

N° D'ORDRE : 72/2012-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 ABDELKEBIR Djamel*

Sujet :

***Contribution à la détermination
expérimentale des contributions au
durcissement de l'alliage Al-Zn***

Soutenu publiquement, le 29/09/2012, devant le Jury composé de :

Mr : A.TAHRAOUI	Professeur	à L'USTHB	Président
Mr : A.RAHO	Maître de Conférences/A	à L'USTHB	Directeur de mémoire
Mr : N.BOUZROURA	Maître de Conférences/A	à L'USTHB	Examineur
Mr : H.YOUSFI	Maître de Conférences/A	à L'ENP	Examineur

Remerciements



Ce travail à été effectué au laboratoire des solutions solides de la faculté de physique à l'USTHB.

Je remercie dieu tout puissant de m'avoir donné courage, patience et force durant toutes ces années d'étude.

*Je remercie profondément Mr. **Abdelatif TAHRAOUI**, professeur à l'institut de physique, d'avoir accepté de présider le jury de la soutenance de ce mémoire.*

*Je tien, particulièrement à exprimer ma profonde et immense gratitude à Mr. **Abd Arrahmane Azzeddine Raho**, de m'avoir encadré, orienté, et pour son suivi permanent ainsi que pour ses conseils, mais surtout pour sa confiance.*

Je remercie profondément

Mr. Hamid YOUSFI et Mr. Nour-eddine BOUZROURA

De m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.

*J'ai l'honneur de remercie Mr. **Mouhyddine KADI-HANIFI**, qui m'a donnée l'honneur de travailler au sein de laboratoire solutions solides.*

*Je tiens vivement à exprimer ma profonde reconnaissance à Mr. **Nour-eddine BOUZROURA**, Mr. **Mohamed TRARI**, et Mr. **Ali NAIMI**, pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apporté.*

Je remercie l'équipe du laboratoire de chimie solaire de la faculté de chimie à université l'USTHB, l'équipe du laboratoire de métallurgies à université ENP d'el-Harach, et l'équipe du laboratoire de diélectrique de la faculté de physique (USTHB).

Je remercie aussi l'équipe du laboratoire de solutions solides, B. Hadjarab, L. Djallal, A. Touati, Zoubir, Warda, Faiza, Lamouri, Asma, Sabah, Ahmed, Asma, Abd elkader, Mourad, Saida, Djamila.

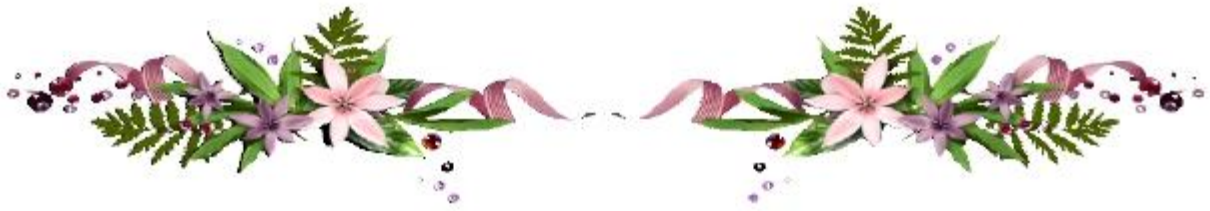
Enfin un grand merci à tous les amis qui, de près ou de loin, ont contribué au bon déroulement de ce mémoire.

Je vous remercie du fond de mon cœur.

Une fois de plus merci.



Dédicaces



Je dédie cette mémoire à :

A ceux que je porte dans mon cœur pour l'éternité :

A la personne la plus merveilleuse, ma Mère qui ma tout donnée et qui m'a soutenue et protégée de son amour et sa patience.

A mon Père qui a cru en moi et en ma réussite.

A ma sœur : Hanane.

A mes frères : Djalal, Taki-Eddine.

A ma sœur : Amel, son mari Abdelhafid et leurs enfants Lina, Wassim, et les jumeaux Wissam et Tasneem.

A mon Grand-père : Ahmed.

A mon Oncle : saaid et sa femme Malika.

A mon Oncle : Meftah et sa femme Ghaniya, et leurs enfants chaima, Iyad, Sariya, Ouyse, et Sondos.

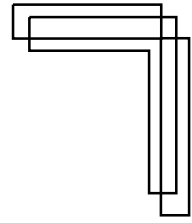
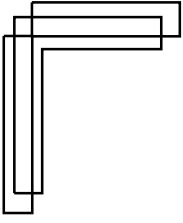
A mon professeur Mr. Abd Arrahmane Azzeddine Raho, et toute sa famille.

A tous ceux qui j'aime et à tous ceux qui je n'ai pas pu citer.

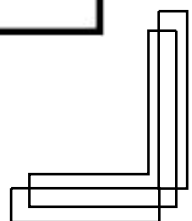
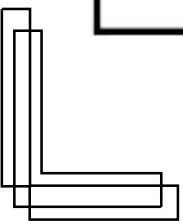
Merci pour tous.....

Djamel





SOMMAIRE



SOMMAIRE

Introduction Générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I : GENERALITES SUR LES SOLUTIONS SOLIDES

I. 1 Les solutions solides.....	3
I.2 Composés intermétalliques.....	4
I.3 Diagramme d'équilibre.....	4
I.4 Précipitation dans les solutions solides.....	6
I.4.1 Germination.....	8
I.4.2 Croissance.....	9
I.4.2.a.Cinétique de croissance	9
I.4.3 Coalescence	10
I.4.4 Décompositions spinodale	10
I.5 Méthodes d'étude de la cinétique de précipitation	12
I.6 I.7 Phénomène de durcissement dans les alliages	12
I.6.1 Durcissement par réduction de la taille des grains.....	12
I.6.2 Durcissement en solution.....	13
I.6.3 Durcissement par déformation plastique ou écrouissage	13
I.6.4 Durcissement par précipitation ou durcissement structural.....	13
I.7 Mécanisme de durcissement.....	14
I.7.1 Effets à courte distance.....	14
I.7.1.a Cisaillement des précipités par les dislocations.....	15
I.7.1.bContournement des précipités par les dislocations.....	16
I.7.1.b.1Contournement d'Orowan.....	16
I.7.2 Effets à distance	17

Chapitre II : SYSTEME Al-Zn

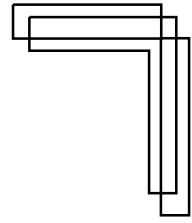
II.1 Le système Al-Zn.....	18
II.2 Diagramme d'équilibre du système AlZn.....	18
II.3 Cinétique et mécanisme de la décomposition homogène.....	21
II.4 Etude en diffusion centrale des R_x de la décomposition spinodale	22
II.4.1 Alliage Al-Zn dilués ($3\%at < x_{Zn} < 12\%at$).....	22
II.5 Différenciation entre germination-croissance et décomposition Spinodale	22
II.6 Précipitation dans le système Al-Zn.....	23
II.6.1 Séquence de précipitation.....	23

Chapitre III : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

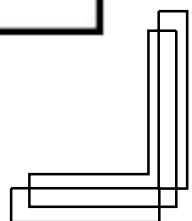
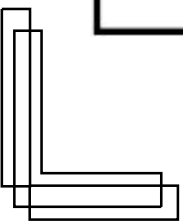
III Techniques expérimentales.....	27
III.1 Elaboration.....	27
III.2 Préparation métallographie	27
III.3 Traitements thermiques.....	28
III.3.1 Traitements d'homogénéisation	28
III.3.2 Traitements de revenu.....	29
III.4 Techniques de caractérisation.....	30
III.4.1 Microscopie optique.....	30
III.5 Mesures de microdureté.....	32
III.5.1 Essais de microdureté.....	32
III.6 Traitements mécaniques	34
III.7 Analyse calorimétrique.....	35

Chapitre IV : RESULTATS ET INTERPRETATION

<i>IV.1</i> Caractérisation :.....	36
<i>IV.2</i> Isothermes de dureté.....	38
<i>IV.3</i> Cinétiques de précipitation.....	41
<i>IV.3.1</i> Cinétiques de précipitation des zones GP.....	42
<i>IV.3.2</i> Décomposition spinodale.....	45
<i>IV.3.3</i> Croissance des zones GP.....	47
<i>IV.3.4</i> Energie d'activation de la diffusion au cours de la précipitation des zones GP..	49
<i>IV.3.5</i> Cinétique de précipitation de la phase R.....	54
<i>IV.3.5.1</i> Energie d'activation au cours de la précipitation de la phase R.....	57
<i>IV.3.6</i> Cinétique de précipitation de la phase α'	59
<i>IV.3.6.1</i> Croissance de la phase α'	60
<i>IV.4</i> Influence de la microstructure sur le durcissement de l'alliage Al-Zn.....	61
<i>IV.5</i> Contribution de la matrice au durcissement.....	61
<i>IV.6</i> Contribution de la taille des grains.....	64
<i>IV.7</i> Contribution des zones GP au durcissement.....	68
Conclusion	71
References	72



Introduction Générale



Introduction Générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherches sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites. Les alliages métalliques occupent une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

L'industrie technologique de pointe est aujourd'hui axée sur la recherche de nouveaux matériaux aux propriétés microstructurales homogènes et élaborés par des techniques moins coûteuses et performantes. Les propriétés physico-chimiques d'un matériau dépendent de sa microstructure. Ainsi, une connaissance détaillée de la microstructure est une étape très importante dans la conception de matériaux. L'aluminium est l'un des métaux les plus utilisés. L'aluminium et les alliages d'aluminium représentent une importante catégorie de matériaux due à leur haute valeur technologique et leur large application spécialement dans le domaine aérospatial, les véhicules motorisés et l'industrie ménagère.

Des traitements thermiques et mécaniques permettent d'obtenir une microstructure adéquate en vue d'une utilisation optimale des alliages.

Ces traitements provoquent des transformations de phases à l'état solide responsables de la formation de composés et introduisent des défauts linéaires conduisant à la formation de nouveaux grains.

Dans notre travail, nous nous proposons de mettre en évidence la précipitation des phases métastables dans l'alliage Al- 15% Zn (en poids) et de déterminer les différentes contributions au durcissement de l'alliage.

La précipitation d'une solution solide sursaturée est une transformation de phases résultant d'un processus de germination et croissance ou d'un processus de décomposition spinodale.

Une solution solide sursaturée Al-Zn évolue vers l'équilibre selon la séquence :

* \longrightarrow + zones GP (sphériques) \longrightarrow + zones GP (ellipsoïdales) \longrightarrow +Phase métastable R (rhomboédrique) \longrightarrow +Phase métastable ' (cubique) \longrightarrow +Phase d'équilibre stable riche en zinc (hexagonale).

Cette évolution peut être accélérée par des traitements thermiques de revenu. Les phases précipitées étant responsables d'un durcissement structural de l'alliage, la cinétique de précipitation des phases métastables dans l'alliage Al-Zn est étudiée à l'aide d'une méthode basée sur des mesures de dureté.

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres.

Un premier chapitre, consacré aux généralités, décrit les principes de transformation de phase à l'état solide et les phénomènes de durcissement dans les alliages.

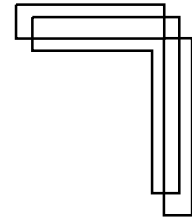
Un résumé des différents résultats obtenus sur le système Al-Zn constitue le deuxième chapitre.

Les techniques expérimentales utilisées sont présentées dans le troisième chapitre.

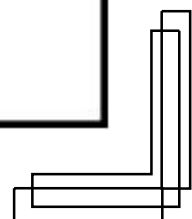
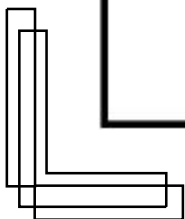
Le quatrième chapitre est consacré aux résultats et à leurs interprétations.



Chapitre I



*GENERALITES SUR
LES SOLUTIONS
SOLIDES*



I.1 Les solutions solides

La notion de solution solide est une notion thermodynamique. C'est un mélange de corps purs formant un solide homogène.

Dans un métal pur A, on peut ajouter des atomes étrangers B sans modifier la structure cristalline du métal de base A : l'élément B entre en solution dans A. A et B forment la solution solide AB. L'atome B est un élément d'alliage. Une solution solide peut exister dans un large domaine de composition et pour toute composition de ce domaine, le matériau est homogène. Sa structure et ses propriétés différentes de celles des compositions voisines.

La solution solide AB peut être de substitution ou d'insertion selon que les atomes de l'élément B se substituent à des atomes de l'élément A ou occupent des sites intersticiels du réseau de l'élément A. (figure I.1, figure I.2)

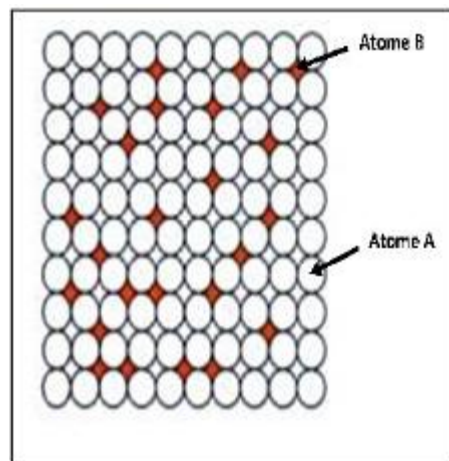
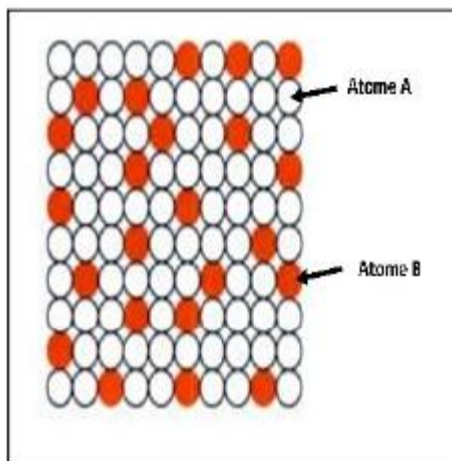


Figure I.1 : Solution solide de substitution.

Figure I.2 : Solution solide d'insertion.

Deux éléments A et B forment une solution solide AB s'ils satisfont aux règles empiriques, nécessaires mais non suffisantes, de Hume-Rothery. Ces règles tiennent compte des effets de taille, d'électronégativité, de valence et de concentration électronique.

La solution solide AB formée peut être limitée ou illimitée selon que la solubilité de l'élément B dans A soit partielle ou totale.

Une solution solide AB est caractérisée par son diagramme d'équilibre donnant les domaines d'existence des phases à toutes températures et à toutes concentrations.

Ces diagrammes sont à un seul fuseau si A et B solubles en toutes proportions ou présentent des limites de solubilité si A et B sont partiellement miscibles (figure I.3.a, figure I.3.b).

I.2 Composés intermétalliques

Les composés intermétalliques sont des composés stables de stœchiométrie bien définie $A_x B_y$, dans un domaine de concentration étroit, de structure ordonnée et généralement différente de leurs constituants.

I.3 Diagramme d'équilibre

La solubilité de l'élément B dans le métal A dépend de la température. Les diagrammes d'équilibre ont pour objet de définir, en fonction de cette dernière, l'état physique de l'alliage dans des conditions où la cinétique de transformation est suffisamment lente pour qu'à chaque instant soit réalisé l'équilibre thermodynamique. Un diagramme d'équilibre représente les transformations solide-liquide ou solide-solide d'un alliage, et les domaines d'existence des différentes phases en fonction de la concentration et de la température (figure I.3.a et figure I.3.b).

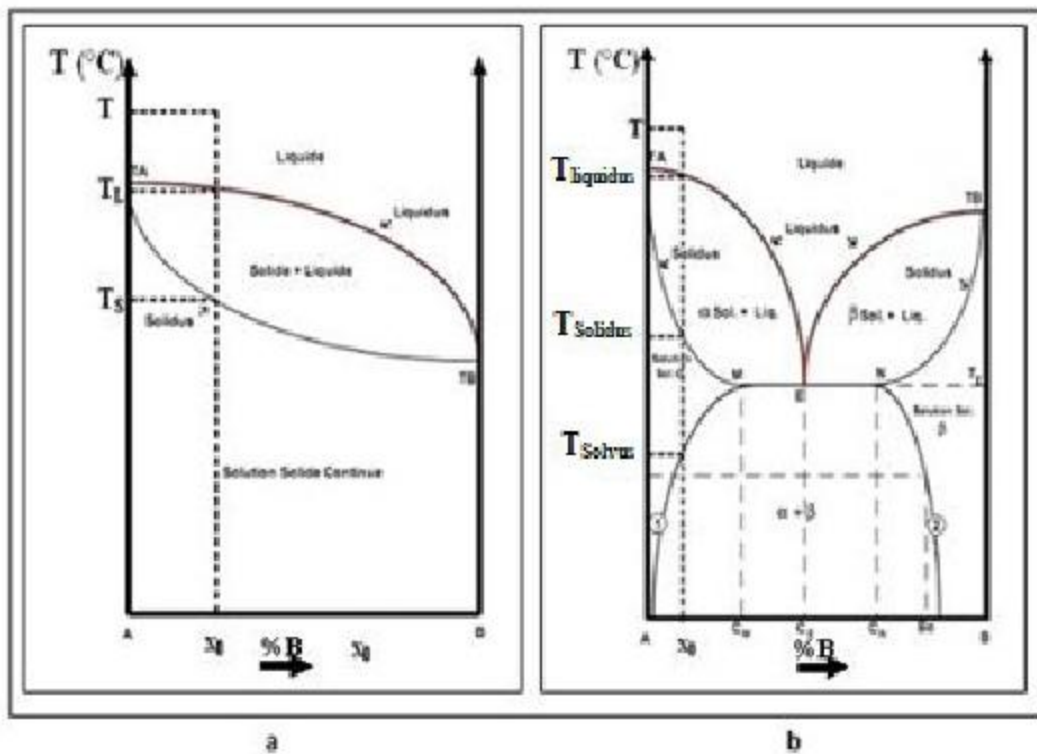


Figure I.3 : Diagrammes d'équilibre

- a) Diagramme d'équilibre d'une solution solide unique illimitée
 b) Diagramme d'équilibre présentant une réaction eutectique, solution solide limitée.

L'alliage à concentration x_0 est entièrement liquide à la température T supérieure à T_L . Lors d'un refroidissement suffisamment lent, la solidification commence à la température T_L et s'achève à la température T_S . Dans le cas d'une miscibilité totale, la solution solide obtenue en dessous de T_S est monophasée (figure I.3.a). Dans le cas d'une miscibilité partielle, entre les températures T_S et T_{Solvus} , l'alliage est à l'état de solution solide homogène. A une température inférieure à T_{Solvus} , il apparaît une nouvelle phase dispersée, constituée par un composé intermétallique défini. L'alliage est dans ce cas constitué de deux phases (figure I.3.b) résultant de transformations de phases à l'état solide.

Ces transformations de phase à l'état solide résultent de mouvements d'atomes, sur courtes distances, sans diffusion, qui mettent en jeu un déplacement brusque et de faibles amplitudes d'atomes ou, sur longues distances, par diffusion, qui mettent en jeu le mouvement lent d'atomes ou de lacunes sur de longues distances.

La diffusion des atomes est favorisée par l'agitation thermique et la présence d'imperfections abaissant l'énergie d'activation de la diffusion.

I.4 Précipitation dans les solutions solides

L'apparition d'une seconde phase au sein des solutions solides est observée dans des systèmes où la solubilité du soluté dans le solvant est limitée (figure I.4).

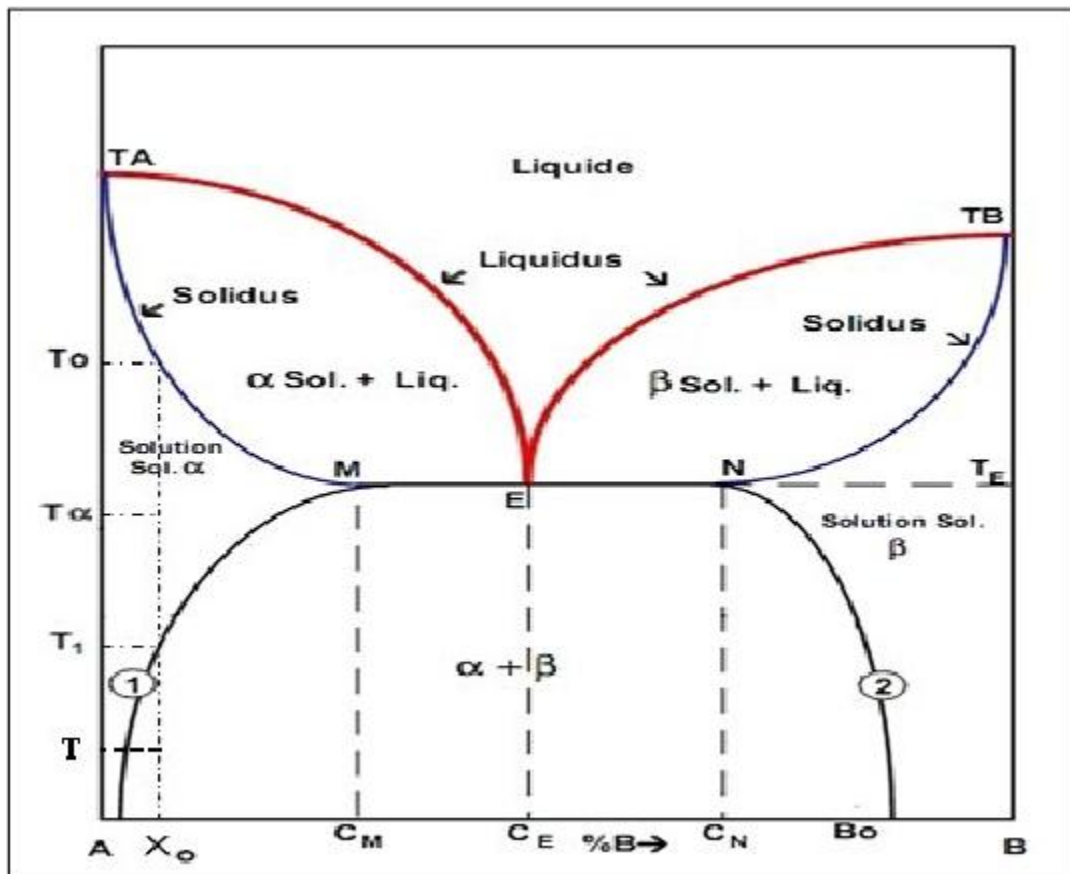


Figure I.4 : Diagramme d'équilibre d'un alliage binaire (A-B) présentant une limite de solubilité.

Lorsque l'alliage, de concentration X_0 , est maintenu à température T comprise entre T_0 et T_1 pendant une durée suffisante pour que l'état d'équilibre, à la température T , soit atteint, il se trouve dans un état de solution solide homogène .

Lorsqu'il est refroidi lentement, à partir de T_1 se forment des germes de la phase d'équilibre . La solution solide obtenue à une température $T < T_1$ est biphasée + . Lorsqu'il est refroidi rapidement par trempe, la solution solide obtenue est une solution solide hors équilibre sursaturée en atomes de soluté et en lacunes.

A une température $T < T_1$, cette solution solide, de concentration x_0 , évolue vers l'équilibre, caractérisé pour la précipitation d'une phase d'équilibre, en passant par un ou plusieurs états métastables caractérisés par la précipitation de phases métastables :



La précipitation d'une phase résulte d'un processus de germination et croissance ou de décomposition spinodale.

A l'équilibre, la solution solide de concentration x_0 est constituée de deux phases et de concentration respectives x_1 et x_2 en atomes de soluté déterminée à partir de la variation de l'enthalpie libre de l'alliage à la température T (figure I.5).

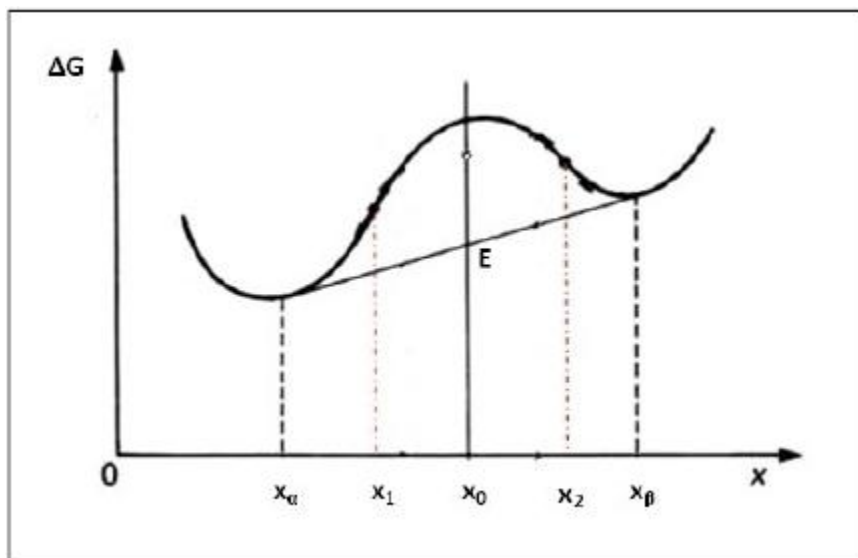


Figure I.5 : Enthalpie libre d'un alliage binaire AB à une température T.

Lorsque x_0 est comprise entre les concentrations correspondant aux points d'inflexion, x_1 et x_2 , l'évolution a lieu par décomposition spinodale. Lorsque $x < x_0 < x_1$ ou $x_2 < x_0 < x$, l'évolution a lieu par germination et croissance.

I.4.1 Germination

Quand un embryon de la phase α apparaît au sein de la phase mère β , la variation d'enthalpie libre correspondante G comprend l'accroissement d'enthalpie libre correspondant au passage de la phase β à la phase α , $G_v = V \cdot g_v$, où g_v est l'énergie par unité de volume et V , le volume formé, l'énergie interfaciale, $G_s = \sigma \cdot s$ où σ est l'énergie par unité de surface et s , la surface formée, et l'énergie de la déformation élastique due au changement de volume et à la distorsion produite par le changement de réseau cristallin, G_{el} .

