



HAL
open science

Observation au microscope électronique des zones de Guinier-Preston

P. Deschamps

► **To cite this version:**

P. Deschamps. Observation au microscope électronique des zones de Guinier-Preston. Journal de Physique et le Radium, 1962, 23 (10), pp.807-811. 10.1051/jphysrad:019620023010080700 . jpa-00236683

HAL Id: jpa-00236683

<https://hal.science/jpa-00236683>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

OBSERVATION AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE DES ZONES DE GUINIER-PRESTON

Par P. DESCHAMPS,

Service de Physique des Solides, Faculté des Sciences, Orsay.

Résumé. — Nous avons étudié en microscopie et diffraction électroniques le phénomène de pré-precipitation dans un alliage aluminium-cuivre à 4 % et notamment dans un alliage vieilli à la température ordinaire. Les échantillons massifs, après avoir subi différents traitements thermiques, ont été amincis électrolytiquement et observés directement par transmission.

Il a été possible de mettre en évidence les zones G.-P. I obtenues pour des vieillissements de 10 mois à 25 °C, de 15 jours à 75 °C et de 3 mois à 100 °C. Au point de vue de la dimension des zones, ces travaux confirment les résultats obtenus dans les études faites à l'aide des rayons X. De plus, nous avons observé que les zones G.-P. I donnaient les mêmes phénomènes de diffusion sur les diagrammes électroniques que sur les diagrammes de rayons X.

Abstract. — Pre-precipitation phenomenon in an alloy of 4 % aluminium-copper was studied by electron microscopy and electron diffraction, in particular in the alloy aged at room temperature. The bulk samples were thinned down electrolytically after different heat treatments and observed directly by transmission.

It has been possible to observe the G.-P. I zones obtained after ageing for 10 months at 25 °C, for 15 days at 75 °C and for three months at 100 °C. As regards the size of the zones, the results obtained agree well with those obtained by X-ray diffraction. Moreover, it has been observed that G.-P. I zones give the same phenomena of diffused scattering in both the electron diffraction and X-ray diffraction patterns.

Nous avons repris l'étude au microscope électronique du phénomène de pré-precipitation dans l'alliage Al Cu à 4 %, en nous attachant notamment au cas d'un vieillissement à la température ordinaire.

Il s'agissait d'une part de reprendre au microscope Siemens (tension d'accélération de 100 kV) les études que Castaing et Lenoir [1] avaient faites au microscope RCA (tension d'accélération 50 kV) et de vérifier ainsi que l'aspect observé alors pour un échantillon vieilli 24 h à 100 °C était bien dû aux zones G.-P. I et non à un film superficiel de contamination comme l'ont affirmé plus tard Nicholson, Thomas et Nutting [2] ; et d'autre part, aucune étude n'ayant conduit à l'observation des zones G.-P. I obtenues par vieillissement de l'alliage à la température ambiante pour laquelle le durcissement structural s'observe encore, de chercher à mettre en évidence la présence des zones ou d'expliquer pourquoi il était impossible de les voir au microscope électronique.

Nos échantillons ont subi les traitements thermiques à l'état massif et ont été ensuite amincis électrolytiquement. Les couches minces ainsi préparées ont été observées au microscope Siemens type Emiskop I avec une tension accélératrice de 100 kV.

Nous avons effectué notre polissage électrolytique en cellule en employant la méthode de la « fenêtre ». Le bain de polissage avait la composition suivante : 20 % d'acide perchlorique à 65 % et 80 % d'alcool méthylique absolu. Ce bain était refroidi à une température de -10 °C par une saumure ; nous avons en effet remarqué que le polissage était meilleur dans ces conditions.

Nous avons utilisé ce bain de préférence au bain Lenoir. En effet comme Lenoir l'a fait remarquer lui-même, ce bain donne un excellent polissage macroscopique recommandé dans le cas d'un pré-amincissement (polissage ionique par exemple), mais présente l'inconvénient majeur de donner souvent une importante couche d'oxyde superficielle qui ne disparaît pas entièrement par dissolution dans un bain désoxydant.

