

## Conditions d'utilisation des contenus du Conservatoire numérique

1- [Le Conservatoire numérique](#) communément appelé [le Cnum](#) constitue une base de données, produite par le Conservatoire national des arts et métiers et protégée au sens des articles L341-1 et suivants du code de la propriété intellectuelle. La conception graphique du présent site a été réalisée par Eclydre ([www.eclydre.fr](http://www.eclydre.fr)).

2- Les contenus accessibles sur le site du Cnum sont majoritairement des reproductions numériques d'œuvres tombées dans le domaine public, provenant des collections patrimoniales imprimées du Cnam.

Leur réutilisation s'inscrit dans le cadre de la loi n° 78-753 du 17 juillet 1978 :

- la réutilisation non commerciale de ces contenus est libre et gratuite dans le respect de la législation en vigueur ; la mention de source doit être maintenue ([Cnum - Conservatoire numérique des Arts et Métiers - https://cnum.cnam.fr](#))
- la réutilisation commerciale de ces contenus doit faire l'objet d'une licence. Est entendue par réutilisation commerciale la revente de contenus sous forme de produits élaborés ou de fourniture de service.

3- Certains documents sont soumis à un régime de réutilisation particulier :

- les reproductions de documents protégés par le droit d'auteur, uniquement consultables dans l'enceinte de la bibliothèque centrale du Cnam. Ces reproductions ne peuvent être réutilisées, sauf dans le cadre de la copie privée, sans l'autorisation préalable du titulaire des droits.

4- Pour obtenir la reproduction numérique d'un document du Cnum en haute définition, contacter [cnum\(at\)cnam.fr](mailto:cnum(at)cnam.fr)

5- L'utilisateur s'engage à respecter les présentes conditions d'utilisation ainsi que la législation en vigueur. En cas de non respect de ces dispositions, il est notamment passible d'une amende prévue par la loi du 17 juillet 1978.

6- Les présentes conditions d'utilisation des contenus du Cnum sont régies par la loi française. En cas de réutilisation prévue dans un autre pays, il appartient à chaque utilisateur de vérifier la conformité de son projet avec le droit de ce pays.

NOTICE BIBLIOGRAPHIQUE

NOTICE DE LA REVUE	
Auteur(s) ou collectivité(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Auteur(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 193.-195.
Nombre de volumes	125
Cote	CNAM-BIB P 1329-B et P 1329-C
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Note	La collection comporte des lacunes : n°24; n°58; n°63; n°67; n°76-n°77
Notice complète	<a href="https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL?PPN=261820893&amp;RELTYPE=NT">https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL?PPN=261820893&amp;RELTYPE=NT</a>
Permalien	<a href="https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C">https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C</a>
LISTE DES VOLUMES	
	<a href="#">N°25 (1936)</a>
	<a href="#">N°26 (1937)</a>
	<a href="#">N°27 (1937)</a>
	<a href="#">N°28 (1937)</a>
	<a href="#">N°29 (1938)</a>
	<a href="#">N°30 (1939)</a>
	<a href="#">N°31 (1936)</a>
	<a href="#">N°32 (1938)</a>
	<a href="#">N°33 (1938)</a>
	<a href="#">N°34 (1938)</a>
	<a href="#">N°35 (1938)</a>
	<a href="#">N°36 (1938)</a>
	<a href="#">N°37 (1938)</a>
	<a href="#">N°38 ( 1938)</a>
	<a href="#">N°39 (1938)</a>
	<a href="#">N°40 (1939)</a>
	<a href="#">N°41 (1939)</a>
	<a href="#">N°42 (1939)</a>
	<a href="#">N°43 (1939)</a>
	<a href="#">N°44 (1939)</a>
	<a href="#">N°45 (1938)</a>
	<a href="#">N°46 (1940)</a>
	<a href="#">N°47 (1940)</a>
	<a href="#">N°48 (1940)</a>
	<a href="#">N°49 (1940)</a>
	<a href="#">N°50 (1940)</a>
	<a href="#">N°51 (1941)</a>
	<a href="#">N°52 (1941)</a>
	<a href="#">N°53 (1941)</a>
	<a href="#">N°54 (1941)</a>
	<a href="#">N°55 (1942)</a>
	<a href="#">N°56 (1942)</a>
	<a href="#">N°57 (1942)</a>
	<a href="#">N°59 (1942)</a>

	<a href="#">N°60 (1941)</a>
	<a href="#">N°61 (1942)</a>
	<a href="#">N°62 (1943)</a>
	<a href="#">N°64 (1943)</a>
	<a href="#">N°65 (1943)</a>
	<a href="#">N°66 (1943)</a>
	<a href="#">N°68 (1943)</a>
	<a href="#">N°69 (1943)</a>
	<a href="#">N°70 (1943)</a>
	<a href="#">N°71 (1943)</a>
	<a href="#">N°72 (1944)</a>
	<a href="#">N°73 (1943)</a>
	<a href="#">N°74 (1944)</a>
	<a href="#">N°75 (1944)</a>
	<a href="#">N°78 (1944)</a>
	<a href="#">N°79 (1944)</a>
	<a href="#">N°80 (1944)</a>
	<a href="#">N°81 (1944)</a>
	<a href="#">N°82 (1944)</a>
	<a href="#">N°83 (1944)</a>
	<a href="#">N°84 (1944)</a>
	<a href="#">N°85 (1944)</a>
	<a href="#">N°86 (1945)</a>
	<a href="#">N°87 (1945)</a>
	<a href="#">N°88 (1945)</a>
	<a href="#">N°89 (1945)</a>
	<a href="#">N°90 (1945)</a>
	<a href="#">N°91 (1945)</a>
	<a href="#">N°92 (1945)</a>
	<a href="#">N°93 (1945)</a>
	<a href="#">N°94 (1945)</a>
	<a href="#">N°95 (1946)</a>
	<a href="#">N°96 (1946)</a>
	<a href="#">N°97 (1946)</a>
	<a href="#">N°98 (1944)</a>
	<a href="#">N°99 (1945)</a>
	<a href="#">N°100 (1945)</a>
	<a href="#">N°101 (1946)</a>
	<a href="#">N°102 (1946)</a>
	<a href="#">N°103 (1946)</a>
VOLUME TÉLÉCHARGÉ	<a href="#">N°104 (1946)</a>
	<a href="#">N°105 (1946)</a>
	<a href="#">N°106 (1946)</a>
	<a href="#">N°107 (1947)</a>
	<a href="#">N°108 (1947)</a>
	<a href="#">N°109 (1947)</a>
	<a href="#">N°110 et 111 (1947)</a>
	<a href="#">N° 112 (1947)</a>
	<a href="#">N° 113 (1947)</a>
	<a href="#">N° 114 (1947)</a>
	<a href="#">N° 115 (1947)</a>
	<a href="#">N° 116 (1947)</a>
	<a href="#">N° 117 (1947)</a>
	<a href="#">N° 118 (1948)</a>
	<a href="#">N° 119 (1948)</a>
	<a href="#">N° 120 (1948)</a>
	<a href="#">N° 121 (1948)</a>
	<a href="#">N° 122 (1947)</a>

	<a href="#">N° 123 (1948)</a>
	<a href="#">N° 124 (1948)</a>
	<a href="#">N° 125 (1948)</a>
	<a href="#">N° 126 (1948)</a>
	<a href="#">N° 127 (1948)</a>
	<a href="#">N° 128 (1948)</a>
	<a href="#">N° 129 (1948)</a>
	<a href="#">N° 130 (1949)</a>
	<a href="#">N° 131 (1949)</a>
	<a href="#">N° 132 (1949)</a>
	<a href="#">N° 133 (1948)</a>
	<a href="#">N° 134 (1949)</a>
	<a href="#">N° 135 (1948)</a>
	<a href="#">N° 136 (1949)</a>
	<a href="#">N° 137 (1950)</a>
	<a href="#">N° 138 (1950)</a>
	<a href="#">N° 139 (1950)</a>
	<a href="#">N° 140 (1950)</a>
	<a href="#">N° 141 (1950)</a>
	<a href="#">N° 142 (1948)</a>
	<a href="#">N° 143 (1950)</a>
	<a href="#">N° 144 (1950)</a>
	<a href="#">N° 145 (1951)</a>
	<a href="#">N° 146 (1951)</a>
	<a href="#">N° 147 (1951)</a>
	<a href="#">N° 148 (1951)</a>
	<a href="#">N° 149 (1951)</a>
	<a href="#">N° 150 (1951)</a>
	<a href="#">N° 151 (1951)</a>
	<a href="#">N° 152 (1951)</a>
	<a href="#">N° 153 (1952)</a>
	<a href="#">N° 154 (1952)</a>
	<a href="#">N° 155 (1952)</a>

<b>NOTICE DU VOLUME TÉLÉCHARGÉ</b>	
Auteur(s) volume	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Volume	<a href="#">N°104 (1946)</a>
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 1946
Collation	1 vol. (p. [203-211]-IV p. de pl.) : ill. ; 27 cm
Nombre de vues	20
Cote	CNAM-BIB P 1329-C (19)
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Thématique(s)	Histoire du Cnam
Typologie	Revue
Langue	Anglais Français
Date de mise en ligne	10/04/2025
Date de génération du PDF	07/02/2026
Recherche plein texte	Disponible
Notice complète	<a href="https://www.sudoc.fr/039014541">https://www.sudoc.fr/039014541</a>
Permalien	<a href="https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-C.19">https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-C.19</a>

...

8. du 107

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
LABORATOIRE D'ESSAIS



BULLETIN  
DU  
LABORATOIRE D'ESSAIS  
1946 - N° 20

PUBLICATION N° 104

(Voir le sommaire au verso)

## SOMMAIRE

---

A. GUINIER et P. JACQUET — Etude du durcissement des  
alliages cuivre-glucinium .....



### ETUDE DU DURCISSEMENT DES ALLIAGES CUIVRE-GLUCINIUM

#### INTRODUCTION

Le durcissement structural se produit dans un alliage constitué par une solution solide qui, trempée depuis une température où elle est stable, est sursaturée à la température ordinaire. Par vieillissement à l'ambiante, ou par des revenus, on provoque un lent passage du métal à l'état stable, c'est-à-dire à un état à deux phases : l'une est la solution solide appauvrie en métal dissous et l'autre un précipité riche en ce dernier élément. On avait remarqué depuis longtemps, dans certains cas, que les propriétés mécaniques variaient, bien avant que le précipité soit perceptible au microscope : par exemple, la dureté avait déjà atteint sa valeur maximum sans que le microscope puisse déceler aucune modification de l'alliage.

De récentes études avec des techniques perfectionnées de rayons X [1] [2] ont mis en évidence, dans le cas des alliages aluminium-cuivre, que le durcissement était lié à des transformations du réseau cristallin de la solution solide, provoquées par des rassemblements des atomes dissous, ces déformations précédant et préparant, en quelque sorte, l'apparition du précipité sous sa forme définitive. Nous avons voulu étudier de ce même point de vue le durcissement de l'alliage cuivre-glucinium à 2 % de Gl dont la valeur très considérable confère un grand intérêt pratique à ces alliages.

