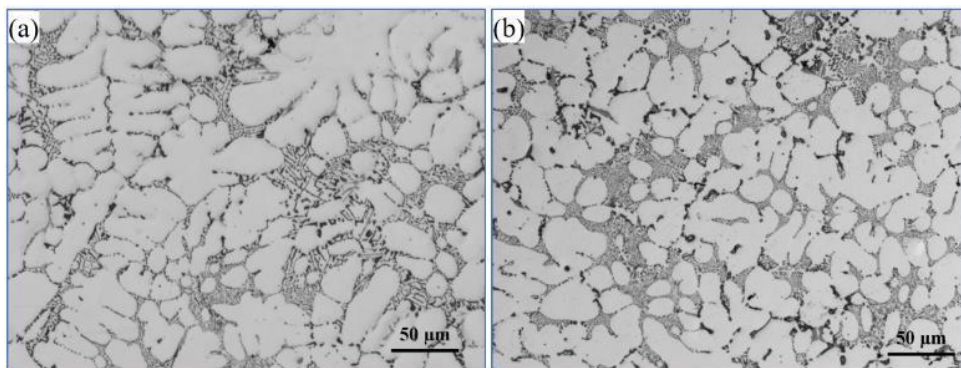


# CHAPITRE 4 EFFET DES ÉLÉMENTS DE TRANSITION, DU TAUX DE REFROIDISSEMENT ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES DISPERSOÏDES ET LES PROPRIÉTÉS À HAUTE TEMPÉRATURE DE 356 ALLIAGES

De nos jours, les alliages de type 356 ont de nombreuses applications dans les culasses de moteurs automobiles. Ce chapitre vise à étudier le potentiel des propriétés à haute température des alliages de type 356 avec un traitement thermique traditionnel en introduisant certains éléments de transition populaires (introduceur de dispersoïdes). Diverses études de microstructures et essais de traction à haute température ont été menés pour évaluer les effets des V, Zr et Mo sur les alliages de type 356.

