

PRECIPITATION ET DISSOLUTION DISCONTINUE DANS LES ALLIAGES Al-15 at.%Zn ET Al-30 at.%Zn

DISCONTINUOUS PRECIPITATION AND DISSOLUTION IN Al-15 at.%Zn AND Al-30 at.%Zn ALLOYS

S. Bensaada, M. Benmachiche, M.T. Bouziane

Laboratoire LARHYSS

Université Mohamed Khider BP 145 - 07000 BISKRA (ALGERIE)

e-mail: Bensaada52@yahoo.fr Tel/Fax: 033 74 10 38

RESUME

La précipitation et la dissolution discontinue dans les alliages du système Al-Zn ont fait l'objet de nombreuses investigations théoriques et expérimentales ayant contribué à la compréhension des différents mécanismes les gouvernant. Cependant beaucoup de questions restent posées à cause de la complexité des phases formées, qui sont sensibles à la vitesse de trempe, à la prédeformation et aux températures d'homogénéisation et de vieillissement. Cette contribution a pour but la mise en évidence de l'effet de la température et de la déformation sur les mécanismes de ces deux réactions et les modifications des propriétés mécaniques qui les accompagnent lors des différents recuits. Les techniques d'analyse utilisées à cet égard sont: la microscopie optique, la diffraction des rayons X et la dureté Vickers (HV).

Mots clés: alliage Al-Zn, précipitation discontinue, dissolution, température, déformation.

ABSTRACT

The discontinuous precipitation and dissolution in the alloy Al-Zn system has been the subject of many theoretical and experimental investigations that have contributed to the understanding of the different mechanisms which control them. However, many questions remain unanswered because of the complexity of the constituted phases which are affected by the speed of the quenched, deformation the temperature of homogenization and ageing effect. The purpose of this work is to clarify the effect of temperature and deformation on the mechanisms of these two reactions during ageing. The techniques of analysis used in this respect are the optical microscopy, the X-ray diffraction and the hardness Vickers.

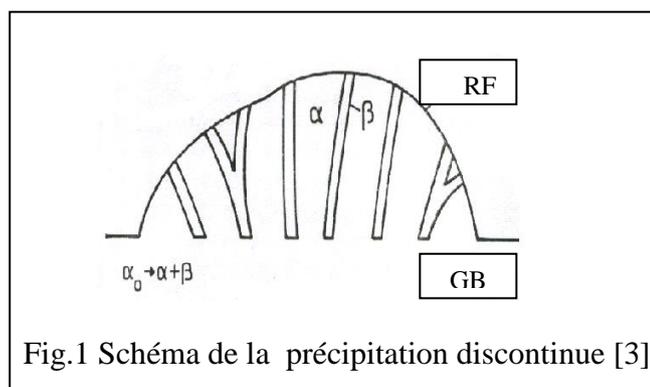
Key words: alloy Al-Zn, discontinuous precipitation, dissolution, temperature, deformation.

1. INTRODUCTION

1.1. Précipitation discontinue

La première apparition de la DP fut en 1930 [1]. Depuis, plus de 700 publications sur les DP ont été rapportés dans la littérature. Toutefois, il est étonnant que les conditions précises au cours desquelles elle se produit ou est préférée à des précipitations continues (CP) n'aient pas encore été clairement identifiées [2].

La précipitation discontinue consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée α_0 en deux phases de structure lamellaire en aval d'un joint de grain mobile, l'une α appauvrie en élément d'alliage et ayant la même structure que la phase α_0 et l'autre β phase précipitée riche en élément d'alliage, elle est symbolisée par la relation suivante: $\alpha_0 \longrightarrow \alpha + \beta$ et la figure 1 [3]. Cette réaction est régie par la diffusion aux joints de grain à grand angle, qui est toujours effective pour permettre la formation cellulaire.



L'intérêt qui s'attache à l'étude de la précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn, provient du fait qu'elle a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques de nombreux alliages industriels. A la différence de la précipitation continue où la matrice est appauvrie en soluté de façon continue en fonction du temps, dans le cas de la précipitation discontinue, l'existence à la fois d'un changement discontinu d'orientation et d'un changement brutal de concentration du soluté de part et d'autre du front de migration de la réaction [4].

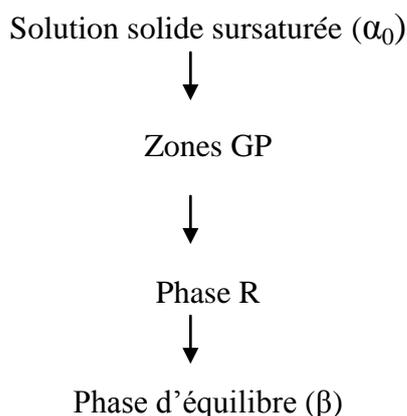
Dans une étude faite par S.Abdou [5] sur des alliages de ce système, il a trouvé que la nucléation s'effectue non seulement aux joints de grain à grand angle, mais aussi dans les défauts de structure. Généralement les études consacrées à la précipitation discontinue dans ce système d'alliages sont faites dans les conditions isothermes et de préférence aux sursaturations élevées et aux basses températures (62°C à 150°C), bien que la mobilité du joint de grain est faible dans les alliages de ce système [6].

