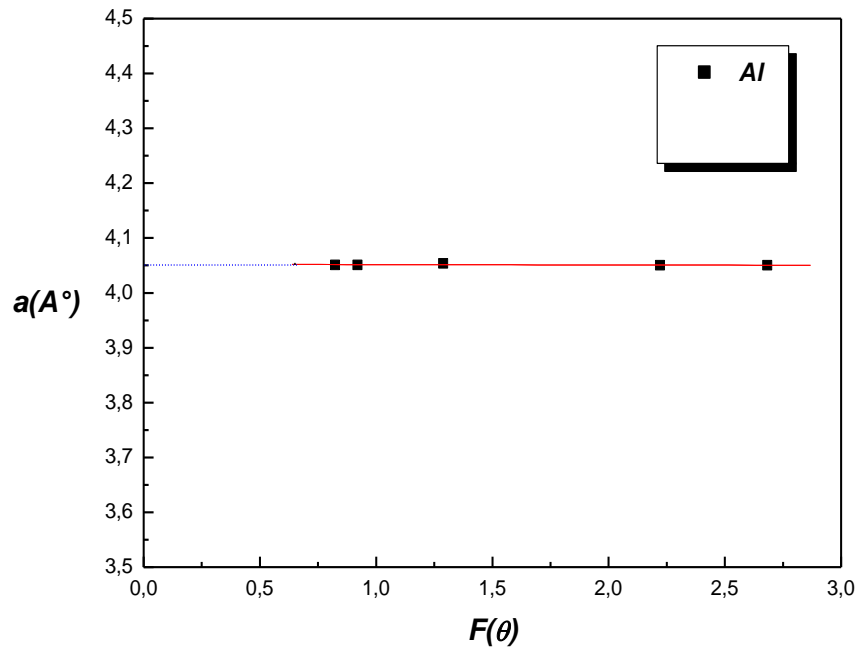
L'aluminium a une structure cubique à faces centrés (cfc), et à partir du spectre de ce dernier on peut déduire les plans $\{hkl\}$, et les positions angulaires $2\theta_{hkl}$.

Dans un système à symétrie cubique, la distance interréticulaire d_{hkl} , est donnée par la relation : $d_{hkl} = a / (h^2+k^2+l^2)^{1/2}$ où a est le paramètre de maille et h, k, l , les indices de Miller de la famille de plans $\{hkl\}$; la relation de Bragg $2d \sin(\theta_{hkl}) = n\lambda$ où λ est la longueur d'onde de la radiation utilisée, θ_{hkl} , l'angle de diffraction. Nous permet de déduire (a).

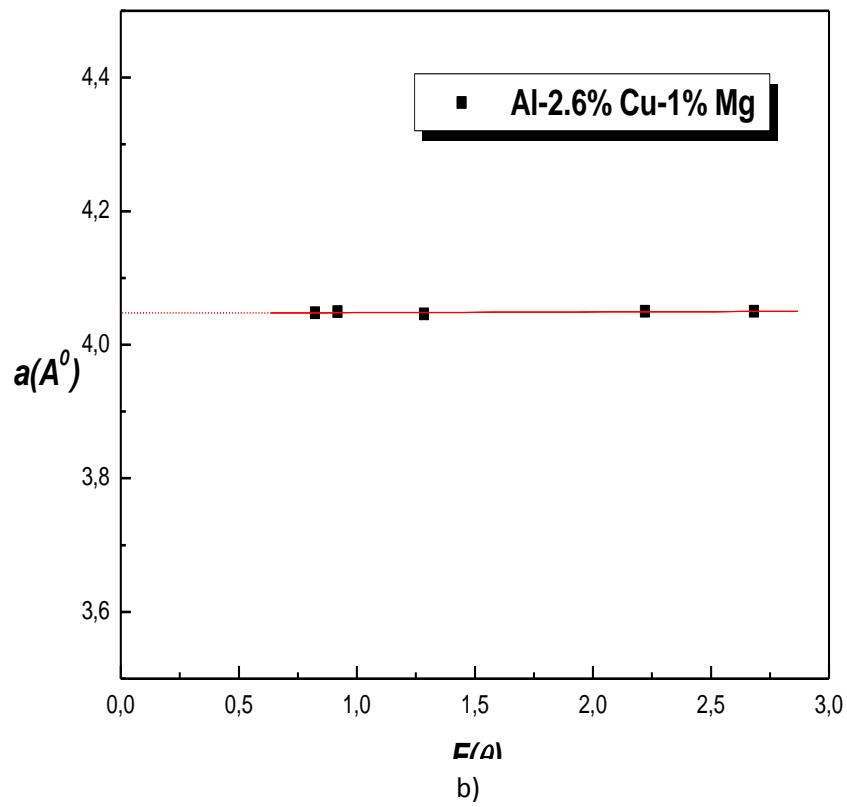
Le paramètre de maille (a) est représenté en fonction $F\{\theta\}$, qui est la fonction d'extrapolation

de Nelson et Riley
$$F(\theta) = \frac{1}{2} \left[\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right] \cdot [86] :$$

Le paramètre de maille a est déterminé par la valeur extrapolée pour $F[\theta]=0$ Figure(3)



a)



b)

Figure IV .3 : Valeurs extrapolées de a pour Al pur (a) et pour AlCuMg (b).

Alliage	Al pur	Al-2.6%Cu-1%Mg homogène
a (Å)	$(4.052 \pm 0.020) \text{Å}$	$(4.046 \pm 0.020) \text{Å}$

Tableaux IV.1 : paramètres de maille.

IV.3. Isochrones de dureté de AlCuMg :

L'isochrone de dureté $H_v(T)$ pour un temps de maintien $t=10$ minutes, a été établie dans le domaine de température $25 \rightarrow 400^\circ\text{C}$ (Figure4)

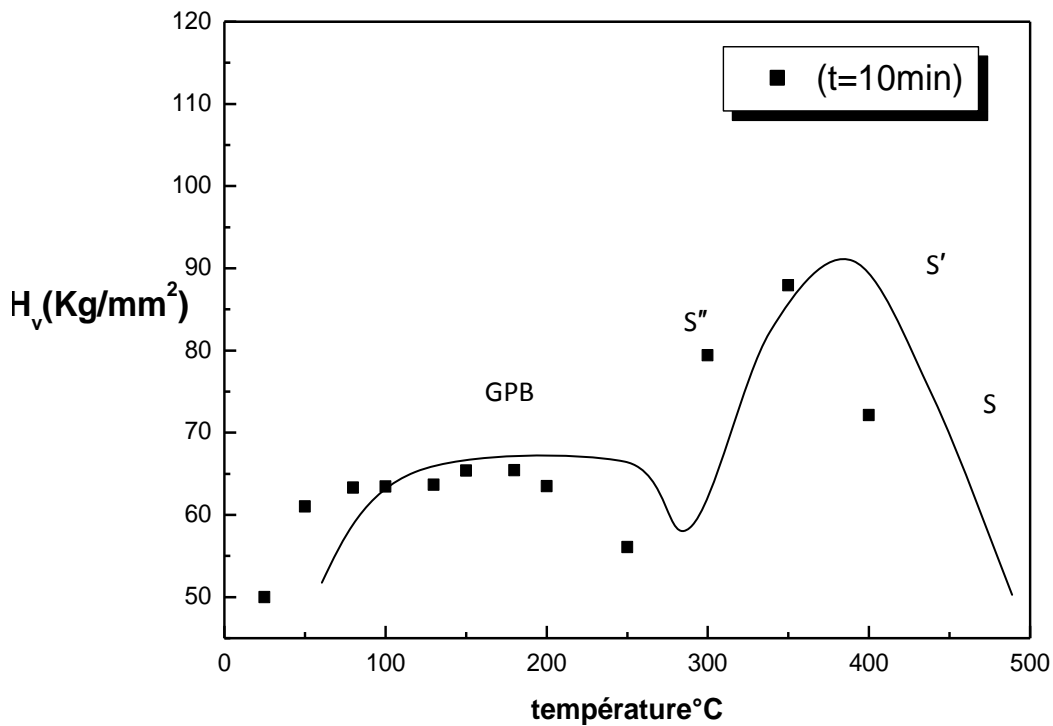


Figure IV .4 : Isochrone de dureté $H_v(T)$ de AlCuMg.

Cette isochrone montre qu'il y a un durcissement en deux étapes :

1^{ère} étape : un durcissement dit " à froid " aux basses températures (50→230°C)

2^{ème} étape : un durcissement dit " à chaud " dans le domaine des hautes températures (250→400°C)

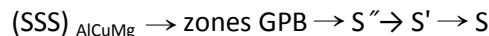
Dans le domaine de température 50→230°C, le durcissement qui se produit correspond à la formation des zones Guinier-Preston –Bagaryatsky(GPB).

A la température T=250°C, une partie des zones est dissoute (réversion partielle) et les zones GPB qui subsistent servent de sites de germination aux particules de la phase métastable S''.

Pour T>250°C, la 2^{ème} étape de durcissement correspond à la formation de S'' qui se traduit par une augmentation de la dureté H_v jusqu'à un maximum atteint pour T=350°C.

Pour T>350°C, se forment successivement les phases S' et S qui correspondent à un adoucissement de l'alliage.

L'évolution de la dureté H_v en fonction de la température correspond à la séquence de précipitation suivante :



où $(SSS)_{AlCuMg}$: est la solution solide sursaturée AlCuMg, les Zones GPB, sont les zones guinier-Preston-Bagaryatsky cohérentes avec le réseau de la matrice, S'' la phase métastable de transition, parfois notée GPB₂, cohérente avec la matrice et, S' la phase métastable de transition, semi-cohérente avec la matrice. S est le précipité d'équilibre incohérent avec la matrice.