## 4.1 Microstructures telles que coulées et mises en solution



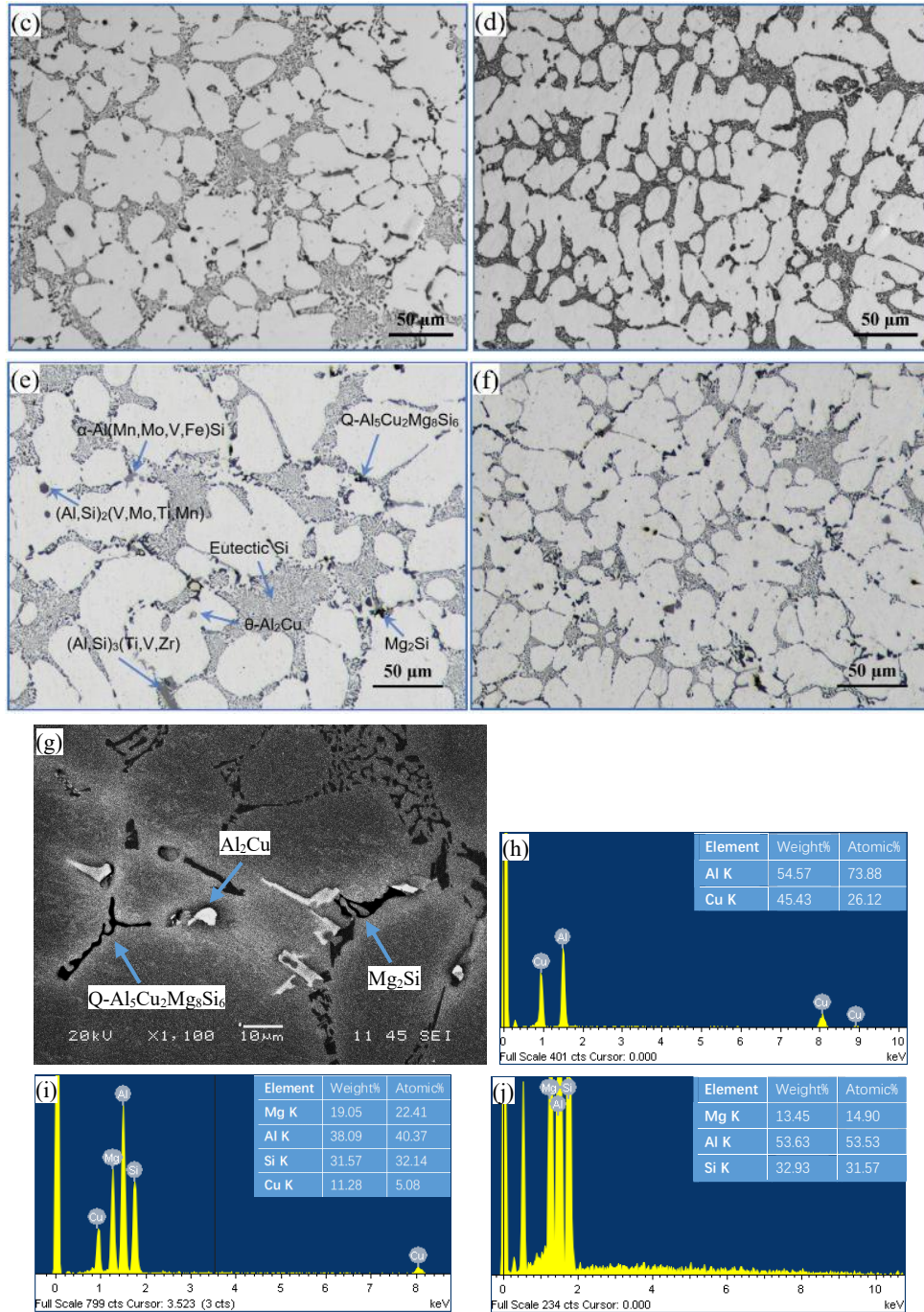


Figure. 4.1 Microstructures telles que coulées sous un microscope optique de (a) #0-S, (b) #1-S, (c) #2-S, (d) #3-S, (e) #4-Y, (f) #4-S alliages. (g) Une image MEB d'électrons secondaires d'alliage # 0-Y tel que coulé comprenant des phases à bas point de fusion  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ . (h), (i) et (j) sont des résultats EDS des phases  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ , respectivement.

Dans le présent travail, on observe que les microstructures coulées d'alliages expérimentaux sont composées de  $\alpha$ -Al dendritique, de silicium eutectique et de diverses phases intermétalliques, qui présentent une variété de types et de morphologies et dépendent fortement de l'ajout d'éléments de transition, comme illustré à la Figure 4.1. On a pu constater que les alliages #0 et #3 possèdent généralement des structures de dendrite directionnelles manifestement longues, au contraire, les alliages #1, #2 et #4 possèdent généralement des structures de dendrite de type rosette. Ces différents effets de modification de la dendrite des ajouts de V, Zr et Mo indiquent leurs différents effets d'affinage du grain. La vitesse de refroidissement élevée (échantillons S) a produit des microstructures plus fines comprenant l'espacement du deuxième bras (SDAS), des particules de Si et des intermétalliques, par rapport à la faible vitesse de refroidissement (échantillons Y). Les échantillons S tels que coulés ont le SDAS moyen de 20  $\mu\text{m}$ , tandis que le SDAS moyen des échantillons Y est de 35  $\mu\text{m}$ . À titre d'exemple, les microstructures typiques de l'alliage #4 sous deux vitesses de refroidissement sont données à titre d'exemple sur la Figure 4.1(e)(f), qui montre les divers intermétalliques formés en raison de l'ajout combiné d'éléments de transition ainsi que les microstructures plus fines dans l'échantillon S (Figure 4.1b).