La déformation plastique introduit des défauts de structure supplémentaires dans la matrice tels que les dislocations, qui multiplient les sites favorables à la précipitation cellulaire, car les dislocations s'alignent pour former des joints de grain supplémentaires, ce qui favorise ce type de décomposition [7,8]. Cependant dans certains alliages la prédéformation retarde ou supprime totalement la précipitation discontinue [9,10]. Les anciens travaux ne recouvrent pas un large domaine de taux de déformation et il trouva lors de l'étude de l'effet de la déformation plastique à froid

lors du vieillissement à 470°C de l'alliage Cu-2mass%Be, qu'un taux de déformation de 0–20% retarde la précipitation discontinue, par contre un taux de 20–50% l'accélère et de 50-70% la ralentit et plus de 70% la supprime totalement. Cependant une déformation localisée tel que une empreinte de dureté ou une rayure de la surface peuvent initier une précipitation discontinue dans ces zones [11,12, 13,14].

La précipitation discontinue dans les alliages du système Al-Zn est caractérisée par la complexité des phases métastables formées et qui sont sensibles à la vitesse de trempe, à la température d'homogénéisation et à la quantité d'impureté [5]. Ces types d'alliages ne restent pas homogènes après trempe, car la matrice α_0 contient des fluctuations de concentration, qui sont connues par les zones de Guinier-Preston (GP) ou stade de pré-précipitation pouvant affecter la croissance des précipités cellulaires.

Cependant, avant la formation de la phase d'équilibre β riche en élément de Zn, apparaissent en premier les phases métastables portant le nom de GP sous forme de ségrégations ou amas qui conservent la structure de la solution solide α_0 et qui sont totalement cohérents et en second apparaît la phase R. La séquence de formation du précipité dans les solutions solides du système Al-Zn est la suivante [5, 15, 16].



Le processus de formation des phases métastables est du type continu [17,18], affectant la cinétique de la précipitation discontinue, soit par la réduction de la force motrice et/ou par la provocation d'une obstruction physique au déplacement du front de réaction [19]. Ce phénomène a été observé dans les alliages du système Al-Zn [20 ,21]. Dans l'alliage Co-Ti-Fe ce phénomène est dû essentiellement à la réaction de décomposition spinodale [22,23].

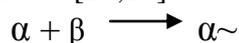
La formation des phases métastables est accompagnée par une augmentation des contraintes élastiques due à la cohérence et aux distorsions du réseau qui en résultent et quand ces derniers atteignent la valeur de la résistance au cisaillement de la matrice, la cohérence est rompue et des dislocations d'accommodation se forment, ce qui donne l'abaissement de la dureté. En réalité ces phases de transition métastables qui peuvent apparaître sont difficiles à distinguer de la phase stable par métallographie.

Cependant le mécanisme de Tu et Turnbull [24] est improbable dans ce système d'alliage, un mécanisme alternatif suggéré par Fournelle et Clark [25] est le plus plausible. Selon Peterman et al [26], les cellules apparaissent seulement sur un côté du joint de grain, alors une seule couture est développée, cependant le joint de grain se déforme et migre dans les deux sens opposés par rapport à sa position initiale, ce qui donne une double couture (mécanisme S). Bauman et al [27] ont montré que les basses

températures de vieillissement conduisent généralement au mécanisme S, par contre les hautes températures de vieillissement favorisent la morphologie de la couture unique.

1.2. Dissolution du précipité cellulaire

Le processus inverse de la précipitation discontinue est la dissolution du précipité cellulaire dans la matrice α_0 , ou le front de réaction formé lors de la précipitation discontinue migre en sens inverse dans la structure biphasée [28,29] et selon la réaction



Les études faite par Pawlowski et Truszkowski [30] ont montré que la réaction de dissolution des précipités cellulaires dans le système d'alliage Al-Zn, est contrôlée par le processus de diffusion en volume et peut se faire selon deux modes continu et discontinu. M.Sulonen [31] démontra qu'une prédéformation à la dissolution conduit à l'accélération de cette dernière à dominance continue, par contre la réaction de dissolution se fait d'une façon discontinue dans les échantillons non déformés. La phase dissoute conduit au durcissement de l'alliage, elle augmente la tension du réseau due au précipité riche en soluté, par l'introduction de ce dernier dans la matrice [30]. Par contre la dissolution continue peut avoir un effet positif sur les propriétés mécaniques des alliages d'une façon générale, car elle peut provoquer l'affinement des grains [31]. Il a été établi que seul un long recuit d'homogénéisation de plusieurs heures peut conduire à une complète dissolution des particules de la seconde phase β formée lors de la précipitation discontinue.

2. METHODES EXPERIMENTALES

Les alliages en question ont été préparés par fusion sous atmosphère inerte (Argon) à partir de l'aluminium (3NAL) et du Zinc (4N₅ Zn) très purs. Les lingots obtenus ont subi un premier recuit d'homogénéisation pendant 2 jours à T=350°C, suivi d'un deuxième recuit d'homogénéisation pendant 21 jours à T= 400°C et d'une trempe dans une solution méthanol-sel-glace à T= -10°C. Pour la mise en évidence de l'effet de la température on a choisi deux températures de vieillissement de 75°C et 160°C et pour l'effet de la déformation plastique à froid plusieurs échantillons à différents taux de déformation ont été utilisés. Afin que les échantillons ne subissent pas d'oxydation lors des traitements de recuit, un ensemble de recuit sous vide à été conçu. Le réactif utilisé est une solution se composant de 15 ml d'acide fluorhydrique, 15 ml d'acide nitrique et 30 ml de glycérine dont la durée d'attaque est de 10 à 30 secondes. Les techniques d'analyse utilisées à cet égard sont: la microscopie optique, la diffraction des rayons X et la dureté Vickers (HV).