Résumons rapidement le résultat des études antérieures sur ce système : la figure 1 donne le diagramme d'équilibre d'après les travaux les plus récents. La solubilité du

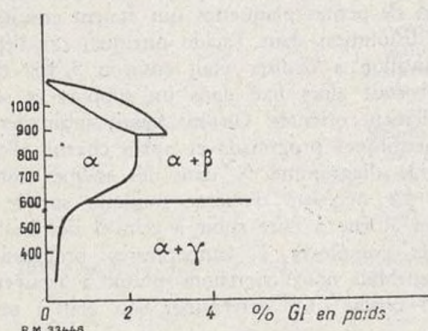


Fig. 1. — Diagramme d'équilibre Cu-Gl.

glucinium de 2,1 % à 865° tombe à une valeur très faible vers 300°. Si l'alliage renferme plus de 2,1 %, il contient, même à haute température, une petite proportion du constituant β. Les alliages à environ 2 % sont susceptibles de durcir après trempe à partir de 850° par revenu à température moyenne.

Les méthodes ordinaires de diffraction des rayons X (DEBYE-SCHERRER) qui avaient été employés par MASING, HOLM et DAHL [3], puis par TANIMURA et WASSERMAN [4], avaient permis de trouver la nature cristallographique

#### TECHNIQUES EMPLOYÉES

Nous avons fait l'étude des alliages Cu-Gl par des examens aux rayons X et au microscope. Mais les deux

de la phase précipitée (phase γ); d'autre part, ces auteurs avaient constaté que pendant les premiers stades du durcissement, les raies de diffraction de la solution solide (phase α) devenaient floues, ce dont on pouvait déduire que le cristal devait se déformer et être soumis à des tensions internes, mais sans pouvoir préciser ces déformations.

L'examen micrographique donnait des renseignements plus précis : MASING et DAHL en concluaient que le précipité se produisait dès le début du durcissement. Voici en effet quelles avaient été leurs observations [5].

Ces auteurs constatent qu'un certain réactif (sulfate de cuivre en solution ammoniacale) est sans action sensible sur l'alliage cuivre-glucinium trempé, tandis qu'il attaque les spécimens revenus à 350° en donnant des surfaces de plus en plus sombres à mesure que la dureté augmente. L'examen aux grossissements moyens montre que cette attaque est caractérisée par l'apparition dans la solution solide de stries colorées, orientées suivant des directions définies pour chacun des grains cristallins; ces stries deviendraient plus accusées et plus nombreuses lorsque la durée du revenu croît. Des systèmes de stries analogues se forment lorsque la durée du revenu croît. Des systèmes de stries analogues se forment sur les cristaux de la phase β. A partir du moment où la dureté commence à diminuer, les stries sont moins nettes et la surface des cristaux α devient de nouveau claire, bien qu'apparaisse une corrosion générale très marquée. On ne voit donc jamais nettement le précipité; mais MASING et DAHL interprètent les stries comme la marque d'une précipitation extrêmement fine suivant des plans cristallographiques définis. Par revenu plus prolongé, les fines particules se transforment en cristaux plus gros, mais encore trop petits pour être résolus, et l'attaque par le réactif devient irrégulière.

Les conclusions de MASING et DAHL sont donc conformes à l'ancienne théorie de MERICA sur le mécanisme du durcissement. Il résulte donc de ce travail que les phénomènes auraient été foncièrement différents dans le cas de l'aluminium-cuivre et du cuivre-glucinium. Certains auteurs distinguent maintenant deux types d'alliages susceptibles de durcissement [6.] Le premier, dont l'exemple le plus connu est le système Al-Cu pour lequel le durcissement à la température ordinaire n'est accompagné d'aucune précision visible, et le second comprenant Al-Mg et Cu-Gl, qui durcit en même temps qu'apparaît la précipitation d'une nouvelle phase. Il était donc intéressant de faire sur ce système une étude analogue à celle que nous avons faite sur le système aluminium-cuivre pour déterminer si cette distinction des alliages durcissants en deux classes était réelle.

techniques employées présentaient des avantages sur les procédés classiques.

## 1. EXAMEN MICROGRAPHIQUE.

Tous les spécimens ont été examinés après polissage électrolytique en utilisant la méthode décrite par l'un de nous pour la préparation des micrographies de suivre [7]. Pour les alliages laminés, l'échantillon après traitement thermique est recouvert sur toutes ses faces d'un dépôt de cuivre épais par électrolyse d'une solution acide de surface de cuivre, puis sectionné de telle façon qu'on peut examiner toute l'épaisseur de la planche. Ce mode opératoire est rendu nécessaire par le fait que, dans beaucoup de cas, nous avons pu observer une répartition non homogène des constituants  $\beta$ , ceux-ci faisant défaut au voisinage des deux faces ou même dans une grande portion de l'épaisseur de la planche. Par suite, l'examen en surface peut conduire à des conclusions erronées en ce qui concerne la présence ou l'absence de la solution solide  $\beta$ .

Avec les échantillons non travaillés à froid, qui ne présentent plus cette hétérogénéité, le polissage est réalisé sur les surfaces elles-mêmes afin de permettre la conservation de l'échantillon pour l'étude aux rayons X.

Le spécimen est dégrossi sur les papiers à potées d'émeri, puis subit le polissage anodique dans une solution aqueuse d'acide orthophosphorique à 1.000 g/litre, sous une tension comprise entre 1,8 et 1,9 volts. La surface ainsi obtenue est examinée aux divers grossissements jusqu'à 1.750 D qui constitue le maximum compatible avec le pouvoir de résolution de notre gamme d'objectifs. Dans certains cas, on étudie de nouveau la surface après attaque, soit anodique (dans les mêmes conditions que le polissage, mais sous 1,4 à 1,5 volts seulement), soit au moyen du réactif sulfhydrique [8].

## 2. EXAMENS AUX RAYONS X.

La méthode repose sur l'utilisation des « diagrammes de diffusion ». Le principe en est le suivant : la théorie élémentaire de la diffraction des rayons X par un cristal repose sur l'hypothèse que celui-ci a une périodicité parfaite. On en déduit que les rayons X ne peuvent être réfléchis que dans certaines directions. Ce qui se traduit par l'apparition sur le film de taches nettes et régulièrement disposées : ce sont les « taches de BRAGG ». Quand l'échantillon est polycristallin, l'ensemble des taches de BRAGG des cristaux élémentaires donne naissance à des anneaux (diagramme de DEBYE-SCHERRER). Mais en dehors des taches de BRAGG pour le monocristal, ou des anneaux DEBY-SCHERRER pour le métal polycristallin, il n'est prévu par la théorie qu'une diffusion très faible (effet COMPTON et effet de l'agitation thermique).

Au contraire, si le réseau est perturbé ou si, par suite des inégales répartitions de deux sortes d'atomes de l'alliage, la périodicité est rompue, il peut apparaître des zones de diffusion en dehors des directions prévues par la loi de BRAGG. Ce sont ces zones de diffusion que l'on cherche à enregistrer sur les « diagrammes de diffusion », alors que dans les diagrammes de diffraction ordinaires, on se borne aux taches de diffraction de BRAGG. Ces diffusions anormales sont d'intensité faible, aussi faut-il prendre un ensemble de précautions spéciales pour les observer, et la condition essentielle est d'opérer sur un monocristal. A partir des diagrammes, on déduit d'abord la répartition des zones de diffusion dans « l'espace réciproque du cristal » puis on détermine la distribution des atomes dans le réseau réel qui puisse en rendre compte. Il nous est impossible, sans sortir du cadre de cet article, d'entrer dans le détail de ces calculs basés sur la cristallographie géométrique et les théories de la diffraction des rayons X. D'ailleurs, cette question est traitée dans les mémoires suivants : [9] [10] [11]. En particulier, nous ferons de fréquents renvois à l'étude de

l'alliage aluminium-cuivre. Les mémoires [10] et [11] seront respectivement désignés par I et II.

## 3. ALLIAGES ÉTUDIÉS ET PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS.

Le métal que nous avons étudié était un alliage industriel à 2,3 % de  $\text{Cu}$  d'une assez bonne pureté ( $\text{Fe} : 0,2$ ;  $\text{Si} : 0,1$ ;  $\text{Mg} : 0,2$ ) (\*). Comme le diagramme le fait prévoir, il subsiste encore, à  $850^\circ$ , un peu de phase  $\beta$ . Notre but, dans ce travail, est d'étudier la décomposition de la phase  $\beta$  et la phase  $\beta$  ne joue pas de rôle essentiel dans le mécanisme de cette décomposition. Nous avons d'ailleurs étudié également un alliage moins concentré, à 1,9 % qui pouvait être rendu homogène : aucune différence notable n'est apparue entre les comportements des deux alliages pour la transformation de la phase  $\alpha$ .

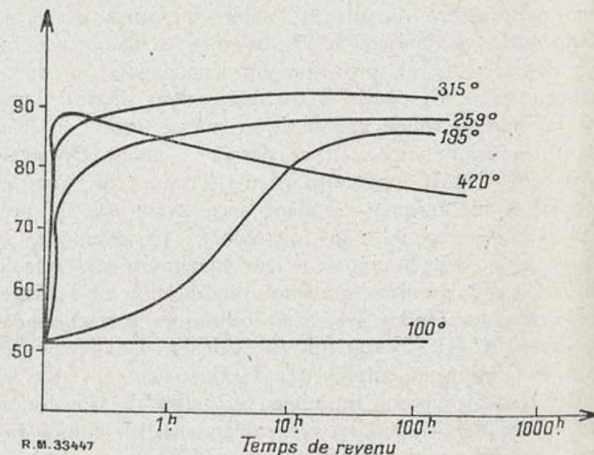


Fig. 2. — Courbes de dureté en fonction du revenu.

Comme nous l'avons signalé, il est indispensable pour l'étude des diagrammes de diffusion, d'opérer sur un monocristal. Nous avons préparé ces gros cristaux (taille de l'ordre de  $1/2 \text{ cm}^2$ ) par fusion sous vide du métal suivie d'une solidification lente. L'alliage était maintenu pendant 24 heures à  $850^\circ$  pour l'homogénéiser autant que possible, puis trempé à l'eau. On découpait alors avec précaution de petites plaquettes qui étaient ensuite amincies par dissolution dans l'acide nitrique, car l'épaisseur de l'échantillon à réaliser était environ  $5/100$  de mm. Le cristal était alors fixé dans un support et ses axes convenablement orientés. On lui faisait subir des traitements thermiques progressifs et après chacun d'eux, on reprenait le diagramme X dans les mêmes conditions qu'avant. La nécessité d'opérer toujours sur le même échantillon amène à faire subir à celui-ci des traitements thermiques complexes à températures progressivement croissantes. Mais nous cherchons plutôt à trouver l'évolution du cristal qu'à déterminer son état à un stade précis.

Nous avons constaté que les cristaux que nous avons pu préparer étaient toujours formés de petites cristallites juxtaposées dont les axes avaient des orientations pouvant varier de  $1$  à  $2^\circ$  pour les meilleurs, mais souvent les écarts atteignaient  $6^\circ$ . D'ailleurs quand il apparaît sur les micrographies des lignes parallèles à un plan cristallin, on constate que celles-ci sont quelque peu sinuées (fig. 17). La structure mosaïque de ces cristaux de solution solide est bien plus accusée que celle que nous avons rencontrée dans les alliages aluminium-cuivre, ou aluminium-argent. Il n'est pas douteux que la nature des atomes de métaux solvant et soluté a une influence spécifique

(\*) Cet alliage nous a été aimablement donné par la Société Alais, Froges et Camargue, à laquelle nous adressons nos vifs remerciements.