IV.4. Isothermes de dureté $H_v(t)$ d'AlCuMg

IV.4.1. Effet de la température :

Des isothermes de dureté $H_v(t)$ ont été établies aux températures T=90°, 130°, 160° et 200°C (Figure 5, 6, 7,8)

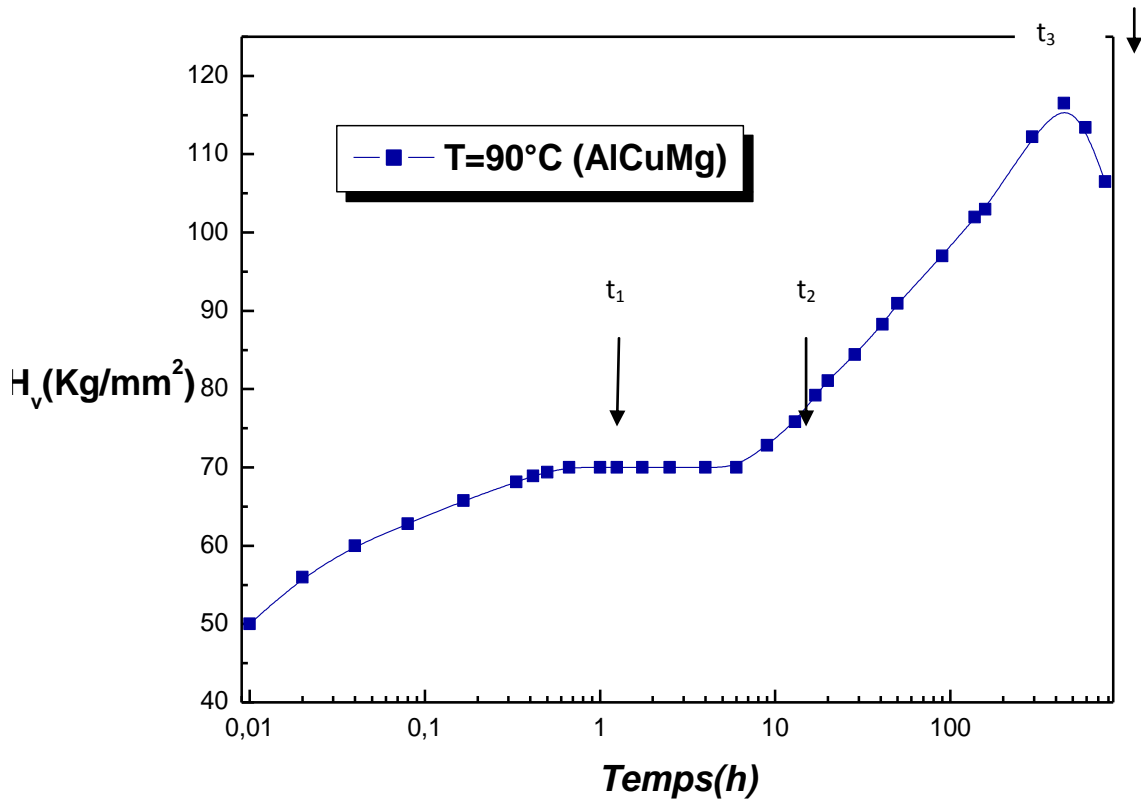


Figure IV .5 : Isotherme de dureté à $T=90^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

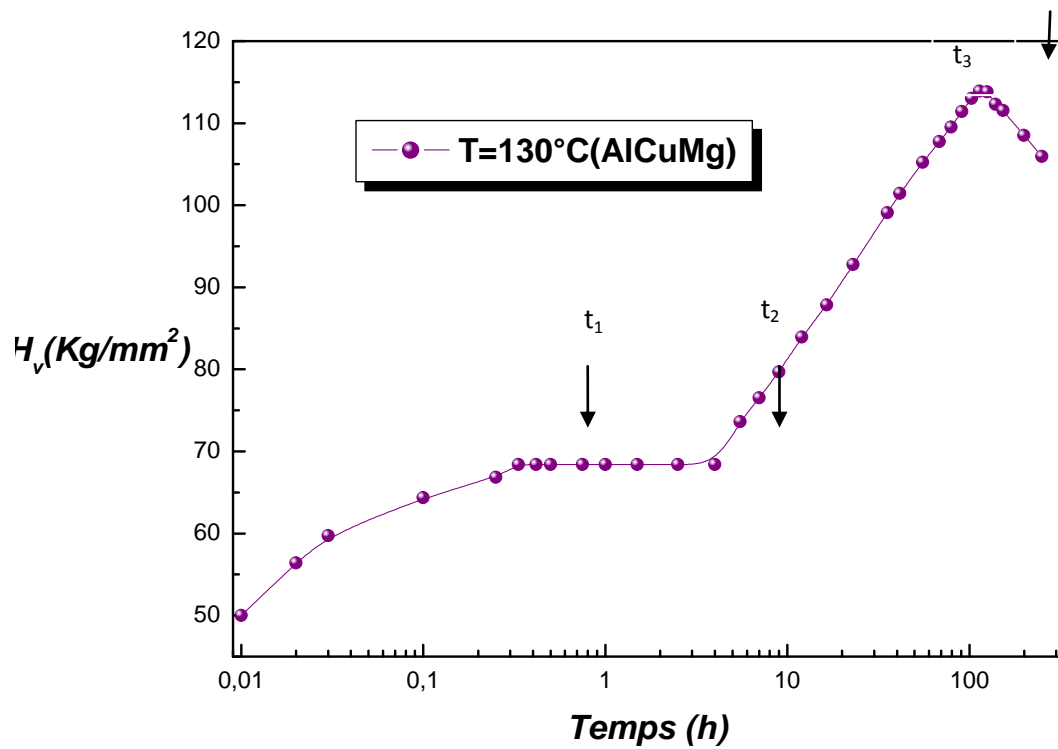


Figure IV .6 : Isotherme de dureté à $T=130^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

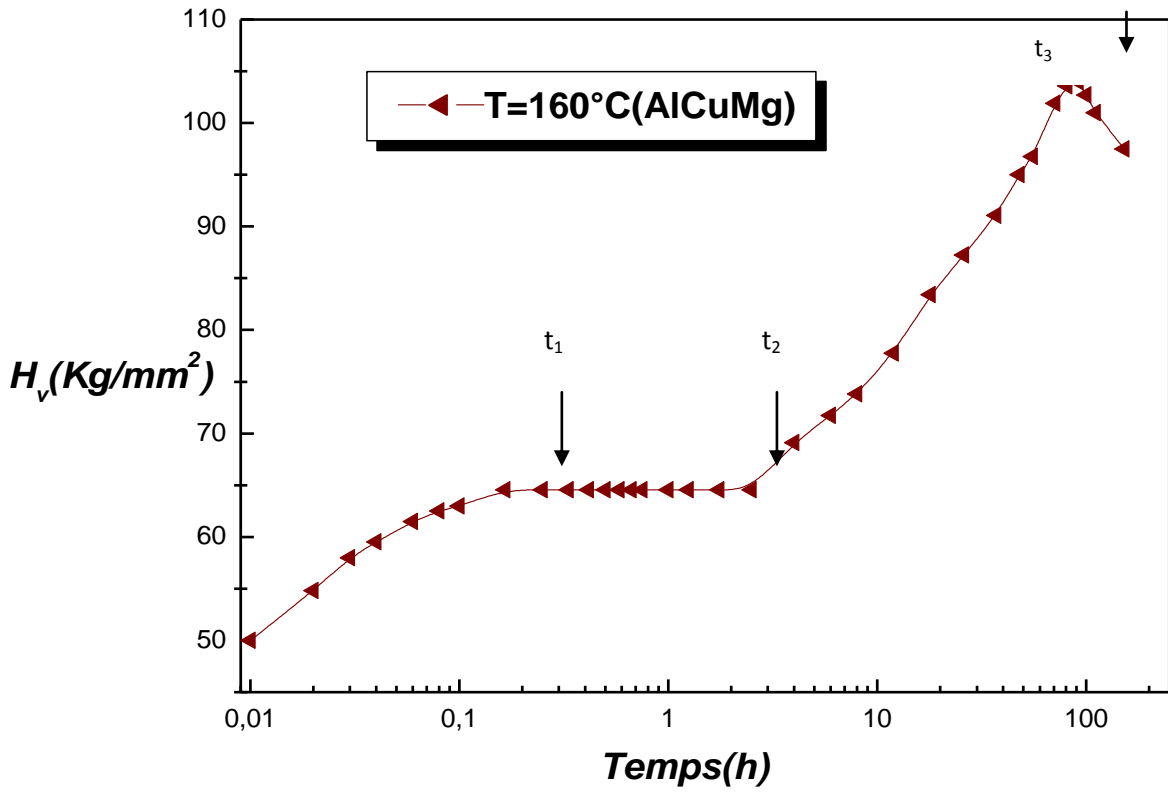


Figure IV .7 : Isotherme de dureté à $T=160^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

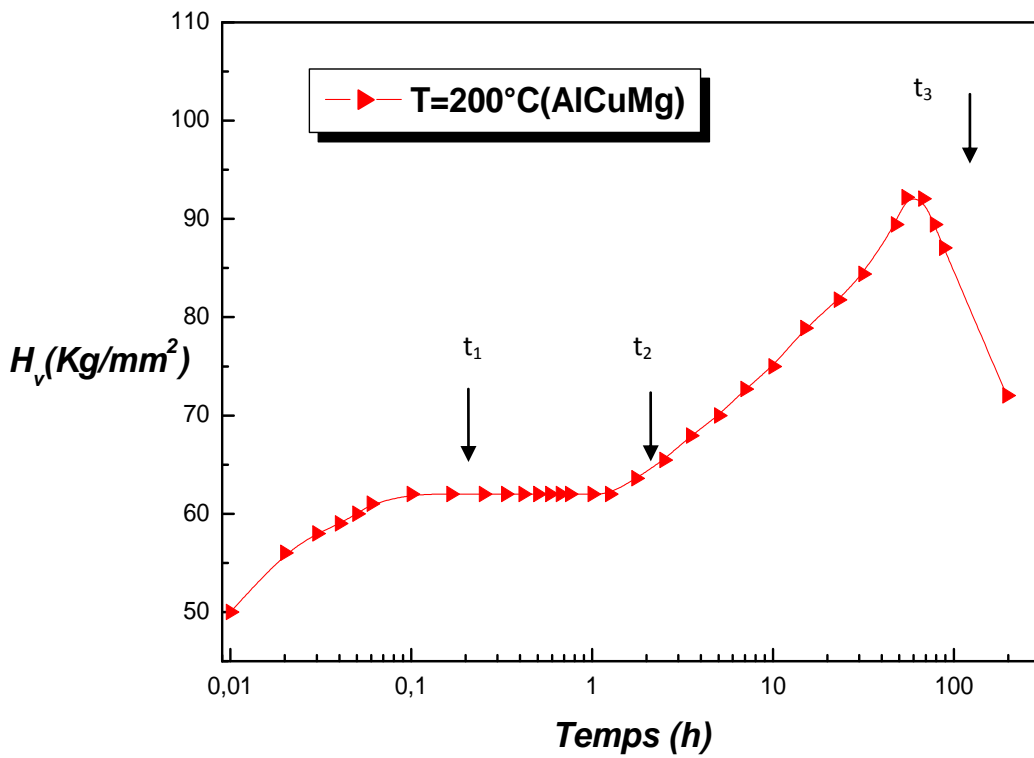


Figure IV .8 : Isotherme de dureté à $T=200^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

Ces isothermes sont caractérisées par 4 périodes :

La première correspond à une augmentation rapide de la dureté et sa durée dans le temps dépend de la température (tableau ci-dessous) :

T (°C)	90	130	160	200
Durée (h) = (t ₂ -t ₁)	0.5	0.3	0.16	0.1

Tableau IV.2 : *Durée de formation des zones GPB en fonction de la température.*

Cette augmentation rapide de H_v est due à la formation des premières zones GPB, par diffusion lacunaire des atomes de soluté. La formation maximale des zones GPB est atteinte à l'instant t₁ et dure jusqu'à l'instant t₂ qui indique le début de la formation de S''.