Si l'on néglige le terme de distorsion et si l'on admet que l'embryon est une sphère de rayon r , l'enthalpie libre est donnée par :

$$G(r) = G_v \cdot \left(\frac{4}{3}\right) \cdot r^3 + 4 \cdot \sigma \cdot r^2.$$

L'enthalpie $G(r)$ est maximale, $(dG(r)/dr) = 0$, pour une taille critique r^* (figure I.6) :

$$\left(G_v \cdot \left(\frac{4}{3}\right) \cdot r^3 + 4 \cdot \sigma \cdot r^2 \right) / r = 0 \quad \text{pour} \quad r^* = -2 \cdot \sigma / G_v$$

$$G^* = \left(\frac{4}{3}\right) \cdot \sigma \cdot \left(\frac{3}{6 \cdot G_v}\right) + 4 \cdot \sigma \cdot \left(\frac{3}{4 \cdot G_v}\right)$$

$$G^* = \left(\frac{4}{3}\right) \cdot \sigma \cdot \left(\frac{3}{G_v}\right)$$

Pour des considérations thermodynamiques les embryons de tailles inférieures à la taille critique se dissolvent et les embryons de tailles supérieures à la taille critique se développent et forment des germes.

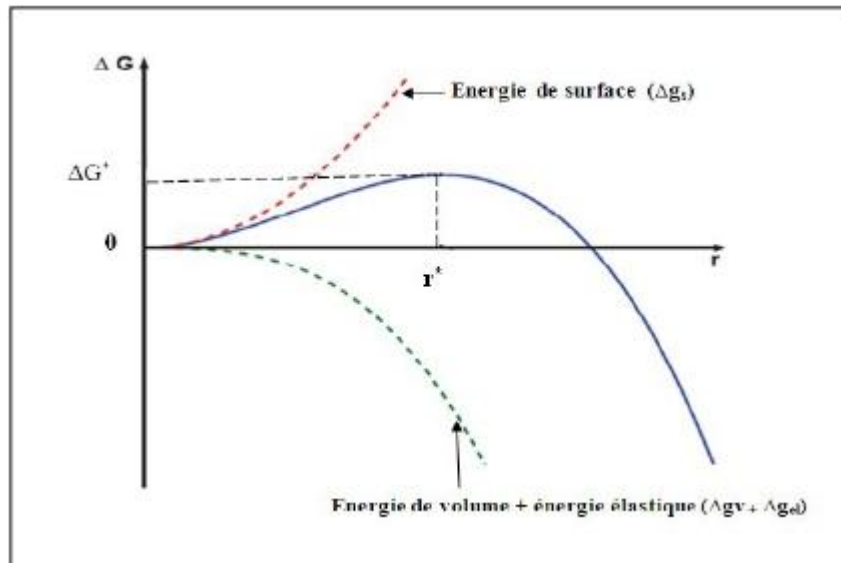


Figure I.6 : Variation d'énergie libre $G(r)$.

I.4.2 Croissance

La croissance des germes se produit plus lentement que la germination, car elle nécessite une migration atomique importante.

Lors d'un recuit prolongé à haute température, le nombre de particules du précipité décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Le soluté diffuse des régions voisines des petites particules vers celles qui entourent les grosses.

Ce processus résulte de la tendance du système à réduire son enthalpie libre en diminuant la surface totale des cristaux et par conséquent, l'énergie interfaciale.

I.4.2.a Cinétique de croissance

La cinétique de croissance, contrôlée par la diffusion d'atomes de soluté, obéit à la loi de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmorov (JMAK) [1,2,3], selon laquelle la fraction transformée correspondant au volume occupé par la phase précipitée au cours de la précipitation à un instant t rapporté au volume occupé par la phase à l'équilibre métastable ou stable V_{\max} ,

$$F = \frac{V}{V_{\max}} \text{ est donnée par : } \quad F(t) = 1 - \exp(-kt)^n$$

où F est fraction transformée, t, le temps de maintien isotherme, k, la constante globale de vitesse de la transformation, et n, le paramètre de croissance.

Le développement de l'équation de JMAK conduit à :

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

$$1 - F = \exp(-kt)^n \quad \text{soit : } \ln(1 - F) = (-kt)^n$$

$$\ln(1/1 - F) = (kt)^n$$

$$\ln(\ln(1/1 - F)) = n \ln(kt)$$

$$\ln(\ln(1/1 - F)) = n \ln(k) + n \ln(t)$$

Les paramètres n et k sont déterminés à partir de la courbe $\ln(\ln(1/1 - F)) = f(\ln(t))$.

I.4.3 Coalescence

A la fin de la croissance, la force motrice disponible pour faire croître les précipités par un apport de soluté de la matrice devient très faible. Les précipités coalescent pour minimiser leur énergie de surface. Les petits précipités ont une solubilité plus importante que les gros et se dissolvent, alors que les gros précipités croissent.

I.4.4 Décomposition spinodale

En un point de la solution solide, l'apparition d'une petite fluctuation de composition passant de X_i à X_i' , engendre localement un gradient de composition. Au gradient de concentration en élément B est lié un gradient de potentiel chimique qui induit un flux de matière B dirigé dans le sens des potentiels chimiques décroissants (figure I.7).

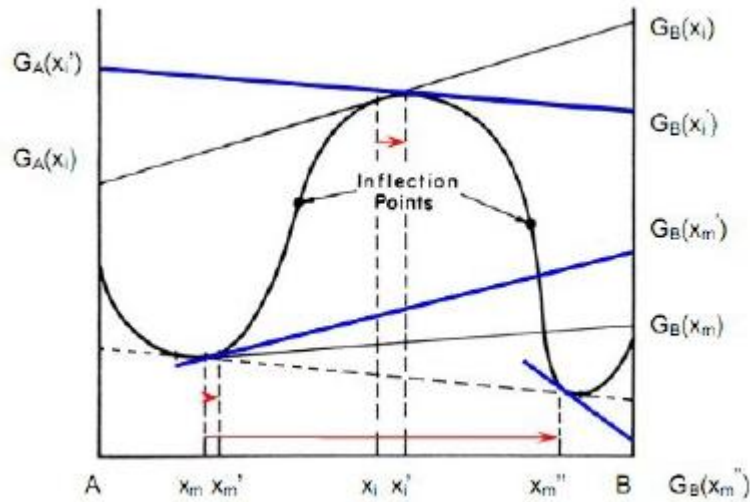


Figure I.7 : Variation du potentiel chimique en fonction de la composition dans le domaine de miscibilité [4].

Dans le domaine de décomposition spinodale, une fluctuation de concentration de X_i à X_i' se traduit par une diminution du potentiel chimique du constituant B et une augmentation du potentiel chimique du constituant A. Selon la loi de Gibbs, les constituants B adjacents à la zone où la fluctuation de composition s'est produite, diffusent vers cette dernière zone dans le sens inhabituel des concentrations croissantes tandis que les constituants A vont s'en éloigner. Il apparaît alors dans le matériau des zones de plus en plus enrichies en atomes B et d'autres zones de plus en plus appauvries en atomes B (figure I-8-stade II, figure I-8-stade III).

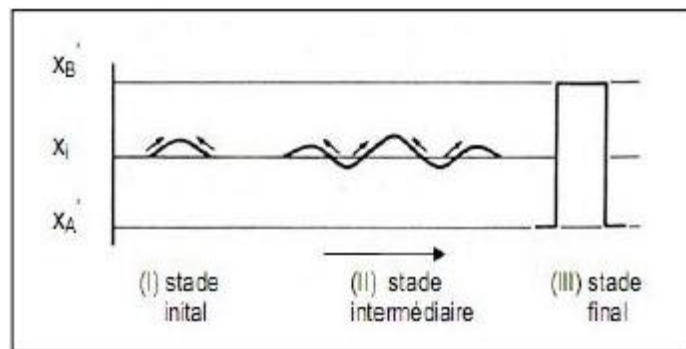


Figure I.8 : Progression d'une petite fluctuation dans la lacune de décomposition spinodale [4].

I.5 Méthodes d'étude de la cinétique de précipitation

Des méthodes telles que la microscopie électronique à transmission, conventionnelle ou à haute résolution, la diffraction des rayons X ou la calorimétrie différentielle permettent une mesure directe de la fraction transformée.

Les méthodes directes permettent également d'observer l'évolution de la taille et de la forme des particules précipitées au cours des traitements de revenu.

Pour une température de revenu donnée, la cinétique de précipitation peut être suivie par différentes méthodes indirectes et particulièrement, par une méthode basée sur des mesures de dureté.

Selon Merle [5], au cours de la précipitation d'une phase, la dureté d'un alliage contenant une fraction transformée F , représentant le volume occupé par la précipitée pendant la transformation rapporté au volume occupé par la précipitée à l'équilibre métastable, est donné par :

$$H_v(t) = F.H_{vmax} + (1-F).H_v(0)$$

où $H_v(t)$, est la dureté de l'alliage à un instant t , H_{vmax} , la dureté de l'alliage lorsque la précipitation est maximale et $H_v(0)$, celle de l'alliage trempé.

I.6 Phénomène de durcissement dans les alliages

Les propriétés mécaniques d'un matériau, sont liées à sa microstructure [6,7,8].

Le durcissement d'un alliage résulte de l'entrave au mouvement des dislocations.

I.6.1 Durcissement par réduction de la taille des grains

La taille des grains est gouvernée par la composition chimique du matériau et l'histoire thermique et mécanique subie par le matériau [6,7,8].

Les joints de grains constituent des obstacles importants au mouvement des dislocations. La réduction de la taille des grains augmente la densité des joints de grains et améliore les propriétés mécaniques [8,9].

La loi de Hall-Petch [10,11] (équation. I. 1) donne la contrainte d'écoulement des dislocations en fonction de la taille des grains :

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

Il existe une relation, proposée par Tabor (1975), (équations I. 2), I. 3)), reliant la contrainte d'écoulement à la microdureté H_v [12].

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

ainsi,
$$H_v = H_0 + k' \cdot (1/d^{1/2}) \quad (\text{I. 3})$$

où σ_0 est la limite d'élasticité du matériau, k , k' , H_0 et σ_0 , des constantes intrinsèques du matériau, H_v , la microdureté, et d , la taille moyenne des grains.

I.6.2 Durcissement en solution

Ce type de durcissement est obtenu par addition d'éléments d'alliage en solution responsables d'une force de freinage qui doit être surmontée par une augmentation de la contrainte appliquée cette contrainte est donnée par :

$$\sigma = k \cdot x^{2/3}$$

où k est une constante et x , la concentration de l'alliage en atomes solute.

I.6.3 Durcissement par déformation plastique ou écrouissage

Dans un matériau déformé, la densité de dislocations augmente. Les dislocations interagissent entre elles et durcissent le matériau.

I.6.4 Durcissement par précipitation ou durcissement structural

Le durcissement structural résulte de l'interaction entre les dislocations en mouvement et les particules précipitées. Au cours de leur mouvement, les dislocations cisailent les précipités cohérents et semi-cohérents et contournent les précipités incohérents.

Les précipités sont cohérents ou semi-cohérents avec la matrice lorsqu'il y a continuité entre le réseau cristallin de la matrice et celui des précipités ou que la continuité est assurée par des dislocations (figure I.9.a, figure I.9.b).

Les précipités sont incohérents s'il n'y a aucune relation d'orientation entre le réseau de la matrice et celui des précipités (figure I.9.c).

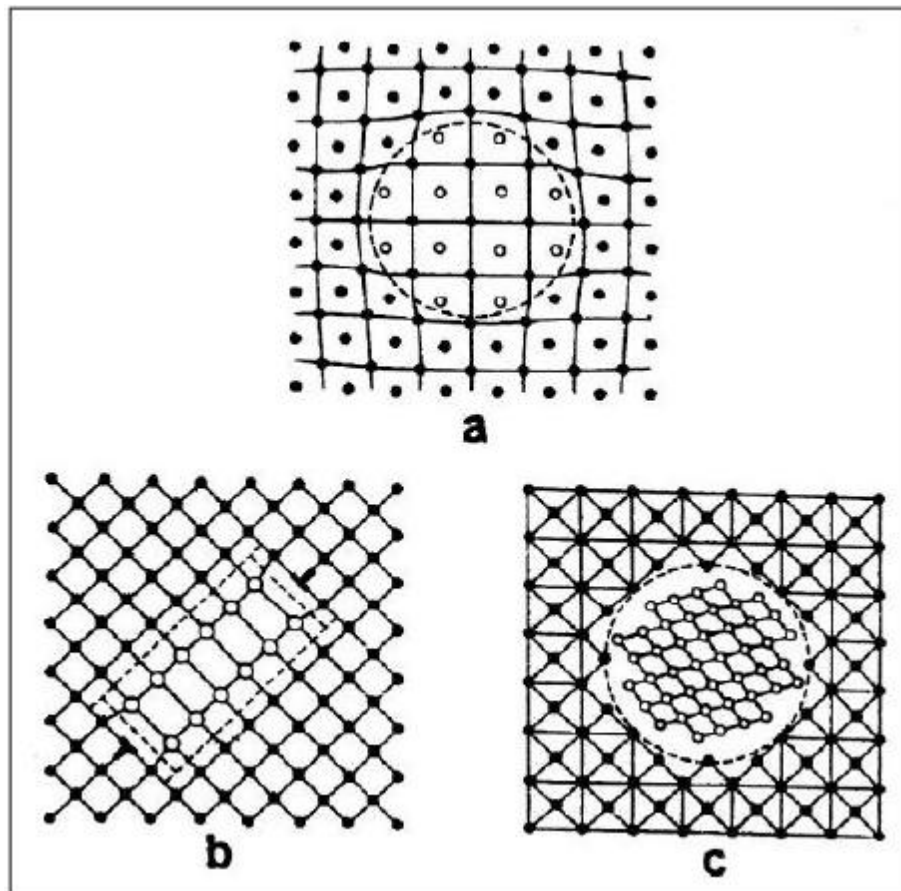


Figure I.9 : Différents types de précipités :

a- précipités cohérents, b- précipités semi-cohérents, c- précipités incohérents.

I.7 Mécanisme de durcissement

I.7.1 Effets à courte distance

Au cours de leurs mouvements, les dislocations peuvent cisailer ou contourner les précipités.

I. 7.1.a Cisaillement des précipités par les dislocations

Les précipités ne peuvent-être cisailés que s'ils sont cohérents ou semi-cohérents de sorte que la dislocation puisse glisser de manière continue de la matrice dans les précipités (figure I.10).

Ce mécanisme engendre la création de nouvelles interfaces précipité-matrice.

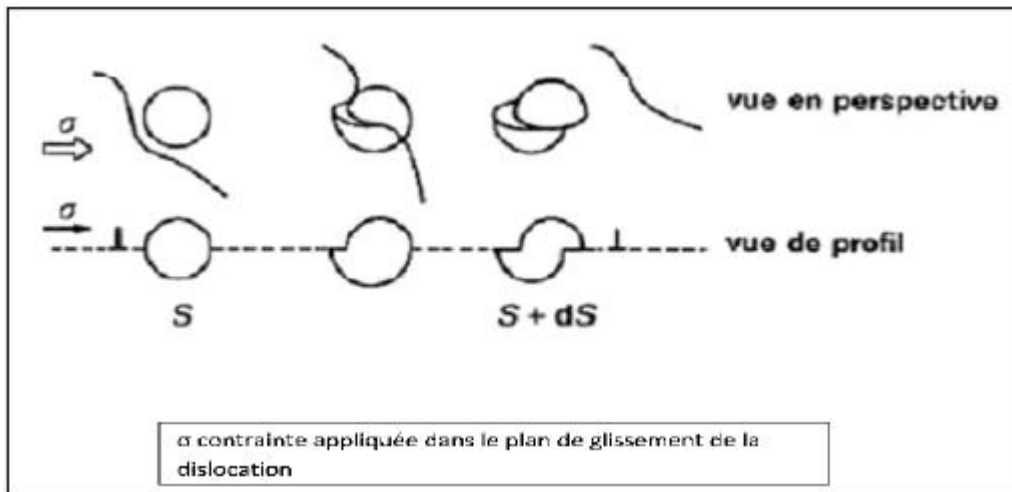


Figure I.10 : Cisaillement d'un précipité cohérent dans le plan de glissement d'une dislocation [13].

Les précipités ordonnés sont cisailés par des paires de dislocations qui forment une paroi d'antiphase dans le plan de cisaillement (figure I.11), la deuxième dislocation de la paire rétablit l'ordre détruit par la première.

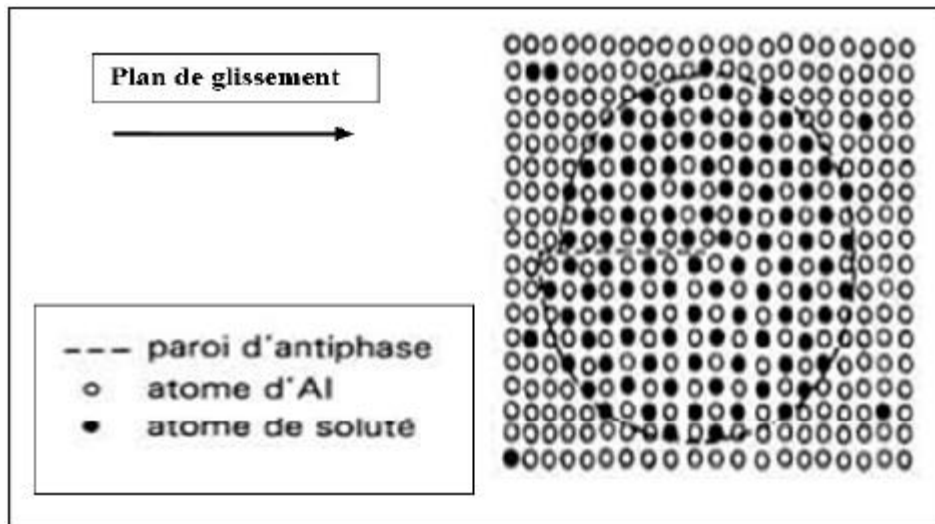


Figure I.11 : Représentation schématique de la paroi d'antiphase formée lors du passage d'une dislocation [13].

I.7.1.b Contournement des précipités par les dislocations

Lorsque les particules cohérentes est semi cohérentes deviennent plus dures que la matrice, les dislocations en mouvement ne peuvent pas les cisailer et les contournent par glissement primaire ou par glissement dévié. Les particules incohérentes sont contournées par les dislocations selon le mécanisme d'Orowan.

I. 7.1.b.1 Contournement d'Orowan

La dislocation franchit le précipité incohérent par contournement d'Orowan (figure I.12), tout en restant dans son propre plan de glissement. Une fois l'obstacle contourné, les deux brins de la dislocation se recombinaient laissant autour du précipité une boucle de dislocation.

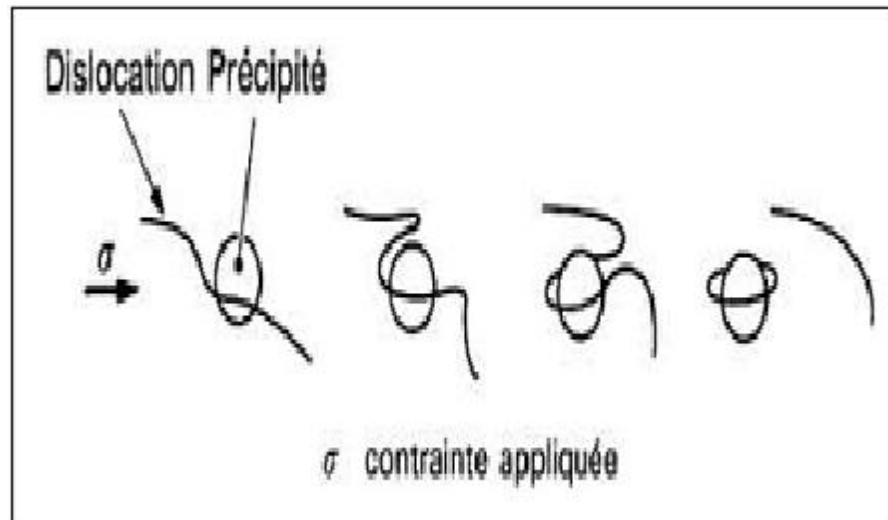



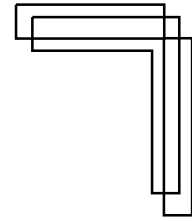
Figure I.12 : Représentation schématique du mécanisme de contournement d'Orowan.

I.7.2 Effets à distance

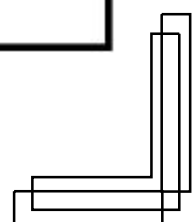
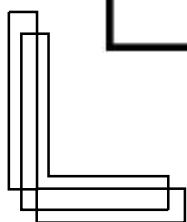
Les effets à distance résultent de microcontraintes internes au matériau dues à l'écart entre les constantes d'élasticité de la matrice et des précipités, de la force d'interaction précipité-dislocation générée par la différence de module de cisaillement entre le précipité et la matrice et de l'interaction entre le champ de distorsion élastique autour des précipités et le champ de déformations associées aux dislocations.



Chapitre



Systeme Al-Zn



II.1 Le système Al-Zn

Le nombre d'études significatives sur le système Al-Zn est limité tant par la rapidité des cinétiques que par la complexité des expériences mises en jeu et les difficultés de leurs interprétations. C'est pourquoi l'étude des mécanismes de décomposition s'oriente depuis quelques années vers la recherche de données convergentes obtenues par diverses techniques expérimentales.

II.2 Diagramme d'équilibre du système AlZn

L'intérêt porté à l'alliage Al-Zn est dû à la large lacune de miscibilité que présente son diagramme d'équilibre et à l'apparition, après trempe et revenu, de phases thermodynamiquement métastables. La décomposition de la solution solide peut alors théoriquement d'effectuer soit par germination et croissance [14,15] soit par décomposition spinodale [16].

Le diagramme d'équilibre de l'alliage Al-Zn (figure II.1) illustre le phénomène de transformation de phases très variées avec la température et la vitesse de refroidissement.

Il présente un eutectique à 88,7% pour une température de 381°C, et une solubilité limite du zinc dans l'aluminium de 16,5% à 220°C. Le domaine monophasé de la solution solide () est très étendu. Il est interrompu par une lacune de miscibilité de température critique $T_c = 351^\circ\text{C}$ [17]. La solution solide riche en Zn a une solubilité maximale de 2,8% en atomes à la température eutectique et a une structure cristalline hexagonale compacte.

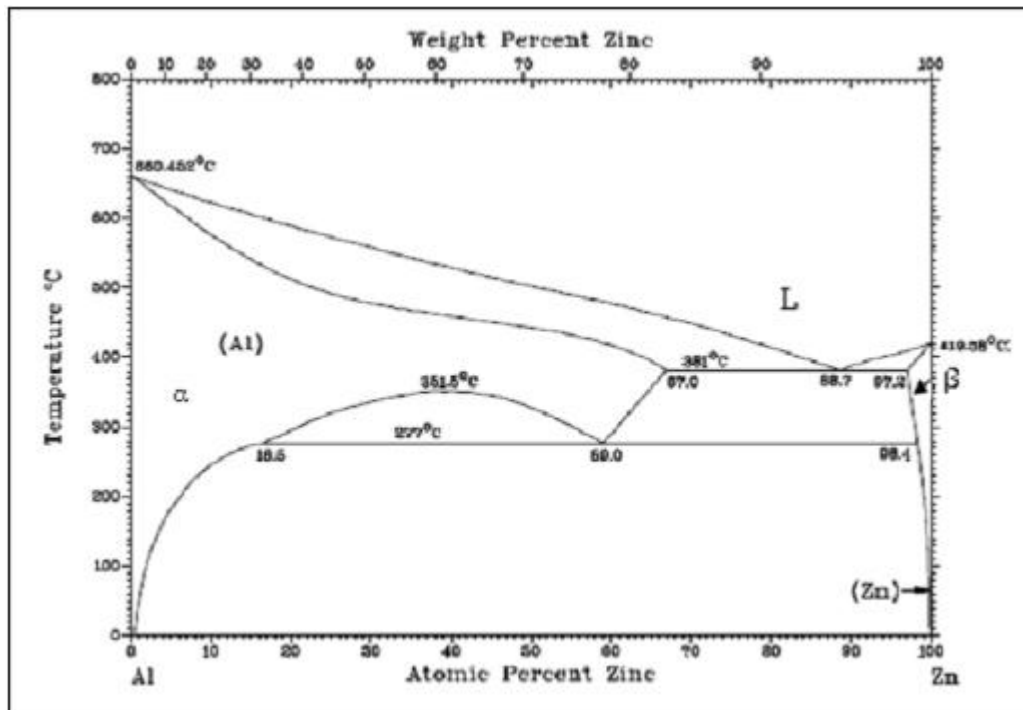


Figure II.1 : Diagramme d'équilibre des phases du système AlZn [18].

La simplicité du diagramme de phases de Al-Zn est en fait très relative comme le montrent les figures II (2.a et 2.b) [19-20].

Le diagramme d'équilibre stable définit les domaines biphasés de phases incohérentes caractéristiques d'un état avancé de décomposition homogène ou des précipitations hétérogène ou discontinue. Il comporte une lacune de miscibilité - ' (c.f.c) limitée à sa partie inférieure par une transformation monotecto de (figure II.2.b) publiée par ANANTHARAMAN et col). [19]. Cette lacune serait plus complexe à haute température.

En dessous de la température monotecto de $T=250^{\circ}\text{C}$, l'équilibre correspond à la coexistence des phases c.f.c riche en aluminium et h.c constituée presque essentiellement de zinc.

Le diagramme d'équilibre est complété par un diagramme d'équilibre métastable (figure II.2). Certaines controverses subsistent quant à sa définition et à sa position précises [19-20].

Par des calculs d'énergie élastique, LASEK [21] déduit de la lacune stable β' et de son extrapolation à basse température, une courbe délimitant le domaine de démixtion en phases cohérentes. Les contraintes de cohérence étant faibles pour Al-Zn, la courbe est décalée de la lacune stable de 20-30°C vers les basses températures. Ces calculs sont vérifiés par les premières déterminations expérimentales du solvus de la décomposition homogène recensées par MURAKAMI et col [19]. (figure II.2.a).