à ce point de vue. Du point de vue expérimental, ceci est un inconvénient, car le domaine angulaire où se produit la réflexion sélective est très grand.

Les structures que l'on peut mettre en évidence sont, en gros, très analogues dans les spécimens polycristallins et dans les monocristaux renfermant 2,3 ou 1,9 % de Gl.

### DURETÉ ET STRUCTURE MICROGRAPHIQUE DE L'ALLIAGE A DIVERS STADES DE REVENU

Pour déterminer les zones de température où se produit la transformation de la solution sursaturée, nous avons établi les courbes de variations de la dureté de l'alliage étudié en fonction de la durée et de la température de revenu. Ces mesures ont été faites sur des échantillons découpés dans une tôle de 1 mm et préalablement traités dans le vide 14 heures à 850° puis trempés à l'eau

Cependant, et mis à part l'absence de constituant  $\beta$  dans l'alliage le moins riche, la précipitation du constituant  $\gamma$  présente pour l'alliage polycristallin certaines particularités qui tiennent à la présence de nombreuses limites cristallines faisant évidemment défaut dans les spécimens à très gros cristaux.

(fig. 2).

A 100°, le durcissement ne se produit pas pratiquement : il est lent à 200° et très rapide au-dessus de 250°.

Cette même série d'échantillons a été examinée au microscope après polissage électrolytique suivant la technique décrite plus haut. Le tableau I donne l'ensemble des résultats des observations micrographiques.

SPÉCIMEN N°	TRAITEMENT	DURETÉ ROCKWELL 30 T.	ASPECTS DE LA SECTION AUX FORTS GROSSISSEMENTS APRÈS :			FIGURES
			Polissage anodique seul	Polissage anodique suivi d'attaque anodique	Polissage anodique suivi d'attaque au sulfhydrate	
1	Trempé 835°	50	Constituants $\beta$ homogènes, solution solide $\alpha$ homogène. Limites intercrystallines non révélées.	Les constituants $\beta$ sont gravés par formation de piqûres. Mise en évidence de certaines limites intercrystallines.	Mise en évidence de nombreux cristaux mûlés. Colorations homogènes des cristaux.	3 et 4 Pl. I
2	Id. + 3 h. à 189°	65	Stries très nettes mais extrêmement faibles dans les constituants $\beta$ . Solution homogène. Limites intercrystallines non révélées.	Stries dans $\beta$ bien visibles. Attaque de certaines limites intercrystallines.	Stries dans $\beta$ bien visibles par leurs colorations.	
3	Id. + 24 h. à 190°	82	Stries dans $\beta$ bien visibles (3 systèmes orientés à 60°). Solution $\alpha$ homogène. Limites intercrystallines non révélées.	Au voisinage de certains constituants $\beta$ systèmes de stries orientées dans les cristaux $\alpha$ , qui ont tendance à envahir tout le cristal.	Les stries dans $\beta$ sont bien visibles par leurs colorations différant de celles du reste du cristal.	
4	Id. + 30 min. à 250°	80	Id.	Même aspect, mais les systèmes de stries paraissent moins fréquents.	Même aspect.	5 - Pl. I
5	Id. + 24 h. à 250°	88	Systèmes de stries et de bandes diffuses orientées sur la totalité des cristaux. Beaucoup de limites intercrystallines sont révélées.	Les stries sont visibles dans tous les cristaux	Les stries et les bandes prennent des colorations qui permettent de les révéler avec une grande netteté.	6 - Pl. I
6	Id. + 15 min. à 300°	87	Mêmes aspects, mais les systèmes striés semblent moins fréquents. La majorité des limites intercrystallines sont révélées.		Les stries et les bandes diffuses sont visibles dans tous les cristaux.	7 et 8 Pl. I
7	Id. + 4 h. à 315°	91,5	Précipité de constituants $\gamma$ non orientés sur beaucoup de limites intercrystallines. Stries et bandes diffusent dans tous les cristaux $\alpha$ .		Aucune particularité autre que celles révélées directement après polissage.	9 - Pl. II
8	Id. + 21 h. à 315°	91,5	Le précipité de constituants $\gamma$ apparaît dans les cristaux $\alpha$ autour de certaines limites et de certains éléments $\beta$ . Dans $\alpha$ les stries et bandes sont extrêmement nettes.			
9	Id. + 4 h. à 440° ou 2 h. à 450°	82,5	Les amas de constituants $\gamma$ possèdent une structure lamellaire. Précipité $\gamma$ en éléments très fins sur les bandes et encore plus fins entre les bandes.			11, 12 et 13 Pl. II



## ÉTUDE DE LA TRANSFORMATION DU CRISTAL DE SOLUTION SOLIDE

Munis de ces données de base, nous avons entrepris l'étude aux rayons X de l'évolution d'un monocristal. Nous allons décrire la série de diagrammes réalisés et en donner l'interprétation en nous référant en outre aux aspects micrographiques de la phase décrite dans le tableau I et confirmés d'ailleurs dans certains cas sur les monocristaux eux-mêmes.

### 1. PREMIER STADE DE LA PRÉCIPITATION :

#### RASSEMBLEMENT DES ATOMES DE GLUCINIUM.

Un revenu à des températures jusqu'à 100° ne fait subir aucun changement à l'alliage : la dureté garde une valeur constante :  $\Delta = 50$  (\*). A 160°, le durcissement commence ( $\Delta = 65$  au bout de 20 h.). Cependant, aucune particularité n'apparaît encore sur les diagrammes de diffusion; de même à la micrographie, les cristaux gardent un aspect homogène. C'est là un fait que nous avons déjà signalé pour l'alliage aluminium-cuivre : les propriétés mécaniques changent avant que les modifications du cristal aient un effet sensible sur la diffusion des rayons X; cela se comprend aisément, étant donné que les diffusions anormales dans les cas les plus favorables sont encore d'intensité très faible.

Le premier diagramme intéressant est donné par l'alliage recuit 8 h. à 190° ( $\Delta = 75$ ). Le cristal étant orienté de façon que les rayons X incidents soient parallèles à l'axe [100], il apparaît au centre du diagramme deux traînées symétriques respectivement parallèles à [010] et [001] (fig. 23, pl. III). Nous retrouvons donc, dans ce cas, le phénomène qui caractérise la première phase de la précipitation des alliages aluminium-cuivre : ces zones de diffusion au centre du diaphragme correspondent à de petits noyaux plats dispersés dans la solution solide, parallèlement aux faces du cube de cristal, dont la composition diffère de la composition moyenne. Nous admettrons donc que les atomes de glucinium se ressemblent

ralement qu'un seul plan ou deux plans voisins. En effet, on trouve expérimentalement que l'intensité réfléchie par ces petites portions de plans ne décroît pas rapidement quand augmente l'angle que les rayons incidents font avec ces plans (I, p. 224). Mais l'enrichissement de certains plans réticulaires en atomes de glucinium, dont le diamètre est inférieur à celui de l'atome de cuivre, doit provoquer des déformations de la maille. Ceci est révélé par les diagrammes de diffusion donnés par le cristal oscillant dont on déduit la répartition des zones de diffusion dans l'espace réciproque (II, p. 125). Les zones sont des gaines cylindriques de faible diamètre entourant les rangées parallèles aux arêtes du cube : elles ont donc la même disposition que dans les alliages Al-Cu : elles sont surtout visibles dans la première maille du réseau réciproque. L'une d'elles, par exemple, joint le centre au nœud 200; on constate en plus que l'intensité baisse brusquement quand on dépasse ce nœud vers 400 (c'était le contraire dans le cas de Al-Cu) : d'une façon générale, les zones de diffusion à partir d'un nœud du réseau réciproque sont plus intenses du côté du plan de coordonnées, perpendiculaires à la direction de la zone considérée (fig. 24 a, pl. IV).

Il faut maintenant déduire de ce résultat expérimental un schéma de la disposition du réseau réel qui rende compte des faits observés. On admet (Cf. II, p. 127) à la fois des irrégularités du pouvoir diffusant des plans [100] successifs et des distances entre deux plans voisins. Un plan riche en atomes de glucinium, dont le pouvoir diffusant est très faible à cause de son petit nombre atomique, donne naissance à une onde diffusée négligeable vis-à-vis de celles provenant de plans d'atomes de cuivre. Donc, quand un plan de glucinium s'intercale entre deux plans de cuivre, on peut dire en première approximation que la distance des deux plans de cuivre

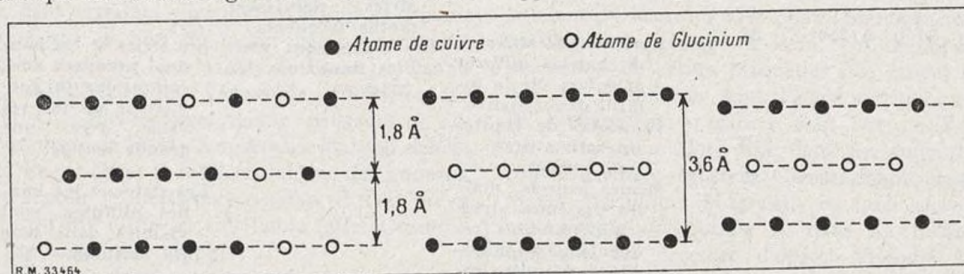


Fig. 19

1. Solution solide homogène.

2. Solution solide avec rassemblement d'atomes de glucinium.

3. Rapprochement des plans réticulaires après le rassemblement des atomes de glucinium.

en taches sur des plans [100] dispersés au hasard dans le cristal. Comme nous l'avons montré (I, p. 222), on peut déduire de la longueur des traînées symétriques le diamètre de ces taches, tout au moins leur ordre de grandeur. On trouve ainsi pour un alliage à 2,3 % recuit 14 h. à 190°, 150 Å. Pour un autre alliage (1,9 %) recuit 20 h. à 200°, on trouve 280 Å. Les atomes de glucinium ainsi rassemblés restent aux nœuds du réseau de la solution solide; car sur les diagrammes, des traînées sont visibles à partir des taches de diffraction dues à la solution solide (I, p. 230). D'ailleurs des atomes de cuivre sont très probablement mêlés aux atomes de glucinium dans les amas, mais ils sont irrégulièrement disposés. Ces zones hétérogènes sont très minces, ne comportant géné-

joue le rôle de distance interréticulaire : elle serait 3,60 Å (c'est-à-dire deux fois la distance interréticulaire (100) du cuivre), si le réseau n'était pas perturbé. En réalité, on ne trouve pas de zones de diffusion correspondant à une distance précise de 3,60 Å : cela signifie donc que les plans de cuivre ne se trouvent plus à une distance fixe : ils se rapprochent légèrement parce que l'atome de glucinium est plus petit que celui de cuivre (fig. 19). La présence de ces plans situés à des intervalles irréguliers, mais toujours plus grands que la distance normale de deux plans de cuivre voisins, explique que la zone de diffusion n'a pas même intensité des deux côtés d'un nœud, mais qu'elle est plus forte du côté qui correspond aux plus grandes mailles.