3. RESUTATS ET DISCUSSION

3.1. Vieillissement à 75°C

L'évolution structurale lors du vieillissement à 75°C et pour une durée de maintien de 22 heures de l'alliage Al-15at.%Zn a montré pour les échantillons dont le taux de déformation est compris entre 45 et 55 % une précipitation discontinue localisée essentiellement le long du joint de grain (fig. 2a), par contre dans les échantillons à taux de déformation inférieur à 45 % et supérieur à 55 % soit elle se développe très lentement et en interaction avec la recristallisation, soit elle est totalement absente (fig. 2b et fig. 2c).

Cependant il est certain que si la recristallisation se produit à basse température de vieillissement, elle élimine considérablement les défauts favorisant la précipitation et l'effet de la déformation n'est plus marquée à cette température.

L'apparition du précipité dans les échantillons à taux de déformation compris entre 45 % et 55 % est vraisemblablement à une faible interaction entre la précipitation discontinue et la recristallisation. Donc la déformation plastique ne favorise pas la précipitation discontinue surtout à basse température dans l'alliage Al-15 at.% Zn. Elle n'est pas un facteur principal contribuant à la stimulation du précipité dans ce type d'alliage. La meilleure contribution au durcissement structurel s'est avérée être celle de la phase intermédiaire, vu la taille de ses particules et leur degré de dispersion dans la matrice, l'alliage s'adoucit et ses propriétés baissent d'avantage avec le précipité d'équilibre (fig. 3).

La figure 4 montre le début de développement du mécanisme S (double couture), qui est le plus dominant dans ce type d'alliage et à cette température. De même les spectres de diffraction des rayons X confirment l'apparition d'une deuxième phase lors du recuit à 75°C (fig.5).

3.2. Vieillissement à 160 °C

Cas de l'alliage Al-15 at.%Zn

Contrairement à la température de vieillissement de 75 °C, la densité importante de dislocations introduite par déformation plastique dans l'alliage en question, ainsi que la température de vieillissement de 160°C ont pu stimuler le processus de diffusion et de croissance du précipité lamellaire dans tous les échantillons quelque soit leur taux de déformation (fig.6a, fig.6b et fig.6c). Cependant l'effet de la température et du taux de déformation est très clair, car le processus de germination est beaucoup plus accéléré pour les taux de déformation élevés.

Par conséquent la température de 160°C a favorisée uniquement la précipitation discontinue, se développant par diffusion à partir des joints de grain. Le prolongement de la durée de recuit jusqu'à 172 heures a conduit à un blocage de la croissance du précipité et cela est vraisemblablement à la décomposition spinodale, car à ce stade aucune recristallisation n'a été observée, de même la figure 7 montre l'adoucissement de l'alliage confirmant ainsi l'apparition de la phase précipitée d'équilibre.

Cas de l'alliage Al-30 at.%Zn

Pour l'alliage Al-30 at.%Zn on a choisi deux types d'échantillons, les premiers ont subi une déformation plastique à froid avant le traitement d'homogénéisation à 400°C et les seconds sont déformés après le traitement d'homogénéisation aussi à 400°C.

Premier cas: Déformations avant homogénéisation

La figure 8 illustre les microstructures après vieillissement à 160 °C des échantillons déformés avant l'homogénéisation et vieillit à 160°C.

On remarque que:

a/ La précipitation discontinue se développe dans tous les échantillons et l'effet du taux de déformation est clair, puisque la quantité du précipité augmente avec l'augmentation de taux de déformation plastique (Fig.8).

b/ La précipitation cellulaire à l'intérieur du grain est possible, et la quantité de précipité augmente aussi avec l'augmentation des sites de dislocations (Fig.8C). Elle est due à une formation de sous-grains après les traitements thermomécaniques, c'est à dire, après déformation plastique et traitement de recuit à 400 ° C.

c/ On peut constater qu'il y'a compétition entre la réaction de recristallisation et de précipitation à partir d'un taux de 35% de déformation plastique (Fig.8b). D'autre part, pour ce cas, l'évolution de la dureté est représentée par la fig.9. On peut observer que la plupart des courbes (1, 2, 3, 4 et 5) sont caractérisés par une dureté maximale pendant la première phase du vieillissement, il est probablement dû à la précipitation générale des GP zones. La dureté commence à diminuer lentement après la prolongation du temps de vieillissement.

Deuxième cas: Déformations après homogénéisation

Dans cette partie les échantillons sont déformés après homogénéisation à 400°C, ensuite vieillit à 160°C. La figure 10 met en évidence les remarques suivantes :

a/ La précipitation discontinue se produit uniquement pour des taux de déformation plastique faible (fig.10a)

b/ Pour des taux de déformation plastique élevés, il y'a absence de la précipitation discontinue et la structure est caractérisée par des bandes de glissement (Fig.10c) et cette structure reste invariable même après prolongement du vieillissement (Fig.10d).

c/ Le mécanisme de recristallisation est observé pour faible degré de déformation plastique de 23% à 51% et cette réaction se produit après la précipitation discontinue (Fig.10b).

La même évolution de la dureté est observée dans ce deuxième type d'échantillons (Fig. 11). La diffraction des rayons X a révélé la présence de deux phases (le précipité β et la phase d'équilibre α) (fig. 12).

3.3. Dissolution du précipité lamellaire

La température de recuit de 295 °C a conduit une dissolution contrôlée par une diffusion en volume avec immobilité du joint de grain (fig.13), donc le mode de dissolution continu est le plus probable dans ce type d'alliage et à cette température.