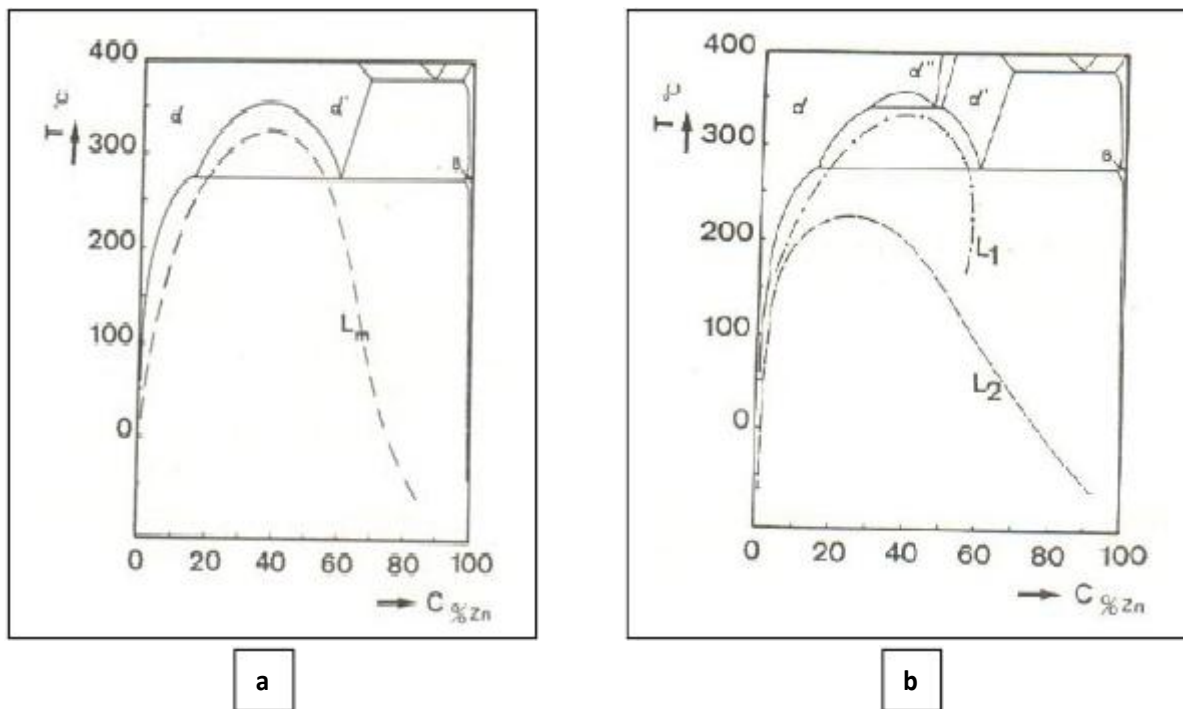


Figure II.2 : Diagramme d'équilibre Al-Zn.

a) Diagramme d'équilibre Al-Zn d'après MURAKAMI et col [19].

Courbe L_m : lacune de miscibilité métastable (solvus de la décomposition homogène).

b) Diagramme d'équilibre Al-Zn d'après ANANTHARAMAN et col [20].

Courbe L_1 : lacune de miscibilité relative à β' .

Courbe L_2 : lacune de miscibilité relative aux zones G.P.

Récemment, ce diagramme métastable unique est contesté par ANANTHARAMAN et col [20], qui différencie nettement deux lacunes de miscibilité correspondant à deux types d'agglomérats riches en Zn : l'une, L₁, figure II.2.b, concerne l'apparition de la phase rhomboédrique ϵ mise en évidence par un certain nombre d'auteurs [22 à 23], et la seconde, L₂, celle des zones de GUINIER-PRESTON.

Ces résultats divergents soulèvent d'ailleurs les problèmes d'une semi-cohérence de la phase ϵ souvent supposée mais mal établie et du lien éventuel entre les zones G.P. et la phase ϵ . Les travaux radiocritallographiques [23-24] en différenciant les zones G.P. sphériques, des zones G.P. ellipsoïdales à champ de déformation rhomboédrique font implicitement penser à une formation de ϵ semi-cohérente à partir des zones G.P.

II.3 Cinétique et mécanisme de la décomposition homogène

Malgré les ambiguïtés précédemment signalées, l'intérieur de la courbe d'équilibre métastable réunit, du fait des possibilités de trempe d'alliage à partir d'un large domaine monophasé, les conditions propices à l'étude de la décomposition dans un intervalle de concentration atomique en Zn allant jusqu'à plus de 50% en atomes (figure II.2 et figure II.3).

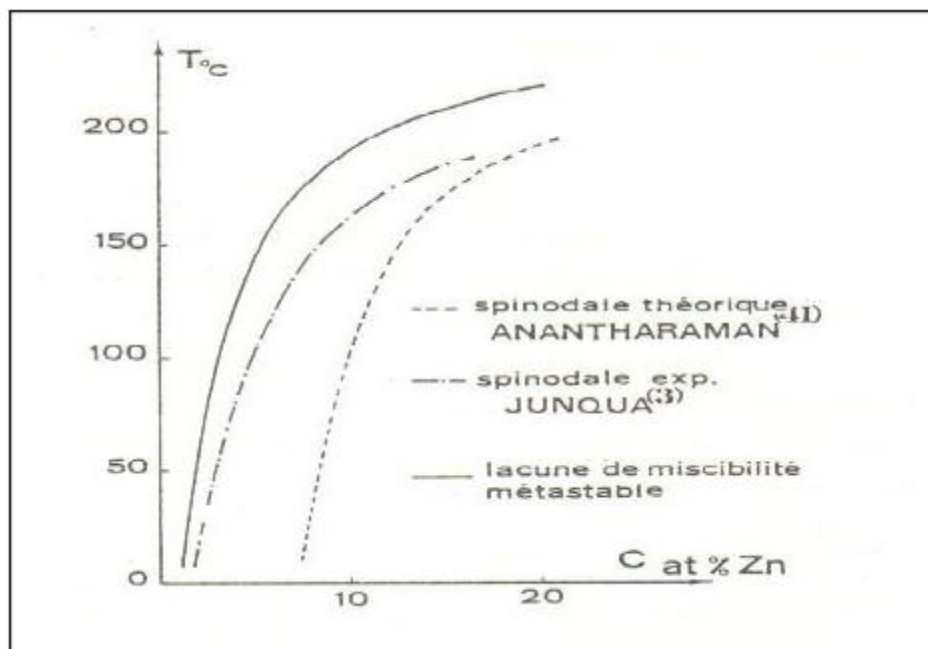


Figure II.3 : Courbes spinodales théorique et expérimentale relatives à la lacune de miscibilité des zones G.P. dans Al-Zn.

II.4 Etude en diffusion centrale des R.X de la décomposition spinodale

II.4.1 Alliage Al-Zn dilués (3 at% < x_{Zn} < 12 at%)

Pour ces alliages où la décomposition spinodale est théoriquement moins probable, l'apparition quasi spontanée des zones G.P. après temps et revenu aux températures voisines de l'ambiante se traduit comme dans les alliages symétriques par un anneau de diffusion des R.X. dû à un effet d'interférences et à un ordre à courte distance entre agglomérats (GUINIER [25]), ou à l'existence d'une région appauvrie en soluté autour des zones G.P. pendant leur croissance (WALKER et GUINIER [26]).

L'existence d'une région appauvrie autour des zones G.P. pendant leur croissance est écartée par GEROLD qui montre d'après des mesures d'intensité intégrée [27] que les alliages sont complètement ségrégués en zones G.P. dès les premières mesures.

L'étude des premiers stades de la décomposition a été suivie à basse température (-45°C) par BONFIGLIOLI et GUINIER [28] sur des alliages à teneur en Zn comprise entre 4,2 et 5 at%. Une brève période de démixtion de la solution solide la plus diluée est observée. La vérification de la loi de POROD tend à justifier dans ce cas, la présence d'une interface nette entre les premiers amas détectés et la matrice. La similarité de l'évolution des divers alliages et le profil en anneau présent dès les premières courbes suggèrent aux auteurs la validité de l'effet d'interférence, qui est de plus considéré comme très compatible avec un mode spinodale d'initiation des zones caractérisé par une certaine régularité de leur répartition. Une interprétation du même type a été adoptée plus récemment par MURAKAMI [29] pour l'alliage Al 6,8 at% Zn.

II.5 Différenciation entre germination-croissance et décomposition spinodale

JUNQUA, DELAFOND, NAUDON et col. [30,31] ralentissent la vitesse de démixtion par un traitement de trempe à partir du domaine compris entre la courbe de solubilité des zones et la lacune de miscibilité métastable.

Leur détermination de la courbe spinodale donnée sur la (figure II.3), résulte d'une étude préliminaire différenciant dans l'alliage Al 6,8 at% Zn les cinétiques des processus de démixtion par germination-croissance et par décomposition spinodale.

II.6 Précipitation dans le système Al-Zn

La précipitation 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 [32,33].

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 [34], à la température d'homogénéisation et à la concentration de l'alliage.

II.6.1 Séquence de précipitation

Lorsque la décomposition de la solution solide sursaturée se produit à des températures inférieures à celle du solvus, elle donne lieu à une série de phases métastables [35]. Une évolution progressive a été observée par A.Gaber [36] qui propose la séquence :

* \rightarrow + zones G.P (sphériques) \rightarrow + zones G.P. (ellipsoïdales) \rightarrow +Phase métastable R (rhomboédrique) \rightarrow +Phase métastable ' (cubique) \rightarrow +Phase d'équilibre stable riche en zinc (hexagonale).

Les zones de GUINIER-PRESTON (G.P), cohérentes avec la matrice, sont des amas de soluté.

Les phases métastables R et ' sont semi-cohérentes avec la matrice.

La phase est incohérente avec la matrice.

Cette séquence dépend de la température d'homogénéisation, de la vitesse de trempe, de la température de revenu, de la concentration en atomes de zinc et des impuretés ou éléments d'addition [37-38].

Dans l'alliage Al-Zn, les zones GP sont sphériques et ellipsoïdales [39] [40] et s'ordonnent après un revenu prolongé à basse température en couches alternées d'atomes de zinc suivant les plans (100) et d'aluminium [41]. Elles sont très stables jusqu'à 75°C.

Les zones GP ont une forme sphérique lorsqu'elles sont de petite taille. Elles ne sont pas déformées par la matrice de structure c.f.c de l'aluminium [41]. J. Deguercy et al. [42] ont remarqué qu'à partir d'une taille critique, la tension appliquée par la matrice déforme le réseau en structure rhomboédrique et la zone GP prend la forme d'un ellipsoïde de petit axe parallèle à la direction $\langle 111 \rangle$. En croissant, ces zones se regroupent pour former la phase métastable « R » rhomboédrique (figure II.4). [43]

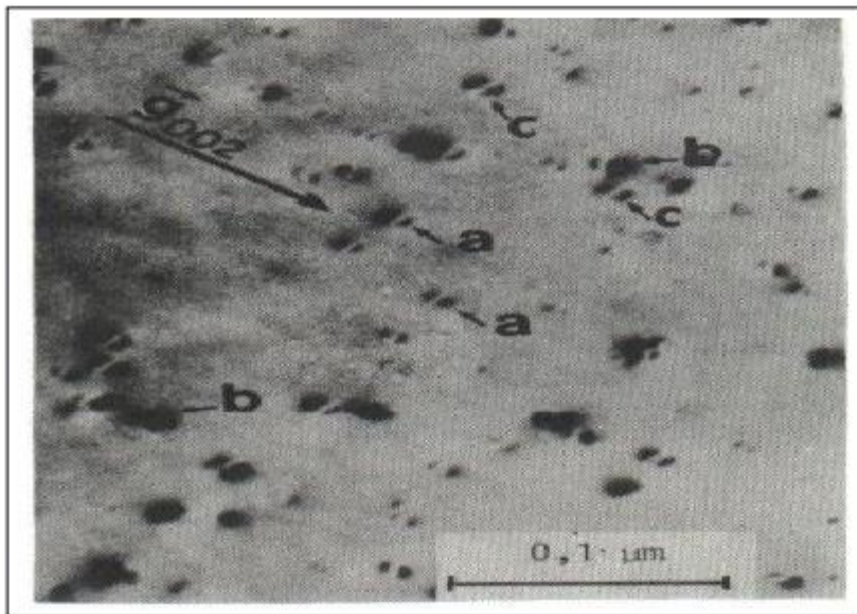


Figure II.4 : (a) Zones GP sphériques. (b, c) : Zones GP ellipsoïdales ou précipités rhomboédriques aplatis dans les plans (111). [44]

La phase R, rhomboédrique et semi-cohérente avec la matrice, est adoucissante ou durcissante selon les auteurs.

Les phases β' et β'' cubiques, et incohérentes avec la matrice, sont adoucissantes.

La figure II.5, illustre une version plus ancienne du diagramme d'équilibre du système Al-Zn, avec les limites de solubilité métastables. Les zones GP 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 commencent souvent par l'apparition de ségrégations ou amas qui conservent la structure de la solution solide et qui sont totalement cohérents.

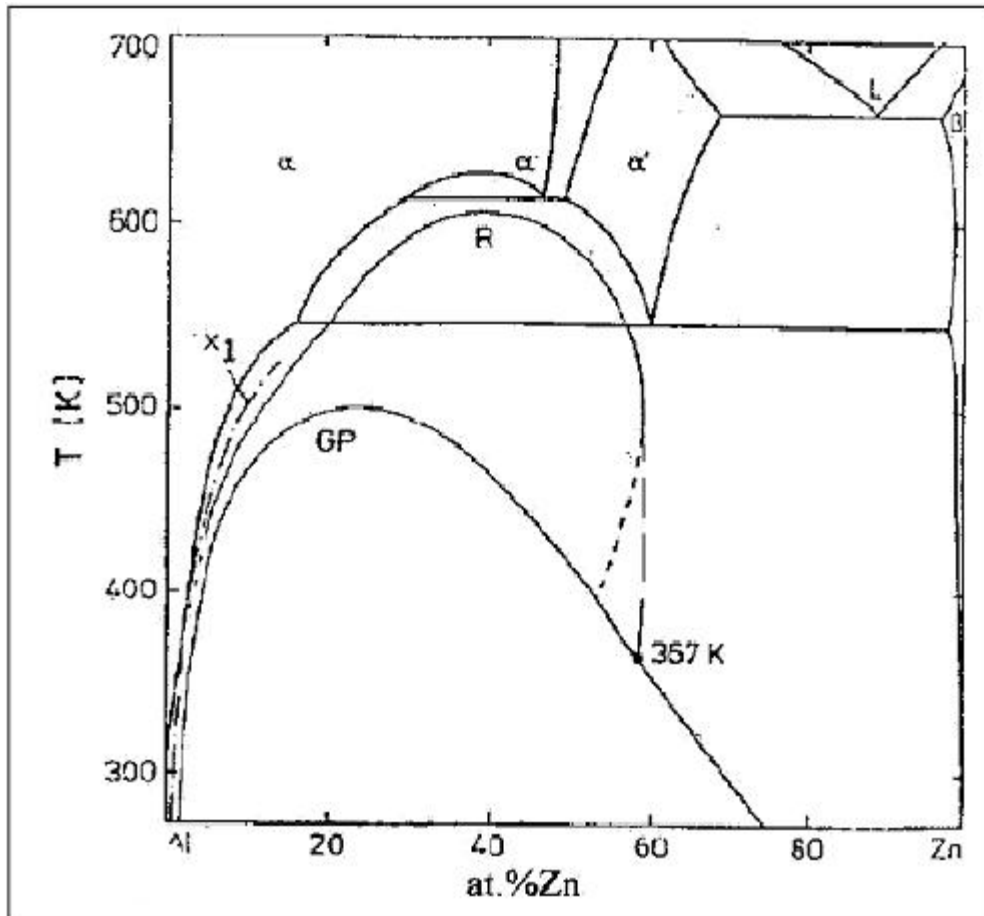


Figure II.5 : Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Zn avec les courbes de solubilité métastables [45].

Les diagrammes de diffraction des rayons X sont compatibles avec les réseaux directs et réciproques de la matrice et d'une famille de précipités schématisés sur la (figure II.6). La maille du précipité est un rhomboèdre déduit d'une maille c.f.c. par une simple contraction de 3% suivant un l'axe [111]. Bien que les paramètres de cette phase déterminés par microscopie soient peu précis, les résultats obtenus $a=4,0 \pm 0,05 \text{ \AA}$, et $c=91,8^0 \pm 0,3$ sont proches des valeurs du réseau de la phase 'r données par MERZ-GEROLD [36] $a=3,98 \text{ \AA}$ et $c=91,5^0$ et par SIMERSKA-SYNECEK, $a=3,99 \text{ \AA}$ et $c=91,36^0$. [46]

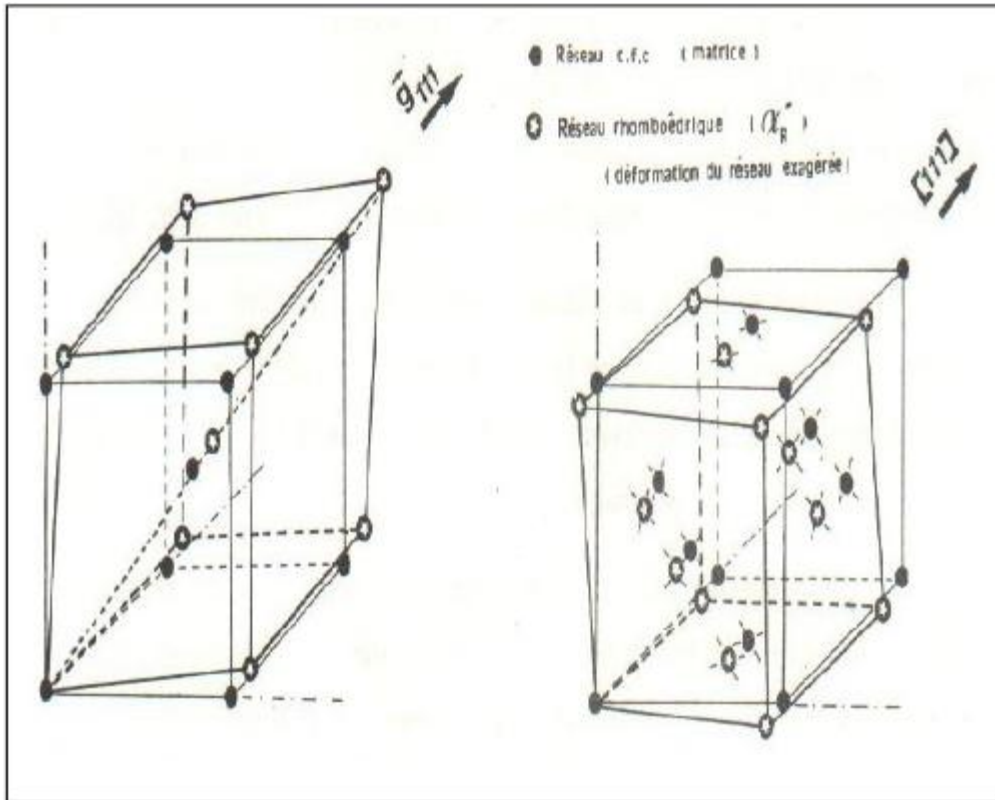
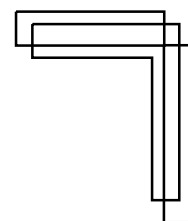


Figure II.6 : Représentation schématique des réseaux réciproques (a) et relatifs à la matrice (c.f.c) et à une des 4 familles de disques α_R' (rhomboédrique). [46]



Chapitre III



Techniques expérimentales



III Techniques expérimentales

III.1 Elaboration

Les alliages Al-15%Zn, Al-20%Zn, Al-25%Zn, Al-30%Zn, (en masse) sont obtenus par fusion d'aluminium et zinc de 99,99% de pureté dans un four à moufle (figure III.1) de type Thermolyne préalablement chauffé à 850°C. Les alliages en fusion sont maintenus à cette température pendant 30 minutes puis refroidis lentement jusqu'à la température ambiante.



Figure III.1 : Dispositif d'élaboration

III. 2 Préparation métallographie

Le polissage est réalisé à l'aide d'une polisseuse de type MECAPOL 200 PRESI (figure III.2) utilisant un disque abrasif tournant à une vitesse de quelques centaines de tours par minute sous un jet d'eau.

Le dégrossissage est réalisée en utilisant une série de papiers revêtue de carbure silicium (SiC) dont le grain est de plus en plus fin (180, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500,

2000, 4000). A chaque fois que la granulométrie est changée, on effectue une rotation de 90° pour éliminer les stries.

Le finissage est réalisé à l'aide d'un feutre et une pâte diamantée de 1 μ m de granulométrie pour obtenir une surface miroir sans stries.



Figure III.2 : Polisseuse MECAPOL type 200 PRESI.

III. 3 Traitements thermiques

III.3.1 Traitements d'homogénéisation

Les échantillons sont homogénéisés à 320°C pendant 2 jours dans un four électrique tubulaire vertical «ADAMEL» (figure III.3.a) pouvant atteindre une température de 1100°C.

Un creuset en graphite contenant l'échantillon est suspendu au milieu de l'enceinte du four à l'aide d'un fil de tungstène (figure III.3.b).

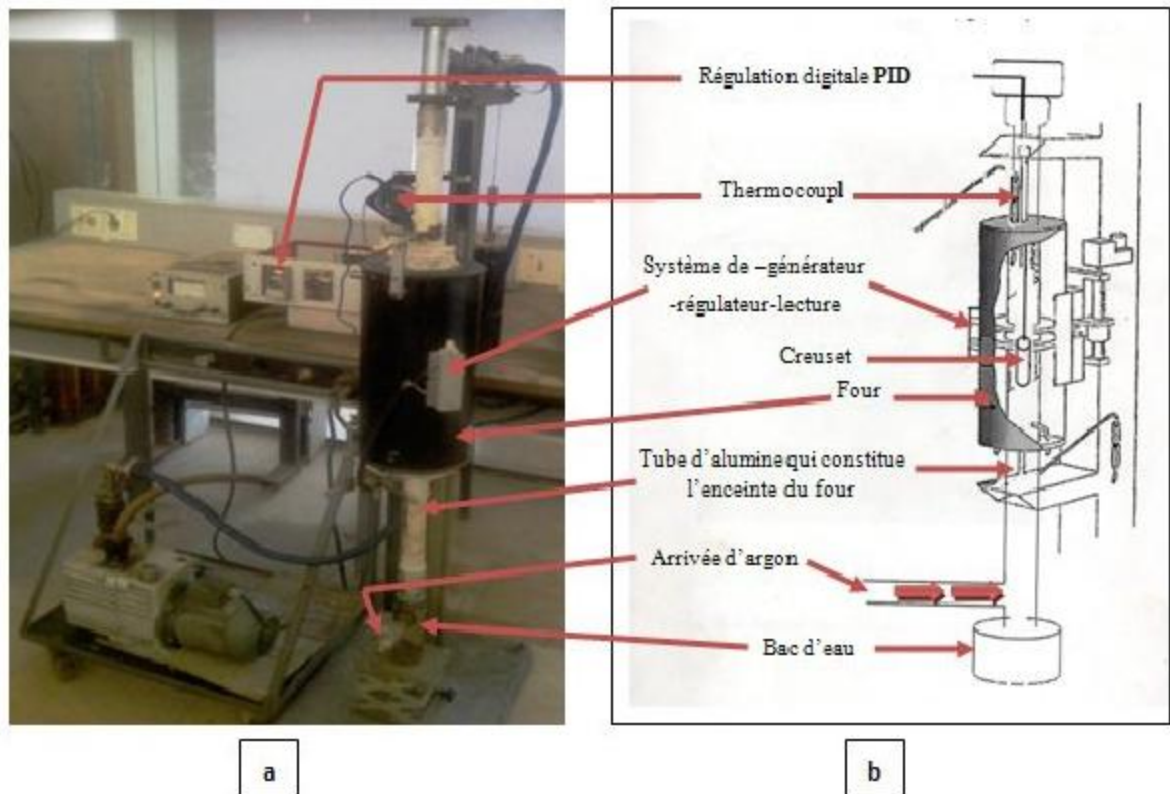


Figure III.3 : Dispositif expérimental d'homogénéisation.

a- Dispositif d'homogénéisation.

b- Représentation schématique du dispositif d'homogénéisation.

La trempe est assurée par simple chute libre de l'échantillon dans un bac rempli d'eau situé en dessous du four.

Les échantillons obtenus sont découpés, finement polis, rehomogénéisés à 320⁰C, trempés à l'eau, puis traités thermiquement à différentes températures de revenu.

III.3.2 Traitements de revenu

Les traitements de revenu sont effectués dans une étuve de type TETHYS (figure III.4) pouvant atteindre une température de 200°C. Pendant les traitements thermiques de revenu, les échantillons sont placés dans des bains d'huile.



Figure III.4 : Etuve pour traitement de revenu.

III. 4 Techniques de caractérisation

III. 4.1 Microscopie optique

Les observations métallographiques des microstructures de l'alliage Al-Zn sont réalisées à l'aide d'un microscope optique à réflexion de type ZEISS IM 35 (figure III.5). La morphologie des grains est révélée à l'aide du réactif de Keller composé de 90 ml d'eau distillé, de 2,5 ml d'acide nitrique HNO_3 à 65%, de 1,5 ml d'acide chlorhydrique HCL à 32%, et de 1 ml d'acide fluorhydrique HF à 40%.

La durée de l'attaque chimique est de quelques secondes.

La taille moyenne des grains est déterminée par une méthode dont le principe est le comptage du nombre de grains, soit par la technique planimétrique de JEFFERES, soit par la technique de la longueur interceptée de HEYN (figure III.6 (figure III.6.a et figure III.6.b)) ou par la méthode de comparaison qui utilise un oculaire de comparaison sur lequel on superpose partiellement à l'image de la structure l'image sur cliché pour la comparaison selon la méthode ASTM, ou selon les échelles Européennes de comparaison AFNOR (France), UNIMET(Italie).



Figure III.5 : Microscope optique de type (Zeiss IM35).