L'aspect micrographique du cristal à ce stade de son évolution est analogue à celui de la figure 5. On com-

(\*) Echelle Rockwell 30 T.

mence à distinguer des hétérogénéités dans la phase  $\alpha$ , mais elles sont complètement invisibles sur la face polie et n'apparaissent que par une attaque anodique ou bien par formation de films très minces de sulfure. Ce sont des stries parallèles réparties en plusieurs systèmes visibles aux plus forts grossissements et presque toujours concentrés au voisinage immédiat des constituants  $\beta$ , ce qui

l'emplacement de la tache de diffraction provoquée par une succession de plans parallèles à  $[100]$  avec un intervalle de  $2,70 \text{ \AA}$ , c'est-à-dire de la maille cristalline de la phase  $\gamma$ , fig. 24 b, pl. IV, et fig. 20).

Le processus de la croissance des noyaux est le suivant : autour des plans où les atomes de glucinium s'étaient rassemblés, viennent se fixer d'autres atomes de Gl qui se répartissent dans des plans parallèles : ces plans tendent à s'ordonner de façon à alterner avec des plans de cuivre. Mais tous ces plans se décrochent maintenant de la position qu'ils occupaient dans le réseau de la solution solide et se rapprochent dans la mesure où la petite dimension du glucinium le leur permet. La distance entre deux plans de cuivre tend vers  $2,70 \text{ \AA}$ . Ces effondrements de plans dans des régions assez vastes et réparties dans tout le cristal doivent produire de graves perturbations dans le réseau de la solution solide et, en fait, on constate que les taches de diffraction dues à ce cristal sont très floues et entourées d'une zone de diffusion intense et étendue : c'est-à-dire qu'il doit y avoir des variations de maille importantes d'un point à un autre et corrélativement de grandes tensions internes.

A ce stade du durcissement, les hétérogénéités ont une importance suffisante pour pouvoir être observées sur la surface polie sans aucune attaque (fig. 6 et 15, pl. I et III), mais le réactif sulfhydrique augmente cependant beaucoup leur netteté (fig. 3, 16, 17, pl. III).

Elles se présentent sous la forme de stries très fines et orientées et aussi de bandes diffuses qui envahissent tous les grains  $\alpha$  et ne sont plus seulement localisées autour des constituants  $\beta$ , bien que ce soit là encore qu'elles possèdent la plus forte intensité. Quand le revenu se poursuit, l'hétérogénéité de structure atteint un stade plus avancé, comme le montre la comparaison de la micrographie figure 7 avec celles des figures 9 et 10.

Dans ces alliages, on distingue pour la première fois la présence d'un précipité localisé sous forme d'un film très mince et continu sur les limites de beaucoup de cristaux  $\alpha$  (fig. 6 et 7). Bien que les spécimens n° 5 et n° 6 aient des duretés pratiquement égales (respectivement 88 et 87), il semble que le degré d'hétérogénéité du premier soit plus prononcé que celui du second, c'est-à-dire qu'un revenu prolongé à la température de  $250^\circ$  ne produit pas sur la structure exactement les mêmes effets qu'un revenu plus court à température plus élevée (comparer les micrographies fig. 6 et 7). Lorsque la dureté maxima est atteinte (4 h. à  $315^\circ$ ), un précipité de constituant  $\gamma$  se sépare autour des limites des grains  $\alpha$ . Cette précipitation est d'ailleurs loin d'atteindre partout la même importance et sur une section polie, on peut trouver aux diverses limites tous les stades ; par exemple, une précipitation nulle (limite à droite, fig. 9) ; très faible ou considérable (limite à gauche, fig. 9) ; dans ce dernier cas, le précipité se disperse sous une forme plus ou moins lamellaire. Le précipité s'étend dans les grains  $\alpha$  au voisinage des constituants  $\beta$  (fig. 10, pl. II). Il ne semble pas avoir d'orientation bien définie par rapport au cristal  $\alpha$ .

Ce précipité ne se manifeste pas encore sur les diagrammes X parce qu'il existe en trop faible proportion ; en effet, notre échantillon étant monocristallin, il n'y a pas de limites de grains et le précipité ne peut se développer qu'autour des grains  $\beta$  inclus dans le monocristal (fig. 15, pl. III). L'on vérifie dans ce cas encore que les rayons X sont moins sensibles que le microscope pour la recherche d'un précipité rare.

### 3. TROISIÈME STADE DE LA PRÉCIPITATION :

#### APPARITION DE LA PHASE $\gamma$ DANS LA MASSE DU CRISTAL $\alpha$ .

Après 4 h. de revenu à  $350^\circ$ , le diagramme de l'alliage ne présente plus que des zones de diffusion très rétrécies

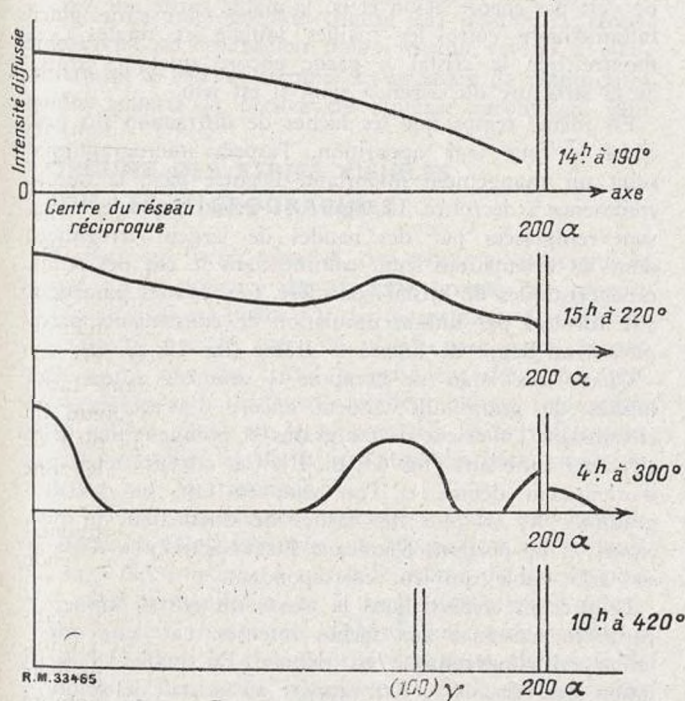


Fig. 20. — Courbes de l'intensité diffusée le long de l'axe  $[100]$ .

laisse à penser que la teneur en glucinium doit être un peu plus forte dans ces régions et que les phénomènes y sont par conséquent en avance. Ces stries, très faibles et localisées, ne sont que les premiers signes d'une structure micrographique qui se développera bien plus nettement par la suite. Nous en donnerons alors l'interprétation et nous préciserons la relation entre les hétérogénéités mises en évidence par les rayons X et par le microscope.

### 2. DEUXIÈME STADE DE LA PRÉCIPITATION :

#### FORMATION PROGRESSIVE DE LA PHASE $\gamma$ .

En faisant subir au cristal des revenus entre  $200^\circ$  et  $300^\circ$ , nous avons observé les faits suivants. Sur les diagrammes de diffusion au centre, quand les rayons X sont dirigés suivant l'axe  $[100]$ , les traînées en croix subsistent toujours parallèles à  $[010]$  et  $[001]$ , mais leur longueur diminue et leur intensité devient faible (fig. 23, b et c, pl. III). Quand on fait tourner le cristal de façon à ce que les rayons X fassent un petit angle avec le plan  $[010]$ , la traînée correspondante ne devient pas dissymétrique comme au cours de la première phase (Cf. I, p. 226). Les noyaux d'atomes de Gl ne sont donc plus des amas minces ; leur épaisseur a augmenté en même temps que leur diamètre. Pour un revenu de 3 h. à  $300^\circ$ , l'épaisseur serait au moins de l'ordre de  $30 \text{ \AA}$  (l'évaluation du diamètre devient difficile :  $500 \text{ \AA}$  (?)).

La répartition des zones de diffusion nous renseigne sur l'organisation interne des amas. Considérons, par exemple, la zone qui joignait, avec une intensité sensiblement uniforme, le centre du réseau réciproque au nœud 200. Après quelques heures de revenu à  $240^\circ$ , un renforcement de l'intensité apparaît en une région de ce segment, puis quand le revenu se poursuit, l'intensité de la diffusion sur l'axe s'annule, sauf au voisinage du centre, du nœud 200 et d'un point intermédiaire qui est

et au bout de quelques heures de chauffage à 420°, la phase se manifeste par des taches de diffraction bien définies et nettes (fig. 24 c, pl. IV). Il n'y a plus de diffusion centrale : donc, les zones d'hétérogénéité sont maintenant très grandes (au moins de l'ordre du 1/10 de  $\mu$ ). Les taches observées proviennent d'un réseau cubique simple de maille 2,70 Å. La structure de la phase  $\gamma$ , dont la composition répond approximativement à la formule Cu-Gl [12], est donnée par le schéma de la figure 21. Un atome de glucinium occupe le centre d'un cube dont les atomes de cuivre garnissent les sommets. Seulement, cet ordre rigoureux n'est pas parfaitement réalisé dans le cristal réel; certains atomes de cuivre peuvent occuper les places du glucinium ou vice-versa. C'est ainsi qu'on

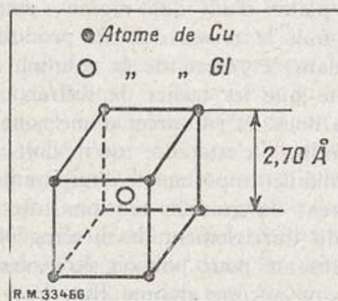


Fig. 21. — Structure de la phase  $\gamma$ .

explique les différences entre les intensités calculées et observées pour les raies de diffraction.

Les taches de diffraction du précipité sont toutes voisines des emplacements théoriques des taches de trois systèmes de cristaux  $\gamma$  orientés de la façon suivante. L'axe [100]  $\gamma$  coïncide avec l'axe [100]  $\alpha$  et l'axe [010]  $\gamma$  avec [011]  $\alpha$ . A chacun des trois axes du cube  $\alpha$  correspond un système de petits cristaux  $\gamma$  ayant tous la même orientation. La figure 22 montre que les plans d'atome [100] du cristal  $\alpha$  et du cristal  $\gamma$  ainsi orienté sont semblables : la seule différence est une différence de maille de 6 % (2,55 à 2,70 Å). Pour passer de la disposition du stade intermédiaire que nous avons décrit plus haut à la disposition des atomes dans la phase  $\gamma$ , il suffit d'une part que la distance interréticulaire se fixe

dilatation de la maille apparaissent l'une à côté de l'autre (fig. 24-c) : dans les clichés précédents, elle n'est pas annoncée par une zone de diffusion : cependant, les déformations préparatoires se traduisent par l'élargissement de la tache [002] (fig. 24-b). Sur le cliché c, les deux taches sont réunies par une mince traînée noire; donc il y a encore des régions de plans où un ordre parfait ne s'est pas encore établi et où la maille garde une valeur intermédiaire entre les mailles initiale et finale. Ceci montre que le cristal  $\gamma$  garde encore quelques traces de la structure du cristal  $\alpha$  dont il est issu.

En même temps que les taches de diffraction du précipité  $\gamma$  font leur apparition, l'aspect micrographique subit un changement important. D'autre part, la dureté commence à décroître. La figure 11 montre que les stries sont remplacées par des bandes de largeur irrégulière dont les orientations sont, comme dans le cas des stries, caractéristiques du cristal considéré. Ces bandes paraissent être formées par une accumulation de constituants précipités à un degré de finesse et même (fig. 12, pl. II).