Tableau 4.1 Phases intermétalliques dans la microstructure brute de coulée de différents alliages

| Alliage | Phases intermétalliques   |  |
|---------|---|--|
| #0      | $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> Ti  | Mg <sub>2</sub> Si, $\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu,<br>Q-Al <sub>5</sub> Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> |
| #1      | $\alpha$ -Al(Mn,V,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,V), (Al,Si) <sub>2</sub> (V,Ti,Mn)          |  |
| #2      | $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,Zr)   |  |
| #3      | $\alpha$ -Al(Mn,Mo,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> Ti, (Al,Si) <sub>2</sub> (Mo,Ti,Mn)            |  |
| #4      | $\alpha$ -Al(Mn,Mo,V,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,V,Zr), (Al,Si) <sub>2</sub> (V,Mo,Ti,Mn) |  |

Tableau 4.2 Quelques informations sur la structure cristalline liées aux phases intermétalliques (Al,Si)<sub>2</sub>M

| Phase  | Cellule unitaire (nm):                        | Référence    | Groupe spatial | Pearson | Type de structure |
|--------|---|--------------|----------------|---------|-------------------|
| MoAlSi | 4.719 × 4.719 × 6.569<br><90.0°×90.0°×120.0°> | ICSD #109106 | P6222<br>(180) | hP9     | CrSi <sub>2</sub> |

|   |  |             |  |  |  |
|---|--|-------------|--|--|--|
| Mo(Si,Al) <sub>2</sub>                                | 4.674 × 4.674 × 6.558<br><90.0°×90.0°×120.0°>    | PDF#10-0277 |  |  |  |
| Mo(Si,Al) <sub>2</sub>                                | 4.645 × 4.645 × 6.547<br><90.0°×90.0°×120.0°>    | PDF#19-0032 |  |  |  |
| MoSi <sub>2</sub>                                     | 4.596 × 4.596 × 6.55<br><90.0°×90.0°×120.0°>     | PDF#17-0917 |  |  |  |
| VSi <sub>2</sub>                                      | 4.5726 × 4.5726 × 6.3744<br><90.0°×90.0°×120.0°> | ICSD #96025 |  |  |  |
| VSi <sub>2</sub>                                      | 4.5723 × 4.5723 × 6.373<br><90.0°×90.0°×120.0°>  | PDF#38-1419 |  |  |  |
| MnAl <sub>0.75</sub> Si <sub>1.25</sub>               | 4.475 × 4.475 × 6.427<br><90.0°×90.0°×120.0°>    | PDF#18-0037 |  |  |  |
| (Ti <sub>0.8</sub> Mo <sub>0.2</sub> )Si <sub>2</sub> | 4.699 × 4.699 × 6.524<br><90.0°×90.0°×120.0°>    | PDF#07-0331 |  |  |  |

L'alliage de base #0 a une phase intermétallique majeure  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si et une trace (Al,Si)<sub>3</sub>Ti intermétallique en raison de la présence de Ti par l'addition de raffinement des grains. Dans l'alliage V-ajouté #1, en plus du principal  $\alpha$ -Al(Mn,V,Fe)Si intermétallique, une phase (Al,Si)<sub>2</sub>(V,Ti,Mn) a été trouvée comme suggéré par [1, 2] avec un peu de Si substitué par Al et un certain V substitué par Ti et Mn sur la base des phases Si<sub>2</sub>V en raison de leur rayon atomique similaire [3]. De même, dans l'alliage #3 ajouté au Mo, certaines particules intermétalliques riches en (Mo,Si)-rich (Al,Si)<sub>2</sub>(Mo,Ti,Mn) ont également été trouvées qui pourraient être dérivées de la phase hexagonale Mo(Al,Si)<sub>2</sub> [4, 5]. Dans l'alliage #4 avec l'addition combinée de V, Zr et Mo, trois phases intermétalliques principales avec une composition chimique compliquée ont été trouvées, qui sont la phase  $\alpha$ -Al(Mn,Mo,V,Fe)Si, en forme de plaque (Al,Si)<sub>3</sub>(Ti,V,Zr) et hexagonale (Al,Si)<sub>2</sub>(V,Mo,Ti,Mn). Il convient de mentionner que les cinq alliages contiennent du Mg<sub>2</sub>Si et deux phases  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et Q-Al<sub>5</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>6</sub> contenant du Cu en raison de la présence de Mg, Si et Cu dans les alliages expérimentaux. Les détails des diverses phases intermétalliques trouvées et identifiées dans les microstructures telles que coulées de cinq alliages sont résumés dans le Tableau 4.1. Certaines données relatives à la structure cristalline de ces phases (Al,Si)<sub>2</sub>M qui ont la même structure cristalline sont rassemblées