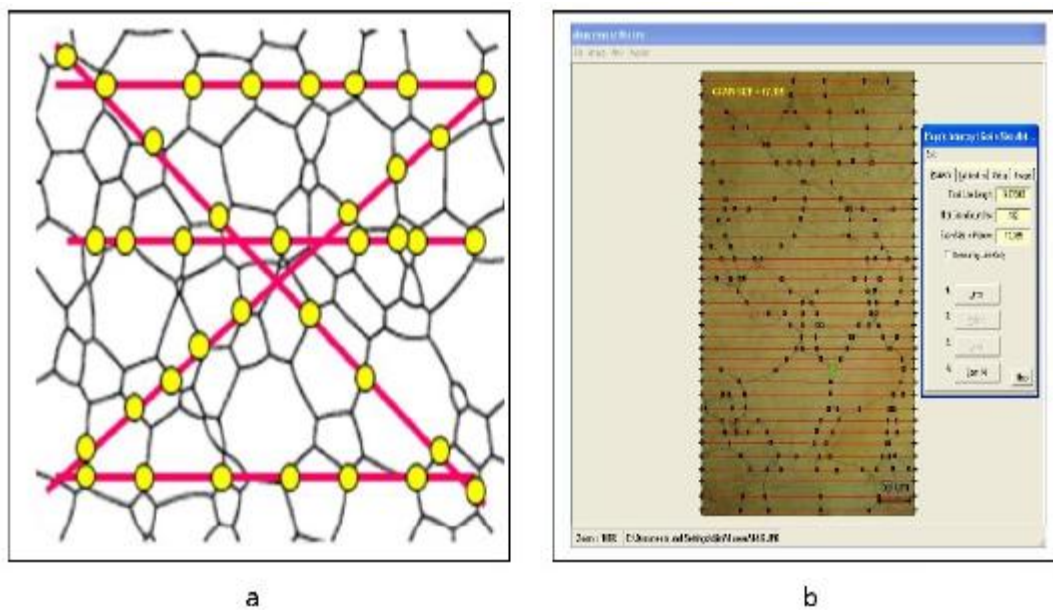


Figure III.6 : Méthode par Intersection (méthode de HEYN).

a- Méthode des lignes Interceptées.

b- Représentation de la méthode de HEYN sur l'échantillon Al-20%Zn (en poids).

III. 5 Mesures de microdureté

III. 5.1 Essais de microdureté

La mesure de microdureté 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 S de l'empreinte donne la dureté H .

La dureté H est définie par la relation :

$$H = F/S$$

où F est la force appliquée par la charge, et S , la surface de l'empreinte.

Dans la méthode Vickers (figure III.7), que nous avons employée, le pénétrateur (figure III.7.a) est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet entre deux faces triangulaires vaut 136° (figure III.7.b).

La dureté Vickers est définie par le rapport :

$$H_v = P/S$$

où P la force appliquée exprimée en Kg par le pénétrateur et S , la surface de l'empreinte exprimée en mm^2 .

Les mesures de microdureté Vickers sont réalisées sous une charge de 100 g à l'aide d'un microduremètre de marque SHIMADZU (figure III (8.a et 8.b)).

La dureté est donnée par :

$$H_v = 1,8544(P/d^2)$$

où P est la charge appliquée sur le pénétrateur exprimée en kg, et d , longueur moyenne des diagonales de l'empreinte exprimée en μm . Chaque point porté sur la courbe est la moyenne d'un minimum de huit essais de dureté. La charge est appliquée pendant une 10 secondes.

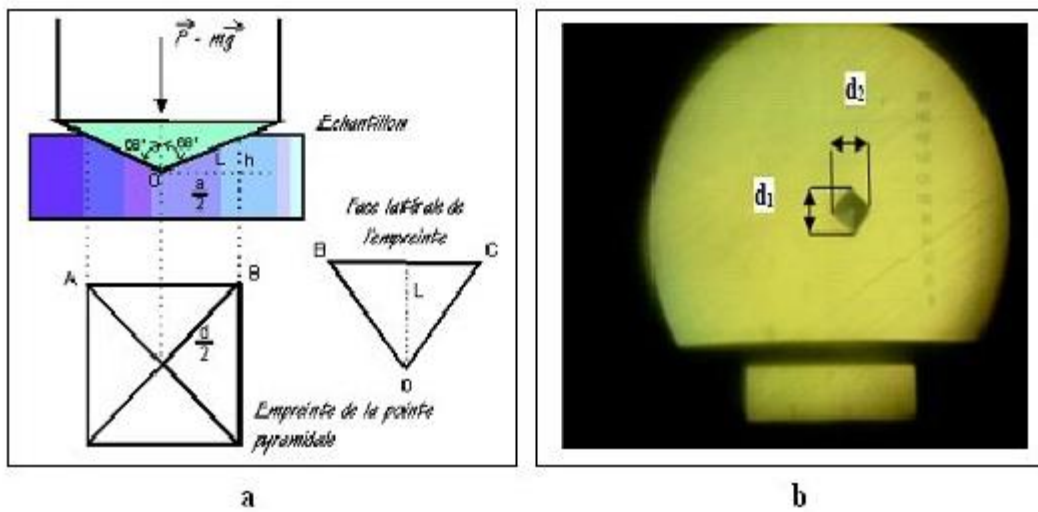


Figure III.7 : Essai de dureté Vickers.

a- Représentation schématique du pénétrateur et de l’empreinte.

b- Schéma de l’empreinte pour l’échantillon Al-30%Zn (en poids).

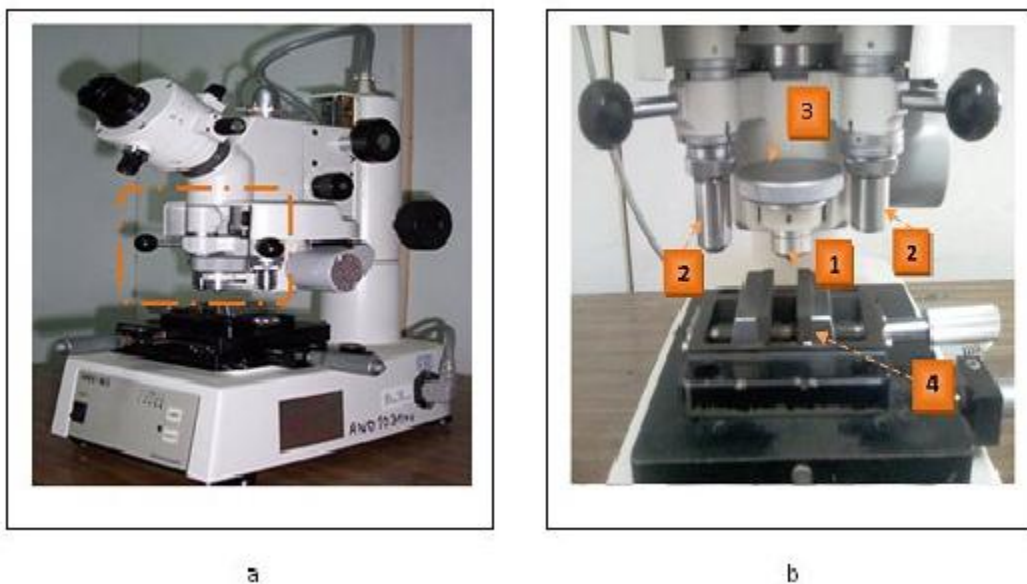


Figure III.8 : Microduremètre.

a- Microduremètre de type (SHIMADZU).

b- Les éléments de base de microduremètre.

(1/ Pénétrateur pyramidal, 2/ Objectifs microscope, 3/ La charge, 4/ Porte d’échantillons).

III. 6 Traitements mécaniques

Dans ce travail, nous avons déformé plastiquement l'alliage par laminage à l'aide d'un laminoir de type FOV (figure III (9.a et 9.b)). Le laminage est réalisé à température ambiante.

Le taux de laminage, obtenu après un nombre de passage de l'échantillon dans le laminoir, est donnée par :

$$= ((h_i - h_f)/h_i) \times 100$$

où h_i et h_f étant les épaisseurs initiale et final de l'échantillon.

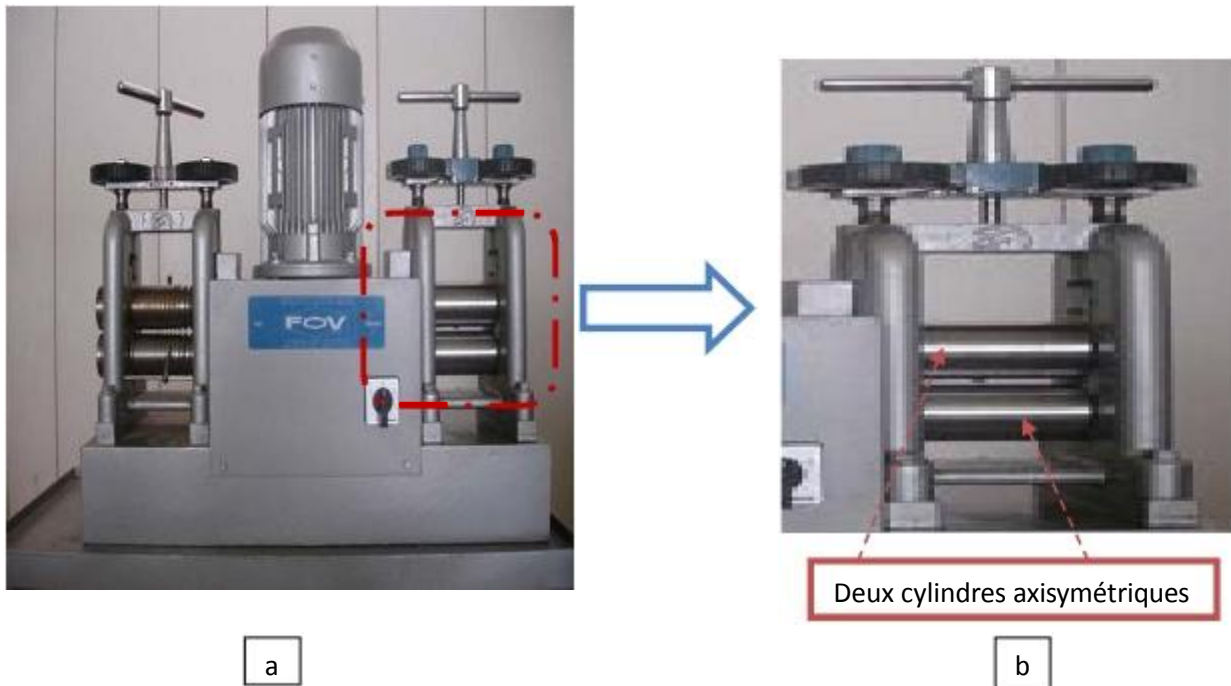


Figure III.9 : Laminoir.

a- Représentation schématique laminoir de type FOV.

b- Deux cylindres axisymétriques tournant autour de leurs axes.

III. 7 Analyse calorimétrique

La calorimétrie différentielle à balayage permet de mesurer la variation de flux de chaleur entre une capsule contenant l'échantillon à analyser et une capsule vide servant de référence.

Cette mesure permet d'enregistrer tous les changements d'état ou transition, exothermique ou endothermique de l'échantillon, lorsqu'il est soumis à un cycle de températures.

L'appareil employé est de type TA Instruments modèle DSC Q10 (figure III.10), La masse de l'échantillon dans la capsule est de 15,20 milligrammes.

Les capsules sont soumises à un flux d'azote à 50 ml/min afin d'éviter tout processus de dégradation facilité par la présence d'oxygène. Les balayages sont effectués de 10°C à 300°C à la vitesse de 10°C/min. Les courbes obtenues sont enregistrées lors du chauffage dans le calorimètre.

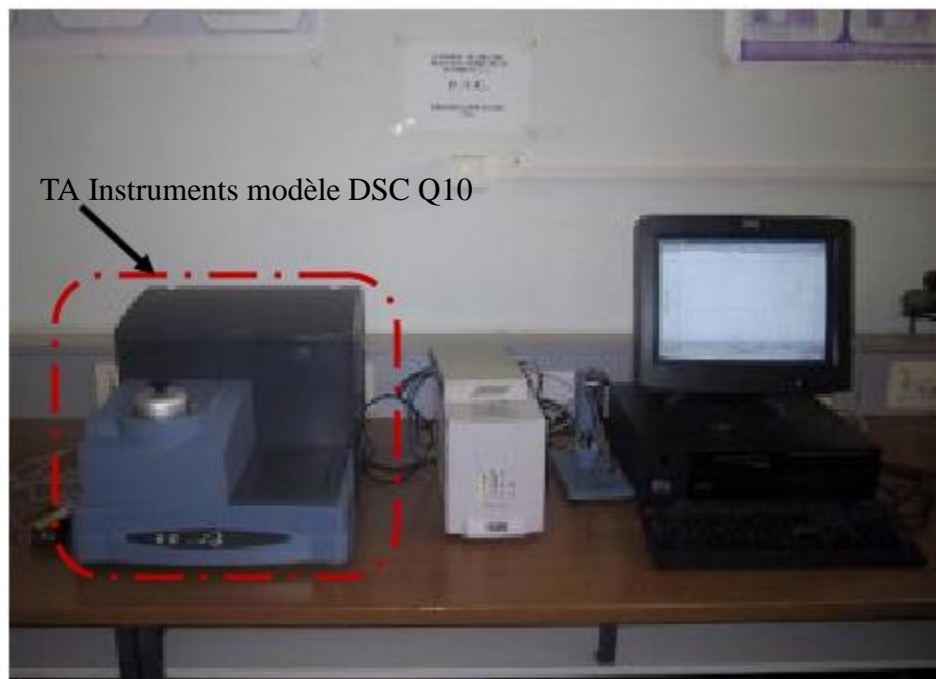
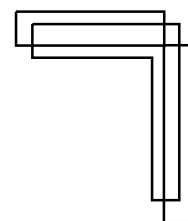


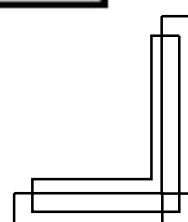
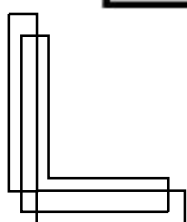
Figure : Appareil de DSC utilisé.



Chapitre IV



*Résultats et
interprétations*



IV. 1 Caractérisation :

Les micrographies obtenues montrent une structure granulaire biphasée à l'issue de l'élaboration (figure IV.1), et une structure granulaire monophasée après homogénéisation (figure IV.2).

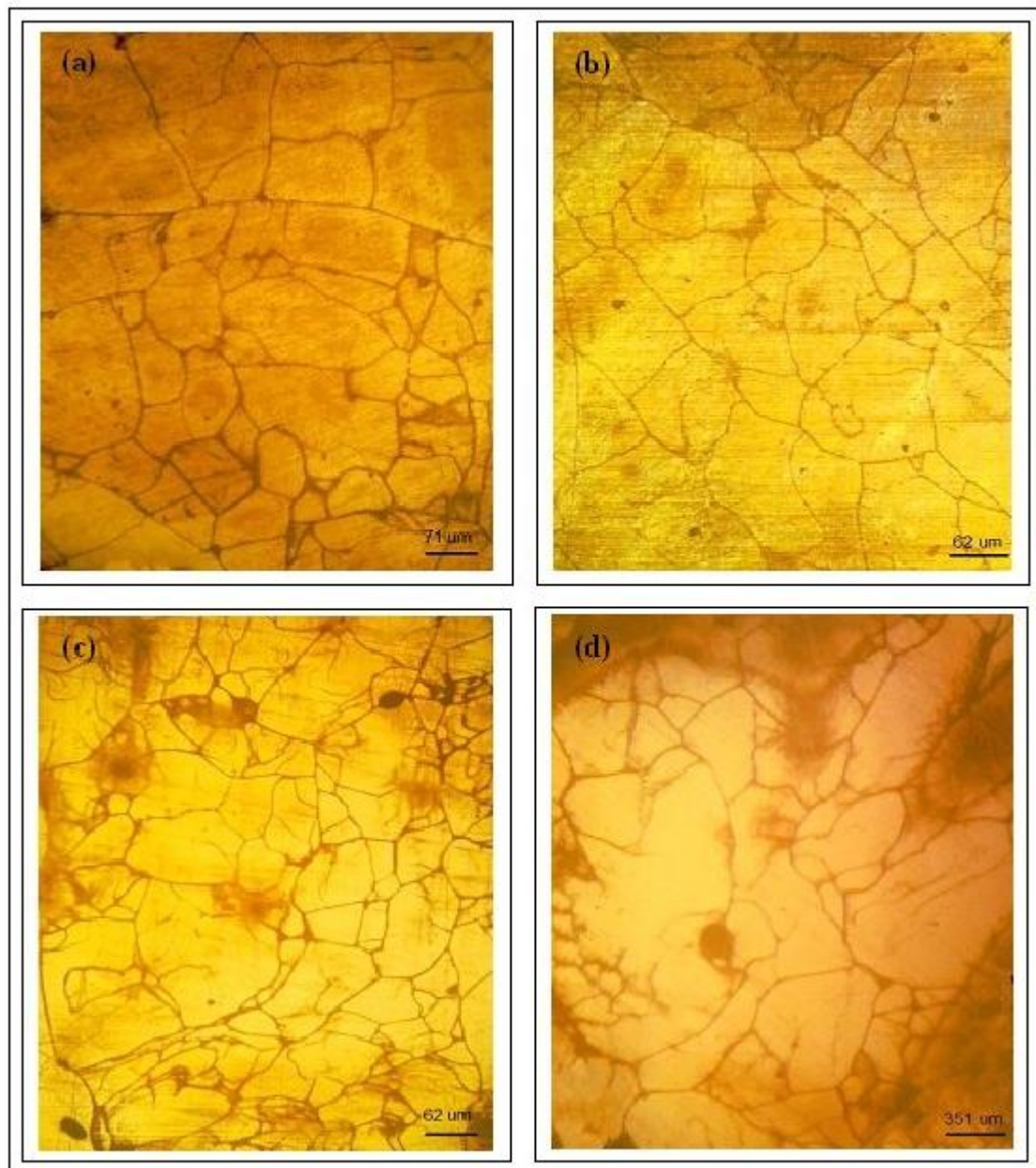


Figure IV.1 : Micrographies de l'alliage élaboré.

((a) : Al-6,78 at.% Zn, (b) : Al-9,35 at.% Zn,

(c) : Al-12,1 at.% Zn, (d) : Al-15,03 at.% Zn).

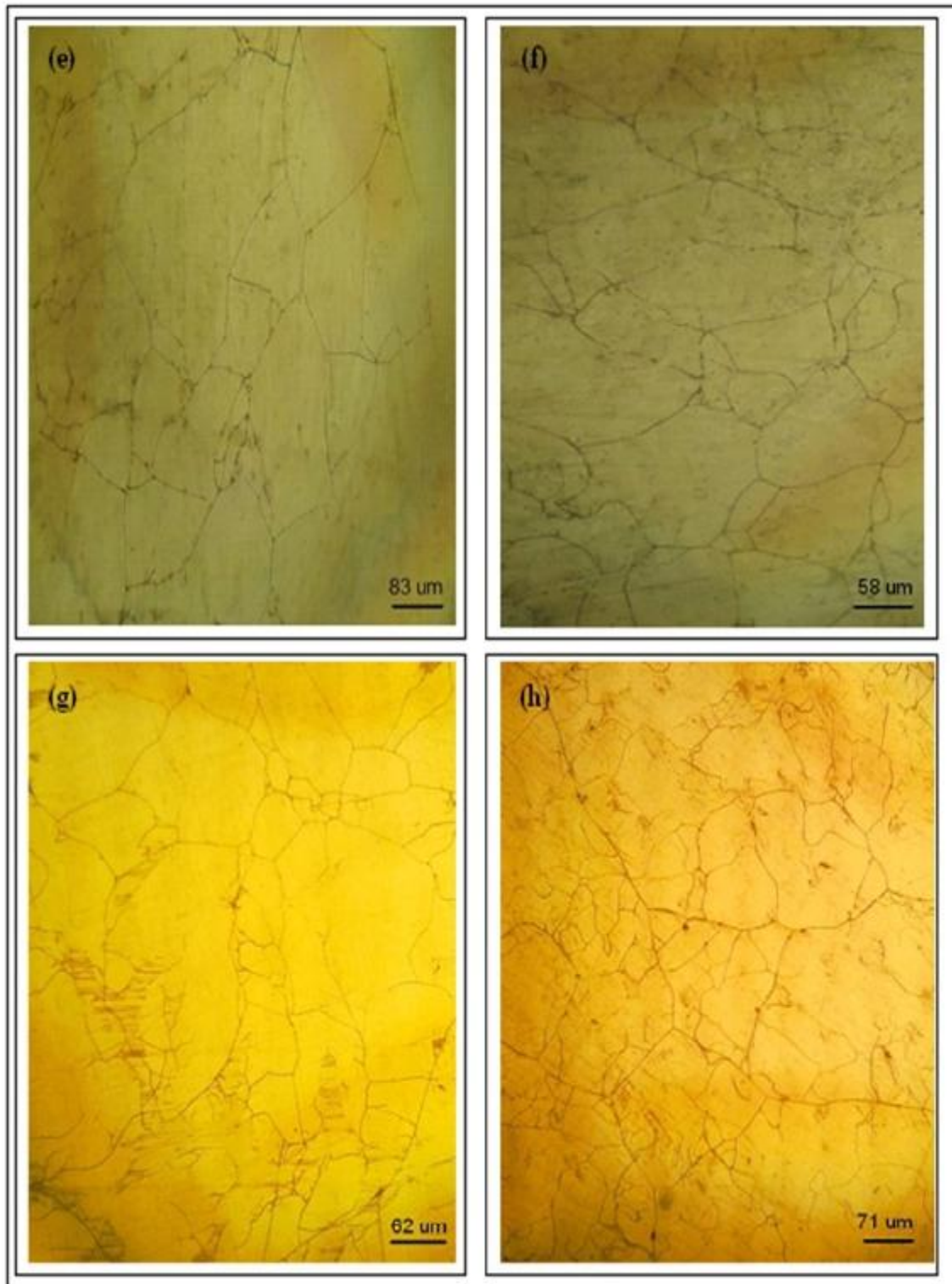


Figure IV.2 : Micrographies de l'alliage homogénéisé à 320°C pendant 2 jours puis trempé à l'eau. ((e) : Al-6,78 at.% Zn, (f) : Al-9,35 at.% Zn, (g) : Al-12,1 at.% Zn, (h) : Al-15,03 at.% Zn).

IV. 2 Isothermes de dureté

Les isothermes de dureté, établies pour l'alliage Al-6,78at.%Zn, à 30°C, 50°C, 80°C, 100°C, 115°C, 130°C (figure IV.3), montrent une augmentation de la dureté. Celle-ci est due à la croissance des zones GP qui constituent des entraves au mouvement des dislocations. De part leur cohérence avec la matrice, les zones GP sont cisillées par les dislocations en mouvement et la contrainte d'écoulement des dislocations augmente avec la taille des particules précipitées.

Le maximum de dureté est atteint à l'équilibre métastable des zones GP.

Le maximum de dureté diminue avec l'élévation de la température en accord avec la variation de la fraction volumique maximale occupée par les zones GP.

Au cours de la précipitation et de la croissance des zones GP, la matrice s'appauvrit en atomes de soluté jusqu'à l'équilibre métastable où sa concentration en atomes de soluté atteint sa valeur d'équilibre métastable, x_e , définie par le diagramme d'équilibre métastable. La fraction volumique occupée par les zones GP est alors maximale et le durcissement de la solution solide est maximal [47, 48, 49].

L'adoucissement est dû à la précipitation de la phase métastable R semi-cohérente avec la matrice. Le palier correspond à l'équilibre métastable de la phase R.

Les diagrammes de DSC montrent la précipitation des zones GP vers 149°C et la phase R vers 158°C (figure IV.4).

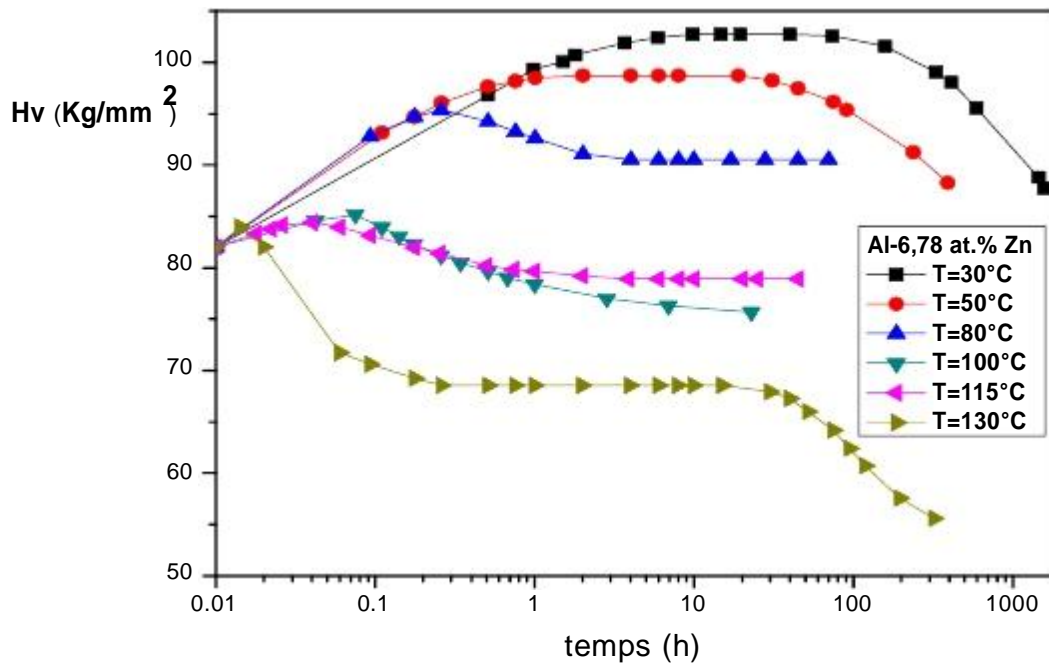


Figure IV.3 : Isothermes de dureté de l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

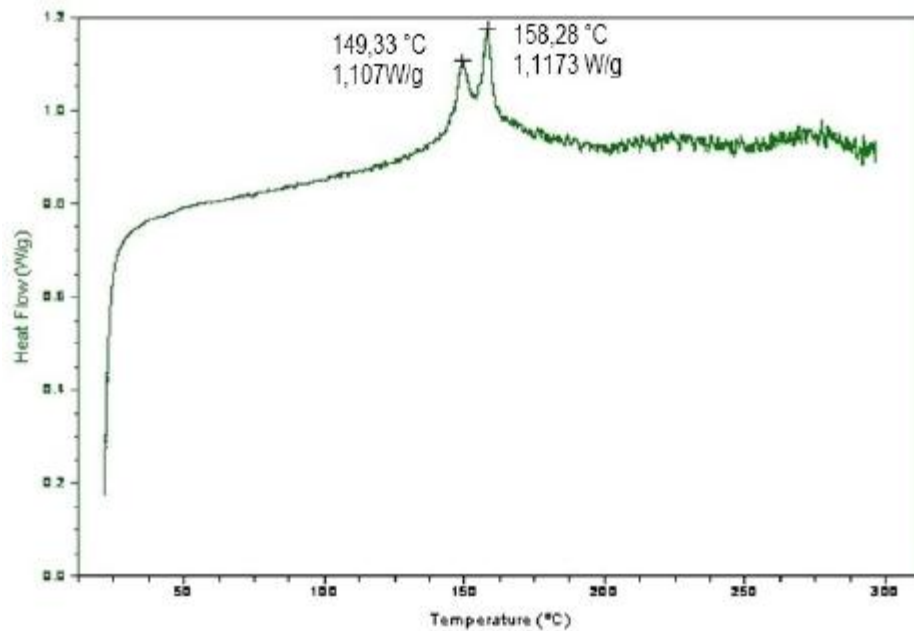


Figure IV.4 : Thermogramme en analyse enthalpique différentielle (DSC) pour une solution solide Al-6,78 at.% Zn dans l'état homogène, avec une vitesse de chauffage de 10°C/min.