Quant aux amas de composé  $\gamma$  amorcés autour des limites de grains, ils tendent encore à s'accroître en envahissant l'intérieur de ces grains et prennent une belle structure lamellaire (fig. 13, pl. II). Ces cristaux n'ont pas d'orientation définie et l'on voit, en fait, sur les diagrammes X, en plus des taches de diffraction du précipité  $\gamma$ , des portions d'anneaux DEBYE-SCHERRER d'intensité très faible qui leur correspondent.

Le précipité réparti dans la masse du cristal donne au contraire naissance aux taches intenses, car leur orientation cristallographique est définie. En réalité, l'orientation des cristaux  $\gamma$  par rapport au cristal de solution solide n'est pas tout à fait rigoureuse : en effet, au lieu d'une tache de diffraction unique, on trouve aux environs de l'emplacement théorique ou une série de taches ou une bande plus ou moins continue. Les petits cristaux  $\gamma$  ont donc des orientations qui peuvent varier autour des trois orientations théoriques, les écarts pouvant atteindre 10°. On remarque aussi sur le cliché 24 c, que les intensités des taches des trois systèmes sont très différentes, c'est-à-dire que le précipité s'est développé beaucoup plus suivant une orientation que suivant l'autre.

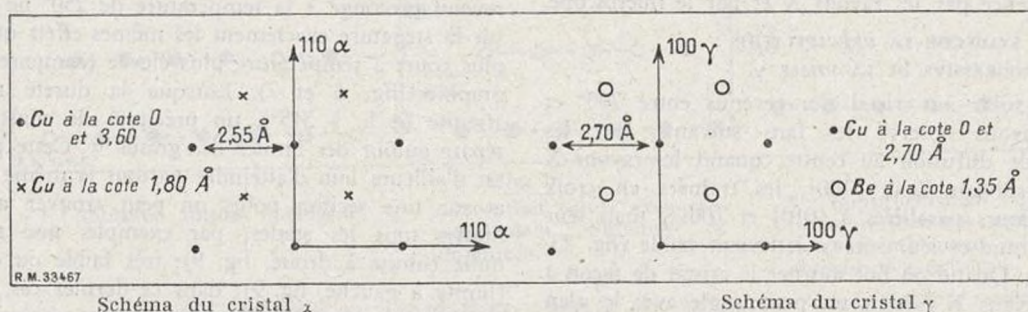


Fig. 22

à la valeur 2,70 Å vers laquelle elle tendait, et d'autre part que la maille des réseaux plans se dilate légèrement. L'apparition du cristal  $\gamma$  n'est donc que l'aboutissement de la transformation progressive qui s'est lentement accomplie au cours du revenu de l'alliage. Telle est la signification de la constatation expérimentale que certaines taches de diffraction du précipité prennent la place d'une zone de diffusion qui s'était de plus en plus précisée (fig. 19). Ce n'est d'ailleurs pas le cas pour toutes les taches de diffraction, à cause du changement de la maille des réseaux plans [100]. Ces derniers mouvements d'atomes ne donnent pas lieu à des phénomènes anormaux de diffusion aussi nets que les déplacements des plans [100] les uns par rapport aux autres. Une tache [100]  $\gamma$  et la tache [002]  $\alpha$  qui coïncideraient en l'absence de cette

Ces rotations des cristaux  $\gamma$  se comprennent fort bien si l'on songe que, si progressif que soit le passage du cristal  $\alpha$  à la phase  $\gamma$ , celui-ci n'entraîne pas moins les bouleversements profonds. En effet, les mailles du cristal  $\alpha$  et du cristal  $\gamma$ , contenant chacune deux atomes, ont des volumes respectifs de 9,2 et 7,3 Å<sup>3</sup>. Dans les régions bordant les cristaux précipités, les atomes de cuivre ne peuvent plus se maintenir aux nœuds du réseau primitif : il se produit une sorte d'écrouissage, puis un réarrangement du cuivre en microcristaux dont l'orientation n'a plus de rapport avec l'orientation du cristal initial. Déjà sur la figure 24 c (alliage revenu 14 h. à 420°), en plus des taches de diffraction du cristal  $\alpha$  qui sont redevenues nettes, apparaissent des portions continues d'anneaux DEBYE-SCHERRER du cuivre. Il se produit une recristalli-

sation qui se poursuit si l'on porte l'alliage à une température encore plus élevée. Si enfin, on chauffe le métal à 850° et qu'on le trempe, le glucinium s'est de nouveau dissous, mais le cristal unique est remplacé par plusieurs cristaux d'orientation quelconque. Il n'est pas possible de faire subir à un monocristal un traitement durcissant suivi d'une remise en solution du glucinium sans le détruire. La micrographie (figure 18) montre la recristallisation d'un échantillon monocristallin revenu à 300°, puis recuit à 850° et trempé. La présence de nombreuses macles apporte la preuve de l'intense écrouissage subi

## ORIGINE DES STRIES VISIBLES SUR LES MICROGRAPHIES

MASING, qui avait observé ces stries, y avait vu la preuve de la présence du précipité orienté par rapport au cristal où il est inclus. Or, les diagrammes de diffusion ont montré que le précipité n'était pas encore formé, mais qu'au sein du cristal  $\alpha$  existaient des zones perturbées, mais sans structure cristallographique rigoureusement définie. Quel est le rapport des stries visibles sur les micrographies et de la structure du cristal mise en évidence par les rayons X?

Les deux expériences suivantes nous ont permis d'éclaircir ce point. Les stries qui apparaissent après simple polissage électrolytique à un stade avancé du revenu peuvent aussi se manifester de la façon suivante. Un échantillon à l'état trempé est d'abord poli, puis soumis à un revenu dans le vide pour éviter toute altération de la surface. Les stries apparaissent alors spontanément sur la surface de l'échantillon, avec le même aspect qu'à la suite du polissage électrolytique (fig. 14, pl. II). Si l'échantillon est en gros cristaux, ces stries sont visibles aisément à l'œil nu. La surface ne reste pas plane : les joints entre cristaux sont très nets : on dirait que les différents cristaux ont joué les uns par rapport aux autres. Il résulte de ces observations que les stries n'ont pas pour cause directe de simples hétérogénéités chimiques; elles doivent être produites par les mouvements d'atomes dans le cristal, dont la surface extérieure arrive à être déformée à l'échelle macroscopique (\*).

La seconde expérience a consisté à déterminer l'orientation des stries par rapport aux axes cristallographiques de la solution solide. Nous avons donc d'abord cherché à repérer la direction des axes d'un gros cristal d'alliage. Le procédé le plus simple est le suivant : quand on laisse refroidir lentement l'alliage à partir de son point de fusion, au lieu de le tremper, la proportion de phase  $\beta$  est bien plus forte et l'on trouve que les cristaux  $\beta$  forment des dendrites orientées parallèlement à l'intersection avec la surface des trois faces du cube du cristal. Nous avons donc taillé dans un cristal trois faces, deux d'entre elles étant perpendiculaires à la première. Après un polissage grossier et une attaque à l'acide sulfochromique, ces dendrites sont visibles à la loupe sur les trois faces et cela suffit à repérer l'orientation des axes par rapport aux faces usinées. En portant ensuite l'alliage à 835°, on redissout le précipité  $\beta$ , mais le cristal  $\alpha$  subsiste avec la même orientation (nous avons vérifié ce fait sur quelques échantillons par diagramme X) : un brusque chauffage ne produit pas la même désintégration du cristal que le revenu complet à basse tempéra-

au cours du revenu : nous reviendrons plus loin sur cette question.

En résumé, pendant le durcissement et jusqu'au stade de dureté maximum, le cristal subit des déformations dans de vastes régions qui se sont enrichies en atomes de glucinium, mais le précipité, sous sa forme définitive, n'apparaît pas dans la masse du métal. Pendant cette période, le microscope fait apparaître des stries ayant une orientation définie par rapport au cristal. Le précipité n'apparaît, tant sur les diagrammes de rayons X que sur les micrographies, qu'au moment où la dureté commence à décroître.

Le cristal est alors trempé et soumis à un revenu, par exemple de 4 h. à 300°. On examine alors les stries sur les trois faces usinées, et comme on connaît l'orientation des axes par rapport aux faces, on peut déterminer l'orientation des stries par rapport aux axes cristallographiques. Il apparaît tout de suite que les stries n'ont pas l'orientation des dendrites primitives; elles ne sont donc pas parallèles aux plans [100]. Toutes les observations que nous avons faites confirment qu'elles sont parallèles aux intersections des plans [110] avec la face examinée.

MASING et DAHL n'avaient pas spécifié l'orientation des stries observées : plus tard, C. DESCH [13] avait admis qu'elles étaient parallèles aux plans [111], mais ceci est en désaccord avec nos observations.

Les figures 27 et 28, pl. IV, donnent les micrographies d'une façon approximativement parallèle à un plan [111]. Les intersections des faces du cube forment un triangle dont les angles sont très voisins de 60° : c'étaient les directions des dendrites  $\beta$  initiales. Les stries les plus visibles forment trois systèmes respectivement perpendiculaire à ces directions. La figure 25 montre bien qu'il s'agit des inter-

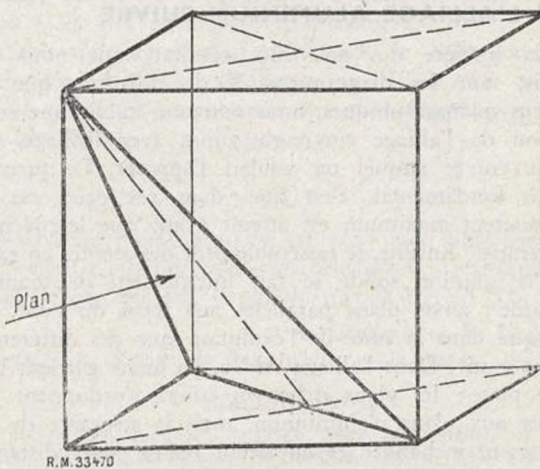


Fig. 25. — Intersection du plan (111) et des plans (110) du cube.

sections de trois plans [110] avec la surface examinée. Les trois autres plans [110] couperaient la face suivant des directions parallèles à celles des dendrites. On voit sur la figure 27 un de ces systèmes (indiqué par une flèche) : les autres ne sont pas visibles. Ceci est un fait assez général : toutes les stries observées sont parallèles à l'intersection de certains plans [110], mais tous les plans [110] ne donnent pas naissance à un système de stries.

Nous avons montré que le précipité se formait sur les plans [100] à partir de noyaux plats. Si donc les stries étaient formées de grains de précipité trop fins pour être résolus au microscope, elles seraient parallèles

(\*) Dans cette expérience, les stries apparaissent également sur les grains de constituants  $\beta$ . Donc, là aussi, il ne peut s'agir d'une hétérogénéité chimique, en l'occurrence décomposition eutectoïde.

aux plans [100]. Comme, en réalité, nous les avons trouvées parallèles à [110], cela démontre définitivement que leur origine est autre.