La deuxième période se présente sous forme de plateau (H_v(t) constante). La durée dans le temps de ce plateau est variable avec la température T :

T (°C)	90	130	160	200
Durée(h) de vie τ _{GPB} = (t ₂ -t ₁)	5.5	3.7	1.58	0.9

Tableau IV.3 : *Durée maximale du plateau des zones GPB en fonction de la température.*

Cette période correspond à la formation maximale des zones GPB et nous permet de définir la durée de vie τ de ces zones, comme étant l'intervalle de temps durant lequel la dureté est constante : le plateau de l'isotherme H_v (t) correspond à l'existence d'un nombre maximal de zones GPB.

La troisième période se traduit par une nouvelle augmentation de la dureté en atteignant un maximum pour un temps t₃. Elle correspond à la formation de la phase métastable S''. Sa durée (t₃-t₂) dans le temps est fonction de la température :

T (°C)	90	130	160	200
Durée(h) = (t ₃ -t ₂)	394	97	68	39

Tableau IV.4 : Durée de la formation de la phase S'' avec la température.

La quatrième période commence à partir du maximum de dureté, où le nombre de particules S'' cohérente, avec la matrice décroît, au profit de particules de taille plus grande : c'est la coalescence qui conduit à la formation de la phase S' semi-cohérente avec la matrice.

L'augmentation du temps de maintien, au-delà du pic de dureté accélère la transformation de S' en la phase S incohérente avec la matrice.

Au cours de cette période, la dureté H_v diminue car le mécanisme de durcissement est différent de celui intervenant pour les phases cohérentes avec la matrice

IV.4.2. Influence de l'étain (Sn) sur la cinétique de précipitation des zones GPB Dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg :

Des isothermes de dureté H_v(t) ont été établies aux températures T=150 et 200°C (Figure9, 10, 11,12)

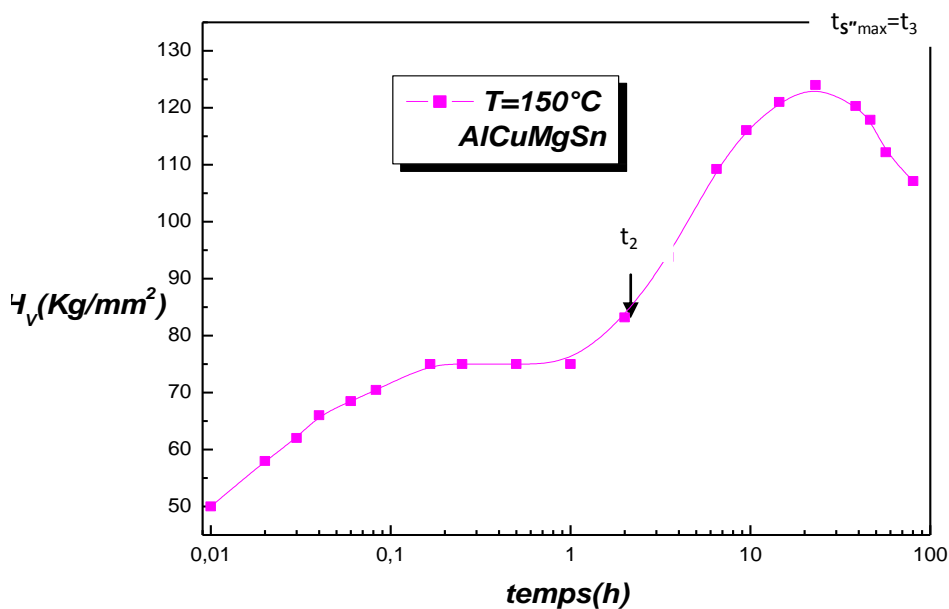


Figure IV .9: Isotherme de dureté à T=150°C de l'alliage Al-Cu-Mg-(Sn).

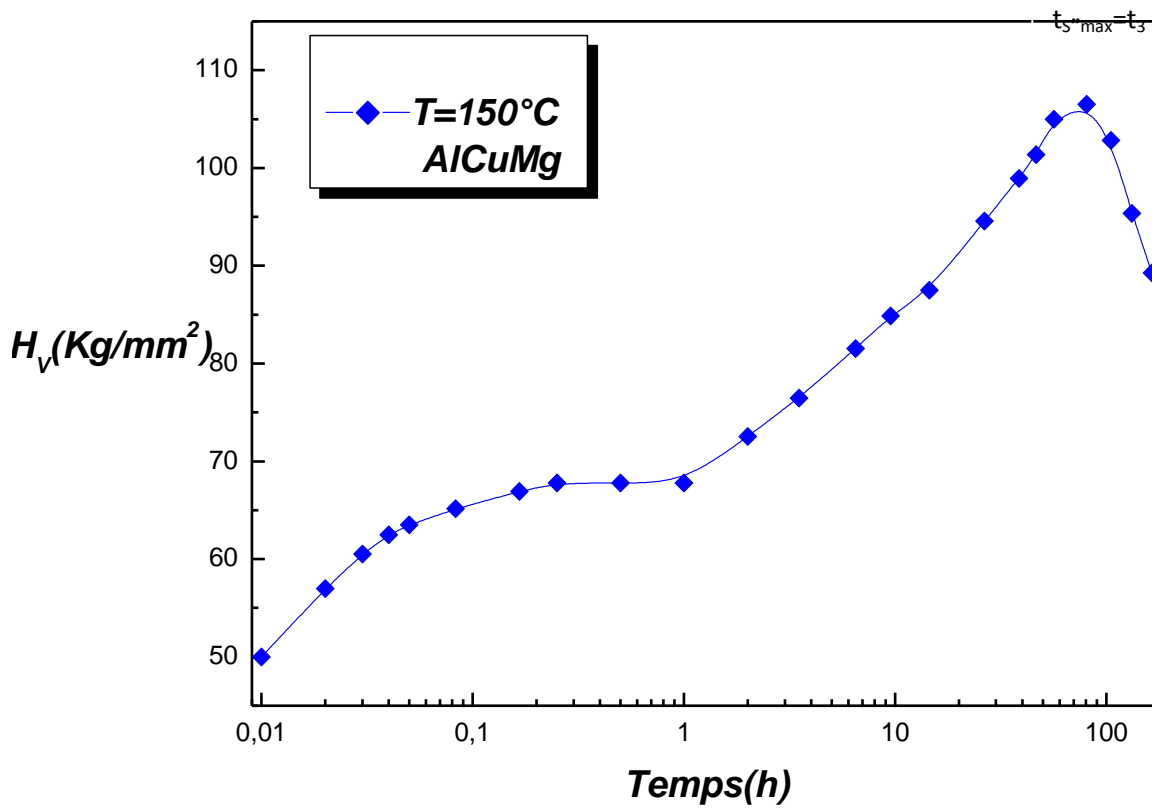


Figure IV .10 : Isotherme de dureté à $T=150^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

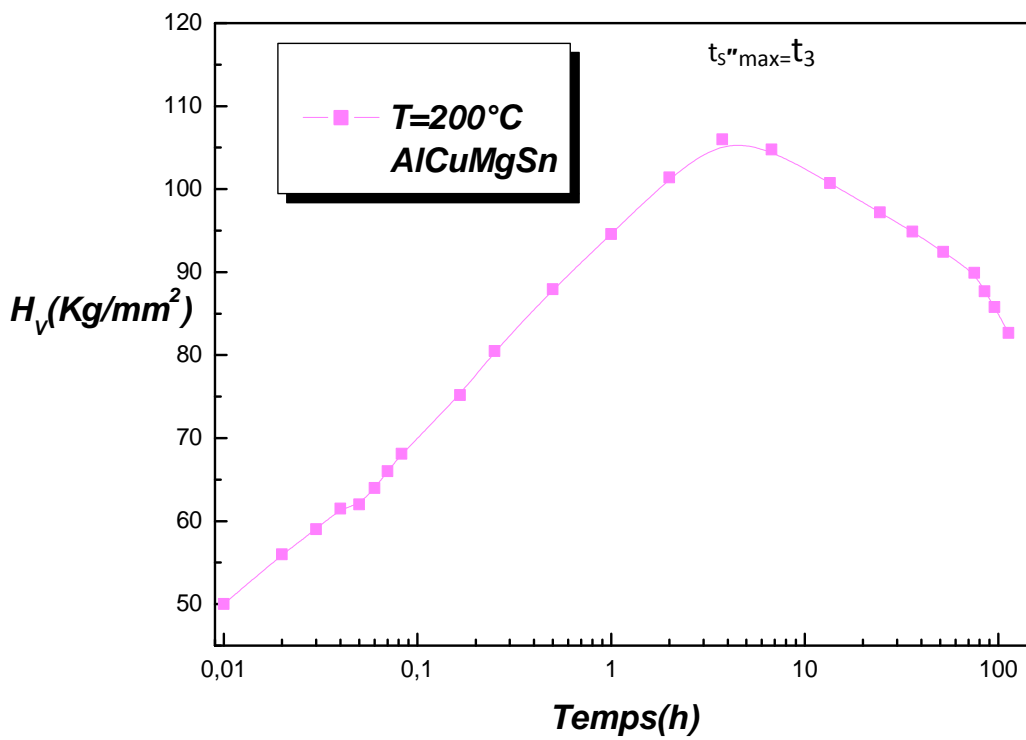


Figure IV .11: Isotherme de dureté à $T=200^\circ\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg-(Sn)