Résultats obtenus pour diverses températures de vieillissement. — ALLIAGE BRUT DE TREMPÉ. — La figure 1 montre une région d'une couche mince d'Al Cu à 4 % brut de trempe. Nous pouvons observer sur celui-ci des dislocations en hélice et des boucles de dislocations.

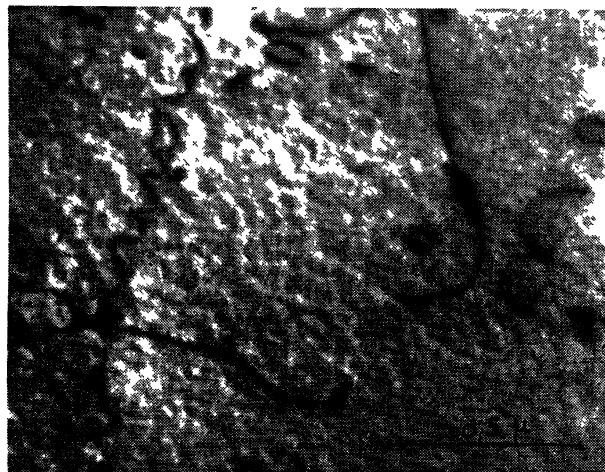


FIG. 1. — Al Cu à 4 % trempé.

ALLIAGE VIEILLI A UNE TEMPÉRATURE DE 200 °C.
— La figure 2 montre la présence de la phase θ' . On observe sur le fond du cliché des taches qui ne sont autres que des précipités parallèles à la surface de l'échantillon, c'est-à-dire en épitaxie sur

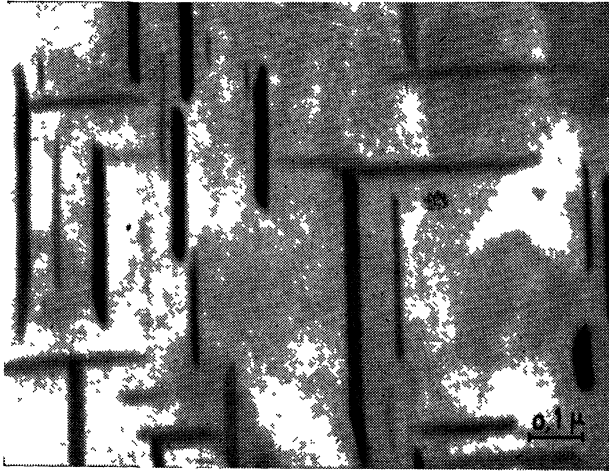


FIG. 2. — Al Cu à 4 % vieilli 17 heures à 200 °C.

les plans (001). Castaing et Lenoir ne pouvaient pas observer ces précipités parallèles au plan (001) étant donné que leur échantillon était extrêmement aminci du fait de la faible tension d'accélération (50 kV). Cependant ces auteurs en faisant un traitement à 200 °C sur la couche après amincissement, observaient alors ces précipités.

ALLIAGE VIEILLI A UNE TEMPÉRATURE DE 150 °C.
— La phase θ'' apparaît pour un vieillissement à 150 °C (fig. 3). Nous pouvons observer que les précipités dont la longueur varie de 15 à 18 μ sont parallèles aux directions [100] et [010] du cristal.



FIG. 3. — Al Cu à 4 % vieilli 46 heures à 150 °C.

Ces directions ont été repérées à l'aide du diagramme de diffraction de cette plage (fig. 4). Sur ce diagramme orienté (001) nous pouvons remarquer que les traînées de diffusion présentent trois maximums situés à $1/4$, $1/2$, $3/4$, résultats qui confirment ceux obtenus aux rayons X [3]. D'autre part nous pouvons observer au centre des carrés formés par les spots de diffraction de la matrice aluminium un spot supplémentaire. Celui-ci n'est autre que l'intersection d'une traînée de diffusion allant du nœud 111 au nœud $1\bar{1}\bar{1}$ par le plan (001) du réseau réciproque.

Cette interprétation est appuyée par le fait que le diamètre de ce spot correspond exactement à la largeur des traînées de diffusion.