Les isothermes établies à 165°C, 170°C et 175°C (figure IV.5) montrent un adoucissement dû à la précipitation de la phase R. Le palier correspond à l'équilibre métastable de la précipitation de la phase R. La précipitation de la phase métastable β' et de la phase d'équilibre β adoucit davantage l'alliage.

A 200°C la phase β' adoucit l'alliage jusqu'à l'équilibre métastable au-delà duquel apparaît la phase d'équilibre β (figure IV.6).

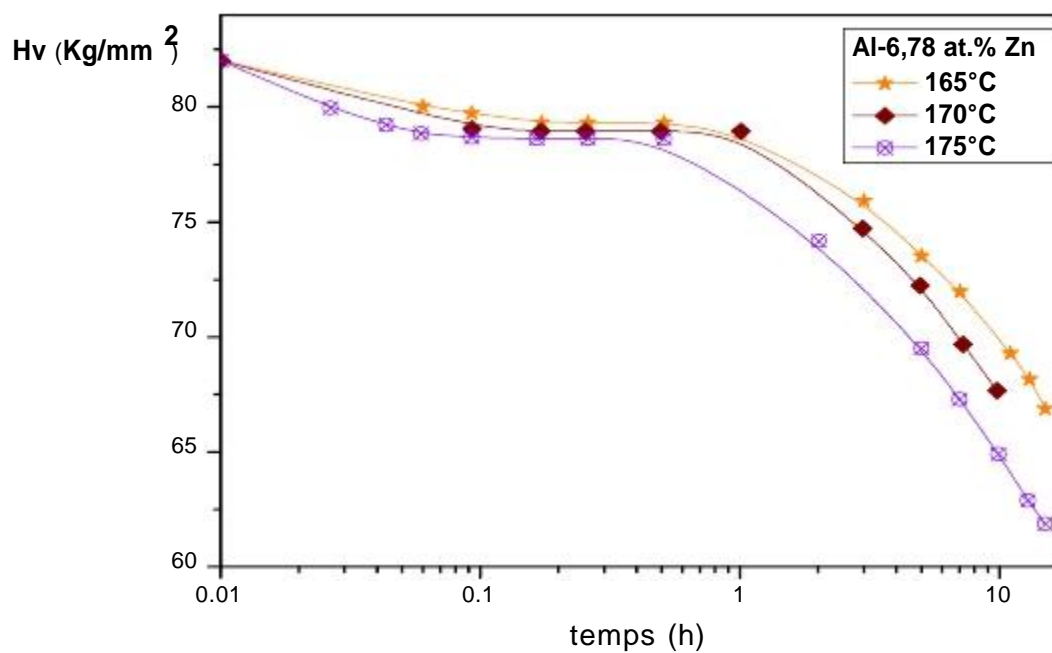


Figure IV.5 : Isothermes de dureté de l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

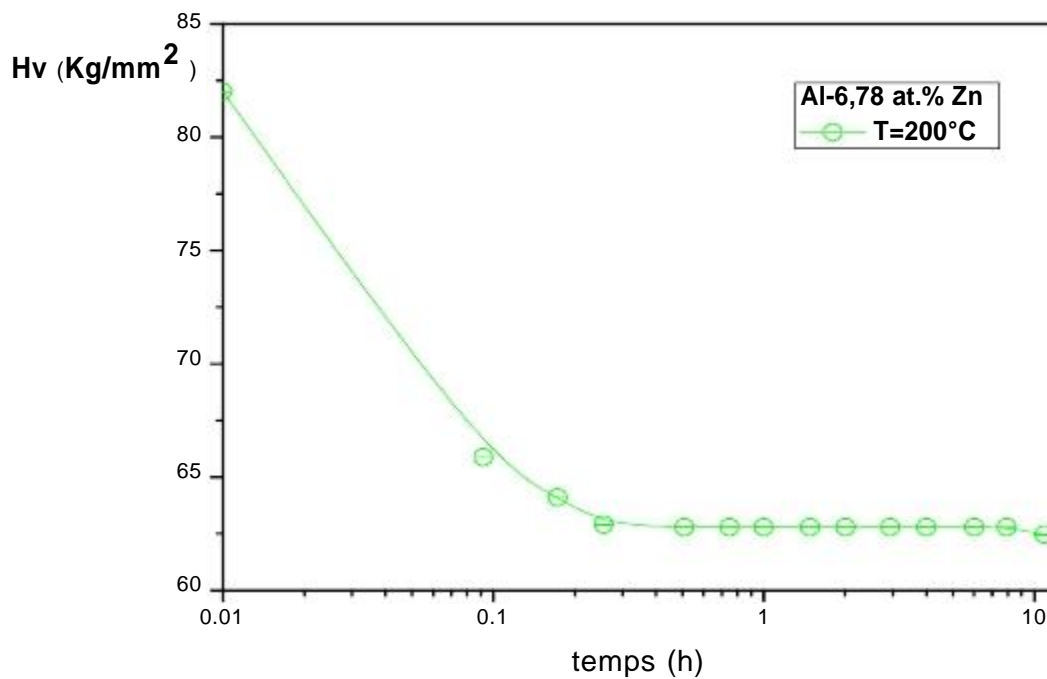


Figure IV.6 : Isothermes de dureté de l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

IV. 3 Cinétiques de précipitation

La fraction transformée d'un alliage, représentant le volume occupé par le précipité pendant la transformation rapporté au volume occupé par le précipité à l'équilibre métastable, est donnée par :

$$F = (x_0 - x_m) / (x_0 - x_e)$$

où x_0 est la concentration initiale de l'alliage, x_m , la concentration de la matrice au cours de la précipitation et x_e , la concentration de la matrice à l'équilibre métastable.

Cet alliage, a, selon Merle [5], une dureté :

$$H_v(t) = F \cdot H_{v\text{équilibre métastable}} + (1-F) \cdot H_v(0)$$

où $H_v(t)$, est la dureté de l'alliage à un instant t , $H_{v\text{équilibre métastable}}$, la dureté de l'alliage lorsque la précipitation est maximale et $H_v(0)$, celle de l'alliage trempé.

rapide en raison de la sursaturation de lacune obtenue à la trempe. La phase de croissance est plus lente après élimination d'une partie des lacunes en excès.

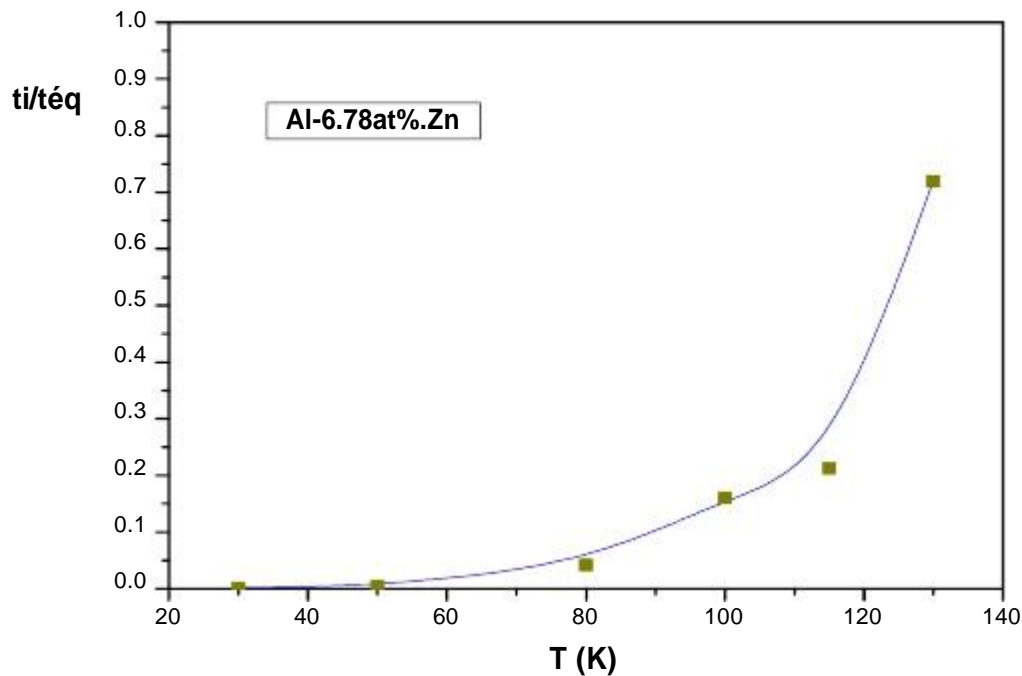


Figure IV.8 : Variation du temps d'incubation, t_i , rapporté au temps nécessaire à l'établissement de l'équilibre métastable, t_{eq} .

La réduction de la sursaturation en lacunes par obtention par une trempe étagée de 320°C à 225°C puis à l'eau met également en évidence un temps d'incubation négligeable par rapport au temps nécessaire à l'établissement de l'équilibre métastable des zones GP à 50°C (figure IV.9 et figure IV.10) et confirme le phénomène de décomposition spinodale à 50°C.

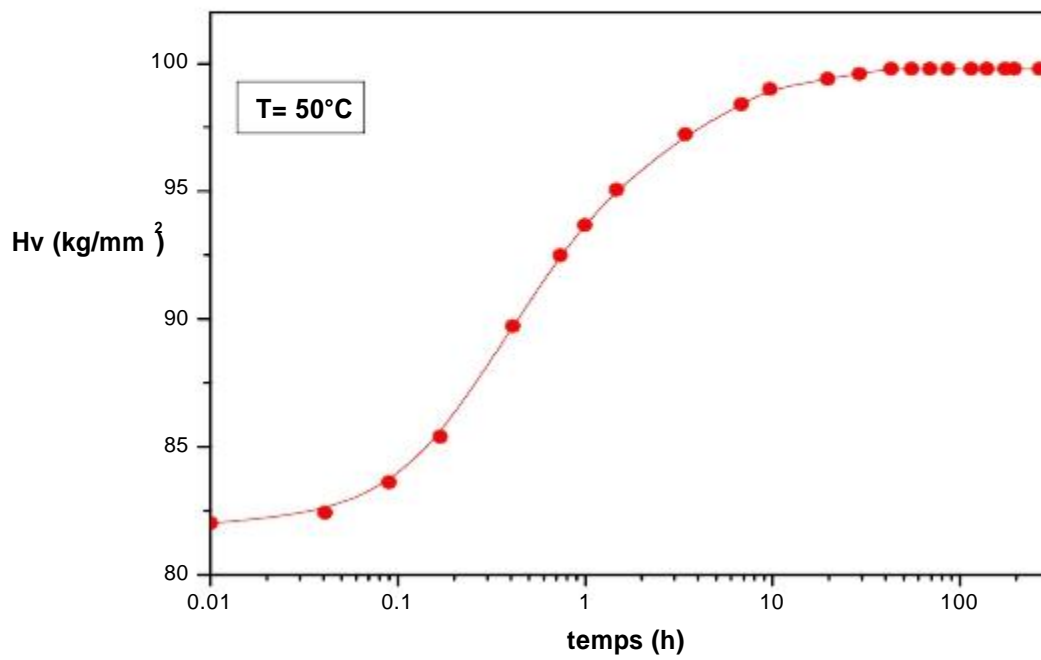


Figure IV.9 : Isotherme de dureté à $T=50^{\circ}\text{C}$ de l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

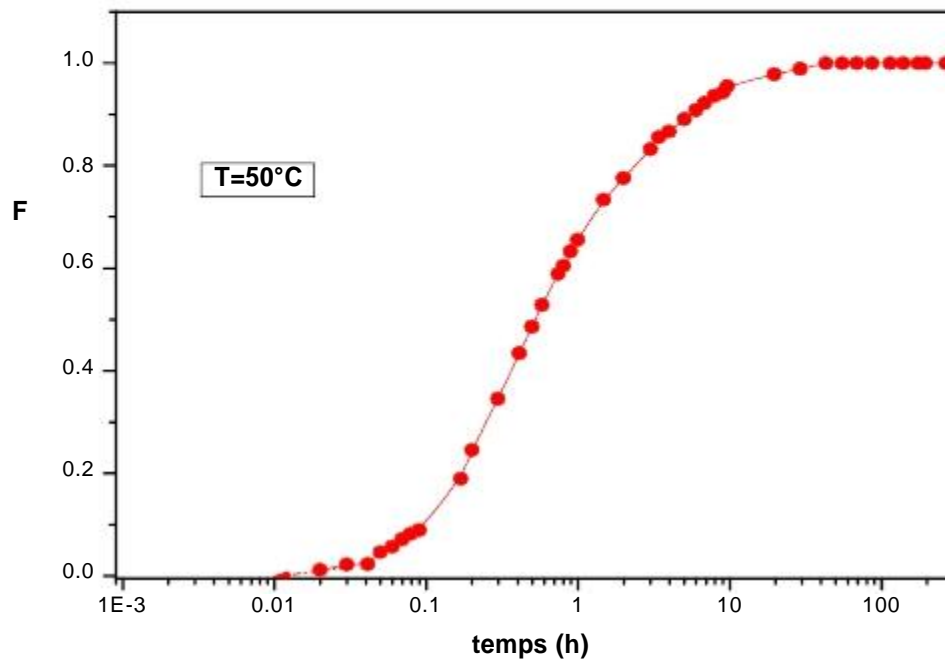


Figure IV.10 : Fraction transformée au cours de la précipitation des zones GP à $T=50^{\circ}\text{C}$ dans l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

IV. 3.2 Décomposition spinodale

A 30°C, 50°C et 80°C (figure IV.11), la précipitation des zones GP est régie par un processus de décomposition spinodale.

Les atomes de soluté migrent des régions pauvres en atomes de soluté vers les régions riches en atomes de soluté. Les particules de zones GP coalescent. Au cours de la précipitation des zones GP, la concentration moyenne de la matrice en atomes de soluté, x_m , déduite de la fraction transformée F , en prenant les valeurs de x_e données par digramme d'équilibre métastable (tableau IV.1) varie en $t^{-0,2}$ (figure IV. 12, 13, 14). Cette variation est caractéristique d'une coalescence des zones GP [50].

Tableau IV. 1 : Valeurs de x_e .

T (°C)	x_e (at%)
30	2,04
50	2,65
80	3,26

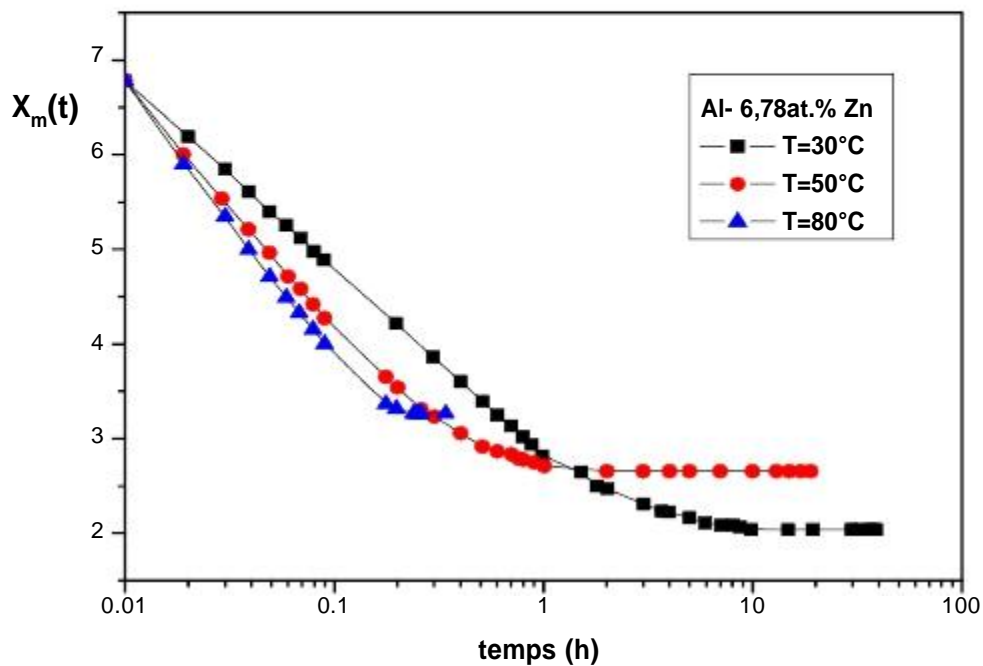


Figure IV.11 : Concentration moyenne de la matrice au cours de la précipitation des zones GP à 30°C, 50°C, et 80°C dans Al- 6,78at.% Zn.

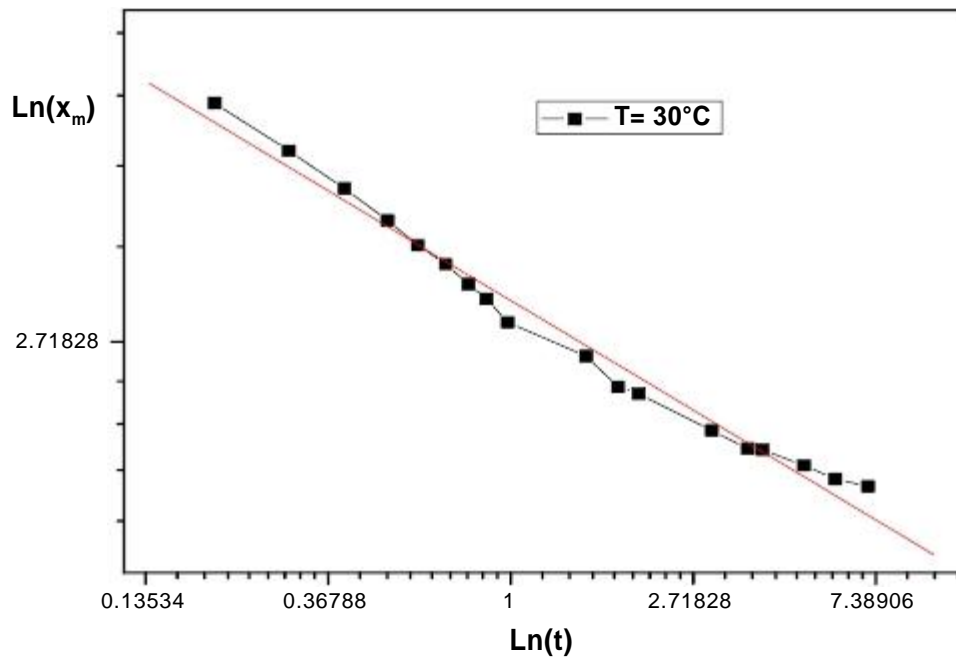


Figure IV.12 : Variation de x_m au cours de la décomposition spinodale à 30°C .

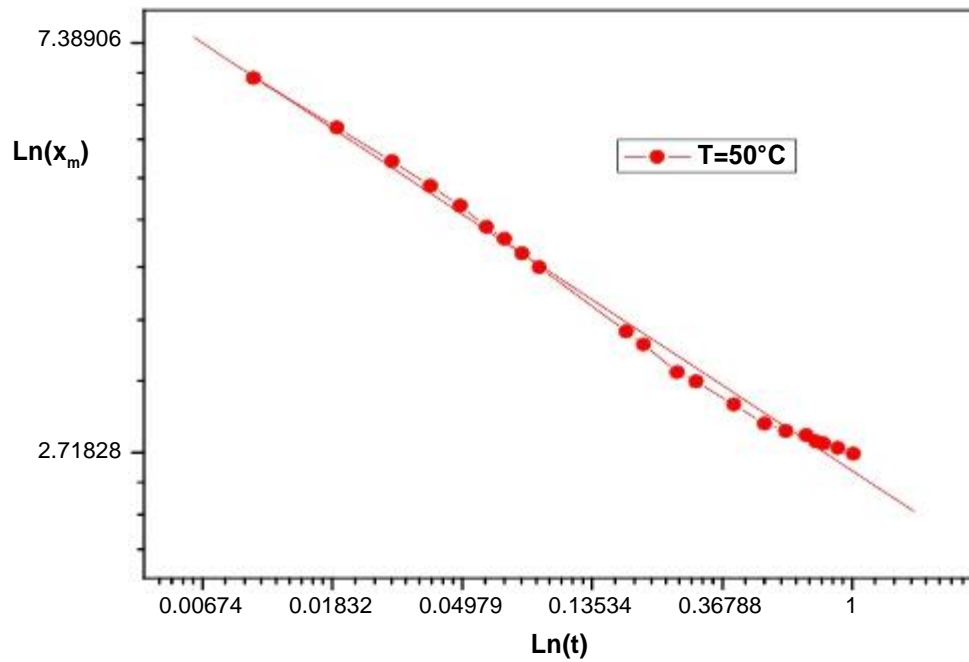


Figure IV.13 : Variation de x_m au cours de la décomposition spinodale à 50°C .

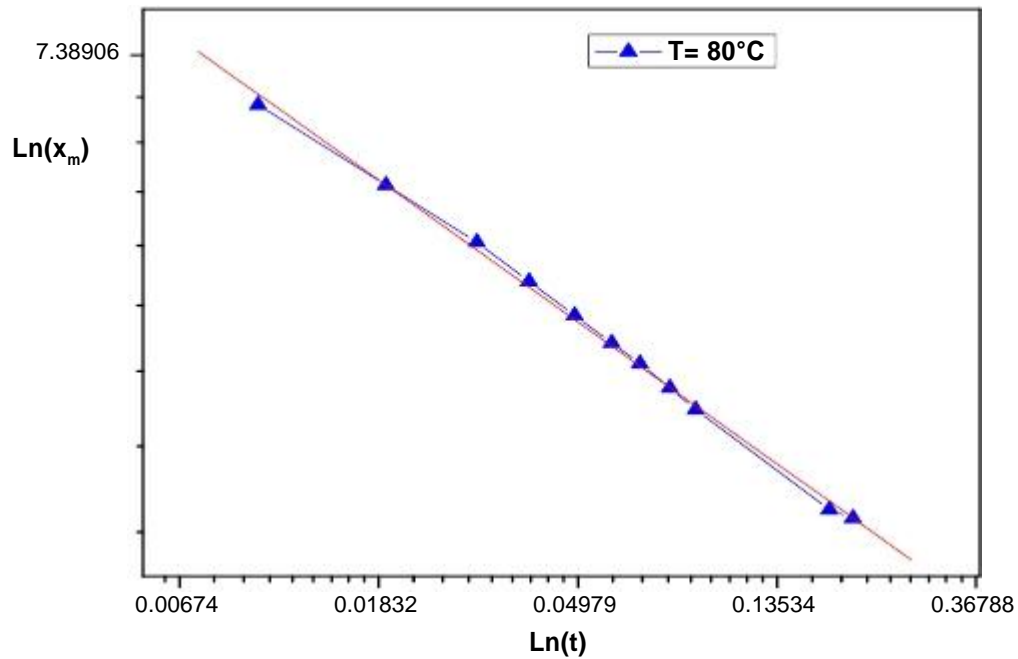


Figure IV.14 : Variation de x_m au cours de la décomposition spinodale à 80°C.

IV. 3.3 Croissance des zones GP

Les courbes $\ln \ln (1/1-F)$ en fonction de $\ln(t)$ (figure IV.15) montrent que la croissance obéit à la loi de (JMAK) Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov [51] de la croissance contrôlée par la diffusion d'atomes de soluté :

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

où k est un paramètre dépendant de la température et n , le paramètre de croissance.

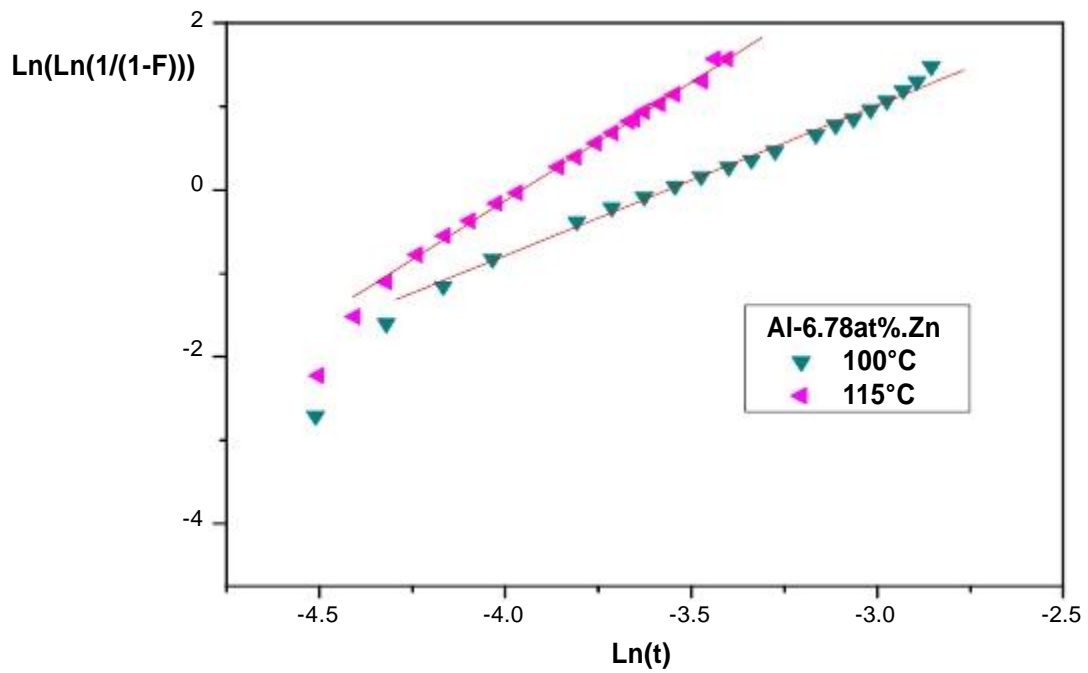


Figure IV.15 : Détermination des paramètres de croissance n et k au cours de la croissance des zones GP.