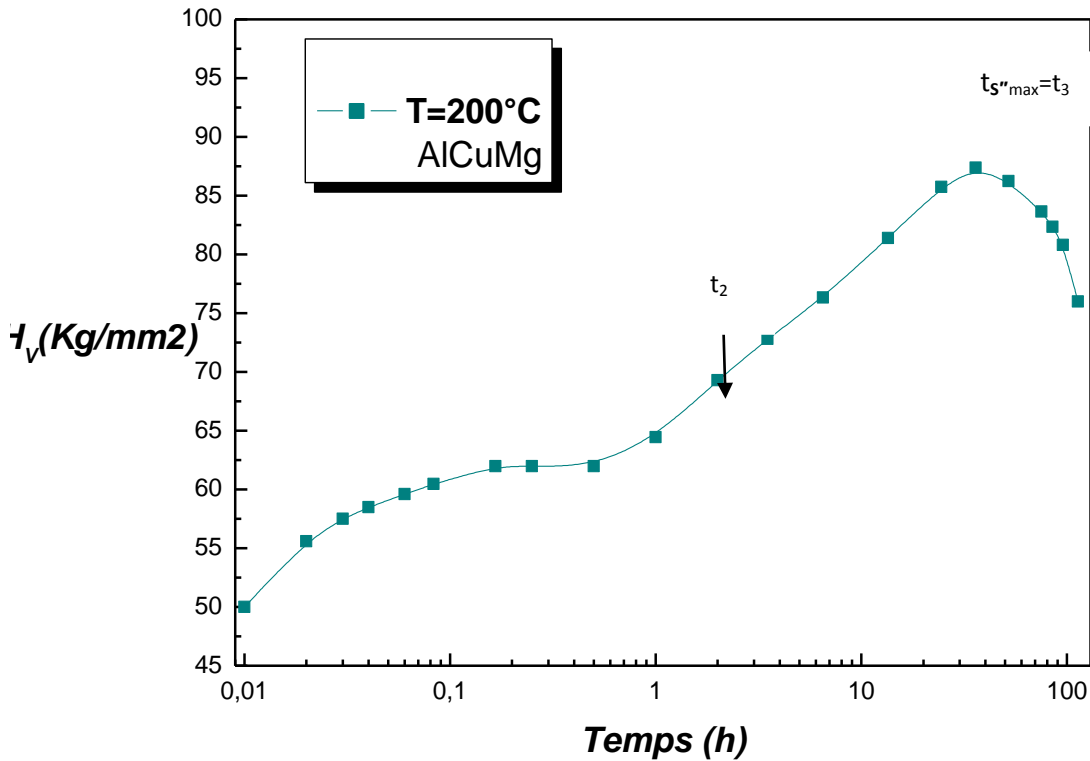


Figure IV .12 : Isotherme de dureté à $T=200^{\circ}\text{C}$ de l'alliage Al-Cu-Mg.

Ces isothermes de dureté, établies pour Al-2.6%Cu-1%Mg-(Sn) à $T=150$ et 200°C montrent, comparativement à celles de Al-2.6%Cu-1%Mg établies aux mêmes températures Figure (10,12) que les temps pour lesquels, les zones GPB et la phase S'' sont formées totalement, diminuent lorsque la température augmente

T (°C)	150	200
$t_2=t_{\text{GPB MAX}}(\text{h})$ de AlCuMg	1,36	1
$t_2=t_{\text{GPB MAX}}(\text{h})$ de AlCuMgSn	1	$\ll 0,01$
$t_3=t_{s''\text{max}}(\text{h})$ de AlCuMg	70	40
$t_3=t_{s''\text{max}}(\text{h})$ de AlCuMgSn	20	3

Tableau IV.5 : maximum de formation des zones GPB et de la phase S'' avec la température.

IV.5. Cinétique de formation des zones GPB :

IV.5.1. Fraction transformée (pour Al-2.6%Cu-1%Mg) :

La fraction transformée relative, $f(t)$, des zones GPB formées durant le temps t à une température de vieillissement T est déterminée par mesure de microduremètre en utilisant l'expression :

$$f(t) = V_{GPB}(t) / V_{GPB \max}$$

Où $V_{GPB \max}$ est le volume occupé par toutes les zones GPB, $V_{GPB}(t)$, le volume occupé par les zones GPB dans l'échantillon vieilli durant un temps t , et $f(t)$, est relié à l'accroissement de dureté par la relation de GLEITER et HORNBOGEN:

$$f(t) \propto \left(\frac{\Delta H_v(t)}{H_{V \max} - H_{V0}} \right)^3 \quad [87].$$

où H_{V0} , dureté de l'échantillon non vieilli, $H_{V \max}$, est le maximum de dureté et

$$\Delta H_v(t) = H_{V(t)} - H_{V0}.$$

Les figures 13, 14, 15, 16 des cinétiques de formation des zones nous permettent, par extrapolation, de déterminer les temps d'incubation t_i de ces zones, pour les températures 90, 130, 160, 200°C

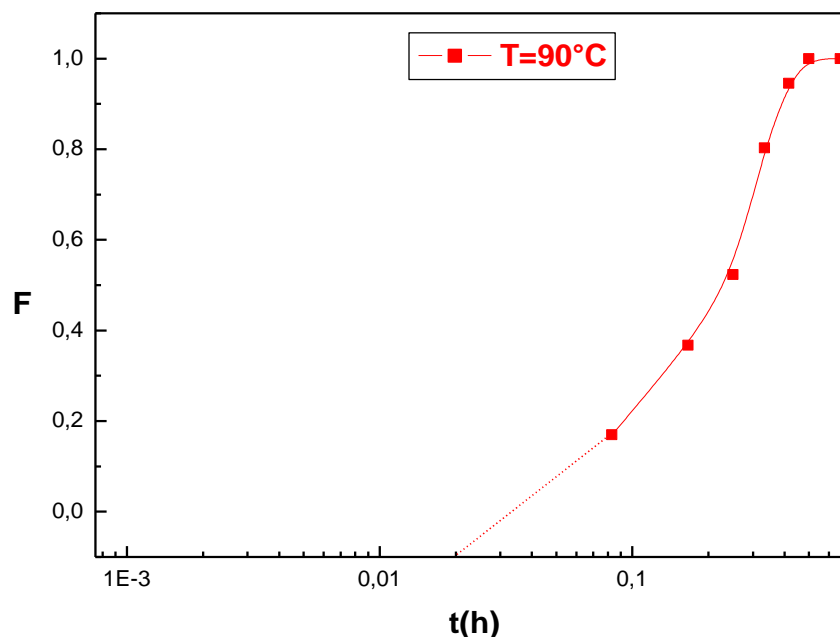


Figure IV .13: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à 90°C.

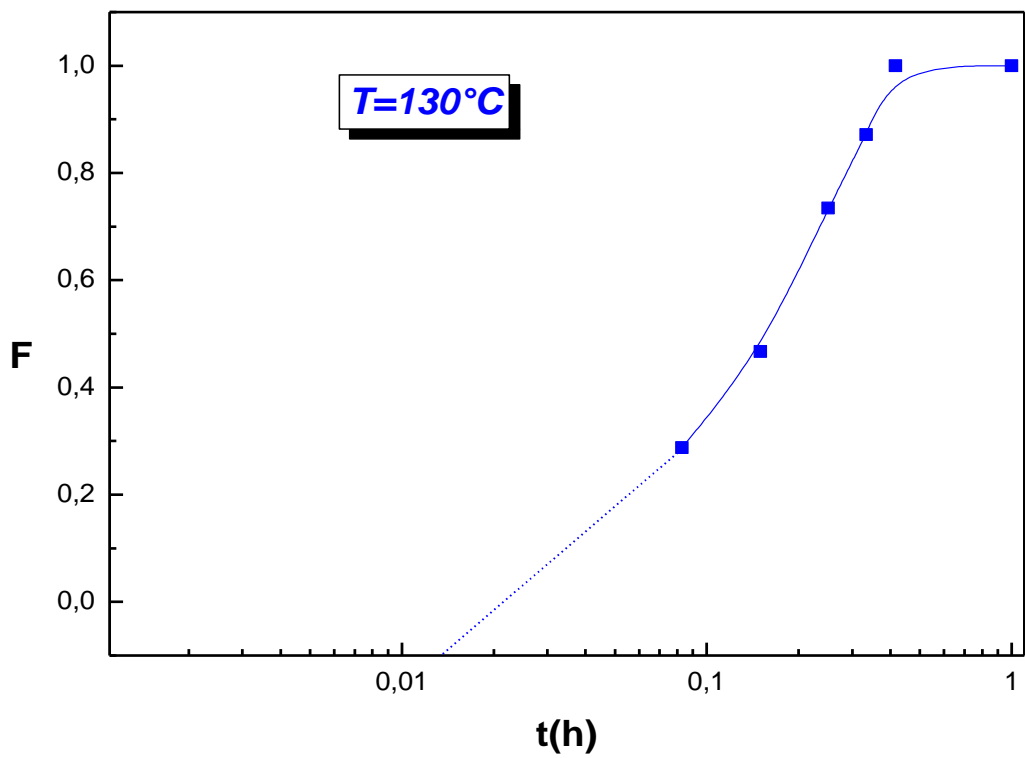


Figure IV. 14: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à 130°C.