dans le Tableau 4.2. Il est possible que V, Mo, Ti, Mn en tant qu'éléments potentiels de «M» puissent se remplacer sans changer la structure cristalline dans ce type de phases. La phase  $(Al,Si)_2Zr$  n'est pas observée dans la présente étude, qui a été rapportée dans des alliages Al-Si à plus haute teneur en Si [6].

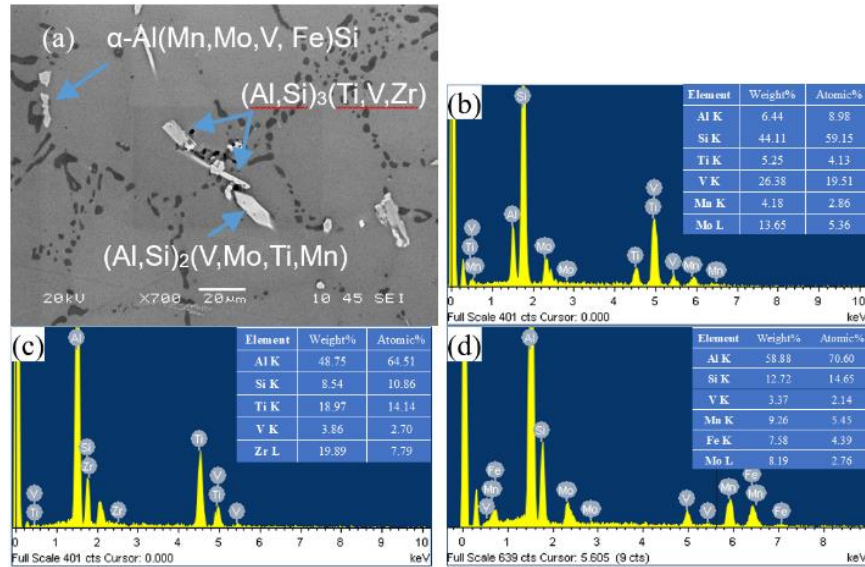


Figure 4.2 Image d'électrons secondaires SEM de l'échantillon #4-Y après traitement en solution à 520 °C pendant 4 h (a) avec résultats d'analyse EDS des intermétalliques: (b)  $(Al,Si)_2(V,Mo,Ti,Mn)$ ; (c)  $(Al,Si)_3(Ti,V,Zr)$ ; (d)  $\alpha-Al(Mn,Mo,V,Fe)Si$ .

Au cours du traitement en solution en deux étapes, les particules eutectiques de Si ont été sphéroïdisées, tandis que les trois phases intermétalliques contenant du Mg/Cu à bas point de rencontre, y compris  $Mg_2Si$ ,  $\theta-Al_2Cu$  et  $Q-Al_5Cu_2Mg_8Si_6$  (marqué sur la Fig.4.1 (g)), ont été complètement dissoutes dans la matrice  $\alpha-Al$ . En général, les phases intermétalliques contenant Fe/Ti/V/Zr/Mo (dans la colonne de gauche du Tableau 4.1) étaient les phases à point de fusion élevé. Ils peuvent être fragmentés et partiellement dissous pendant le traitement en solution à 520 °C mais la plupart d'entre eux restent dans la microstructure après le traitement en solution. La Figure 4.2 donne un exemple de microstructure en solution de l'échantillon #4-Y, dans laquelle  $\alpha-Al(Mn,Mo,V,Fe)Si$ ,

(Al,Si)<sub>3</sub>(Ti,V,Zr) et (Al,Si)<sub>2</sub>(V,Mo,Ti,Mn) formées lors de la solidification ont encore été observées après traitement en solution.