La dissolution est accompagnée d'un durcissement de l'alliage sans aucun changement de la taille des grains (fig.14). Cependant le temps de maintien optimal pouvant conduire à une dissolution complète peut-être estimé plus exactement par diffraction des rayons X.

4. CONCLUSION

L'évolution structurale lors du vieillissement de l'alliage Al-15 at.%Zn à T=75°C a montré une précipitation discontinue localisée principalement sur les joints de grain et uniquement dans les échantillons à taux de déformation compris entre 45% et 55%, par contre le vieillissement des échantillons à taux de déformation inférieur à 45% et supérieur à 55% a conduit respectivement à une interaction précipitation-recristallisation et à une absence de la réaction de précipitation. Cependant le mécanisme S et le plus dominant dans ce type d'alliage.

Contrairement à la température de 75°C, le vieillissement à 160°C a pu stimuler la précipitation discontinue à partir des joints de grain dans tous les échantillons des alliages Al-15 at.%Zn et Al-30 at.%Zn quelque soit leurs taux de déformation, de même la contribution de la déformation plastique et de la température dans l'accélération du

processus de la précipitation est très clair, car il est beaucoup plus accéléré pour les taux de déformation élevés.

Cependant le prolongement de la durée de recuit a conduit à un blocage de la croissance du précipité et cela est du vraisemblablement à la décomposition spinodale.

Pour les deux températures de vieillissement, la meilleure contribution au durcissement de l'alliage s'est avérée celle de la phase intermédiaire et avec l'apparition du précipité d'équilibre l'alliage s'adoucit.

BIBLIOGRAPHIE

1. J.D.Verhoeven., Fundamentals of Physical Metallurgy, p.44, (1942)
2. W.Gust., Phase Transformations, vol.1, serie 3, N° 11, (1987)
3. S.V.Sudareva, T.P.Krinitcina, Ye.P.Romanov and all., F.Z.Metal, Metallov N°3, p.127-131, (1991)
4. N.K.Gobran, F.M.Mansy, S.S.Hansa., Phys.Status.Solid., AG2 (1), p.81, (1983)
5. S.M.I.Abadou, Doktorarbeit., suez canal university Port Said, (1987)
6. A.Guinier and I.Jacqnet., Rev.Met, 41, (1944)
7. M.S.Sulonen., Ann.Acad.Cient Fennicar, A.VI4, (1997).
8. H.Kreye and E.Hornbogen, J.Meter.Sci., p. 84, (1970).
9. I.Manna and S.K.Pabi, J.Mater.Sci, 9, p.1226-1228, (1990).
10. I.Manna, S.K.Pabi, and W.Gust, J.Mater.Sci, 26, p. 4888-4892, (1991).
11. I.Manna, S.K.Pabi, and W.Gust, J.Mater.Sci, 13, p. 62-64, (1994).
12. A.Guinier, Solid State Phys., 9, p.293, (1959).
13. G.D.Preston, Roc.roy.soc., A.167, p.526, (1938).
14. E.P.Butler, V.Ramasvamy and P.R.Swann, Acta. Met., 21, p. 517, (1973).
15. A.Pawlawski, P.Zieba and P.R.Swann, Acta. Met., 21, p. 253, (1973).
16. I.Manna, Z.Metallk., 32, p.96-98, (1991).
17. J.R.Anantharaman, V.Ramasvany and E.P.Butler, J.Mater.Sci, 9, p. 240-244, (1974).
18. A.Pawlawski, and P.Zieba, J.M.Aarch.Metall., 31, p.287-304, (1986).
19. J.Singh, S.Lele and S.Ramganathan, Z.Metallk. 72, p.464-475, (1981).
20. J.Singh, S.Lele and S.Ramganathan, J.Mater.Sci., 15, p.2010-2016, (1980).
21. A.Pawlawski and R.Zieba, Mater.Sci.Eng. A, 108, p. 9-17, (1989).
22. G.Lutjering and S.Weissmann, Acta. Met., 18, p. 785, (1970).
23. J.Peterman, E.Hornbogen, Z.Metallk. 59, p.2757, (1968).
24. K.N.Tu and D.Turbull, Acata. Met., 15, p. 369, (1967).
25. R.A.Fournelle and J.B.Clark, Met.Trans., 3, P.2757, (1972)
26. J.Peterman, E.Hornbogen, Z.Metallk. 59, p.2757, (1968).
27. S.E.Bauman, J.Michael and D.B.Williams, Acta. Met., 29, (1981).
28. R.Zieba and A.Pawlawski, Mater.Sci.Eng. A, 187, p.57-63, (1990).
29. A.Pawlawski and R.Zieba, Mater.Sci.Eng. A, 108, p. 9-17, (1989).
30. A.Pawlawski and W.Truszkowski, Acta. Met., 30, p. 37-50, (1982).
31. M.S.Sulonen, Acta.Met. 8, p. 7

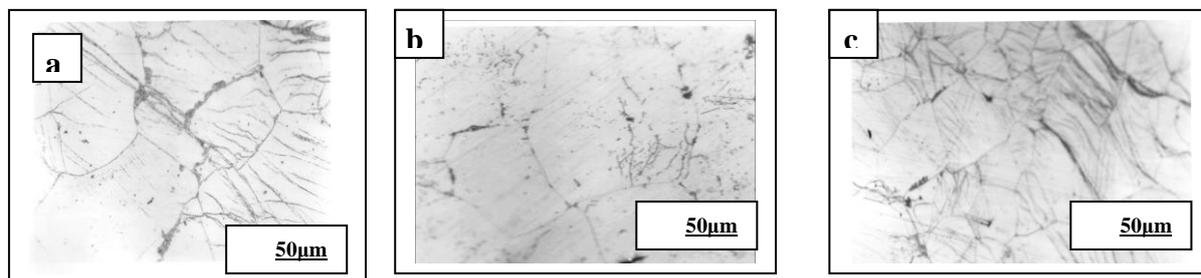


Figure.2 Evolution structurale de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55% (a), de 20% (b) et de 72% (c), ensuite vieilli à 75°C pendant 22 heures.