Les paramètres de croissance des zones GP, n et k , sont donnés dans le tableau IV. 2 :

	n	k
100	1,80	35,28
115	2,83	52,23

Tableau IV. 2 : Paramètres n et k au cours de la croissance des zones GP.

Les valeurs des paramètres k montrent que la vitesse de transformation augmente avec l'élévation de la température [51].

Les valeurs des paramètres de croissance, n , sont caractéristiques de précipitations homogènes [51].

IV.3.4 Energie d'activation de la diffusion au cours de la précipitation des zones GP

L'énergie d'activation apparente de la diffusion au cours de la précipitation des zones GP, Q , est obtenue à l'aide de la relation d'Arrhenius [52] exprimant le temps nécessaire pour atteindre un taux de transformation donné à une température T :

$$t = A \exp(Q/RT)$$

où R est la constante molaire des gaz parfait A , une constante et T , la température.

L'énergie d'activation apparente est déduite des la pente de la courbe $\ln(t) = f(1/T)$.

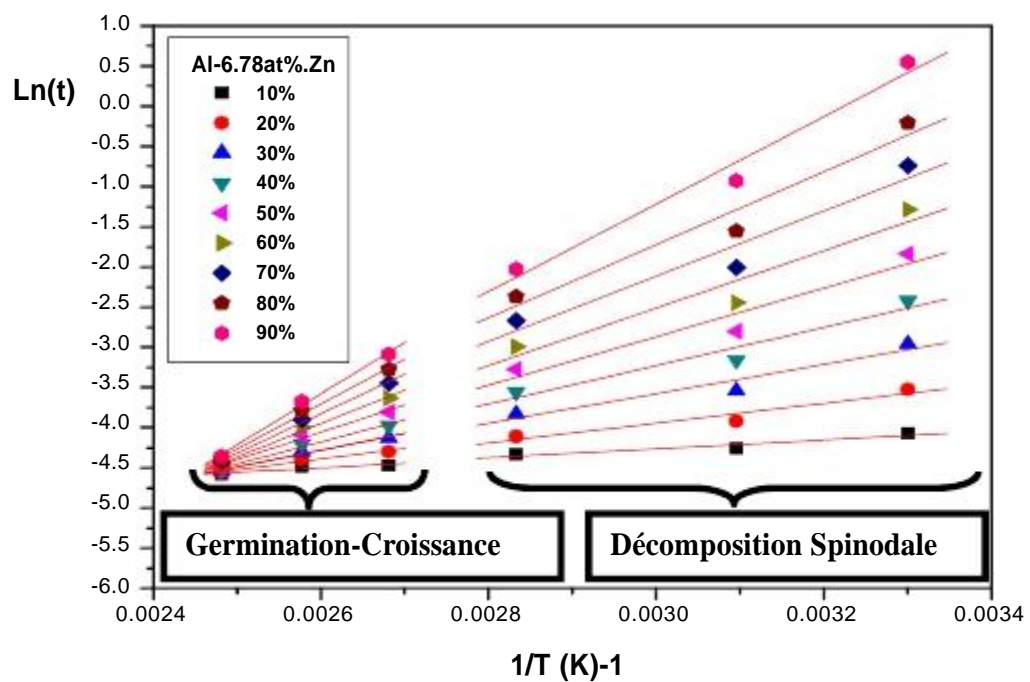


Figure IV.16 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la précipitation des zones GP dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

Les courbes $\log(t) = f(1/T)$ (figure IV.16), établies à différents taux de précipitation des zones GP, montrent au-delà d'environ 50% de transformation, deux branches correspondant à une transformation par décomposition spinodale à 30°C, 50°C et 80°C et à une transformation par germination et croissance à 100°C, 115°C et 130°C. Les intersections des deux branches correspondraient à la température de solvus spinodal apparente. Pour une concentration de 6,78at%, cette température serait de l'ordre de 362 K (figure IV.17).

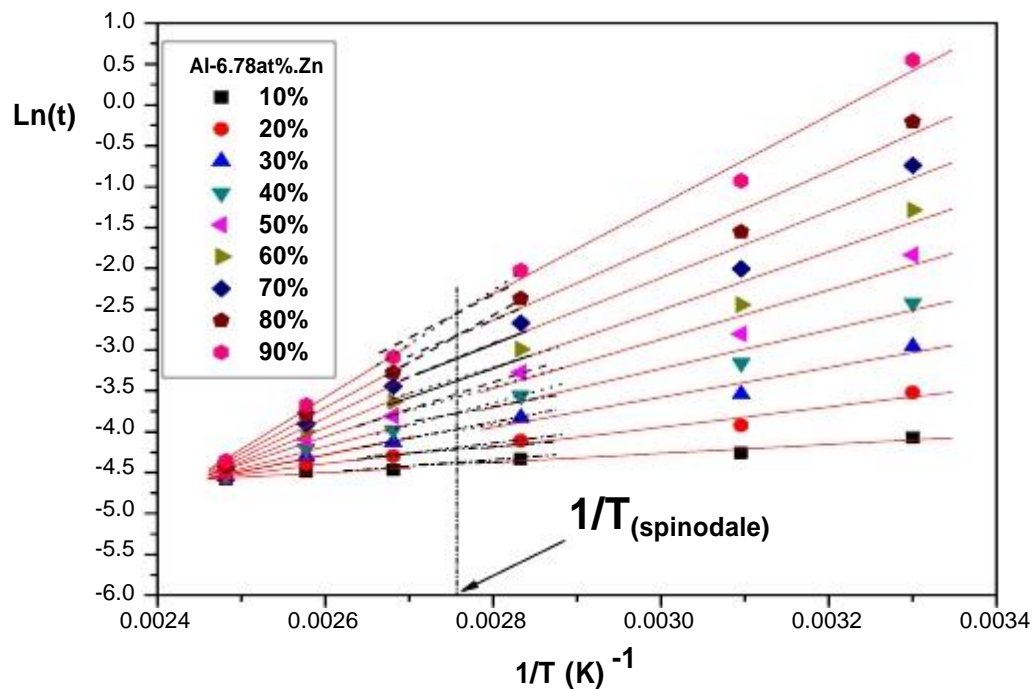


Figure IV.17 : Détermination de la température de solvus spinodal.

Les énergies d'activation apparentes obtenues à 30°C, 50°C et 80°C l'ordre de 25 KJ/mole (figure IV.18 et figure IV.19), et de l'ordre de 29 KJ/mole à 100°C, 115°C et 130°C (figure IV.20 et figure IV.21) sont caractéristiques d'une diffusion rapide du zinc dans l'alliage Al-Zn par rapport à la diffusion du zinc dans l'aluminium dont l'énergie d'activation est de l'ordre de 118 KJ/mole [53].

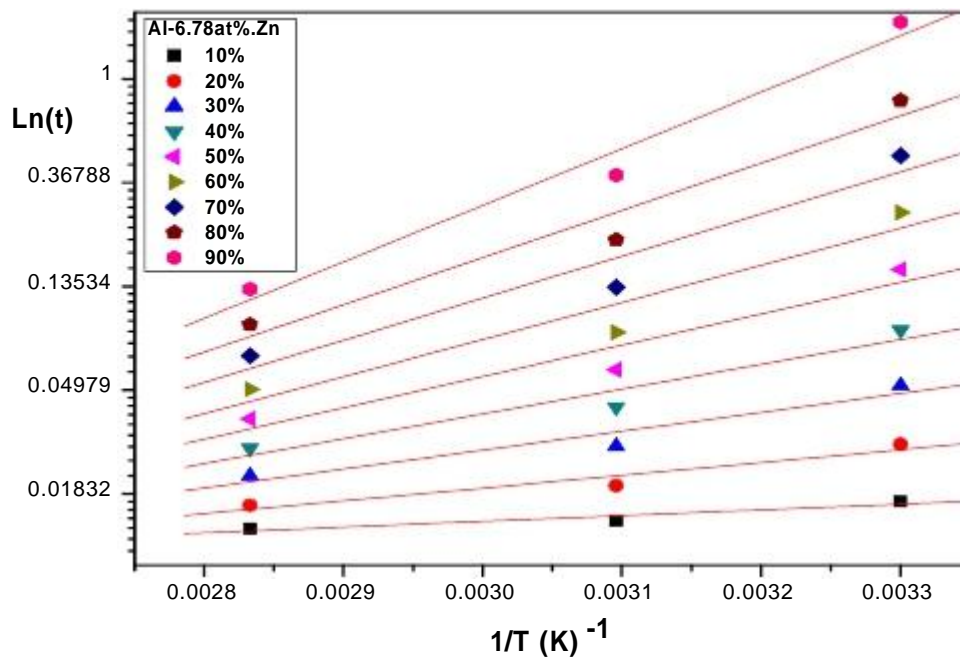


Figure IV.18 : Détermination de l'énergie d'activation apparente au cours de la précipitation des zones GP dans l'alliage Al-6,78at%.Zn par décomposition spinodale.

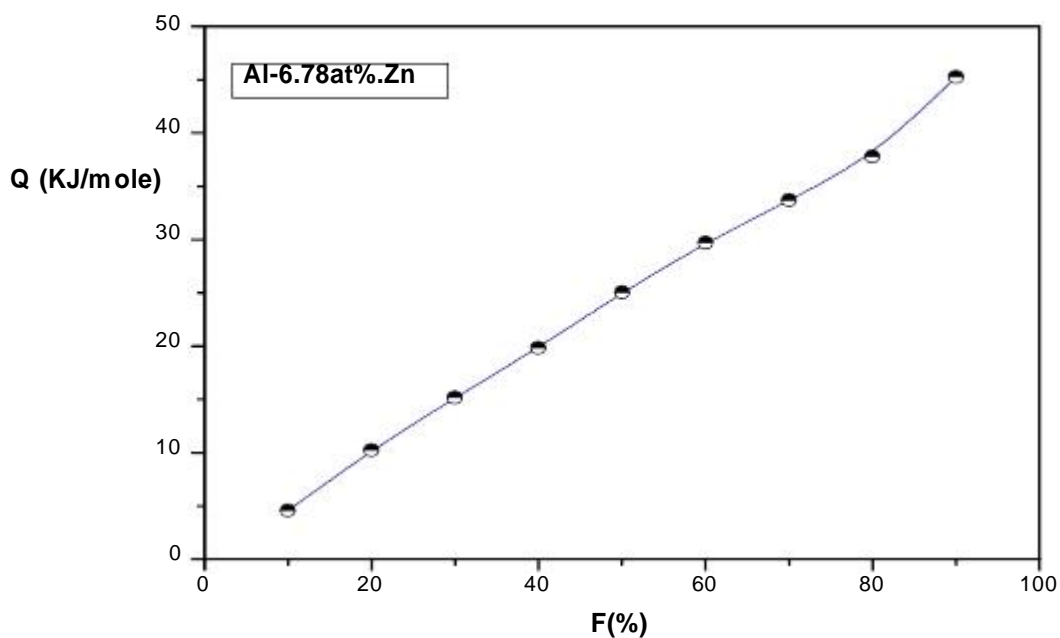


Figure IV.19 : Energie d'activation apparente de la diffusion au cours de la précipitation des zones GP dans l'alliage Al-6,78at%.Zn par décomposition spinodale.

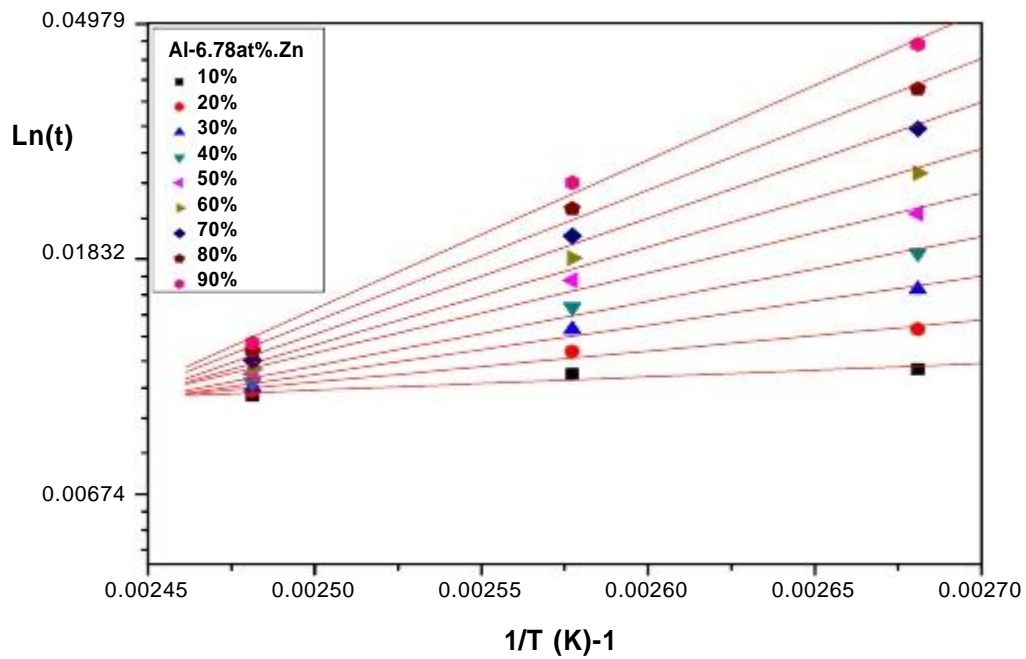


Figure IV.20 : Détermination de l'énergie d'activation apparente au cours de la croissance des zones GP dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

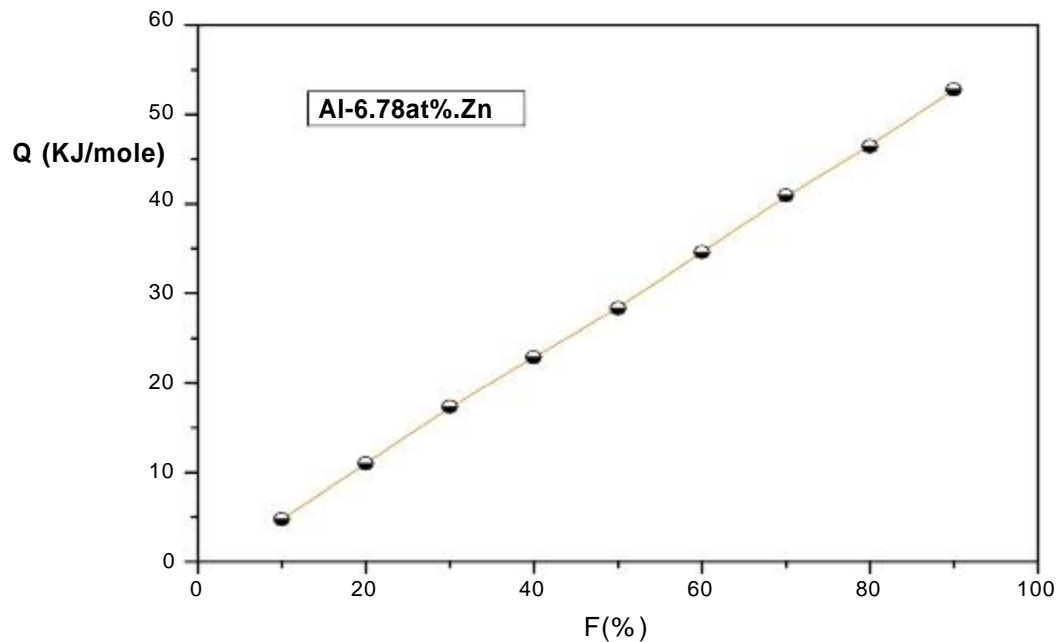


Figure IV.21 : Energie d'activation apparente de la diffusion au cours de la croissance des zones GP dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

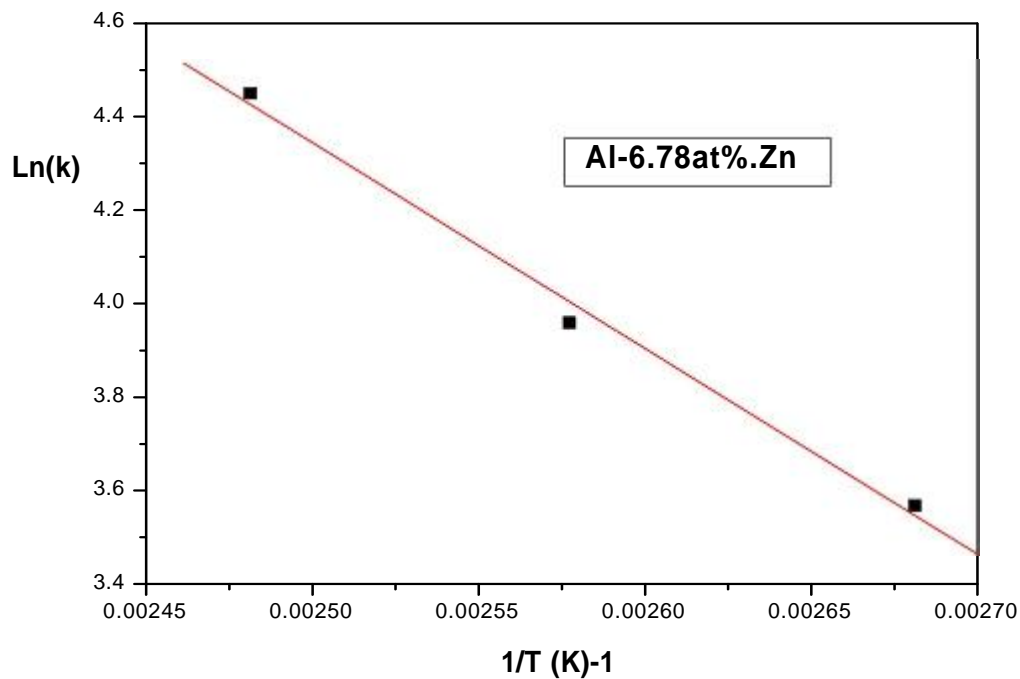


Figure IV.22 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la croissance des zones GP dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

L'énergie d'activation apparente de la diffusion au cours de la croissance des zones GP, déterminée à partir du paramètre

$$k = A \exp(-Q/RT)$$

où A est une constante, R, la constante molaire des gaz parfait et T la température et Q, l'énergie d'activation, en considérant la pente de la courbe $\ln(k) = f(1/T)$, et de l'ordre 37 kJ/mole (figure IV.22). Cette énergie, de l'ordre de grandeur de celle déterminée par la relation d'Arrhenius, est caractéristique d'une diffusion rapide des atomes de zinc dans l'alliage sursaturé en atomes de soluté et en lacunes par rapport à la diffusion du zinc dans l'aluminium qui est de l'ordre de 118kJ/mol [53].

La précipitation par décomposition spinodale est plus rapide que celle par germination et croissance (figure IV.23).

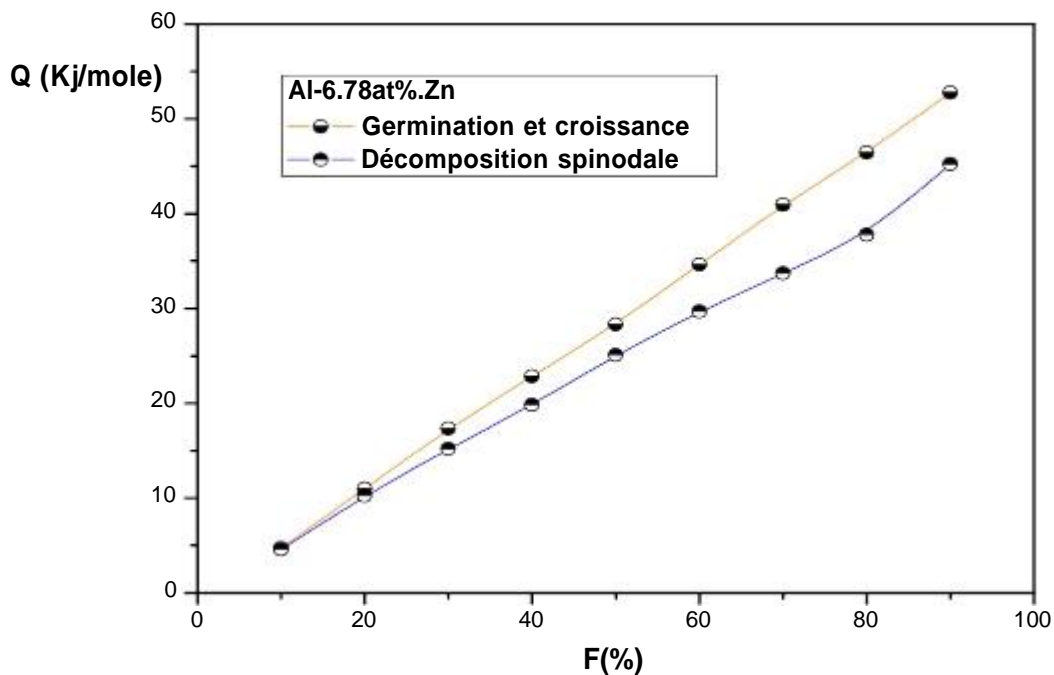


Figure IV.23 : Variation de l'énergie d'activation au cours de l'avancement de la réaction l'alliage Al-6,78at.%Zn.

La diffusion est ralentie au cours de l'avancement de la précipitation en raison de l'élimination d'une partie des lacunes eu excès.

IV.3.5 Cinétique de précipitation de la phase R

Les cinétiques isothermes de précipitation de la phase R, établies à 165°C, 170°C et 175°C (figure IV.24), montrent les phases de germination, de croissance et de coalescence. Les temps d'incubation, de l'ordre de 0,01 h, obtenu par extrapolation, faibles par rapport au temps nécessaire pour atteindre l'équilibre métastable de la précipitation de la phase R, sont caractéristiques d'une germination rapide en raison de la sursaturation en lacunes obtenue à la trempe.

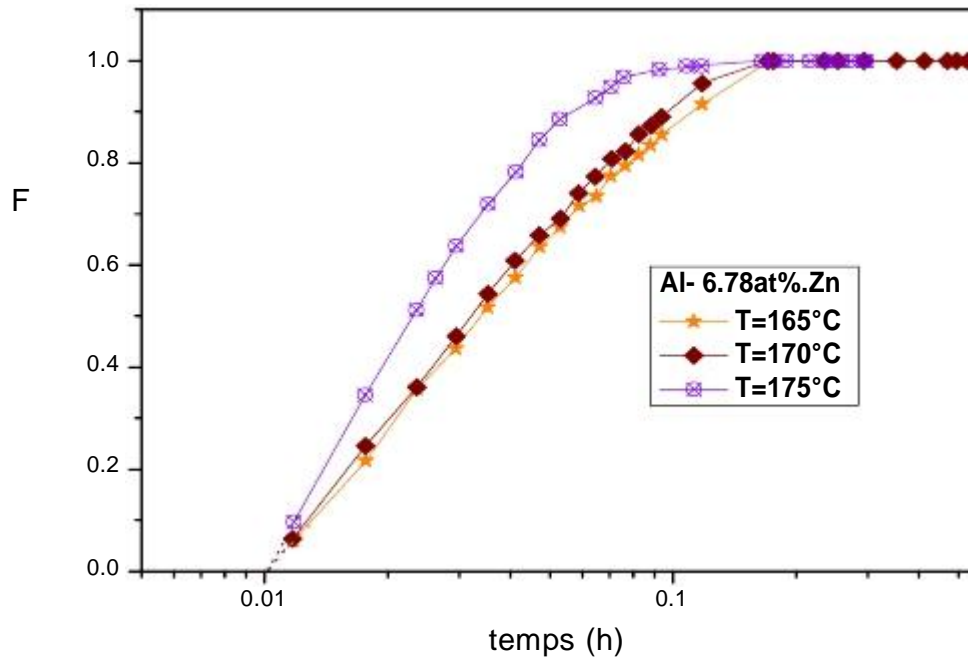


Figure IV.24 : Fraction transformée au cours de la précipitation de la phase R.

Les courbes des (figure IV.25) suggèrent que les phases de croissance de la phase R, obéissent à la loi de JMAK (Jonshon-Mehl-Avrami-Kolmogrov) [51] de la croissance contrôlée par la diffusion d'atomes de soluté :

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

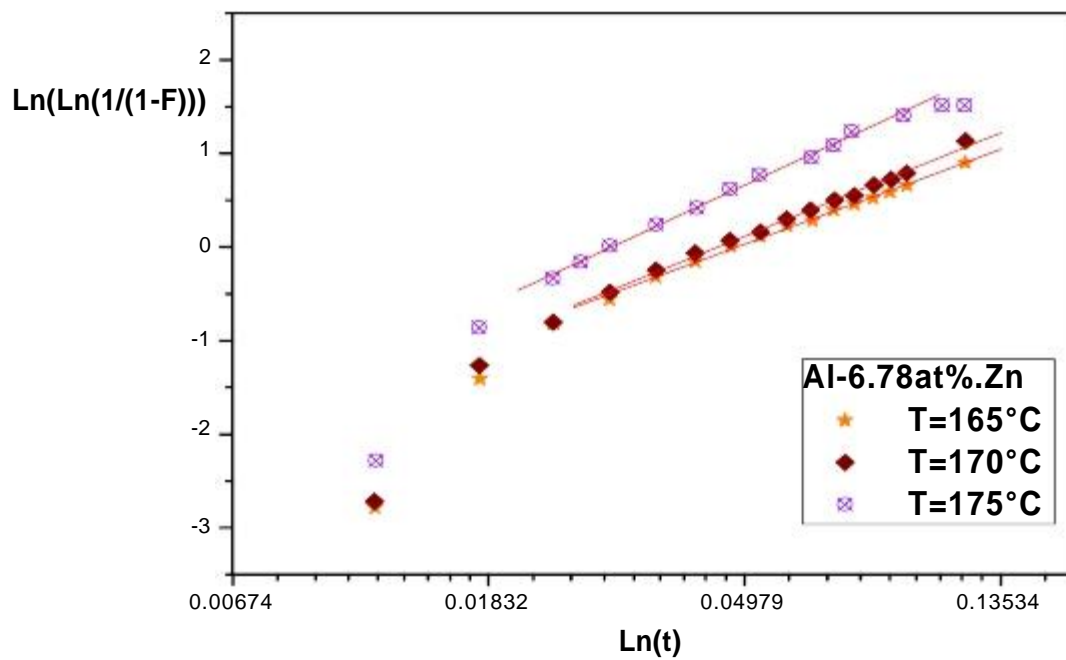


Figure IV.25 : Détermination des paramètres de croissance n et k au cours de la croissance de la phase R.