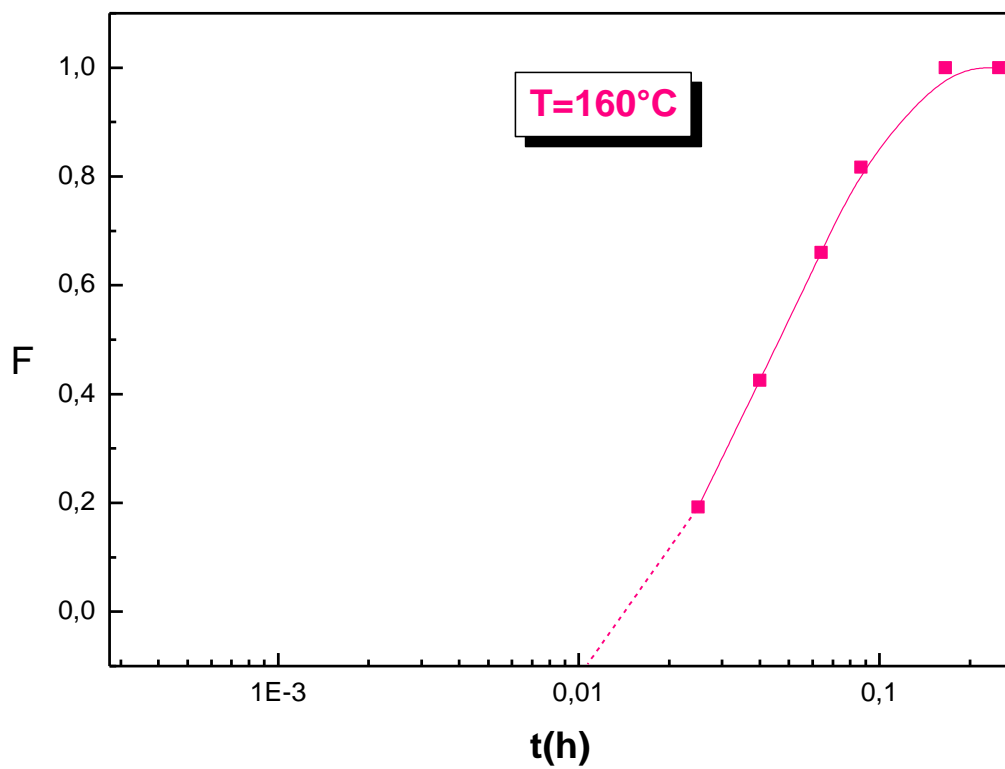


Figure IV. 15: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à 160°C

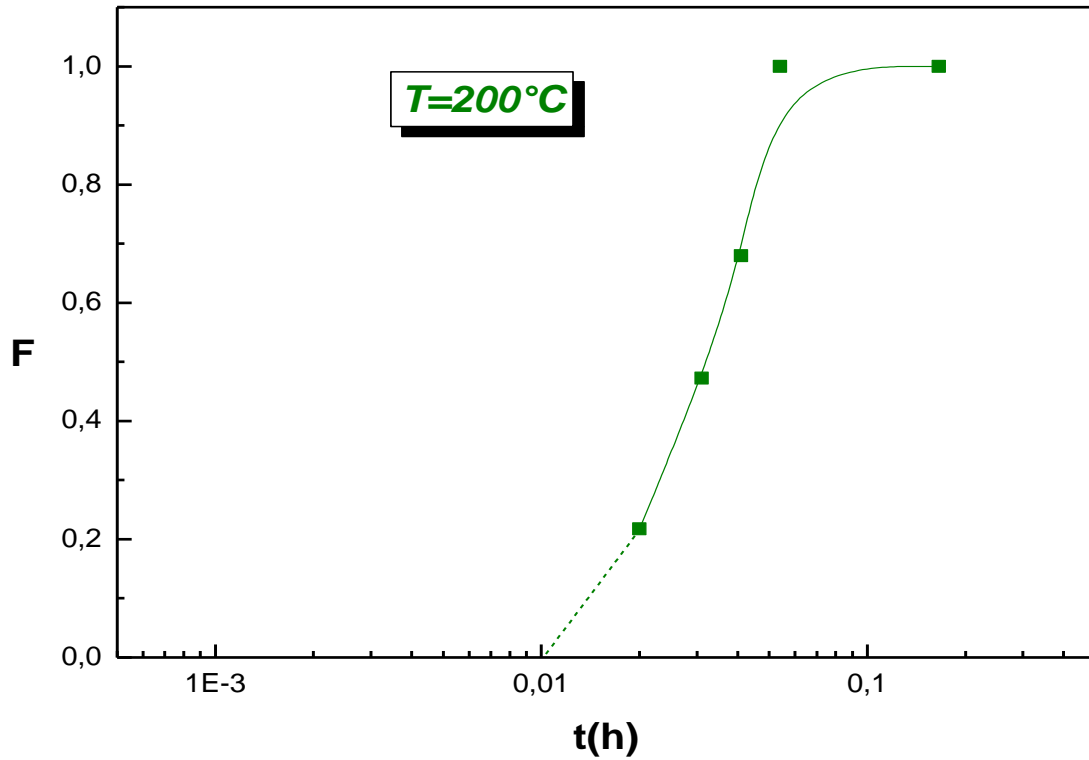


Figure IV .16: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à 200°C.

T (°C)	90	130	160	200
t _i (h)	0.020	0.0133	0.0113	0.010

Tableau IV.6 : Temps d'incubations exprimées en heures pour différentes températures de revenus obtenus par extrapolation.

IV.5.2. Energie d'activation de la diffusion au cours de la germination et la croissance des zones

GPB :

Les figures (17,18) montrent que les temps nécessaires pour qu'une fraction transformée soit atteinte, varient selon la loi d'Arrhénius $t = A \exp(Q/RT)$ où A est une constante, Q, l'énergie d'activation, T, la température et R, la constante des gaz parfaits. En représentant $\ln(t)$ en fonction de $\frac{1}{T}$, on détermine Q (pente de la courbe = $\frac{Q}{R}$) l'énergie d'activation de la diffusion au cours de la germination et de la croissance est faible et caractéristique d'une diffusion rapide en raison de la sursaturation importante en lacunes.

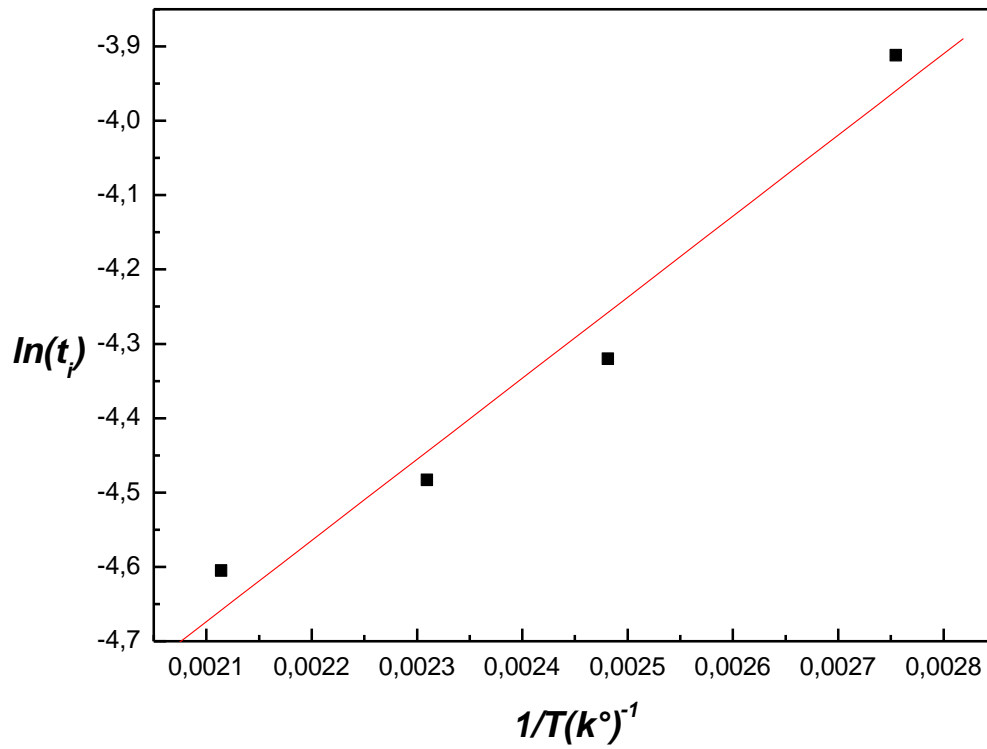


Figure IV. 17 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la germination des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg.

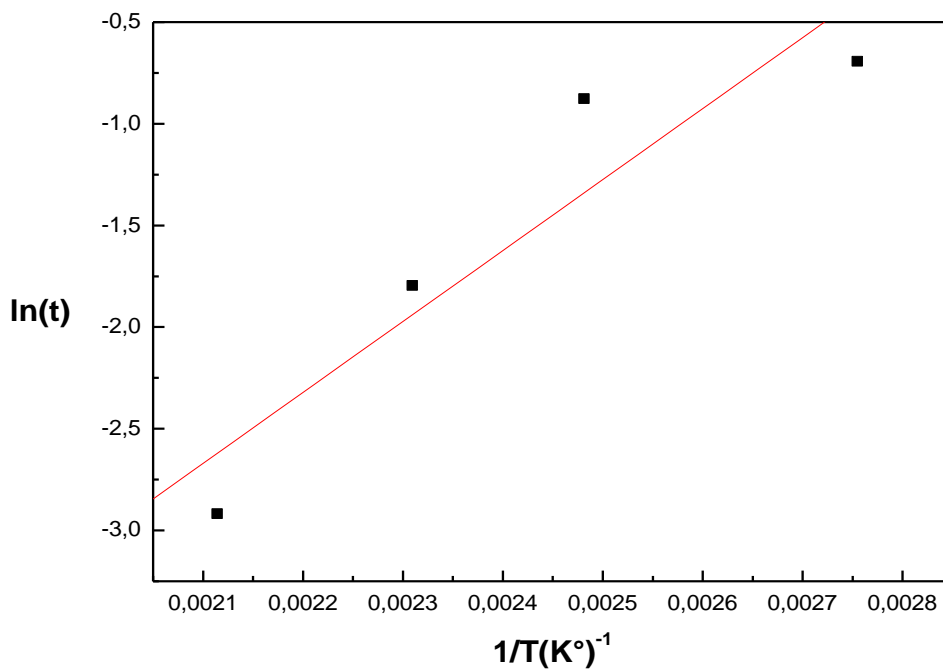


Figure IV .18 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la croissance des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg

Energie d'activation au cours de la germination Q (KJ/mole)	Energie d'activation au cours de la croissance Q (KJ/mole)
9.063 ± 0.52	29.018 ± 8.071

Tableau IV.7 : Energie d'activation apparente de la germination et de la croissance.