Nous avons vu que dans les stades du durcissement où apparaissent les stries, le précipité  $\gamma$  est en voie de formation dans les noyaux riches en glucinium : les plans [001] se rapprochent les uns des autres. On peut alors imaginer que de ces effondrements résultent des décrochages de plans entre les noyaux et le reste de cristal et que ces décrochages se font suivant les plans [110]  $\alpha$  perpendiculaires aux plans [001] de base, d'où ces irrégularités de la surface limitée par des droites parallèles à un plan [110]  $\alpha$ . C'est donc aux stries provoquées par une action mécanique externe sur la surface d'un cristal de métal pur qu'il faudrait comparer les stries de l'alliage cuivre-glucinium. Seulement les glissements ne se produisent pas suivant les plans [111], mais [110], à cause de la nature particulière de la déformation qui leur donne naissance. Il existe une autre différence : dans le cas du métal déformé un peu au-dessus de sa limite élastique, c'est seulement à la surface qu'apparaissent ces stries appelées lignes de glissement ou « *slip-bands* », elles sont complètement effacées par un polissage mécanique ou électrolytique et aucune attaque ne peut alors les faire réapparaitre. On sait depuis longtemps que ces lignes correspondent à des glissements de plans cristallographiques les uns par rapport aux autres et qui sont rendus observables sur la surface grâce aux dénivellations qui en résultent. Bien que l'on puisse prévoir que ces glissements provoquent dans la masse du cristal des modifications physico-chimiques, démontrées d'ailleurs par l'accroissement de dureté du métal et par la diminution de sa capacité de déformation (formation de couches de métal quasi-amorphe selon l'hypothèse de ROSENHAIN), aucune attaque n'a pu jusqu'à présent révéler

de telles hétérogénéités (\*). Lorsque la déformation devient intense (laminage, étirage), la structure cristalline des grains subit un bouleversement qui se traduit par des lignes très sinueuses et très confuses, révélées par attaque dans toute la masse du métal, sans aucune ressemblance avec les stries orientées que nous avons décrites. Si l'on examine précisément l'alliage cuivre-glucinium écroui par laminage, le polissage électrolytique ne révèle pratique-

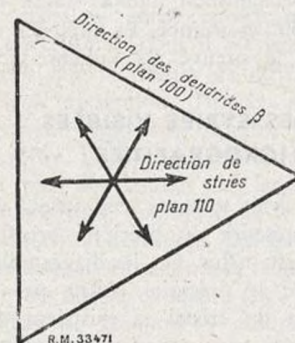


Fig. 26. — Schéma théorique des intersections des plans [110] avec la surface examinée.

ment rien de sa structure; les lignes d'écrouissage nécessitent une attaque ultérieure pour être observées avec netteté. Le fait que, tout au contraire, les stries sont mises en évidence par le seul polissage électrolytique prouve qu'il existe entre les noyaux de précipitation et le cristal de solution solide des zones de transition relativement larges qui possèdent une vitesse de dissolution anodique différente de celle des régions intactes, car, dans ces zones, les atomes subissent de forts déplacements à partir de leur position théorique.

#### COMPARAISON AVEC LE DURCISSEMENT DE L'ALLIAGE ALUMINIUM-CUIVRE

À la lumière des nouveaux résultats que nous ont fournis, tant les diagrammes X de diffusion que les examens micrographiques, nous pouvons établir une comparaison de l'alliage cuivre-glucinium avec l'alliage aluminium-cuivre auquel on voulait l'opposer. Le premier résultat fondamental, c'est que, dans ces deux cas, le durcissement maximum est atteint avant que le précipité n'apparaisse. Ensuite, le rassemblement des atomes en excès dans la solution solide se fait initialement de manière identique : amas plans parallèles aux faces du cube. Ce n'est que dans la suite de l'évolution que des différences se font sentir. Dans l'alliage Al-Cu, les amas gardent leur forme plate : les plans riches en cuivre s'ordonnent par rapport aux plans d'aluminium, mais la structure de ces plans reste inchangée et au début même leurs distances interréticulaires ne varient pas. Dans l'alliage Cu-Gl, au contraire, l'influence du cristal extérieur se fait rapidement moins sentir à l'intérieur du noyau. Celui-ci, d'autre part, acquiert une grande épaisseur. La distance des plans et

la maille du réseau se modifient. Enfin, la phase précipitée se forme dans l'alliage Al-Cu avec un très faible changement de volume; au contraire, celui-ci est très important pour l'alliage Cu-Gl. Aussi les déformations subies par ce dernier sont-elles plus fortes : de là proviennent les principales différences. Le précipité, dans Al-Cu, est rigoureusement orienté, alors que, dans Cu-Gl, il ne l'est qu'approximativement. Dans le premier cas, il se développe en larges plaques donnant une structure de Widmanstätten régulière, les trois systèmes étant également développés; dans l'autre, le grain du précipité reste toujours très fin, comme si des ruptures de direction des plans l'empêchaient de croître régulièrement. Enfin, un cristal d'Al-Cu après redissolution du précipité retrouve son état primitif : au contraire, les déformations subies par le cristal de Cu-Gl ont été telles, pendant le processus de la précipitation, qu'il se produit une recristallisation.

#### SUR L'ORIGINE DU DURCISSEMENT

Mais les phénomènes fondamentaux sont les mêmes dans les deux systèmes. Le durcissement est lié, non pas au précipité, mais à la présence au sein de la solution

(\*) Dans certains métaux, tels que le zinc et le magnésium, une action mécanique extérieure, même de faible importance, provoque la formation de macles au sein des cristaux; elles correspondent à une nouvelle orientation bien définie du réseau et, par suite, sont révélées par l'attaque.

solide de nombreux et très petits noyaux riches en atomes dissous, qui gardent, malgré leur composition, une structure cristalline mal définie et proche de la structure primitive. Entre ces domaines et les parties intactes du réseau existent des zones de transition nécessairement très perturbées.

Ce serait à ces irrégularités du réseau que serait dû le changement des propriétés mécaniques. De même qu'une déformation du réseau par une action mécanique

externe augmente la dureté du métal (écrouissage), de même agissent ces déformations, réparties dans toute la masse du cristal. Mais leur action peut être bien plus forte. Car on est loin de pouvoir provoquer par travail à froid des variations de maille du réseau comparables à celles qui résultent de l'élimination des atomes dissous. On trouve d'ailleurs que ce durcissement est plus grand dans le cas de Cu-Gl que de Al-Cu; or, nous avons montré que les déformations, au cours de la précipitation, y étaient plus grandes.

Quand le précipité est réellement formé, les atomes se sont réorganisés en configurations plus stables et, les déformations des cristaux tendant à diminuer, la dureté décroît. De même qu'après une déformation mécanique à froid on adoucit le métal par un recuit, l'élévation de température, en permettant des mouvements atomiques plus aisés, a contribué à faire disparaître les tensions internes.

### REMARQUES SUR LA PHASE $\beta$

Le but de ce travail était l'étude de la décomposition de la solution solide  $\alpha$ , qui détermine les modifications des propriétés mécaniques de l'alliage. La phase  $\beta$ , qui coexiste avec  $\alpha$  dans les alliages à 2,3 % de Gl, subit elle aussi, des transformations sur lesquelles nous allons dire quelques mots.

A l'état trempé, les cristaux  $\beta$  inclus dans les cristaux  $\gamma$  ont un réseau très voisin de celui de la phase  $\gamma$ . Il est cubique centré et la maille est légèrement supérieure : 2,76 au lieu de 2,70. Les cristaux  $\beta$  sont orientés par rapport à  $\alpha$  comme les cristaux  $\gamma$  du précipité. Mais l'ordre à peu près rigoureux de la phase  $\gamma$  n'y est pas réalisé : c'est-à-dire que l'atome au centre de la maille n'est plus toujours un atome de glucinium : en effet, la phase  $\beta$ , dont la composition varie dans de larges limites, contient plus d'atomes de cuivre que de glucinium. Les taches d'indice 100, qui disparaîtraient des diagrammes si le désordre était parfait, sont encore visibles sur les diagrammes de monocristaux  $\beta$  : elles sont d'ailleurs floues, ce qui indique qu'il existe des noyaux ordonnés de petites dimensions. Ces cristaux  $\beta$  à l'état trempé sont, en somme, des cristaux  $\gamma$  contenant un excès d'atomes de cuivre qui les rend instables. Au cours du revenu, ils vont se décomposer, le cuivre en excès

### CONCLUSION

L'étude aux rayons X des alliages Cu-Gl, guidée par les résultats de l'étude micrographique, nous a permis de décrire les transformations subies par le réseau de la solution solide en cours de décomposition.

C'est quand le réseau est le plus perturbé que l'alliage atteint ses propriétés mécaniques maxima, les noyaux n'ayant pas encore acquis une structure cristallographique bien définie.

On peut rapprocher le durcissement « structural » d'un alliage du durcissement d'un métal par écrouissage. Il serait relié, dans l'un et l'autre cas, aux perturbations du réseau cristallin idéal. D'une part, on agit par action mécanique externe et les perturbations restent assez faibles et d'autre part le traitement comporte deux temps : on dissémine d'abord régulièrement des atomes étrangers au sein du métal par traitement à haute température suivi d'une trempe; ensuite le revenu provoque le rassemblement de ces atomes étrangers en noyaux qui deviennent autant de centres de perturbations réparties dans toute

Si l'on admet que les zones actives pour le durcissement sont les zones de transition entre les noyaux d'atomes dissous et le réseau du métal solvant, on conçoit le rôle essentiel que peut jouer la forme initiale de ces noyaux. En effet, les zones de transition seront d'autant plus étendues, donc plus efficaces que la surface des noyaux sera plus grande. Or, nous avons trouvé que pour les alliages à fort durcissement, les noyaux avaient une forme plate. Au contraire, pour des systèmes, comme l'aluminium-argent et l'aluminium-zinc, dont le durcissement est bien plus faible, les noyaux initiaux ont une forme quasi sphérique. Ce résultat s'expliquerait donc ainsi : pour un même nombre d'atomes sortant de la solution solide, c'est-à-dire pour un même volume de l'amas, les noyaux de forme plate ont une bien plus grande surface, donc sont plus actifs que ceux de forme ramassée.

précipite et il reste des cristaux  $\gamma$ . Le mécanisme de la décomposition des cristaux  $\beta$  est très analogue à celui que nous avons décrit pour les cristaux  $\alpha$ , seulement la transformation commence pour des revenus moins poussés. Les micrographies montrent en effet d'abord des stries puis une précipitation. Les diagrammes de diffusion comportent des zones de diffusion anormale, en particulier des traînées centrales suivant les axes du cube : les atomes dissous, c'est-à-dire le cuivre, se rassemblent donc initialement en amas plans dans les plans [100] et les cristaux  $\alpha$  se forment progressivement à partir des noyaux enrichis en cuivre. Il en résulte des dislocations qui font apparaître des stries qui présentent les mêmes caractères que celles des cristaux  $\alpha$ . Quand la précipitation est effectuée, les cristaux sont en général détruits et des microcristaux désorientés prennent naissance. Quand on élève la température du revenu au-dessus de 580°, les atomes de cuivre se dissolvent à nouveau dans les cristaux  $\gamma$  et des cristaux  $\beta$  se reforment.

Nous n'insisterons pas davantage, le sujet sortant du cadre de cet article : d'ailleurs, une étude plus complète de la phase  $\beta$  est en cours sur des alliages plus riches en glucinium.

A. GUINIER et P. JACQUET.

[Extrait de la Rev. de Métallurgie — 16. (1944), pp. 1-16.]