Si nous prolongeons le temps de vieillissement jusqu'à 240 h par exemple, nous observons que les maximums secondaires deviennent plus intenses et moins allongés sans donner malgré tout de véritables spots de surstructure, comme on peut le voir sur la figure 6. Notons toujours la présence du spot supplémentaire qui a été mentionné plus haut et dont là encore le diamètre correspond à la largeur des traînées de diffusion. La figure 5 montre la micrographie correspondant au diagramme de diffraction de la figure 6. Sur celle-ci les précipités ont une longueur qui atteint 50 à 60 μ .

ALLIAGE VIEILLI PENDANT 3 MOIS A 100 °C. — Les précipités sont parallèles aux directions [100] et [010] et leur longueur est voisine de 10 μ (fig. 7), nous sommes donc certains d'être en présence des zones G.-P. I d'autant plus que le diagramme de diffraction (fig. 8) de la plage de la figure 7 présente les traînées de diffusion caractéristique des zones G.-P. I.

ALLIAGE VIEILLI PENDANT 15 JOURS A 75 °C. — La figure 9 présente un aspect similaire à la

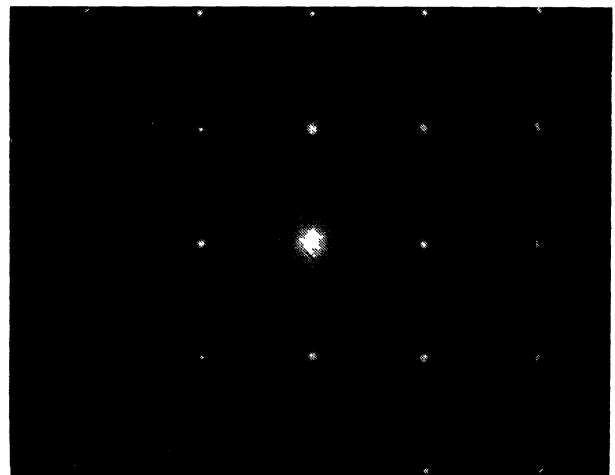


FIG. 4. — Diagramme de diffraction correspondant à la plage de la figure 3.

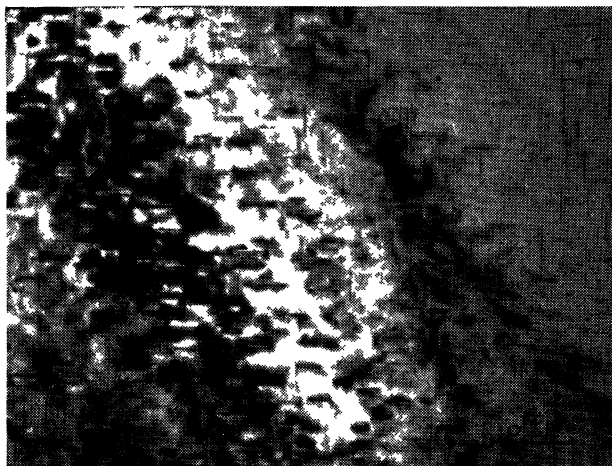


FIG. 5. — Al Cu à 4 % vieilli 240 heures à 150 °C.

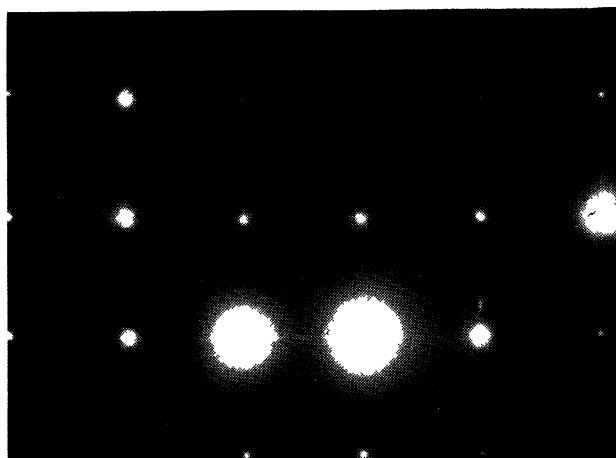


FIG. 6. — Diagramme de diffraction correspondant à la plage de la figure 5.