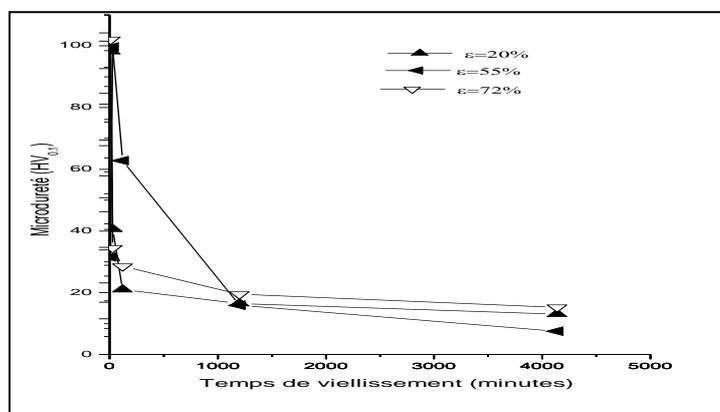


Figure.3 Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55%, de 20% et de 72%, ensuite vieilli à 75°C pendant 22 heures.

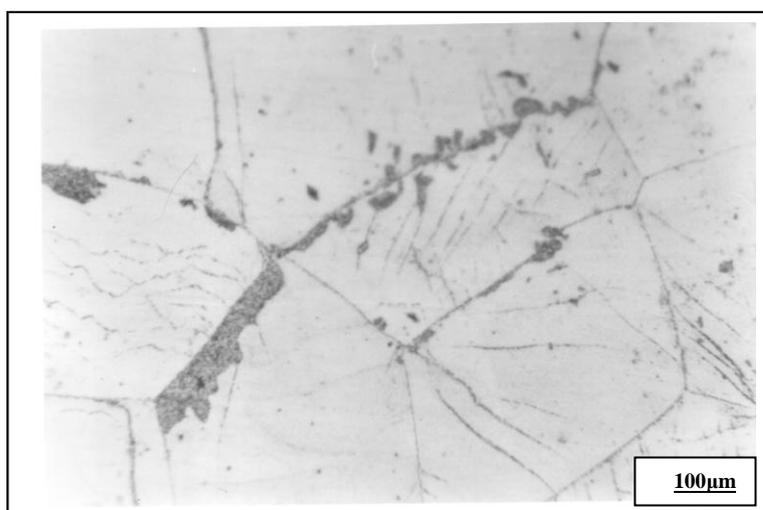


Figure.4 Mise en évidence du mécanisme S dans l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55%, ensuite vieilli à 75°C pendant 22 heures.

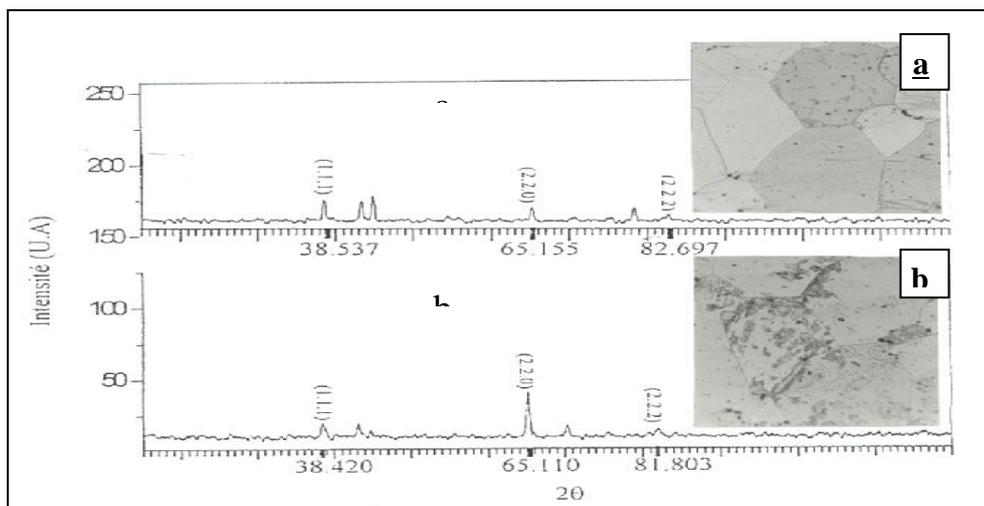


Figure.5 Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55% (a), ensuite vieilli à 75°C pendant 22 heures (b).