### BIBLIOGRAPHIE

- [1] CALVET, JACQUET, GUINIER, *Jour. of Institute of Metals* (1939). A. GUINIER, *Comptes Rendus*, 206, p. 1641 (1938).
- [2] G.D. PRESTON, *Proc. Roy. Soc. (A)*, 167, p. 526 (1938).
- [3] G. MASING, E. HOLM et O. DAHL, *Wiss. Veroff. Siemens-Konzern*, 8, p. 154 (1929).
- [4] TANIMURA et WASSERMANN, *Zeit. Metallkunde*, 25, p. 179 (1933).
- [5] G. MASING et O. DAHL, *Wiss. Veroff. Siemens-Konzern*, 8, p. 149 (1929).
- [6] Voir par exemple CARPENTER et ROBERTSON, *Metals*, t. I, p. 405-406 (1939).
- [7] P.-A. JACQUET, *Rev. Metall.*, 37, p. 210, 244 (1940).
- [8] P.-A. JACQUET, *C.G.C. T.-L. M. T.*, Notice n° VII (1943).
- [9] EWALD, *Proc. Phys. Soc.*, 167, p. 526 (1938).
- [10] A. GUINIER, *Anr. Phys.*, 12, p. 161 (1939).
- [11] A. GUINIER, *ourn. de Physique*, VIII, p. 124 (1942).
- [12] MISCH, *Z. Physikal. Chem.*, 29, p. 42 (1935).
- [13] C. DESCH, *Journ. de Physique*, 1 Ser. VIII, p. 301 (1940).

(1) Ce travail a été exécuté au Laboratoire d'Essais du Conservatoire National des Arts et Métiers (pour la radio-cristallographie) et aux Laboratoires L.M.T. de la Société « Le Matériel Téléphonique » (pour la micrographie).

The first part of the paper is devoted to a general discussion of the problem of the origin of life. It is shown that the problem is one of the most important and interesting in the history of science. The author discusses the various theories of the origin of life, and shows that the most probable one is that life originated from non-living matter. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

The second part of the paper is devoted to a detailed discussion of the chemical evolution of life. It is shown that the chemical evolution of life is a process that has taken place over a long period of time. The author discusses the various stages of chemical evolution, and shows that the most important stage is the formation of the first living organisms. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

The third part of the paper is devoted to a discussion of the evolution of life. It is shown that the evolution of life is a process that has taken place over a long period of time. The author discusses the various stages of evolution, and shows that the most important stage is the formation of the first living organisms. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

The fourth part of the paper is devoted to a discussion of the future of life. It is shown that the future of life is a problem that is still unsolved. The author discusses the various theories of the future of life, and shows that the most probable one is that life will continue to evolve. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

The fifth part of the paper is devoted to a discussion of the future of life. It is shown that the future of life is a problem that is still unsolved. The author discusses the various theories of the future of life, and shows that the most probable one is that life will continue to evolve. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

### REMARQUES SUR LA THÈSE

The sixth part of the paper is devoted to a discussion of the future of life. It is shown that the future of life is a problem that is still unsolved. The author discusses the various theories of the future of life, and shows that the most probable one is that life will continue to evolve. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

### CONCLUSION

The seventh part of the paper is devoted to a discussion of the future of life. It is shown that the future of life is a problem that is still unsolved. The author discusses the various theories of the future of life, and shows that the most probable one is that life will continue to evolve. The author also discusses the possibility of life existing on other planets, and shows that it is very probable that life does exist elsewhere in the universe.

PLANCHES DE PHOTOGRAPHIES

(ÉTUDE DU DURCISSEMENT DES ALLIAGES CUIVRE-GLUCINIUM)