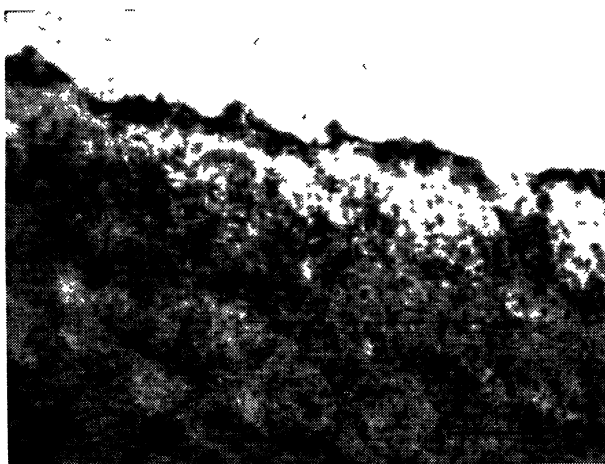


FIG. 7. — Al Cu à 4 % vieilli 3 mois à 100 °C.

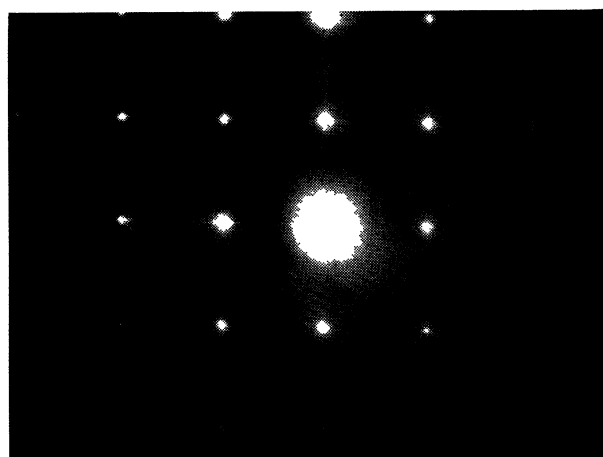


FIG. 8. — Diagramme de diffraction correspondant à la plage de la figure 7.

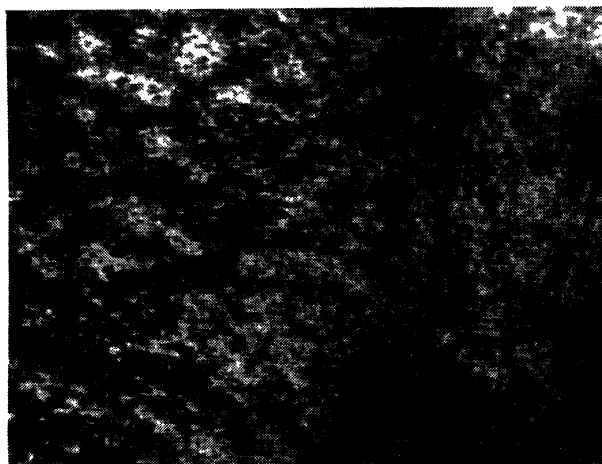


FIG. 9. — Al Cu à 4 % vieilli 15 jours à 75 °C.

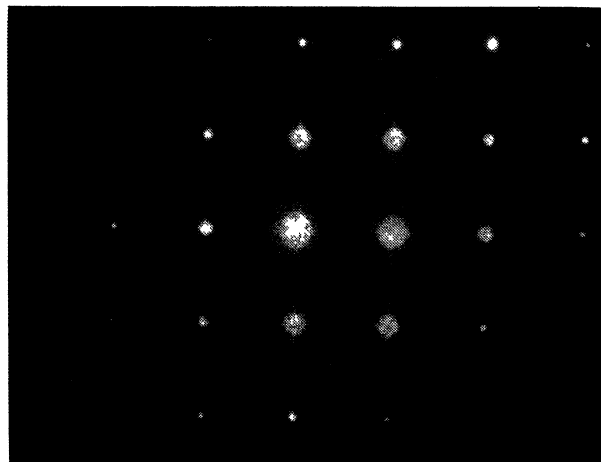


FIG. 10. — Diagramme de diffraction correspondant à la plage de la figure 9.

figure 7, les précipités sont toujours parallèles aux directions [001] et [010] mais leur longueur est plus petite (7 à 8 μ). Remarquons aussi que le contraste des zones est semblable à celui des zones obtenues par vieillissement à 100 °C.