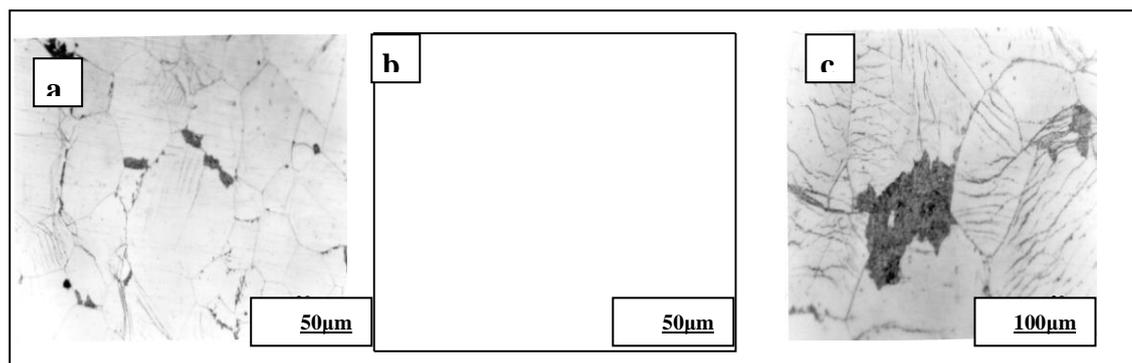


Figure.6. Evolution structurale de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55% (a), de 20% (b) et de 72% (c), ensuite vieilli à 160°C pendant 22heures

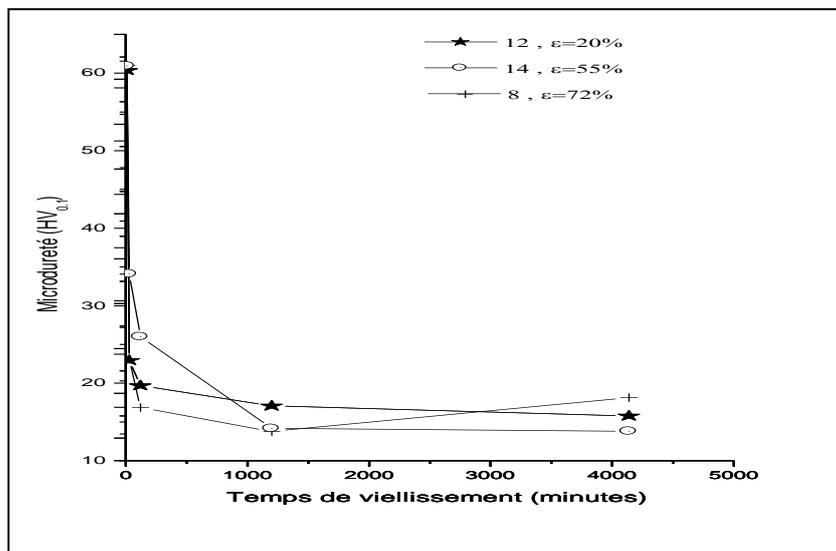


Figure7. Evolution de la dureté HV de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 55%, de 20% et de 72%, ensuite vieilli à 160°C pendant 22 heures.

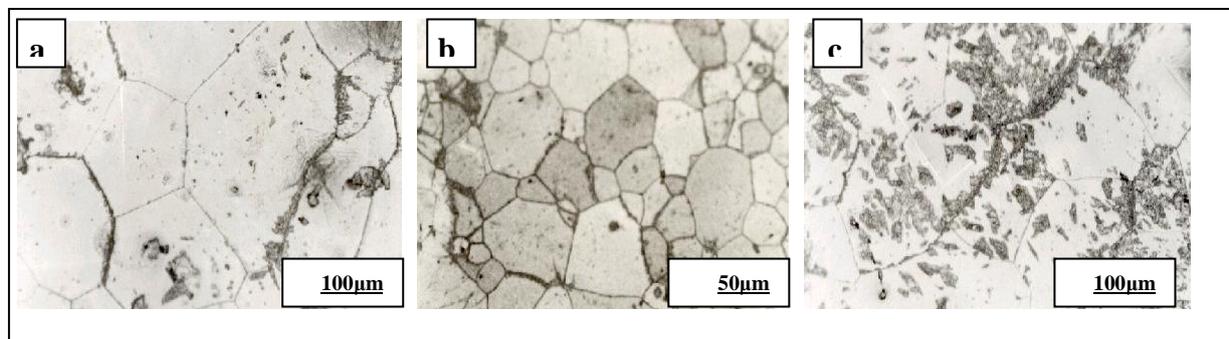


Figure.8 Evolution structurale de l'alliage Al-30 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de (a : 36%, b : 48% et c: 76%) avant homogenisation ensuite vieilli à 160°C pendant 22heures.

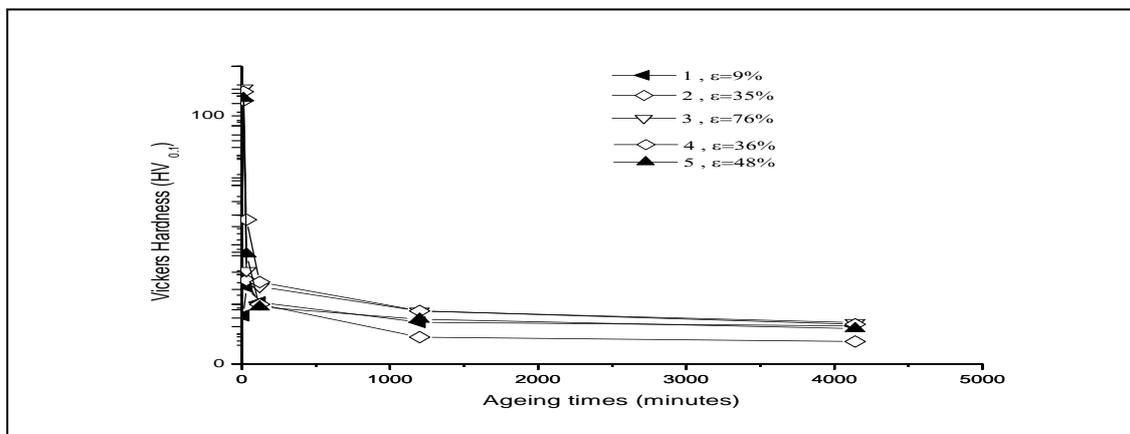


Figure.9 Evolution de la dureté HV de l'alliage Al-30at.%Zn, déformé ensuite homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, ensuite vieilli à 160°C