	165	170	175
n	1,01	1,10	1,26
k	20,69	22,40	34,73

Tableau IV. 3 : paramètres n et k au cours de la croissance de la phase R.

Les paramètres de croissance obtenus sont caractéristiques d'une précipitation majoritairement homogène (tableau IV.3).

Les valeurs du paramètre k montrent que la croissance est accélérée par l'élévation de la température favorisant la diffusion d'atomes de soluté.

IV.3.5.1 Energie d'activation au cours de la précipitation de la phase R

En considérant la relation d'Arrhenius [52] donnant les temps nécessaires pour atteindre un taux de transformation donné pour différentes températures,

$$t = A \exp(Q/RT)$$

nous trouvons des énergies d'activation apparentes de la diffusion (figure IV.26), pente de la courbe $\ln(t)=f(1/T)$, au cours de la précipitation de la phase R de l'ordre 64 kJ/mole, caractéristique d'une réaction rapide par rapport à la diffusion du zinc dans l'aluminium dont l'énergie d'activation est de l'ordre de 118 kJ/mol [53].

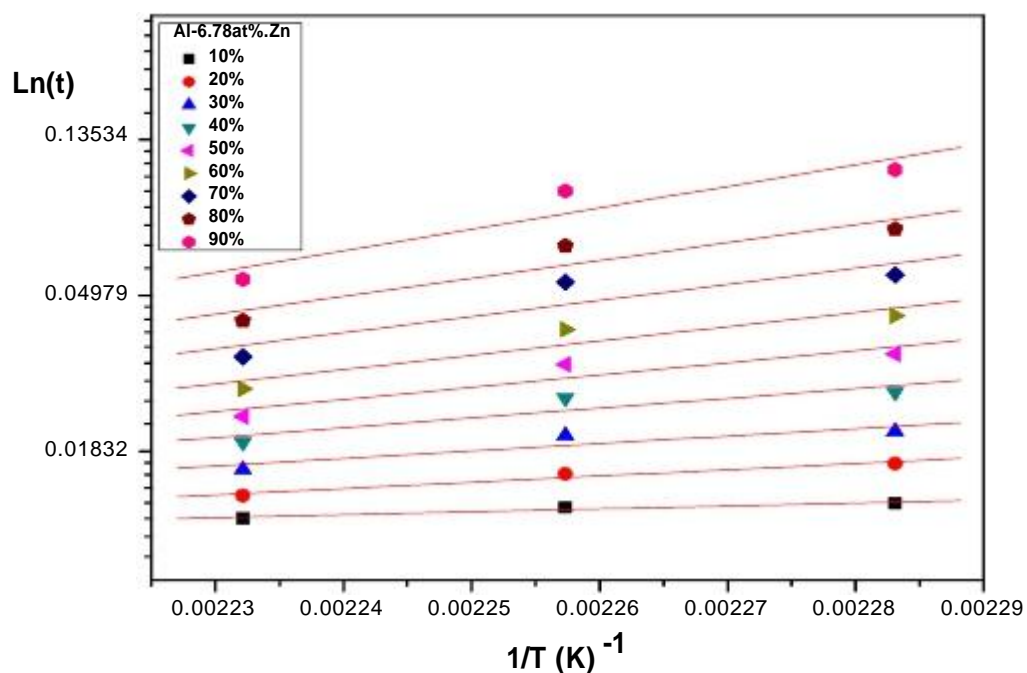


Figure IV.26 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la croissance de la phase R dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

L'énergie d'activation apparente augmente avec l'avancement de la précipitation en raison de l'élimination d'une partie des lacunes en excès (figure IV.27).

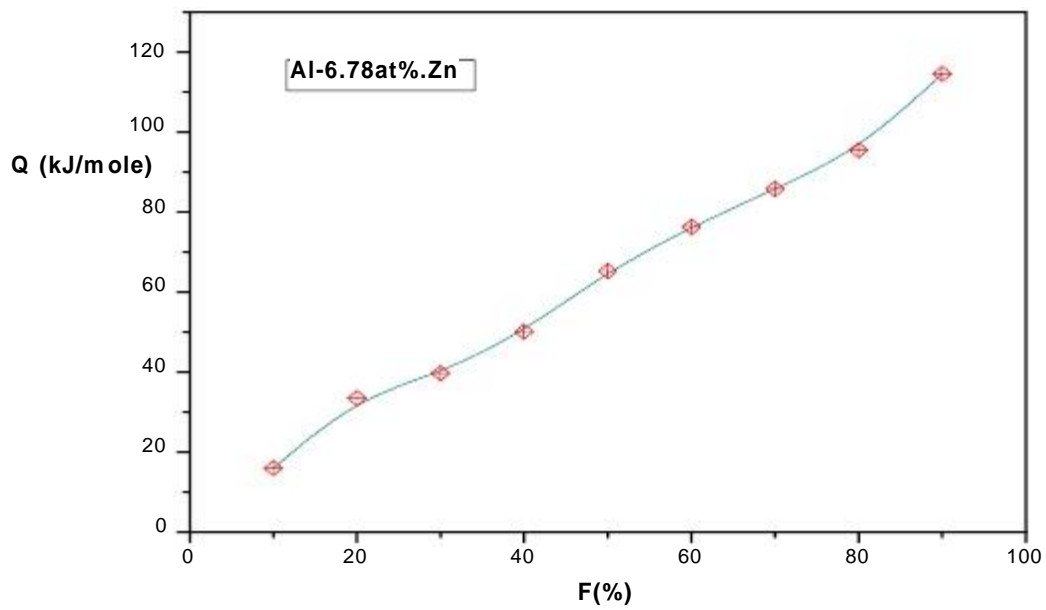


Figure IV.27 : Energie d'activation apparente de la diffusion au cours de la croissance de la phase R dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

L'énergie d'activation apparente de la diffusion au cours de la croissance de la phase R, déterminée à partir du paramètre

$$k = A \exp(-Q/RT)$$

en considérant la pente de la courbe $\ln(k) = f(1/T)$, est de l'ordre 84 kJ/mole. (figure IV.28).

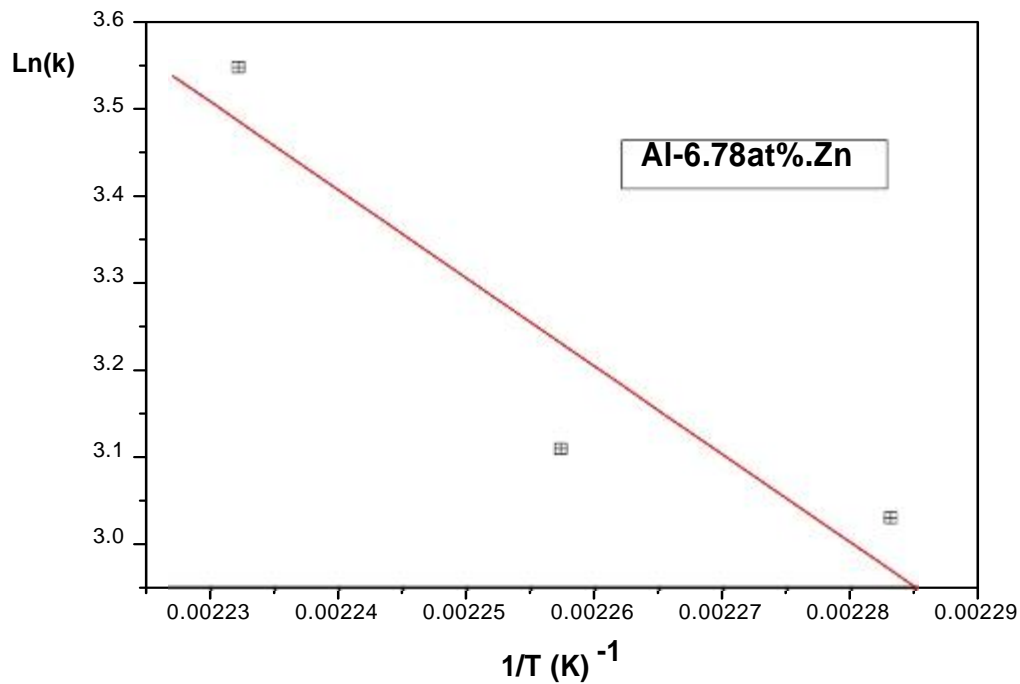


Figure IV.28 : Détermination de l'énergie d'activation au cours de la croissance de la phase R dans l'alliage Al-6,78at.%Zn.

IV.3.6 Cinétique de précipitation de la phase β'

La cinétique isotherme de précipitation de la phase β' , établie à 200°C (figure IV.29), montre les phases germination, croissance et coalescence. Le temps d'incubation, obtenu par extrapolation, est de l'ordre de 0,01 h.

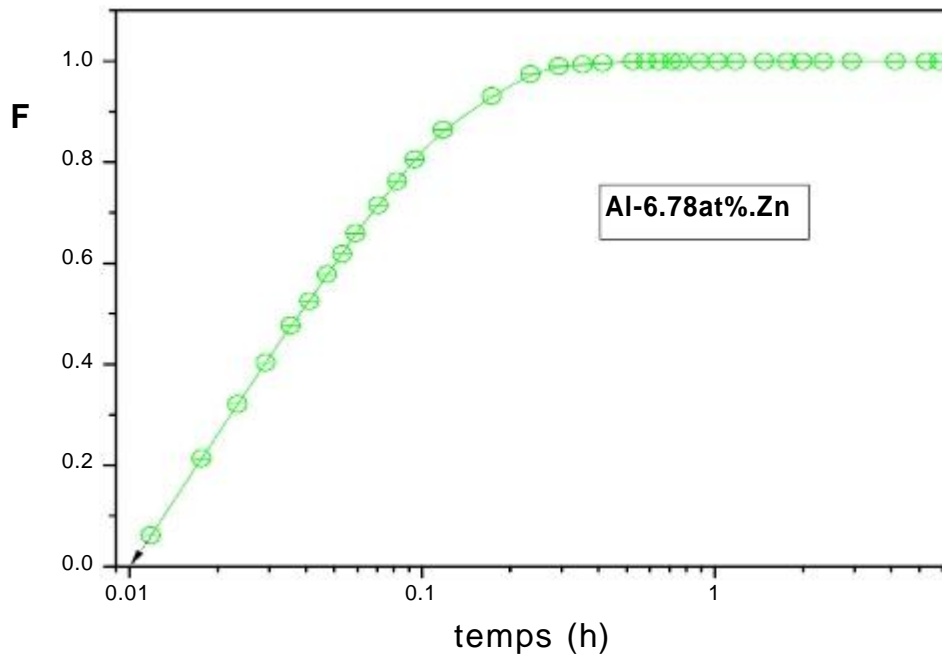


Figure IV.29 : Fraction transformée au cours de la précipitation de la phase métastable β' à 200°C.

IV.3.6.1 Croissance de la phase β'

Les courbes $\ln(\ln(1/(1-F)))$ en fonction de $\ln(t)$ montrent que la croissance est régie par la loi de JMKA de la croissance contrôlée par la diffusion d'atomes de soluté (figure IV.30).

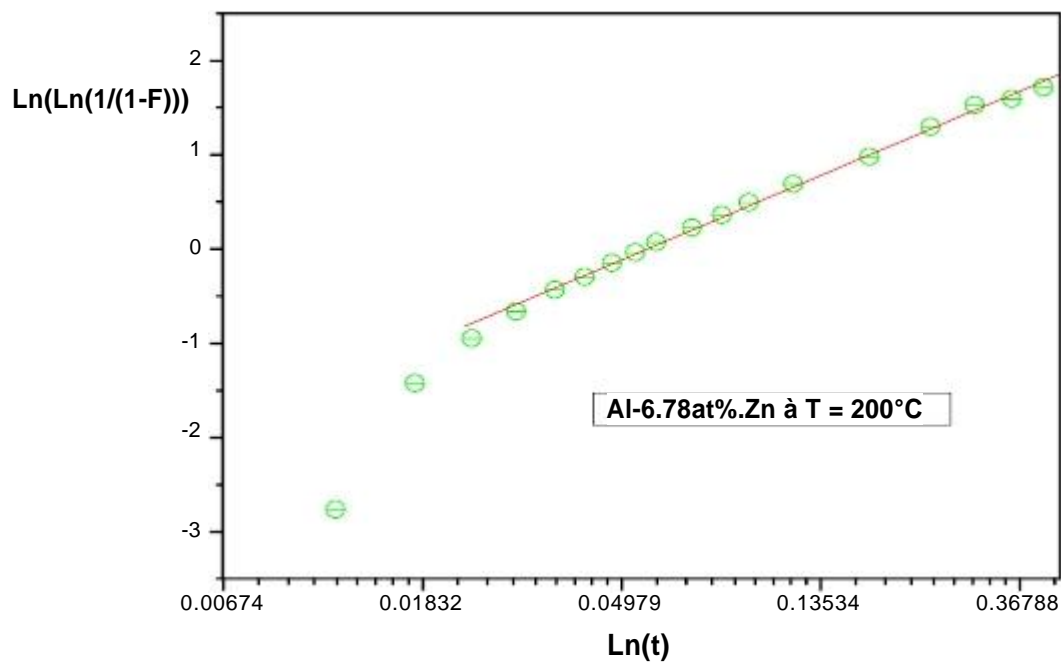


Figure IV.30 : Détermination des paramètres de croissance n et k au cours de la précipitation de la phase métastable γ' .

Les paramètres de croissance de la phase γ' , n et k , sont respectivement de l'ordre de 0,89 et de 17,95.

Le paramètre de croissance obtenu est caractéristique d'une précipitation hétérogène.

IV. 4 Influence de la microstructure sur le durcissement de l'alliage Al-Zn

Le durcissement σ d'un alliage Al-Zn, proportionnel à sa dureté Hv Tabor [12], résulte des contributions de la matrice de concentration x_m , des précipités occupant une fraction volumique f_v , de la densité de dislocations et de la taille moyenne des grains.

IV.5 Contribution de la matrice au durcissement

La contribution de la matrice au durcissement (figure IV.33) est déduite des courbes $x_m(t)$ (figure IV.32) et de la courbe donnant la variation de la dureté d'alliages homogènes de différentes concentrations (figure IV.31)

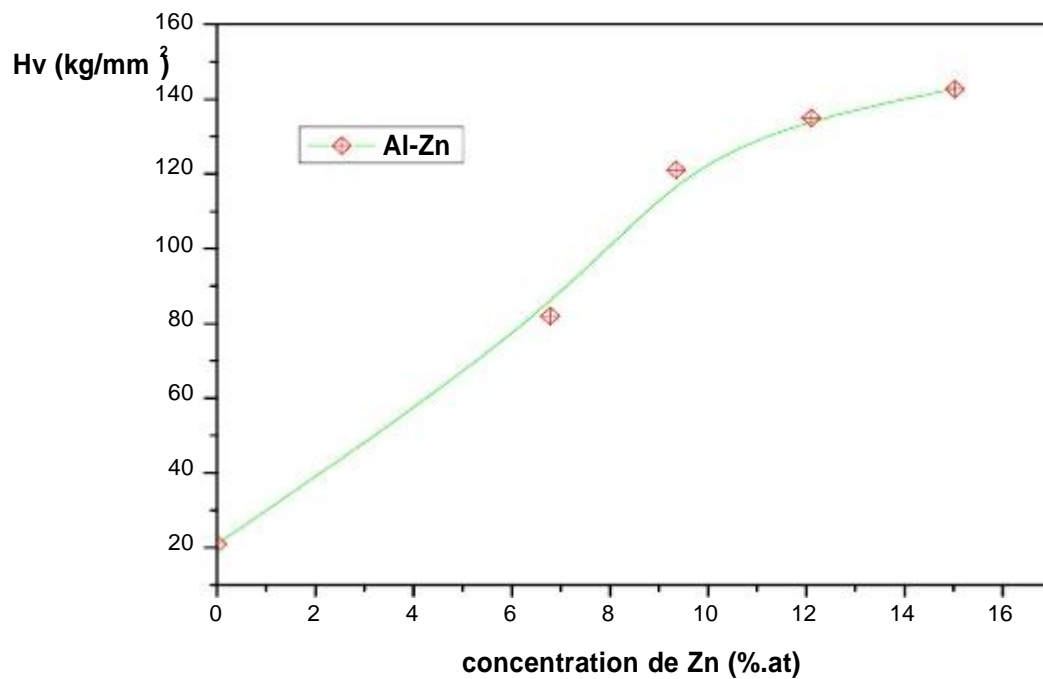


Figure IV.31 : Dureté d'alliages homogènes Al-Zn de différentes concentrations en Zinc.

Au cours de la précipitation des zones GP, la concentration $x_m(t)$ de la matrice en atomes de soluté est déduite de la relation :

$$x_m = x_0 - F(x_0 - x_e)$$

où F est la fraction transformée, x_0 , la concentration initiale de l'alliage et x_e , la concentration de la matrice à l'équilibre métastable (figure IV.32).

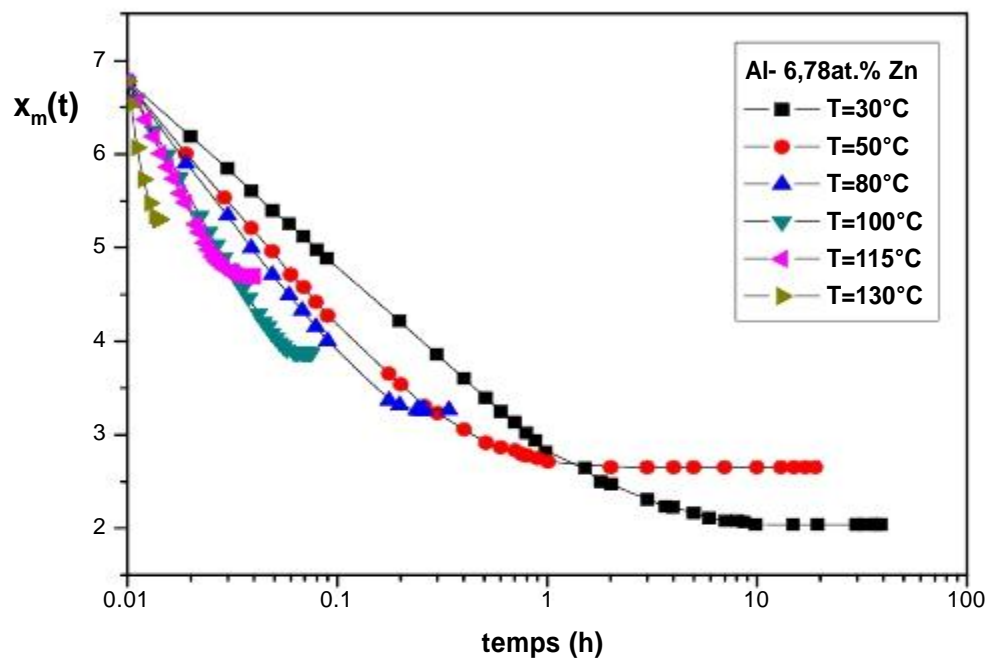


Figure IV.32 : Concentration moyenne de la matrice au cours de la précipitation des zones GP.

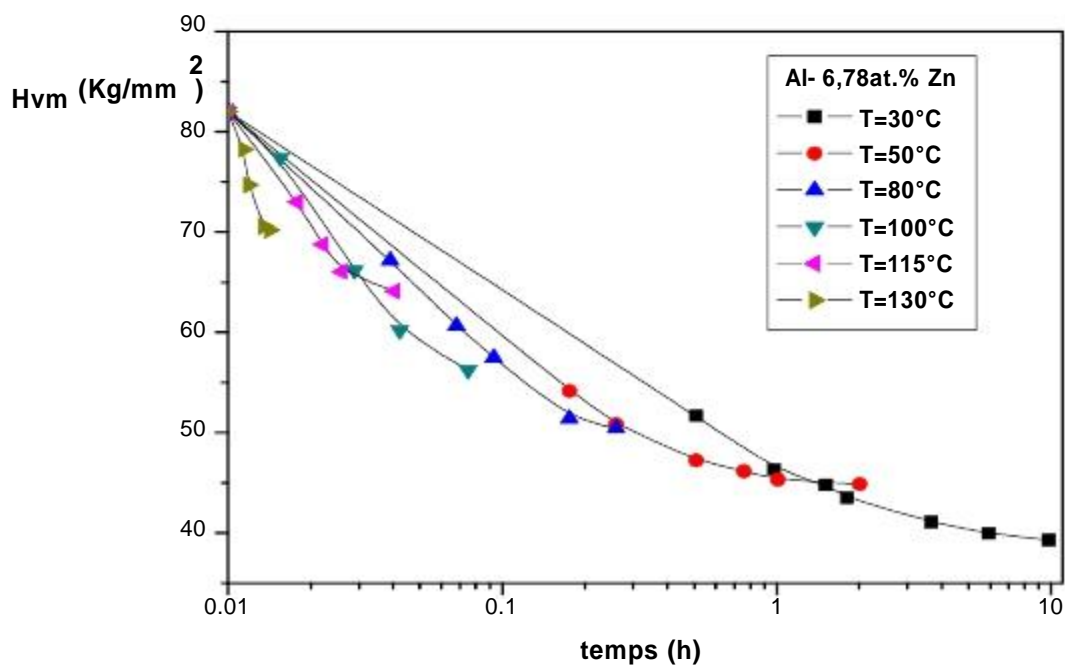


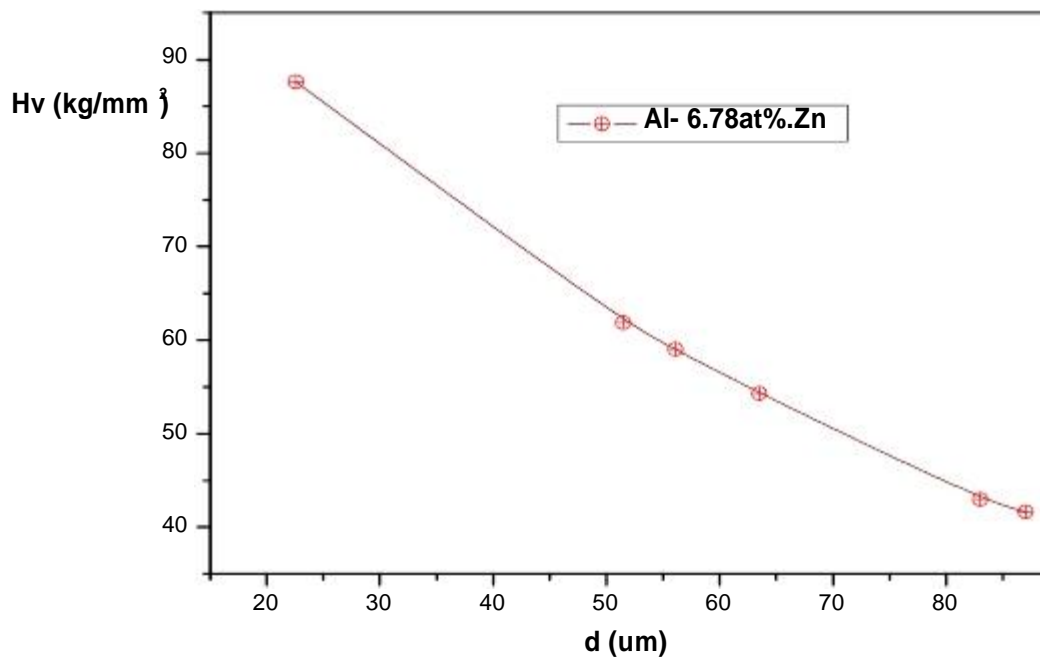
Figure IV.33 : contribution de la matrice au durcissement au cours de la précipitation des zones GP.

IV. 6 Contribution de la taille des grains

Les joints de grain constituent des obstacles au mouvement des dislocations et sont responsables d'un durcissement Hvg. Le durcissement d'alliages homogènes augmente avec la réduction de la taille des grains.

La contribution de la taille moyenne des grains est déduite de la courbe de variations de la dureté (figure IV.34), de solutions solides déformées plastiquement puis homogénéisées (figure IV.35 et figure IV.36).

La densité de dislocations ne variant pas dans des échantillons non déformés plastiquement, leur contribution au durcissement reste constante. La taille moyenne des grains ne varie pas au cours des traitements de revenu à 30°C, 50°C, 80°C, 100°C, 115°C et 130°C (figure IV.37), et leur contribution au durcissement reste constante. (Tableau IV.4) et est de l'ordre de 50 Kg/mm².



Figures IV. 34 : Variation de la dureté avec le diamètre moyen d'échantillons

Al-6,78at.%Zn laminés puis homogénéisés.

T (°C)	30	80	130
d (µm)	68,3	71	82
Hv (Kg/mm ²)	51,5	50	43,8

Tableau IV.4 : Taille moyenne des grains d'échantillons traités à 30°C, 80°C et 130°C et leurs contributions au durcissement à l'équilibre métastable des zones GP.