IV.5.1.2. durée de vie τ des zones GPB :

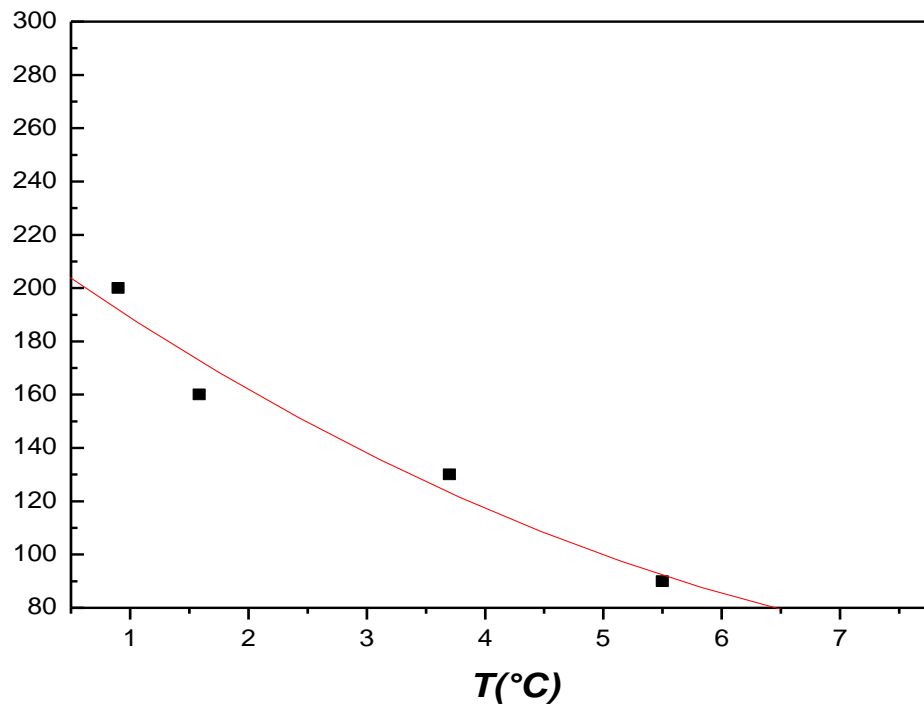


Figure IV .19 : Variation de τ en fonction de la température.

Dans le domaine de températures 25→230°C, domaine d'existence des zones Guinier – Préston-Bagaryatsky, la loi de variation de τ en fonction de la température T serait de la forme $\tau = A \exp(-BT)$, A et B étant des constantes dépendant de l'alliage.

Al-2.6%Cu1%Mg. La détermination expérimentale de ces constantes nous donne comme loi de variation $\tau(h) = 20.85 \exp(-0.015T)$.

IV.5.1.3. paramètre de croissance

Les paramètres n , et k sont déterminés à partir de la loi de JMAK : $F=1-\exp(-kt)^n$

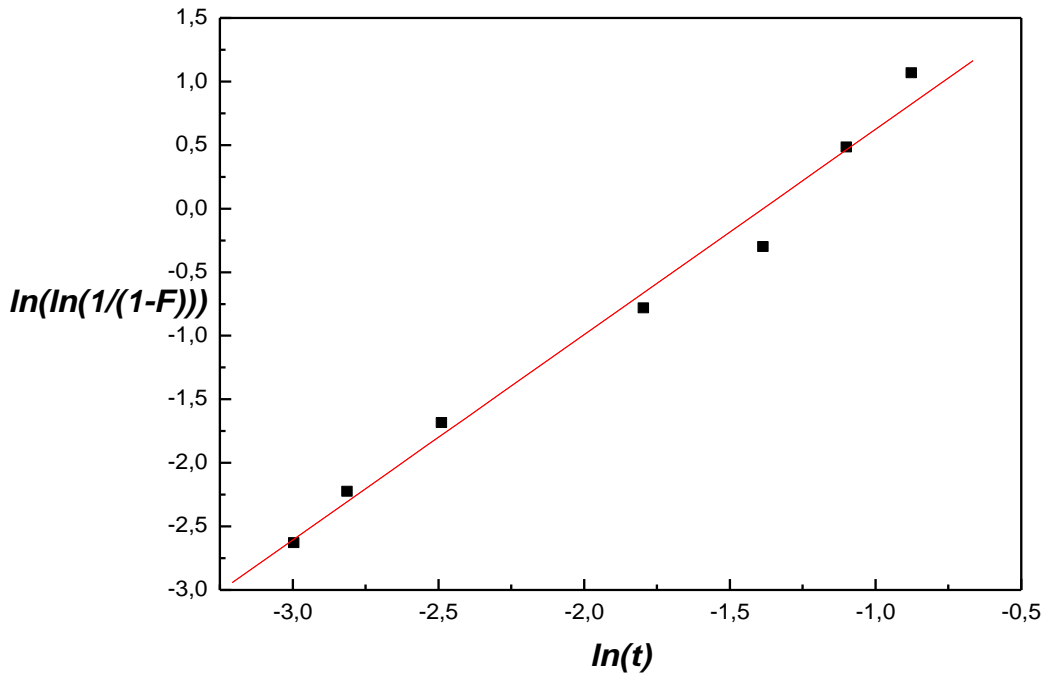


Figure IV .19 : Détermination des paramètres de croissance n , k des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg à $T=90^\circ\text{C}$.

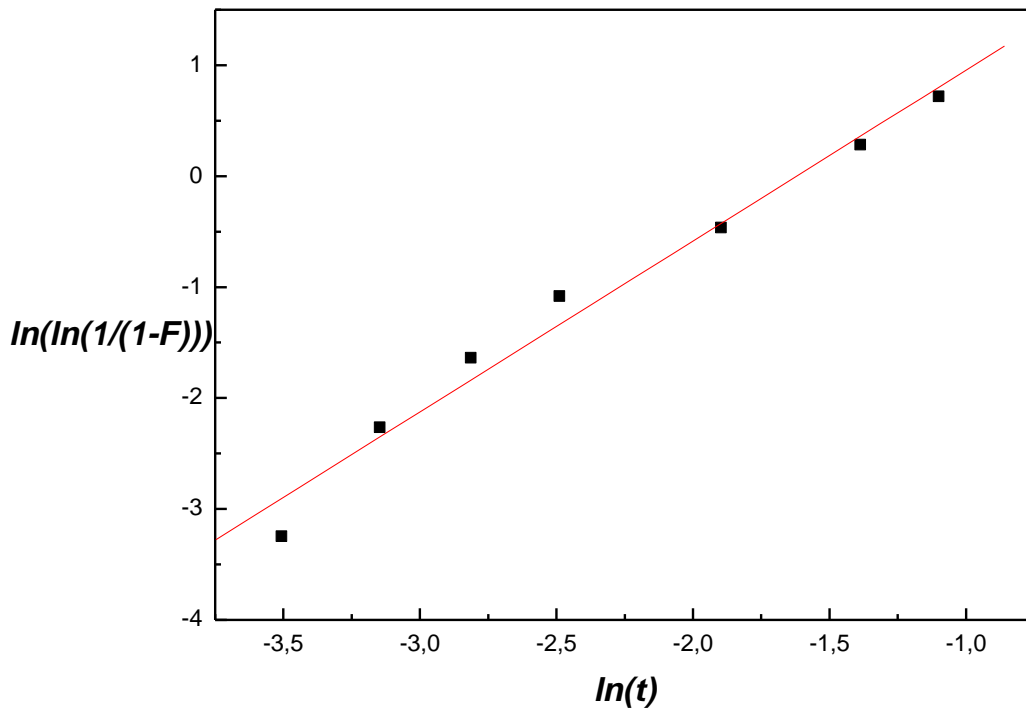


Figure IV. 20 : Détermination des paramètres de croissance n , k des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg à $T=130^\circ\text{C}$.

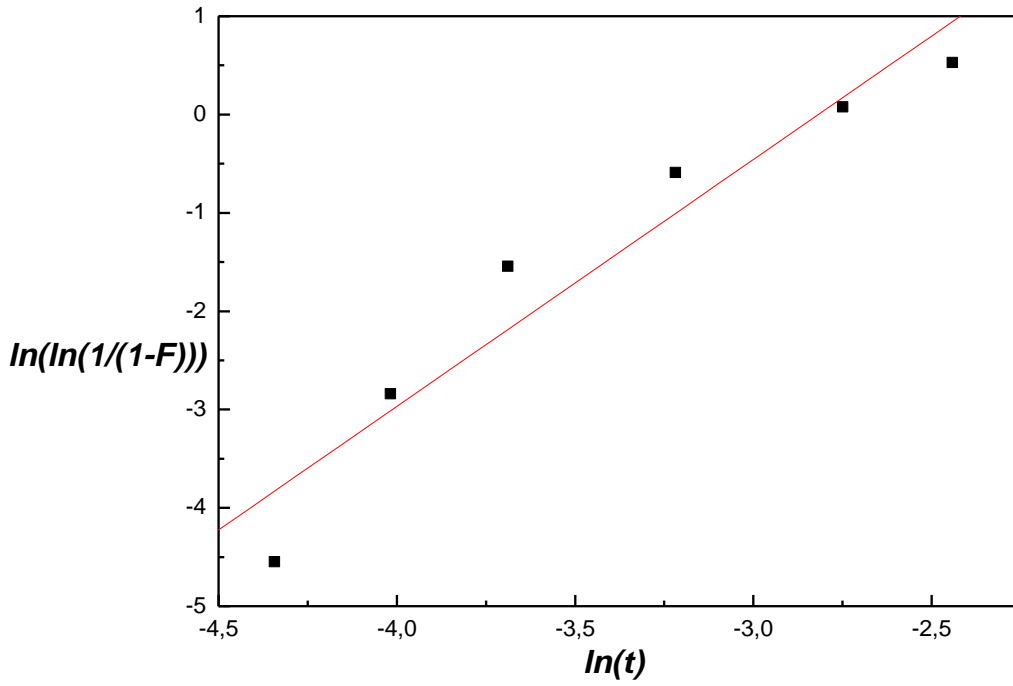


Figure IV. 21 : détermination des paramètres de croissance n, k des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg à $T=160^{\circ}\text{C}$.