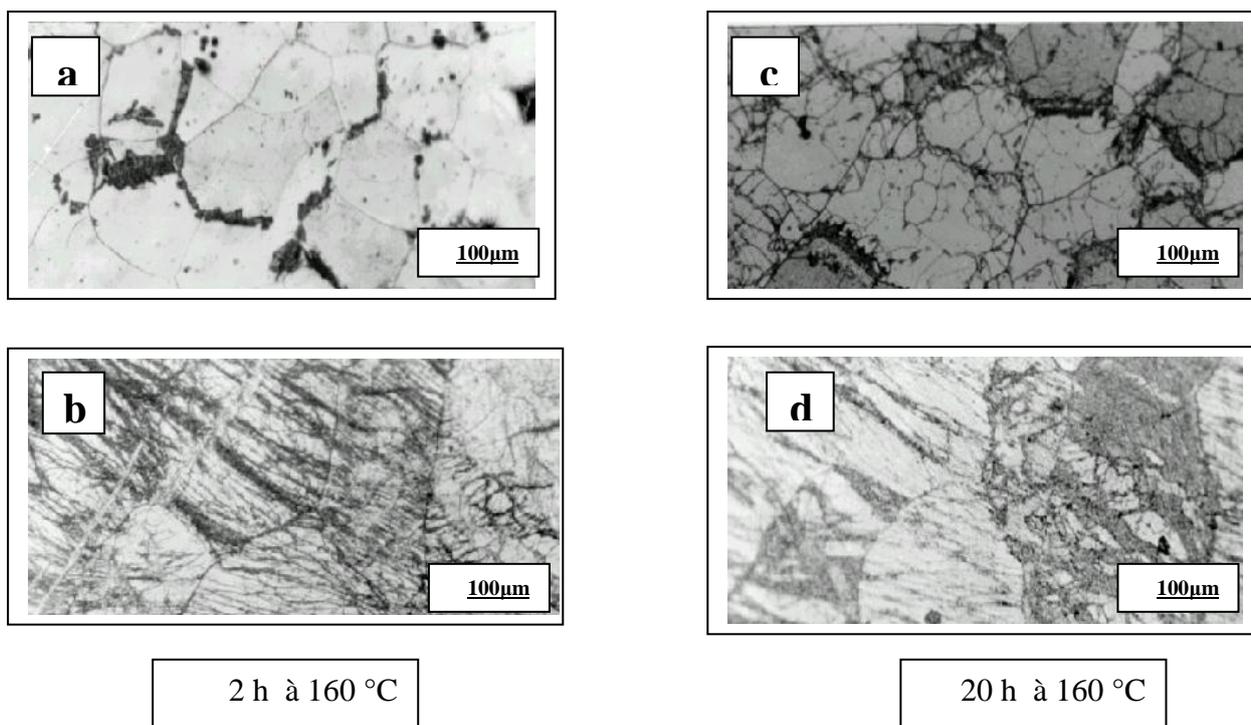


Figure.10 Evolution structurale de l'alliage Al-30at.%Zn, homogénéisé, déformé (a, b : 43%, and c, d: 65%) ensuite recuit à 160°C.

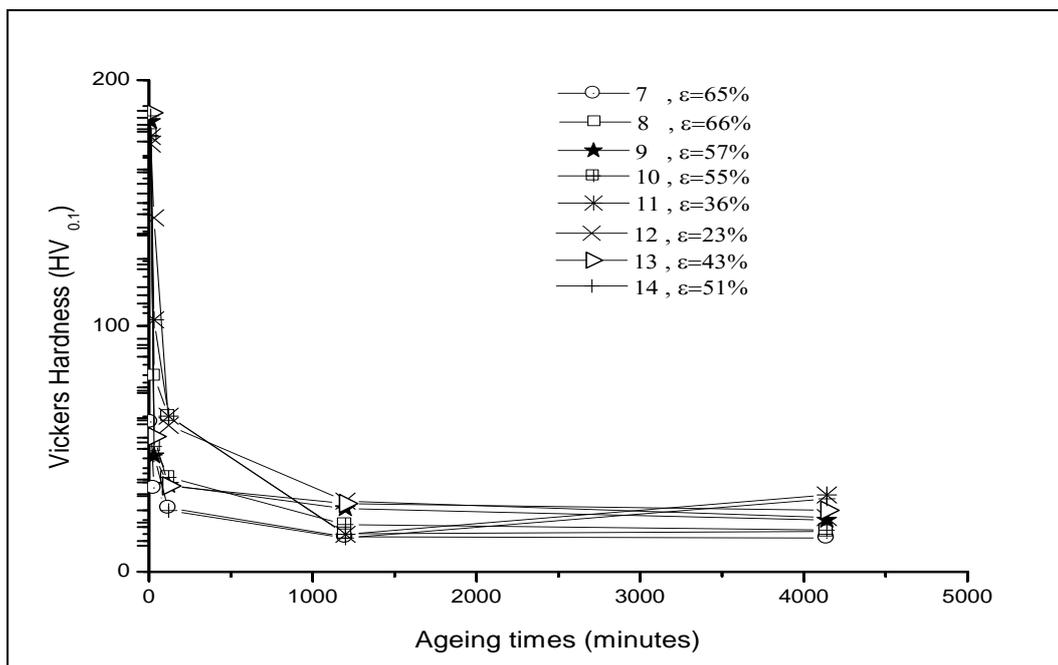


Figure.11 Evolution de la dureté HV de l'alliage Al-30at.%Zn, homogénéisé, déformé, ensuite recuit à 160°C.