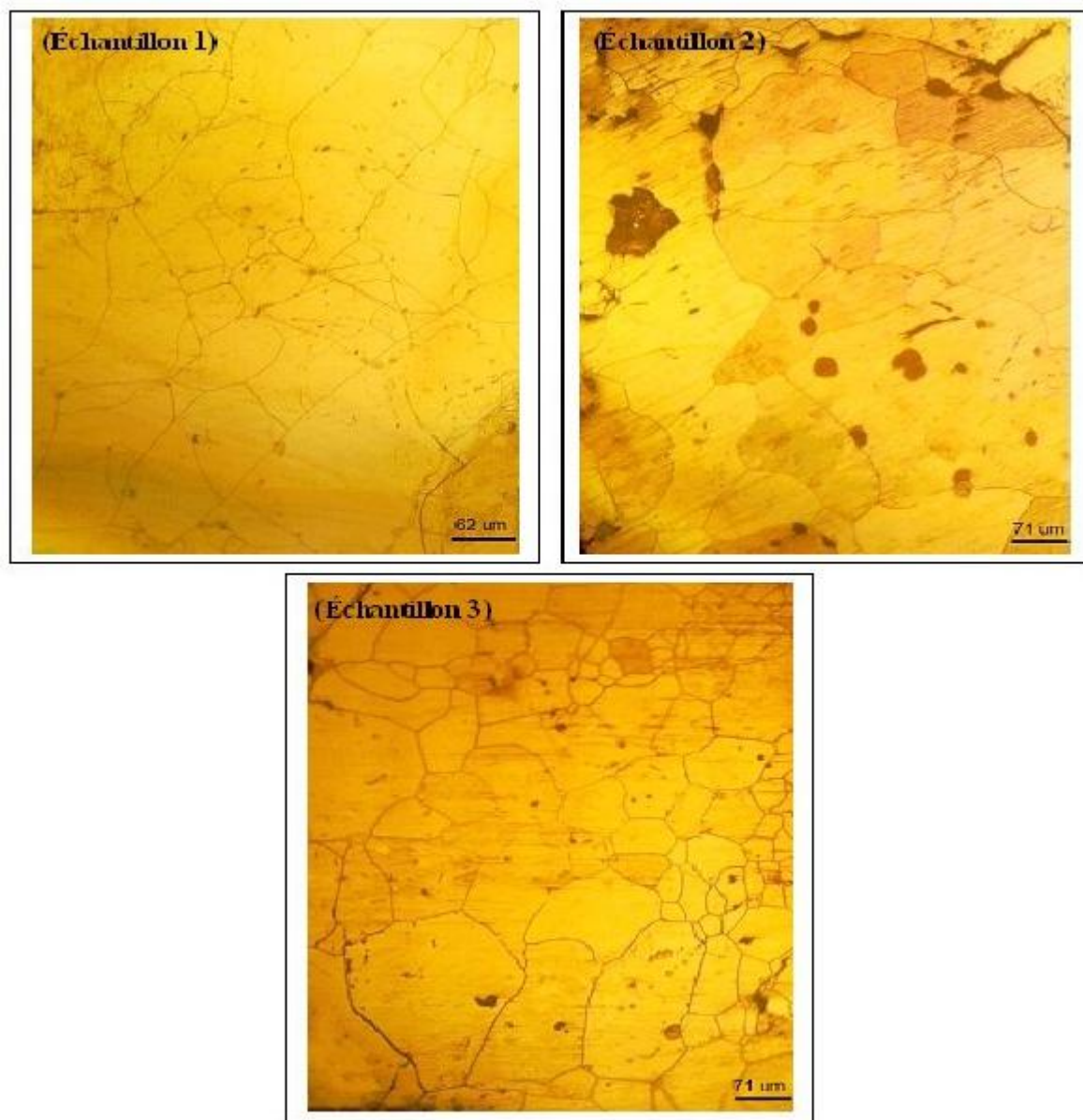


Figure IV. 35 : Micrographies de l'alliage Al-6,78 at.% Zn lamine et homogénéisé.
((Échant 1) : Laminé 5%, (Échant 2) : Laminé 8%, (Échant 3) : Laminé 9%).

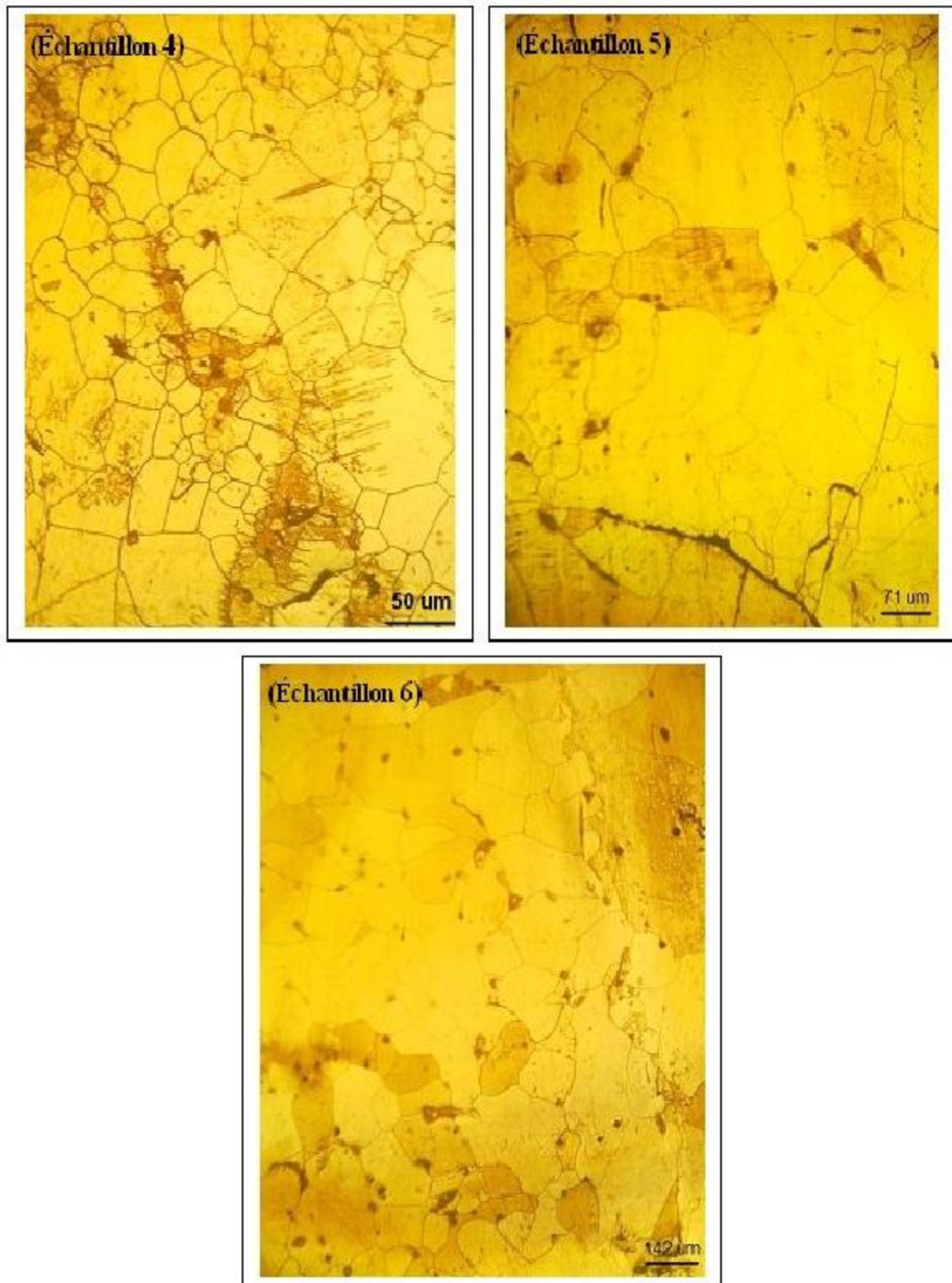
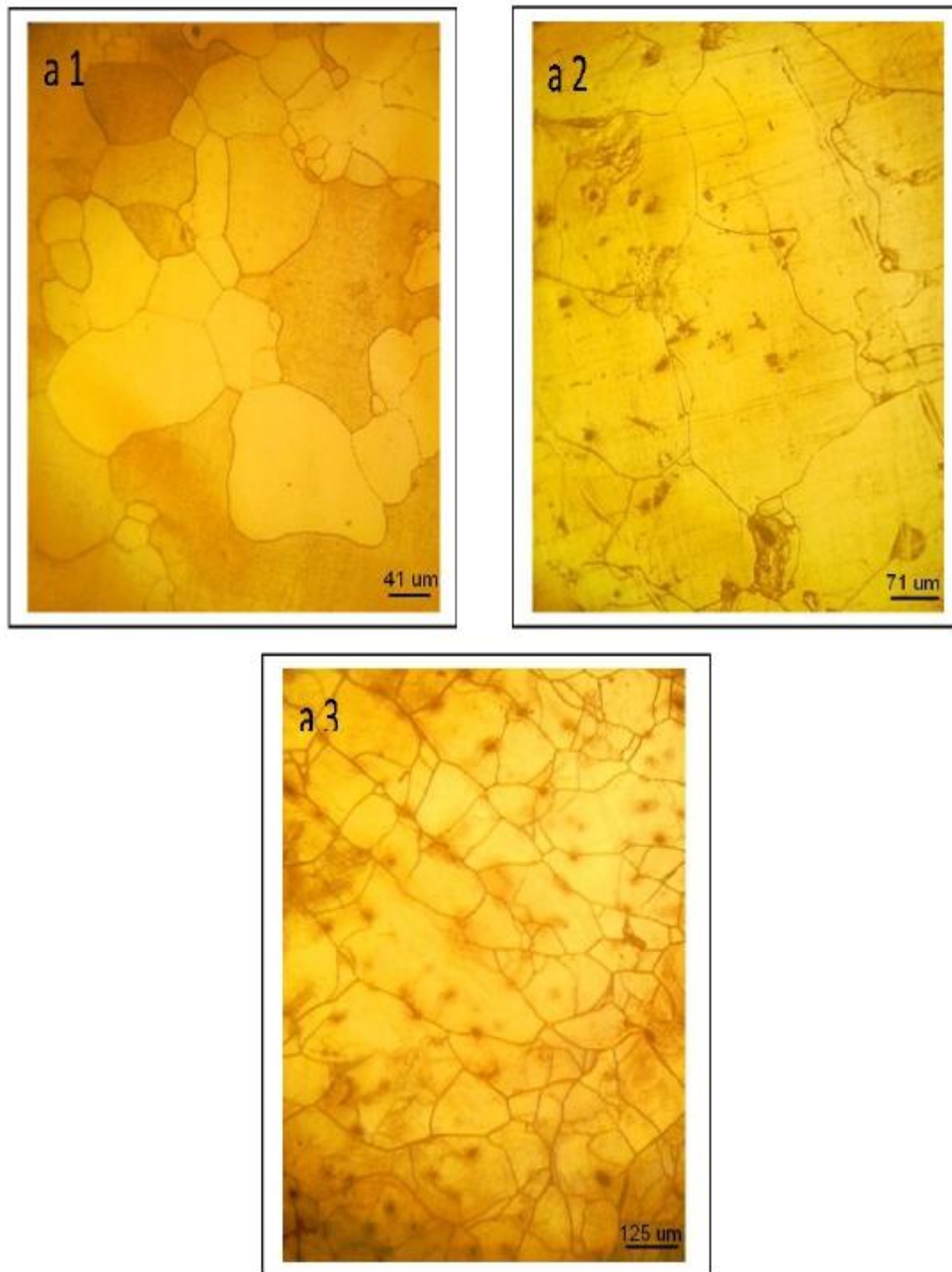


Figure IV. 36 : Micrographies de l'alliage Al-6,78 at.% Zn lamine et homogénéisé.
(Échant 4) : Laminé 10%, (Échant 5) : Laminé 15%, (Échant 6) : Laminé 35%.



Figures IV. 37 : Micrographies de l'alliage Al-6,78 at.% Zn traité à l'équilibre métastable des zones GP.

(a1) : revenu 1575 heures à 30°C, (a2) : revenu 75 heures à 80°C,

(a3) : revenu 75 heures à 130°C.

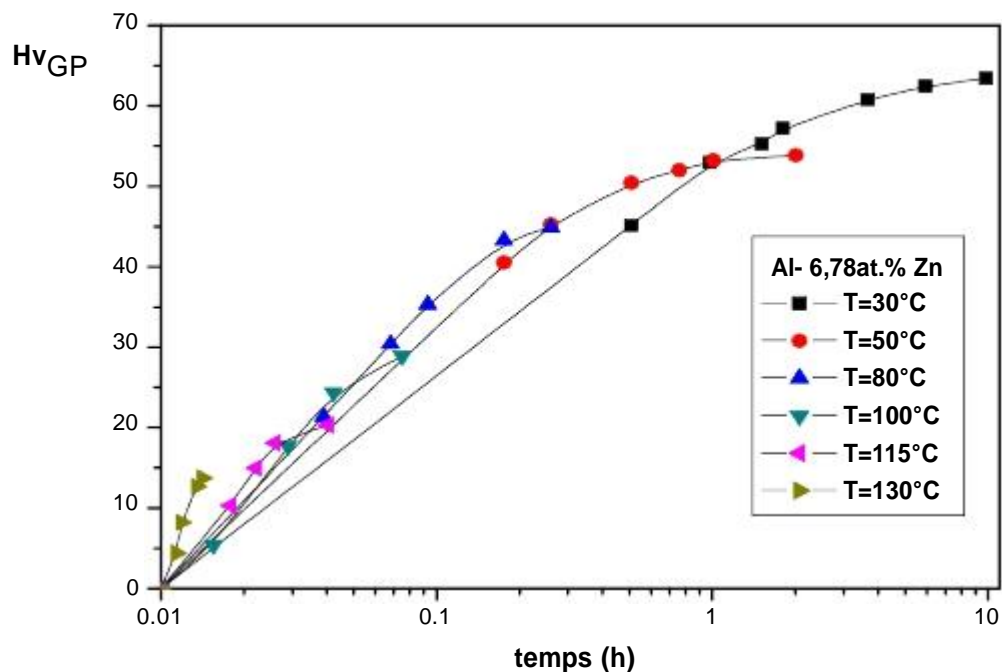
IV. 7 Contribution des zones GP au durcissement

La taille des grains ne varie pas au cours de traitements à 30°C, 50°C, 80°C, 100°C, 115°C et 130°C. La taille moyenne des grains étant de l'ordre de 74 μm à l'équilibre métastable à 30°C, 80°C et 130°C (figure IV.38), leur contribution au durcissement est de l'ordre 50 kg/mm^2 .

La contribution des zones GP au durcissement de l'alliage donnée par

$$H_{VGP} = H_V - H_{Vm} - H_{Vg}$$

est représentée sur la (figure IV.38) :



Figures IV. 38 : Contribution des zones GP au durcissement.

Au cours de la précipitation des zones GP, la fraction volumique qu'elles occupent est donnée par :

$$f_v = (x_0 - x_m) / (x_{pe} - x_e)$$

où x_0 est la concentration initiale de l'alliage, x_m , la concentration de la matrice en atomes de soluté, x_e , la concentration de la matrice à l'équilibre métastable et x_{pe} , la concentration des

particules précipitées en atomes de soluté. Le Tableau IV.5, donne les valeurs des concentrations atomiques x_e et x_{pe} déterminées à partir du diagramme d'équilibre métastable.

T (°C)	x_e	x_{pe}
30	2.04	67.67
50	2.65	63.67
80	3.26	59.18
100	3.87	55.71
115	4.69	53.06
130	5.30	50.81

Tableau IV.5 : Concentration x_e et x_{pe} à différentes températures.

L'évolution de la fraction volumique occupée par les zones GP est représentée à différentes températures.

Les particules cohérentes avec la matrice sont cisillées par les dislocations en mouvement. La contrainte nécessaire à l'écoulement des dislocations, est donnée par [54] [55] [56] :

$$= \text{constante} \cdot (r \cdot f_v)^{1/2}$$

où r est le rayon des particules cisillées.

En première approximation, dans le cas de l'alliage Al-Zn, les particules de zones GP sont sphériques et la fraction volumique qu'elles occupent est donnée par :

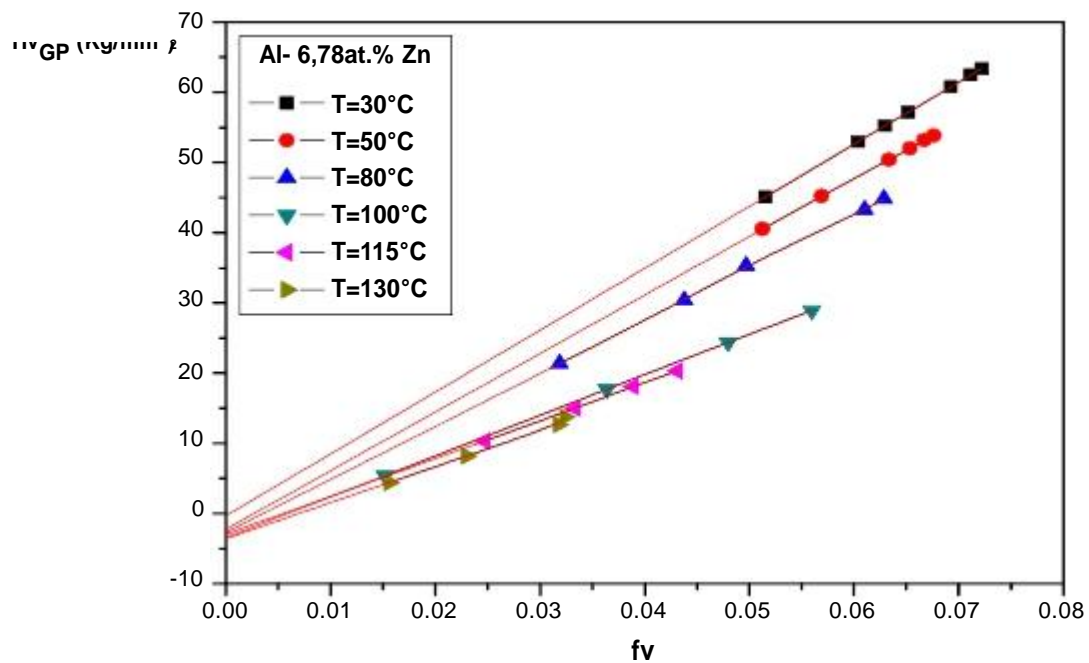
$$f_v = (N \cdot (4/3) \cdot r^3) / V$$

où N est nombre de particules et V le volume de l'alliage.

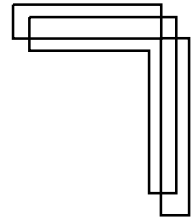
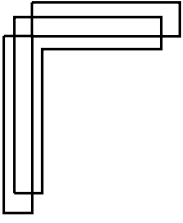
Ainsi, la contrainte est proportionnelle à $f_v^{2/3}$. Selon Tabor [12], étant proportionnelle à la dureté H_v , $H_v = 3H_{GP}$, la contribution des zones GP au durcissement, H_{vGP} , est proportionnelle à $f_v^{2/3}$.

La variation de la contribution des zones GP au durcissement suggère une relation linéaire entre H_{vGP} et f_v (figure IV.39). L'écart aux prévisions théoriques est dû à la variation de forme des zones GP.

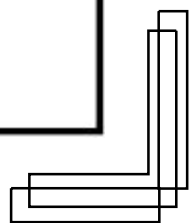
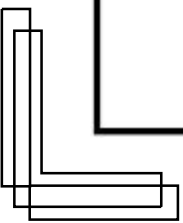
Les résultats obtenus sont en bon accord avec les prévisions théoriques.



Figures IV. 39 : Contribution des zones GP au durcissement de la solution solide à l'équilibre métastable.



Conclusion



Conclusion

Dans notre travail, nous avons élaboré des alliages Al-Zn à différentes concentrations de Zn.

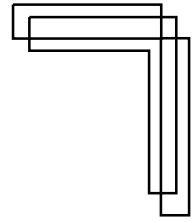
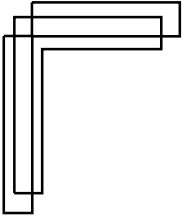
Ces alliages ont été caractérisés par micrographie optique.

Les isothermes de dureté, établies à différentes températures, ont mis en évidence la précipitation des phases métastables, dans l'alliage Al-6,78 at.% Zn, et les caractères durcissement des zones GP et adoucissant des phases R et β .

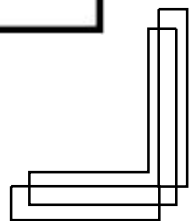
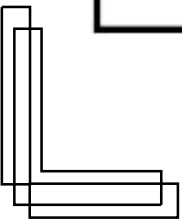
Les cinétiques de précipitation, des zones GP établies à différentes températures ont montré que les zones GP sont formées par un processus de décomposition spinodale à 30, 50 et 80°C et par un processus de germination et croissance à 100, 115 et 130°C. La température de solvus spinodal, déterminée expérimentalement, de l'ordre de 362 K.

Les énergies d'activation apparentes de la diffusion au cours de la précipitation des zones GP ou de la phase R sont caractéristiques d'une diffusion rapide du zinc dans l'alliage Al-6,78 at.% Zn.

Les contributions de la matrice, de la taille des grains et des zones GP au durcissement ont été établies à différentes températures.



REFERENCES



REFERENCES

- [1] J.Bérard, A Michel. (Métallurgie générale), Paris, 198.
- [2] P.D.Merica, Trans, Aime, vol 99, (1932), p13.
- [3] Nemb ach Phy, stat, Sol.vol78, (1983), p571.
- [4] Jena, A. K. & Chaturvedi, M. C. Phase Transformation in Materials (Prentice-Hall, 1992).
"Phase Transformation in Materials".
- [5] K. Krishna Rao, L. E. Katz, H. Herman, Decomposition of Quenched Al-29 at. %Zn,
Mater. Sci. Eng, 1, pp. 263-280, (1966/67).
- [6] R.W.K.Honeycombe and H.K.D.H. Bhadeshia, Steels, «Microstructure & Properties».
2^{eme} edition, Arnold, (1995)
- [7] J.Barralis, G.Maeder. « Précis de métallurgie, élaboration, structures-propriétés et
normalisation » 3^{eme} édition. Nathan B Paris, (1986)
- [8] R. E. Reed-Hill, R. Abbaschian, « Physical Metallurgy Principles», PWS-Kent Publishing
Company, Boston, (1992)
- [9] M. A. Meyers and E. Ashworth, Phil. Mag. A 46-5, (1982), 737
- [10] E.O.Hall, Proc. Soc. London. B 64, (1951), 747
- [11] Petch. N. J., J. Iron Steel Inst. London. 25, (1953), 174
- [12] D. Tabor and A. G. Atkins. Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 13, (1965),
149
- [13] P.DubostetSainford.T.I.M240, 1991.
- [14] J.W. CAHN – Act. Met. 10, 179 (1962)
- [15] J.W. CAHN – Act. Met. 10, 907 (1962)
- [16] J.W. CAHN – J. Chem. Phys. 42, 1, 93 (1965)
- [17] J.W. CAHN – Act. Met. 14, 1685 (1966)
- [18] J. Drápala, A. Kroupa, B. Smetana, R. Burkovi , S. Lasek, J. Musiol. 19. – 21. 5. 2008,
Hradec nad Moravicí.

- [19] T.R. ANANTHARAMAN et K.G. SATYANARAYAMA – Scripta Met. 7, 189 (1973)
- [20] M. MURAKAMI, O. KAWANO, Y. MURAKAMI – J. Inst. Metals 99, 160 (1971)
- [21] J. LASEK – J. Inst. Metals 95, 320 (1967)
- [22] V. SYNECK et M. SIMERSKÁ – Annual Pittsburg Diffraction Conference Pittsburg USA October 4.6 (1964)
- [23] W. MERZ et V. GERLOD – Z. Metallk 57, H 8 (1966)
- [24] N. SIMERSKÁ et V.SYNEC K – Act. Met. 15, 223 (1967)
- [25] A. GUINIER – J. Phys. Radium Paris 8, 124 (1942)
- [26] C. B. WALKER et A. GUINIER – Act. Met. 1, 568 (1963)
- [27] V. GEROLD – Phys. St. Sol. 1, 37 (1961)
- [28] A. F. BONFIGLIOLI et A. GUINIER – Act. Met. 14, 1213 (1966)
- [29] M. MURAKAMI, O. KAWANO, V. MURAKAMI et M. MORINAGA – Act. Met. 17, 1517 (1969)
- [30] A. JUNQUA – Thèse POITIERS (1974)
- [31] A. NAUDON, J. DELAFOND, A. JUNQUA et J. MIMAULT- Scripta Met. 10, 271 (1976)
- [32] U.K. Malhotra, K.B. Rundmann, Met. Trans, Vol. 3, pp. 1521, (1972).
- [33] N.A.Chatanova, M. I. Zacharova, Phy.Met.Metallorgr, Vol. 26, pp. 123, (1968).
- [34] F. Abd El-Salam, M.M. Mostafa, L.A. Wahab, M.T. Mostafa, Sh.M.El-Aziz, Mater.Sci. Eng. A, (2007)
- [35] Gjonnes (J.) et Simensen (C.J.). – Acta Metall., 18, p. 881 (1970).
- [36] A. Gaber, N. Afify, Journ of Mat. Sc Vol. 27, pp.1347, (1992).
- [37] L. K. Berg, J.Gjonnes, Acta Mater, Vol. 49, pp.3443-51, (2001)
- [38] Z.W.Du, Z.M. Sun, B.L. Shao, T.T. Zhou, C.Q. Chen Materials Characterization, 56, pp.121-128, (2006).
- [39] Graf (R.). – Compt. Rend. Acad. Sc., 242, p. 1311 (1956).

- [40] Graf (R.). – Compt. Rend. Acad. Sc., 242, p. 337 (1957).
- [41] B.Straumal,R. Valev et al,Acta.Meta, Vol. 5,PP.66123-6131 ,(2008).
- [42] J.Deguercy,M.F.Denanot,M.Fumeron, et al, Acta Met, 30, 1921,(1982).
- [43] F.Abd El-Salam, R.H.Nada, A.M.Abd El-Khaled,Phyica B, 292,PP.71-82,(2000).
- [44] G. Laslaz, P.Guyot,Acta Metall, Pprogamon press, Vol. 25,pp. 277-285,(1977).
- [45] J.Schelten, Z.Naturforschg., 23a, p.109, (1968).
- [46] GLASLAZ, THESE de DOCTEUR INGENIEUR, polytech-grenoble, 1978.
- [47] K.Kalogeridis, J.Pesieka, E.Nembach, Acta Mater, 47, 1953, (1999).
- [48] J.Th. De Hosson , A.Huis I n't Veld , H. Tamler, O.Kanert, Acta metall, 32, pp. 1205, (1984).
- [49] J.Lendvai, H.J.Guldat, W.Wunderlich, V. Gerlod, Z. Metallk, 80, (1989).
- [50] Marro, J., Bortz, A. B., Kalos, M. H., Lebowitz, J. L. (1975), Phys. Rev. B12, 2000.
- [51] S.Ceresara, A.Giarda, A.Sanchez, Phil. Mag, 35, pp.97, (1977).
- [52] P.Merle, F.Fouquet, J.Merlin, Scripta Met, 15, pp.373, (1981).
- [53] B.B. Straumal, B. Baretzky et al, Acta. Meta. Vol. 52, pp. 4469-4478, (2004).
- [54] PRICE (R.J.) et KELLY (A.). – Deformation of Age – Hardening Aluminium Alloys Crystals. Acta Metall., 12, 159 (1964).
- [55] HARKNESS (S.D.) et HREN (J.J.). – Met. Trans 1, 43 (1970).
- [56] GEROLD (V.). – Dislocations in Solids. FR Nabarro Ed North Holland The Netherlands (1979).