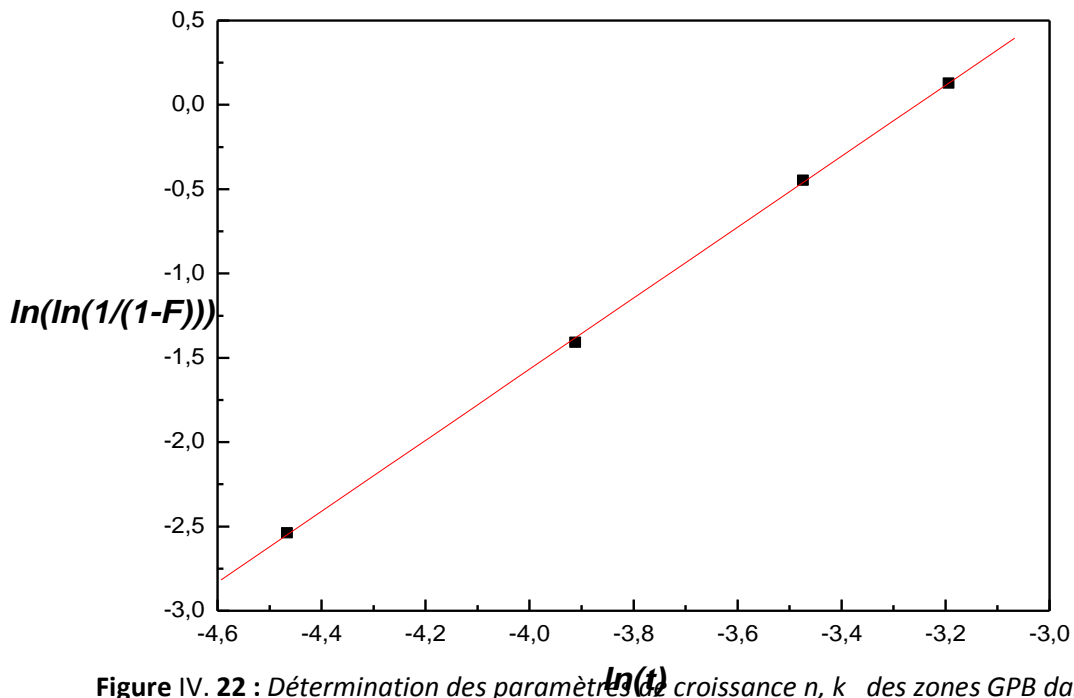


Figure IV. 22 : Détermination des paramètres de croissance n, k des zones GPB dans l'alliage Al-2.6%Cu-1%Mg à $T=200^{\circ}\text{C}$

T (C°)	n	k
90	1.68	4
130	5.06	5.06
160	2.31	16.75
200	2.105	25.93

Tableau IV.8 : Paramètres de croissances n , k à différentes températures de revenu.

- Les valeurs de n indiquées au tableau ci-dessus, montrent que le mode de précipitation est hétérogène et que la germination se fait généralement aux coins des grains [88].
- Les valeurs de k montrent qu'avec l'augmentation de température la vitesse de transformation k augmente.

IV.5.1. Fraction transformée pour Al-2.6%Cu-1%Mg-(Sn) :

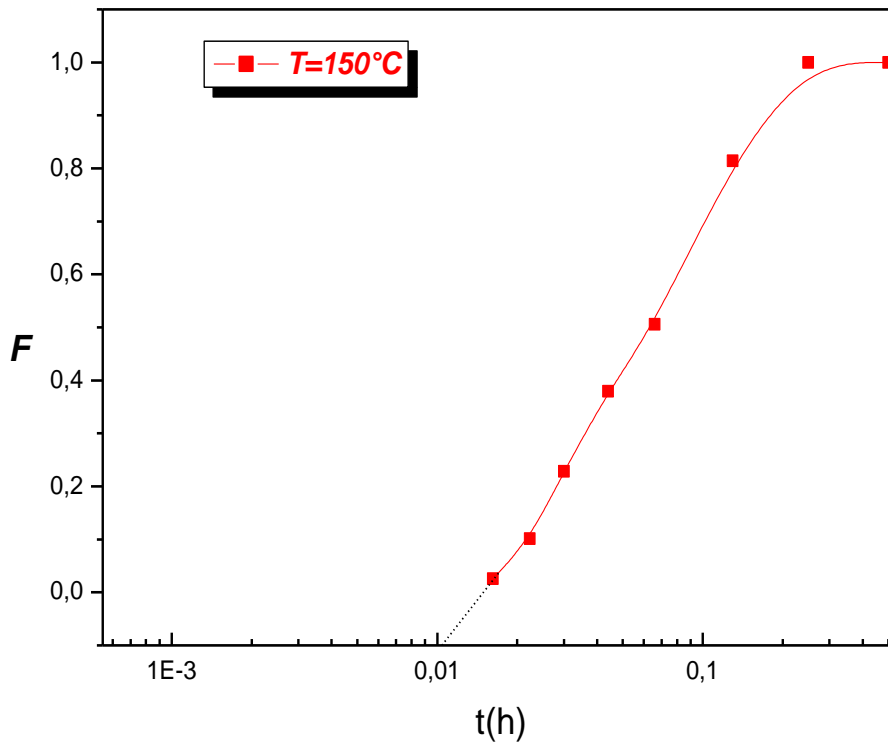


Figure IV .23: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à $T=150^{\circ}\text{C}$ (AlCuMg).

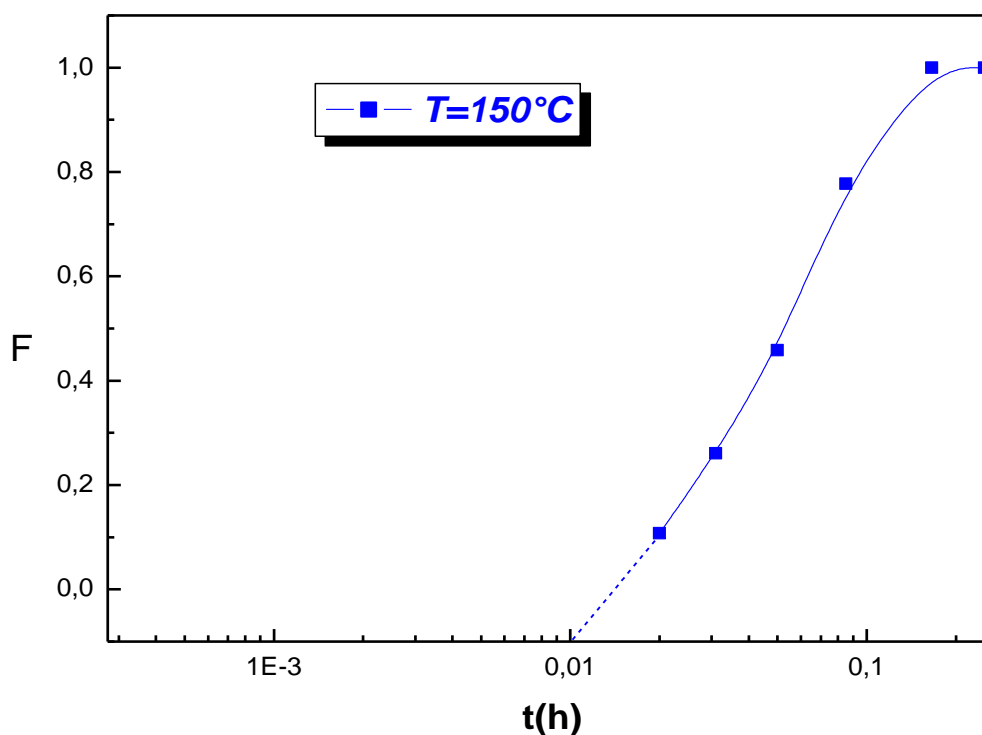


Figure IV. 24: Cinétique isotherme de précipitation des zones GPB à $T=150^{\circ}\text{C}$ AlCuMg-(Sn).

T ($^{\circ}\text{C}$)	150 $^{\circ}\text{C}$ AlCuMg	150 $^{\circ}\text{C}$ AlCuMg-(Sn)
t_i (h)	0.0105	0.0100

Tableau IV.9 : Temps d'incubations exprimées en heures pour la température de revenu $T=150^{\circ}\text{C}$ obtenus par extrapolation.

A 150°C , les zones GPB à se former, pour AlCuMg, au bout d'un temps t_i h alors que pour AlCuMg(Sn) la formation de ces zones commence après un temps $t_i' \approx 0.01\text{h}$. $t_i' < t_i$, il y a accélération de la précipitation des zones GPB.

Conclusion

V. Conclusion

Après leur préparation les solutions solides Al-2.6%Cu-1%Mg et Al-2.6%Cu-1%Mg - (Sn) (en masse) ont été caractérisées par diffraction des rayons X.

La caractérisation par diffraction des rayons X montre que l'échantillon est homogène, à partir du spectre de l'alliage Al2.6%Cu1%Mg, nous avons déduit le paramètre de maille a (°A) de l'alliage homogénéisé

Puis un traitement thermique adéquat a permis leur précipitation qui a été étudiée par microdureté par l'établissement d'isochrone et d'isothermes de dureté.

Cette étude a mis en évidence deux effets, celui de la température et celui causé par l'ajout de 0.02%Sn :

- Une accélération de la précipitation des zones Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB) et de la phase métastable semi-cohérente S'' lorsque la température augmente.
- Une accélération de la précipitation des zones GPB et de la phase métastable S'' , due à l'ajout de Sn.

Ces effets sont dus d'une part à l'accroissement du coefficient de diffusion des atomes de soluté lorsque la température augmente, et d'autre part, à l'existence de nouveaux sites de germination créés par les atomes de Sn.

Les cinétiques de précipitation des zones Guinier-Preston-Bagaryatsky nous permettent de déterminer les temps d'incubation t_i des zones GPB

Les courbes $\ln(t)$ en fonction de $1/T$ nous permettent de déterminer l'énergie d'activation de la diffusion au cours de la germination et de la croissance.

La représentation de $\ln \ln (1/1-F)$ en fonction de $\ln(t)$ nous a permis de déterminer les paramètres de croissance n , k des zones GPB.