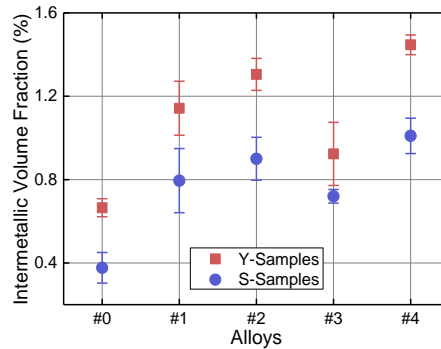


Figure 4.3 Fraction volumique des phases intermétalliques restées après un traitement en solution de 520°C/4h dans divers alliages

Les fractions volumiques totales des phases intermétalliques restantes après un même traitement en solution dans différents alliages ont été mesurées pour évaluer les effets de différents éléments de soluté et la vitesse de refroidissement sur leur formation, et les résultats sont présentés sur la Figure 4.3. On peut trouver que l'alliage de base #0 a les fractions de volume les plus faibles de composés intermétalliques aux deux vitesses de refroidissement. Avec l'ajout d'éléments de transition, les fractions volumiques des intermétalliques augmentent, tandis que la vitesse de refroidissement élevée réduit la formation d'intermétalliques et davantage d'éléments de transition peuvent être retenus dans la matrice  $\alpha$ -Al. Il est évident que l'alliage #4 avec addition combinée possède la fraction volumique la plus élevée d'intermétalliques, qui a plus que doublé la fraction intermétallique par rapport à l'alliage de base. L'alliage #2 ajouté au Zr a la deuxième plus grande fraction volumique d'intermétalliques parmi tous les alliages, mais la plus grande fraction intermétallique parmi trois alliages individuels ajoutés par élément de transition (#1 à #3) en raison de la faible capacité de soluté du Zr dans Al.

## 4.2 Évolution des dispersoïdes lors des traitements thermiques avec différents contenus en éléments de transition

Dans les alliages de fonderie Al-Si, les dispersoïdes se forment généralement lors du traitement en solution [7-10]. Pour surveiller la précipitation des dispersoïdes pendant le traitement en solution et pour comparer l'effet de durcissement des éléments de transition, la microdureté Vickers (HV) et la conductivité électrique (CE) en fonction du temps de maintien ont été mesurées et les résultats sont présentés sur la Figure 4.4.