Le diagramme de diffraction (*fig. 10*) de la plage qui correspond à la figure 9 présente le même aspect que le diagramme de l'échantillon vieilli 3 mois à 100 °C, mais nous devons remarquer que les traînées de diffusion sont plus larges et que trois spots supplémentaires sont présents dans chaque carré formé par les spots de diffraction de la matrice aluminium. L'un de ces spots est situé au centre du carré ; les deux autres sont situés sur un cercle centré sur le spot 000 et passant par le spot 200 et ont approximativement les coordonnées (1/2, 5/6) et (5/6, 1/2). L'origine du spot central est la même que dans le cas des diagrammes à 150 °C (intersection d'une traînée de diffusion allant du nœud 111 au nœud $11\bar{1}$ avec le plan (001) du réseau réciproque).

Les deux autres spots supplémentaires ont une origine qui reste obscure. Il semble cependant que celle-ci ne doit pas être cherchée dans un effet de surface dû à la contamination comme l'ont affirmé Thomas, Nicholson et Nutting [2]. On ne comprend pas très bien pourquoi la contamination donnerait des spots et pourquoi cet effet ne serait observable que pour un alliage Al Cu à 4 % vieilli à une température telle qu'elle permette la précipitation des zones G.-P. I. Il nous faut signaler aussi que dans un même échantillon des régions différentes donnent ou ne donnent pas ces spots sur les diagrammes.

ALLIAGE VIEILLI PENDANT 10 MOIS A 25 °C. — La figure 11 montre une région de cet échantillon. L'aspect change totalement par rapport aux autres clichés. Les précipités sont beaucoup plus petits (5 à 6 μ) et nettement moins contrastés.

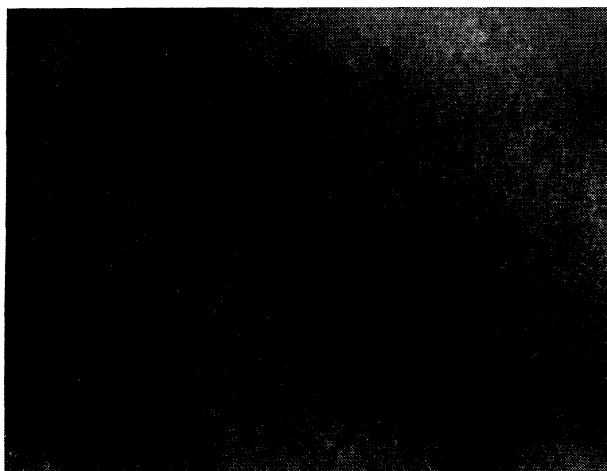


FIG. 11. — Al Cu à 4 % vieilli 10 mois à 25 °C.

Cependant nous sommes encore certains d'être en présence de zones G.-P. I étant donné que ces précipités sont parallèles aux directions [100] et [010] et que leurs espacements sont voisins de ceux trouvés aux rayons X.

Cette différence de contraste nous incite à penser que dans ce cas de vieillissement à la température ordinaire il y a une distorsion moins importante de la matrice aluminium. L'aspect de notre figure ressemble beaucoup à celui qu'avaient obtenu Castaing et Lenoir pour un alliage vieilli 24 h à 100 °C. En effet ces auteurs ont travaillé avec un microscope RCA dont le pouvoir de résolution était très inférieur à celui des microscopes modernes et disposaient donc d'un contraste plus faible à petite échelle ; de plus signalons que la tension d'accélération de 50 kV les obligeait à observer des échantillons extrêmement amincis et que par conséquent le contraste de Bragg en était diminué. C'est pour ces raisons qu'ils ont dû observer un échantillon dont les conditions de précipitation étaient telles qu'elles auraient donné un contraste important pour un microscope à très haut pouvoir de résolution.