- ❖ Les valeurs de paramètre de croissance n montrent :

Pour les traitements de revenu $T=90^\circ$, 130° et 200°C , après la sursaturation la germination serait au coin des grains, cependant, pour la température de revenu $T=130^\circ\text{C}$ la germination serait aux parois des grains.

- ❖ Les valeurs de K montrent qu'avec l'augmentation de la température la vitesse de transformation augmente

La courbe de la durée de vie des zones GPB en fonction de la température montre que l'équilibre métastable des zones GPB est diminuée avec l'augmentation de la température, et peut être à partir de la température environ 230°C les zones GPB n'existent plus.

- [1] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240.
- [2]A. Touati, mémoire de Magister, USTHB, 2005-M.
- [3]A.Kaibi, mémoire de Magister, USTHB, 2009, p1.
- [4]R.W.K. Honeycombe and H.K.D Bhadeshia, Steels, << microstructure & properties >>.2nd edition, Arnold, 1995
- [5]J.Barralis, G. Maeder Précis de métallurgie, élaboration, structures-propriétés et normalisation 3eme édition .Nathan B Paris, (1986)
- [6]R.E.Reed-Hill, R. Abbaschian, Physical Metallurgy Principles, PWS-KENT Publishing Company, Boston, (1992)
- [7]M.A.Mayers and E. Ashworth, Phil.Mag.A 46-5, (1982), 737
- [8] E.O.Hall, Proc.Phys.Soc.London.25, (1951), 747
- [9]Petch, N, J, Iron Steel Inst.London.25, (1953), 174
- [10] D.Tabor, Academic press New York. 11, (1975)
- [11]Z.HOrita, M.FURUKAWA, M.Nemoto & T.G.Langdon, Mater.Sci.Tech. 16, (2000), 1239
- [12] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-p5.
- [13]S.Senouci, memoire de magister, USTHB, (2009).
- [14] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-p6.
- [15] Y.Saito, Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai, acta.mater. 47, (1999), 579
- [16] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-4.
- [17]G.Knowles, P.M.Kelly, Iron Steel Institute, 9, (1971)

- [18] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-26.
- [19] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-27
- [20] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-28.
- [21] L.M.Brown, R.K.Ham, A.Kelly, R.B.Nicholson, edshalsted press Division, John Wiley and Sons, New York, pp. 365, (1957).
- [22] A.Kelly, M.E.Fine, Acta Metall, 5, pp.365, (1957).
- [23] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-9.
- [24] J.Friedel, Dislocations, Pergamon Press, Oxford, (1964).
- [25] P.B.Hirsch, A. Kelly, Stacking-fault strengthening, Phil.Mag.12, pp.881, (1965).
- [26] V.Gerold, k.Hartmann, Trans.Jap.Inst.Metals, 9, pp.509, (1968).
- [27] B.Dubost et p. Sain fort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, technique l'ingénieur, Traité de métallurgie, Paris, M240-17.
- [28] J.idrac, thèse doctorat, INPT, (2005), 24.
- [29] Starink MJ, Gao N, Davin L, Yan JL, Cerezo A. Phil Mag 2005; 85:1395.
- [30] Bagaryatsky YA. Doklady Akademi, iSSSR 1952; 87:559.
- [31] S.P. Ringer, K. Hono, T. Sakurai, Acta Mater. 36 (1997) 517.
- [32] Wang J, Yi D, Su X, Yin F. Influence of deformation ageing treatment on microstructure and properties of aluminium alloy 2618. Mater Charact 2008; 59:965–8.
- [33] F. Bardi, M. Cabibbo, E. Evangelista, Mater. Sci. Eng. A339 (2003) 43.
- [34] B.P. Huang, Z.Q. Zheng, Acta mater. 46 (1998) 4381–4393.
- [35] A.M. Zahra, C.Y. Zahra, C. Alfonso, A. Chara'i, Scripta Mater. 39 (1998) 1553

- [36] S.P. Ringer, T. Sakurai, I.J. Polmear, *Acta Mater.* 45 (1997) 3731.
- [37] Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono, M. Hasegawa, *Acta Mater.* 49 (2001) 913 .
- [38] I.J. Polmear, *Light Alloys*, London: Arnold, 1995.
- [39] P. Ratchev, B. Verlinden, P. De Smet, and P. Van Houtte, *Mater Trans JIM*, 40 (1999), 34.
- [40] B.Zlaticanin,B.Radonjic,Z.Marinkovic
- [41] Chester RJ, Polmear IJ. *The metallurgy of light alloys*. London: Institution Of Metallurgists; 1983. p. 75.
- [42] A.M. Zahra, C.Y. Zahra, C. Alfonso, A. Chara'i, *Scripta Mater.* 39 (1998) 1553.
- [43] Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono, M. Hasegawa, *Acta Mater.* 49 (2001) 913.
- [44] Ringer SP, Hono K, Polmear IJ, Sakurai T. *Acta Mater* 1996; 44:1883.
- [45] Ringer SP, Caraher SK, Polmear IJ. *Scripta Mater* 1998; 39:1559.
- [46] Wang SC, Starink MJ, Gao N. *Scripta Mater* 2006;54:287.
- [47] Wang SC, Starink MJ. *Int Mater Rev* 2005; 50:193.
- [48] Wang SC, Starink MJ. *Mater Sci Eng a* 2004; 386:156.
- [49] Arumalla SR. *Fatigue and creep behaviour of aged alloys based on Al–Cu–Mg system*. M. Eng. Sci thesis, Monash University, Melbourne, Australia, 1985.
- [50] Arumalla SR, Polmear IJ. *Fatigue and creep behaviour of aged alloys based on Al–4%Cu–0.3%Mg*. In: *Proceedings of the 7th international conference on the strength of metals and alloys (ICSMA7)*, Montreal, Canada; 1985. p. 453–458.
- [51] Silcock JM. *J Inst Met* 1960–61; 89:203.
- [52] Starink MJ, Gao N, Yan JL. *Mater Sci Eng A* 2004; 387–389: 222.

- [53] Ringer SP, Sakurai T, Polmear IJ. *Acta Mater* 1997; 45:3731.
- [54] L. Reich, S.P. Ringer, K. Hono, *Phil. Mag. Lett.* 79 (1999) 639.
- [55] Starink MJ, Cerezo A, Yan JL, Gao N. *Phil Mag Lett* 2006;86: 243.
- [56] Yu K, Li W, Li S, Zhao J. Mechanical properties and microstructure of aluminium Alloy 2618 with Al₃(Sc, Zr) phases. *Mater Sci Eng A* 2004;368:88–93.
- [57] S.P. Ringer, K. Hong, I.J. Polmear, T. Sakurai, *Acta Metall.* 44 (1995) 1883.
- [58] S.C. Wang, M.J. Starink, *Mater. Sci. Eng. A386* (2004) 156.
- [59] Y.A. Bagaryatshy, *Dokl. Akad. S.S.S.R.* 87 (1952) 397, 559.
- [60] Wolverton C. *Acta Mater* 2001;49:3129.
- [61] V. Gerold, H. Haberkorn, *Z. Metall.* 50 (1959) 568.
- [62] Alekseev AA, Anan'ev VN, Ber LB, Kaputkin EY. *Phys Metals Metall* 1993; 75:279
- [63] Majimel J, Molenat G, Danoix F, Blavette D, Lapasset G, Casanove MJ. *Mater Sci Forum* 2002; 396-402:1025.
- [64] Bagaryatsky YA. *Dokl Akad SSSR* 1952; 87:397. And 559.
- [65] Majimel J, Molenat G, Danoix F, Thuillier O, Blavette D, LapassetG, Casanove MJ. *Philos Mag* 2004; 84:3263.
- [66] S.P. Ringer, K. Hong, I.J. Polmear, T. Sakurai, *Acta Metall.* 44 (1995) 1883.
- [67] Cuisiat F, Duval P, Graf R. *Scripta Met* 1984;18:1051.
- [68] Z.HORita, M.FURUKAWA, M.Nemoto & T.G.Langdon, *Mater.Sci.Tech.* 16, (2000), 1239
- [69] A. porter, K.E.Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd edition, Chapman, Hall, (1992).
- [70] E.Nembach *Phys.stat.sol.A.*78 571 (1983).
- [71] D.Blavette, E.Cadel, A.Fraczkiewicz and A.Menand.*Science.*Dec, 17, (1999), 2317.

- [72] P.D.Merica, TRANS.AIME, 99 (1932) p13.
- [73] Wang SC, Starink MJ. Mater Sci Eng A 2004; 386:156.
- [74] P.B.Hirsch, A. Kelly, Stacking-fault strengthening, Phil.Mag.12, pp.881,(1965).
- [75]P.Zieba, Phase Transformations Controlled by Diffusion at Moving Boundaries, Polish academy of Sciences, Committee of Metallurgy>>.1991, p.655-662.
- [76] Kovarik L, Gouma PI, Kisielowski C, Court SA, Mills MJ. Acta Mater 2004;52:2509.
- [77] Shih H, Ho N, Huang JC. Metall Mater Trans A 1996;27:2479.
- [78] Charai A, Walther T, Alfonso C, Zahra AM, Zahra CY. Acta Mater2000; 48:2751.
- [79] Wang SC, Starink MJ. Inst Phys Conf Ser 2004; 179:277.
- [80] H. Perlitz, A. Westgren, Arkiv. Kemi. Mineral. Geol. 16B (1943) 13.
- [81] L.F. Mondolfo, Aluminum Alloys Structure and Properties, Butterworths, London, 1976.
- [82] Y. Jin, C.Z. Li, M.G. Yan, J. Mater. Sci. Lett. 9 (1990) 421.
- [83] V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen, G.J. Shiflet, Acta Mater. 47(1999) 3987.
- [84] Monfaldo LF. Aluminum alloys: structure and properties. London: Butterworths; 1976 .
- [85] A .Guinier, Théorie et Technique de la Radiocristallographie, Ed Dunod Paris, (1964)
- [86]J.B.Nelson, D.B. Riley, 3rd Proc.physics.Soc.London, 48 (1945), P.297.
- [87]H. GLEITER and E. HORNBOGEN Mat sci. Eng.2. 285 (1967-1968)
- [88] J.W. Cahn, *Acta Metall.*, Vol 34, 1956, p 525.