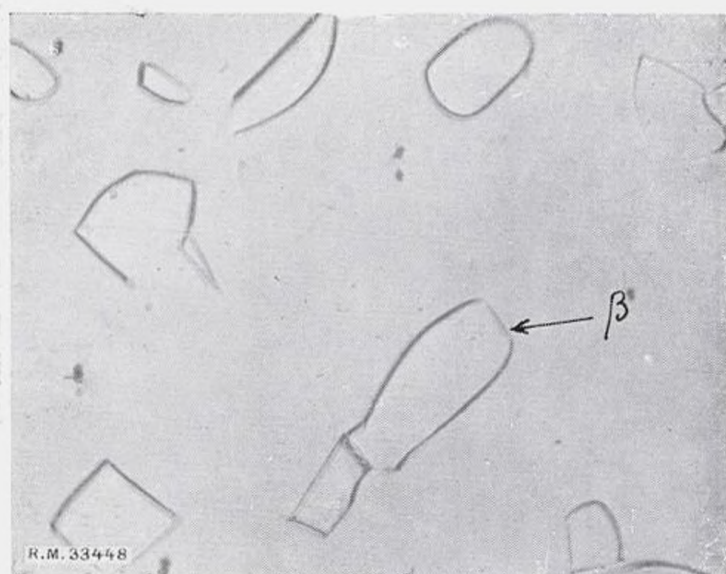


Fig. 3

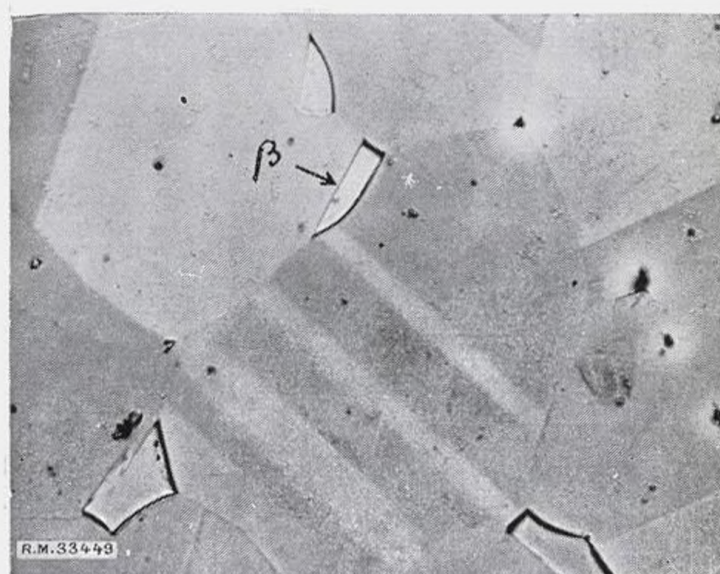


Fig. 4

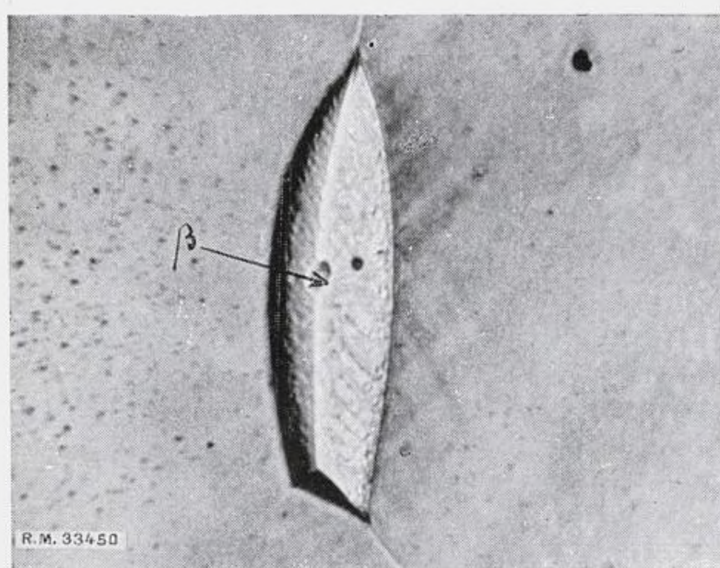


Fig. 5

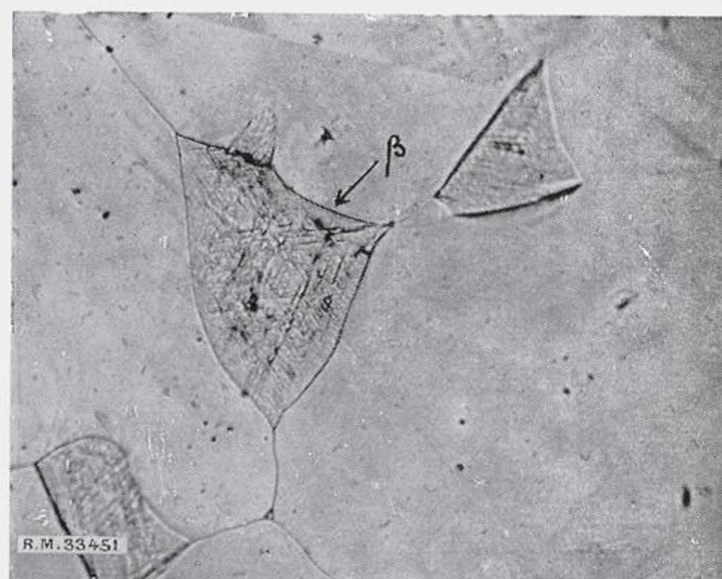


Fig. 6

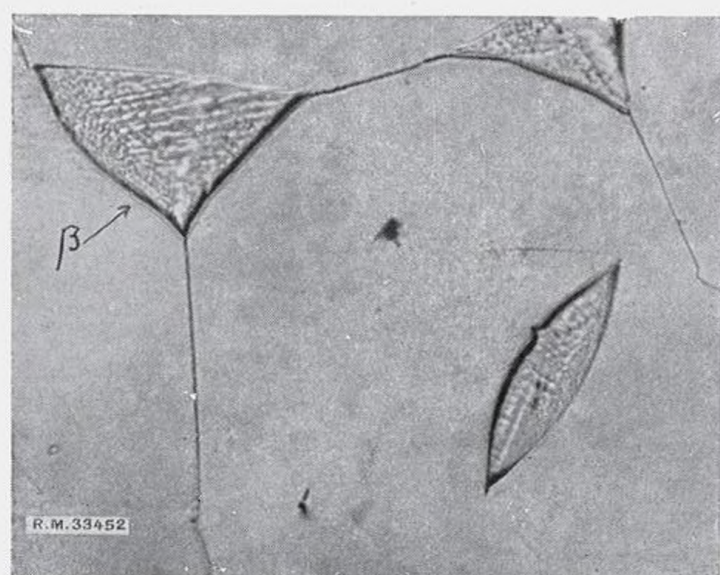


Fig. 7



Fig. 8

PLANCHE II

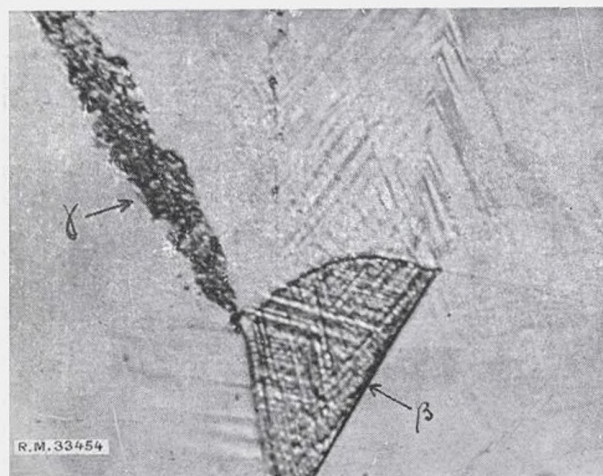


Fig. 9



Fig. 10



Fig. 11

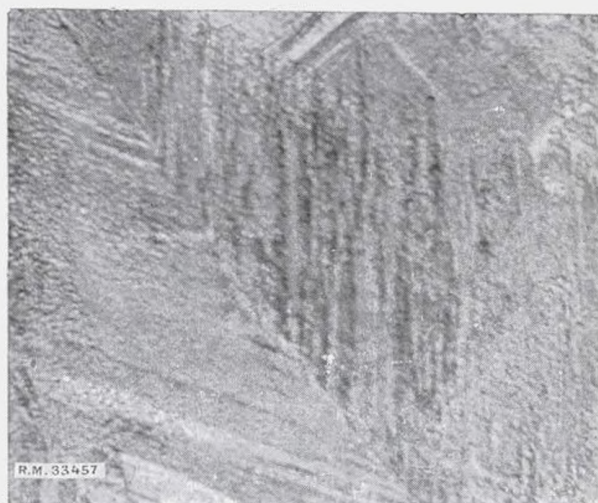


Fig. 12

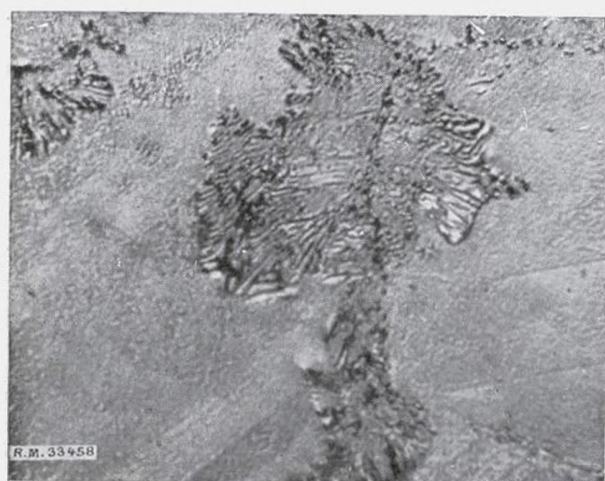


Fig. 13

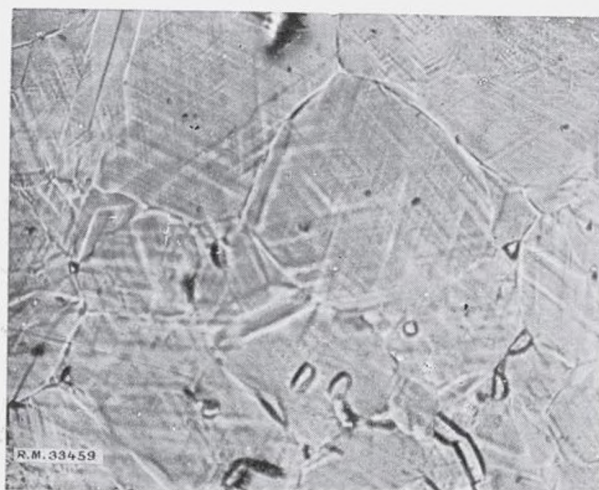


Fig. 14



Fig. 15



Fig. 16

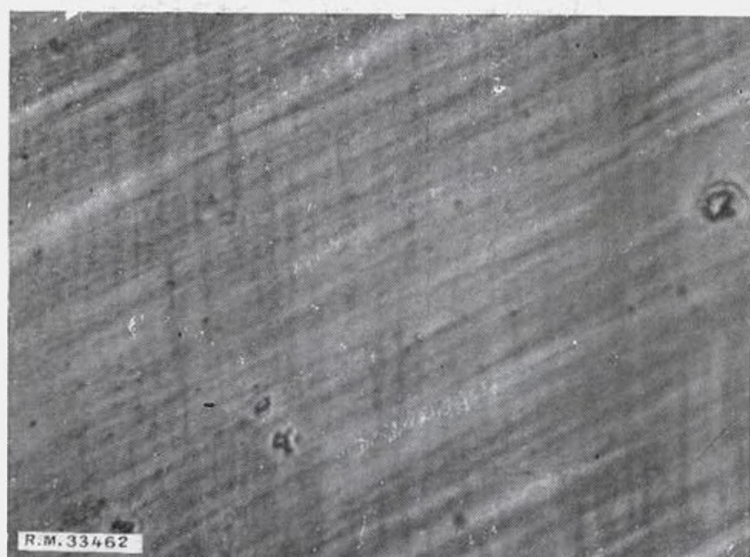


Fig. 17

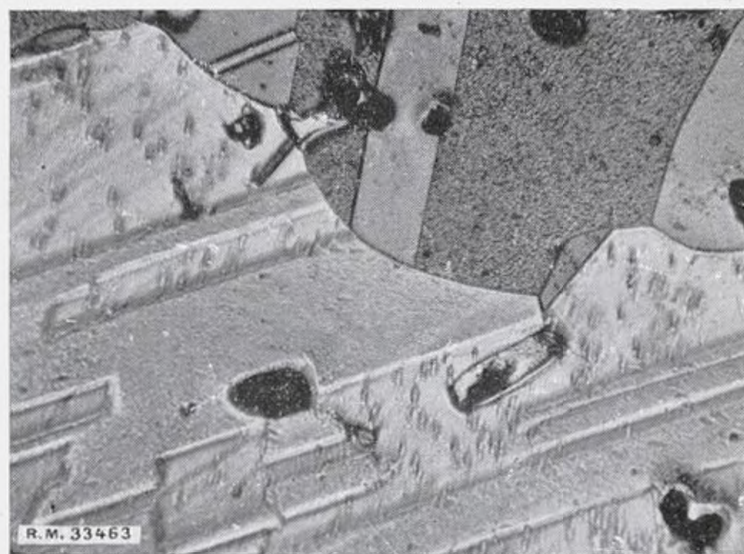
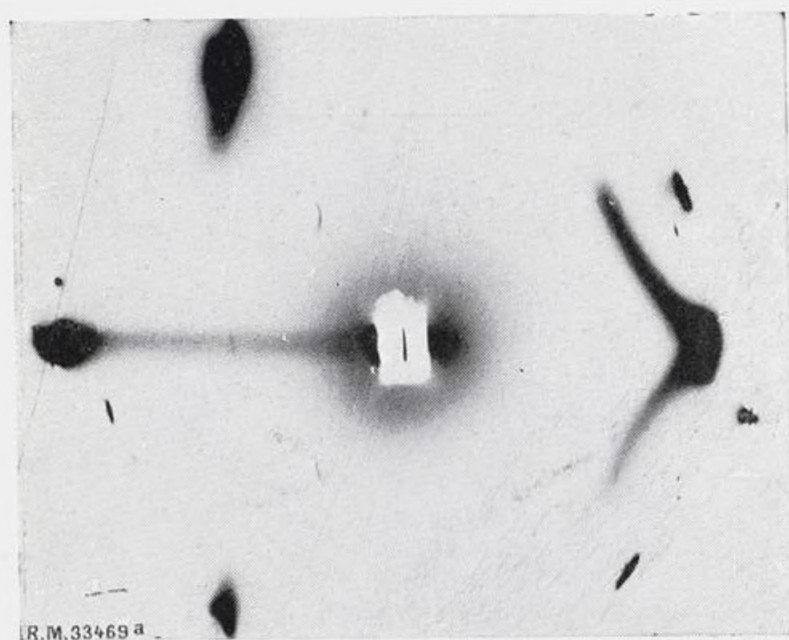


Fig. 18



Fig. 23. — Diagrammes de diffusion centrale donnés par un monocristal de Cu-Gl à divers stades de revenu. Les rayons incidents sont dirigés suivant l'axe [100]; les axes [010] et [001] sont à peu près vertical et horizontal. Rayonnement Cu K $\alpha$ . Distance de l'échantillon au film : 40 mm. Clichés en vraie grandeur. Régime du tube : 30 kV, 10 mA. Temps de pose : 1 heure.



a



b

Fig. 24. — Les trois clichés ont été pris dans des conditions identiques sur un même cristal Cu-Gl (2.3 % G') à des stades de revenu différents. Le cristal oscille autour d'un axe  $[110]$  vertical : les rayons X incidents font avec l'axe  $[001]$  un angle variant de 0 à 30°. La pellicule est enroulée sur un cylindre de 38 mm de rayon, l'échantillon étant sur l'axe. Radiation  $\text{CuK}\alpha$ . Régime du tube : 40 kV, 4 mA. Temps de pose : 2 heures. Clichés en vraie grandeur. a) Alliage après un revenu de 20 h. à 195°. — b) Alliage après un revenu de 14 heures à 205°. — c) Alliage après un revenu de 14 heures à 420°.

c

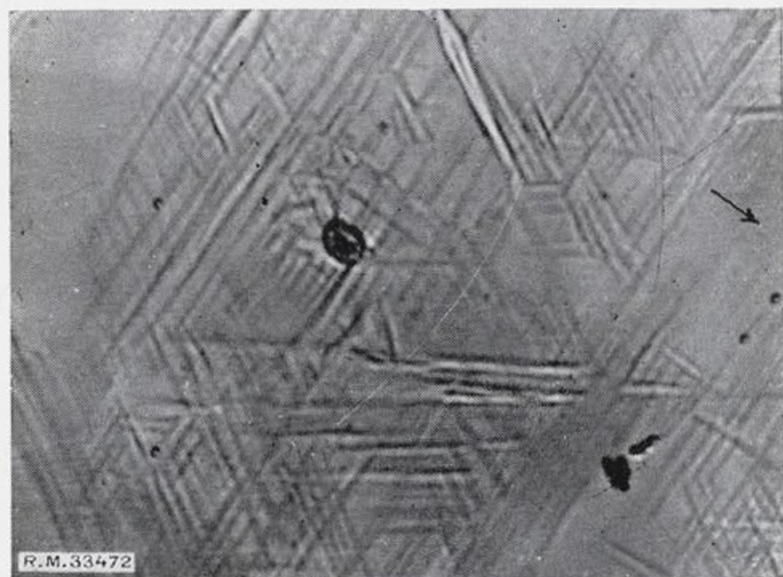


Fig. 27. —  $\times 415$ .

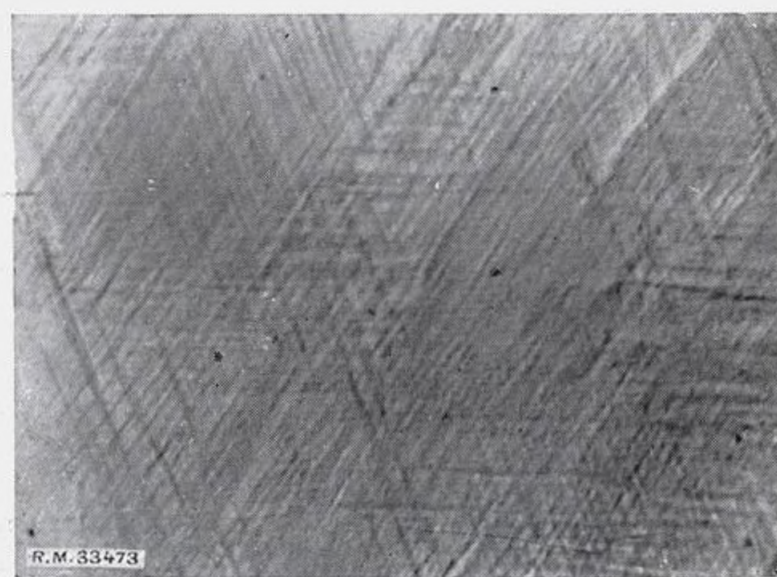


Fig. 28. —  $\times 1750$ .

Fig. 27 et 28. — Systèmes de stries observées sur la surface du monocristal orienté selon la figure 26.