La figure 12 montre le diagramme de diffraction de la plage de la figure 11. Nous observons toujours les trois spots supplémentaires dont deux sont situés sur un cercle centré sur le spot 000 et passant par le spot 200 ; ce cercle de diffraction est visible sur la figure mais son origine est aussi inexplicable pour l'instant.

D'autre part les traînées de diffusion sont plus larges. Si nous appelons ϵ la largeur angulaire des traînées et l le diamètre des zones d'après les travaux faits aux rayons X [4], nous avons :

$$\nu = \lambda/l.$$

Nous avons mesuré sur chaque diagramme la largeur angulaire des traînées de diffusion et nous

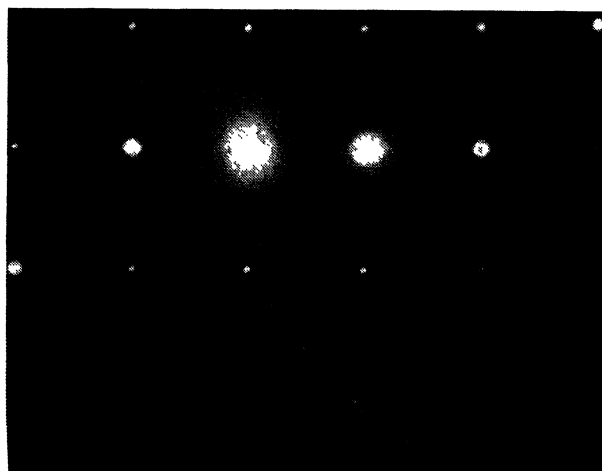


FIG. 12. — Diagramme de diffraction correspondant à la plage de la figure 11.

en avons déduit le diamètre des zones. Sur le tableau les valeurs ainsi calculées sont comparées aux valeurs mesurées sur les clichés.

TEMPÉRATURE DE VIEILLISSEMENT	LARGEUR ANGULAIRE DE LA TRAINÉE	DIAMÈTRE DE LA ZONE CALCULÉ	DIAMÈTRE DE LA ZONE MESURÉ
10 mois à 25 °C	$6,4 \cdot 10^{-4}$ rad.	5 m μ .	5 à 6 m μ .
15 jours à 75 °C	$4,6 \cdot 10^{-4}$ rad.	8 m μ .	7 à 8 m μ .
3 mois à 100 °C	$3 \cdot 10^{-4}$ rad.	12 m μ .	10 à 12 m μ .

Nous pouvons donc constater que les deux méthodes d'estimation de longueur des zones sont en plein accord aux erreurs de mesure près. En effet la précision de mesure sur nos clichés n'excède pas 15 % étant donné qu'il est difficile de faire une mesure à mieux que 10 Å près.

Ce travail a permis de mettre en évidence, pour la première fois à notre connaissance, la présence des zones G.-P. I pour un alliage Al Cu à 4 % vieilli 10 mois à 25 °C. Ainsi nous avons une preuve supplémentaire de l'existence de ces zones qui sont responsables du durcissement structural.

D'autre part nous avons pu vérifier que l'aspect de la figure de l'échantillon vieilli 24 h à 100 °C publié par Castaing et Lenoir était bien dû aux zones G.-P. I, et non pas à de la contamination.

De plus, nous avons pu constater que les diagrammes de microdiffraction électronique donnaient des résultats qui concordent bien dans l'ensemble avec ceux que permettent d'obtenir les diagrammes de diffraction de rayons X, notamment dans le cas de la phase θ'' .

Nous remercions vivement le Professeur Raymond Castaing qui nous a constamment conseillé et encouragé dans nos recherches.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] CASTAING (R.) et LENOIR, *C. R. Acad. Sc.*, 1954, **239**, 972.
 [2] NICHOLSON (R. B.), THOMAS (G.) et NUTTING (J.), *J. Inst. Metals*, 1959, **87**, 429.
 [3] GUINIER (A.), *J. Physique Rad.*, 1942, **8**, 124.
 [4] GUINIER (A.), *Ann. Physique*, 1939, **13**, 161.