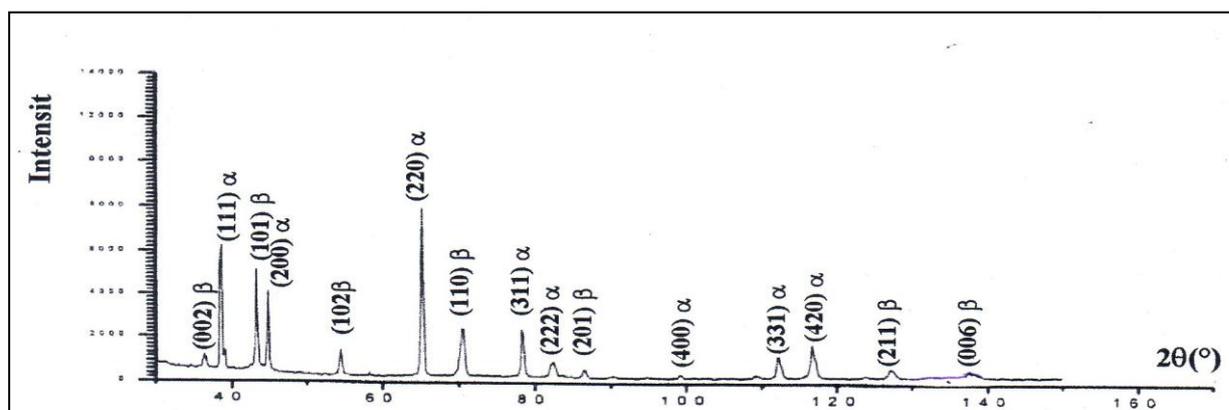


Figure 12. Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-30 at.% Zn homogénéisé, déformé, ensuite recuit à 160°C pendant 60 heures.

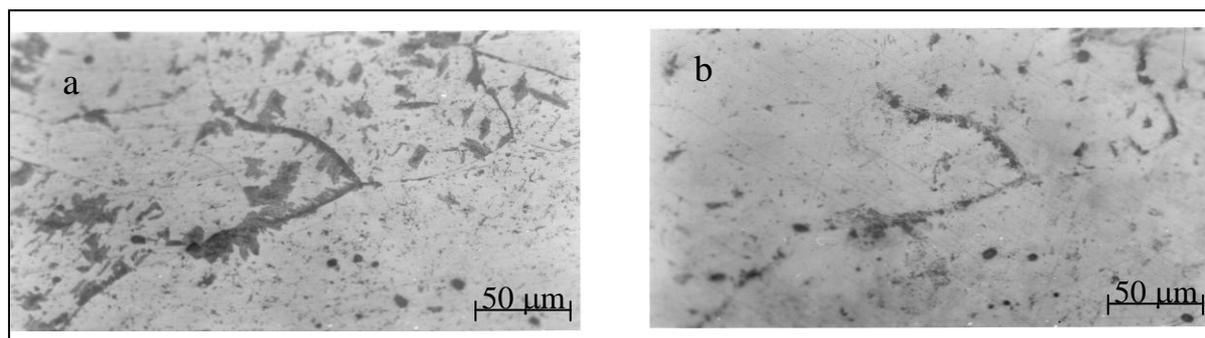


Figure.13 Evolution structurale de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 2 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 48%, ensuite vieilli à 160°C pendant 22 heures (a) et enfin recuit à 295°C pendant 15 minutes (b).

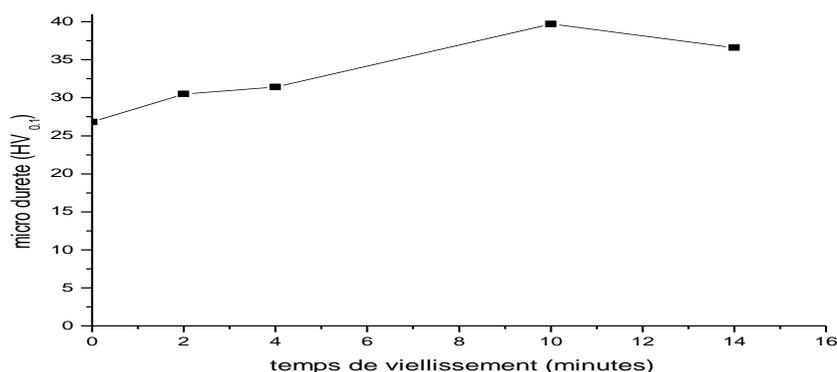


Figure.14 Evolution de la microdureté HV de l'alliage Al-15 at.%Zn homogénéisé pendant 21 jours à 400°C, trempé dans le méthanol-sel-glace à -10°C, déformé de 48%, ensuite vieilli à 160°C pendant 22 heures et enfin recuit à 295°C pendant 15 minutes.