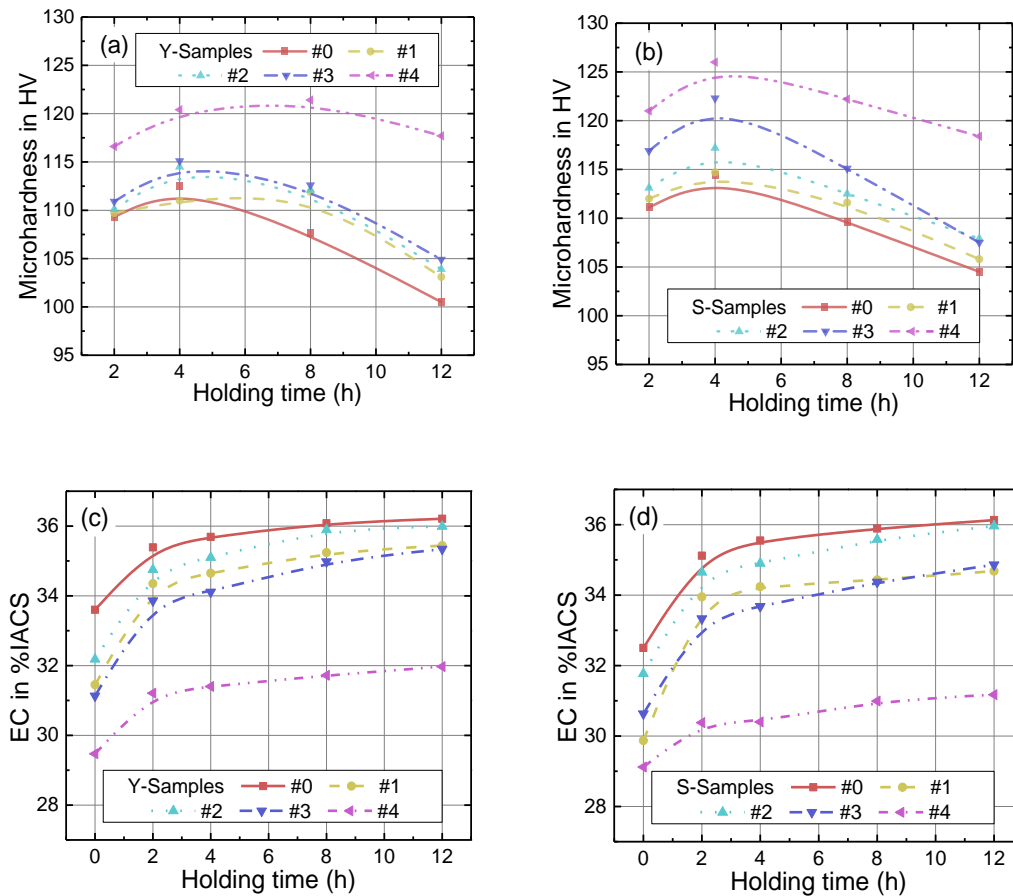


Figure 4.4 Microdureté Vickers (a, b) et conductivité électrique (c, d) en fonction du temps de maintien lors du traitement en solution à 520 °C dans différents alliages

Hormis la consommation dans les phases intermétalliques, tous les éléments d'alliage formant dispersoïde (Mn, Fe, Si, Zr, V et Mo) sont sursaturés dans la microstructure telle que coulée. Pendant le traitement en solution et avec l'augmentation du temps de maintien, la microdureté et la CE augmentent progressivement, indiquant que les dispersoïdes précipitent à partir de la matrice d'aluminium sursaturée. Aux deux vitesses de refroidissement, la microdureté maximale est atteinte après 4 h de temps de maintien, tandis que la CE s'approche également de la valeur maximale, suggérant que les dispersoïdes sont entièrement précipités après 520°C/4h; ainsi, le traitement en solution de 520°C/4h est choisi pour une étude métallographique plus poussée des dispersoïdes. Avec un temps de perçage prolongé après 4 h, les valeurs de microdureté des cinq alliages présentent une tendance à la baisse, tandis que les valeurs de CE atteignent un plateau, ce qui est très probablement attribué au fait que les dispersoïdes commencent à grossir avec un temps de maintien prolongé à 520 °C.

Les différences de microdureté entre les différents alliages sont principalement attribuées à la quantité de dispersoïdes précipités et à leur effet de renforcement. Comme le montre la Figure 4.4a-b, l'alliage #4 avec addition combinée de V, Zr et Mo a la microdureté la plus élevée parmi tous les alliages à un moment de maintien donné. L'alliage #3 ajouté au Mo présente une amélioration évidente, montrant la deuxième microdureté la plus élevée. Les alliages #1 et #2 ne montrent qu'une légère amélioration par rapport à l'alliage #0. De plus, la vitesse de refroidissement élevée (échantillons S) a toujours la microdureté la plus élevée par rapport à la faible vitesse de refroidissement (échantillons Y) pour chaque alliage. Cela signifie la plus grande quantité de dispersoïdes précipités en raison du niveau de sursaturation plus élevé à la condition de vitesse de refroidissement élevée.



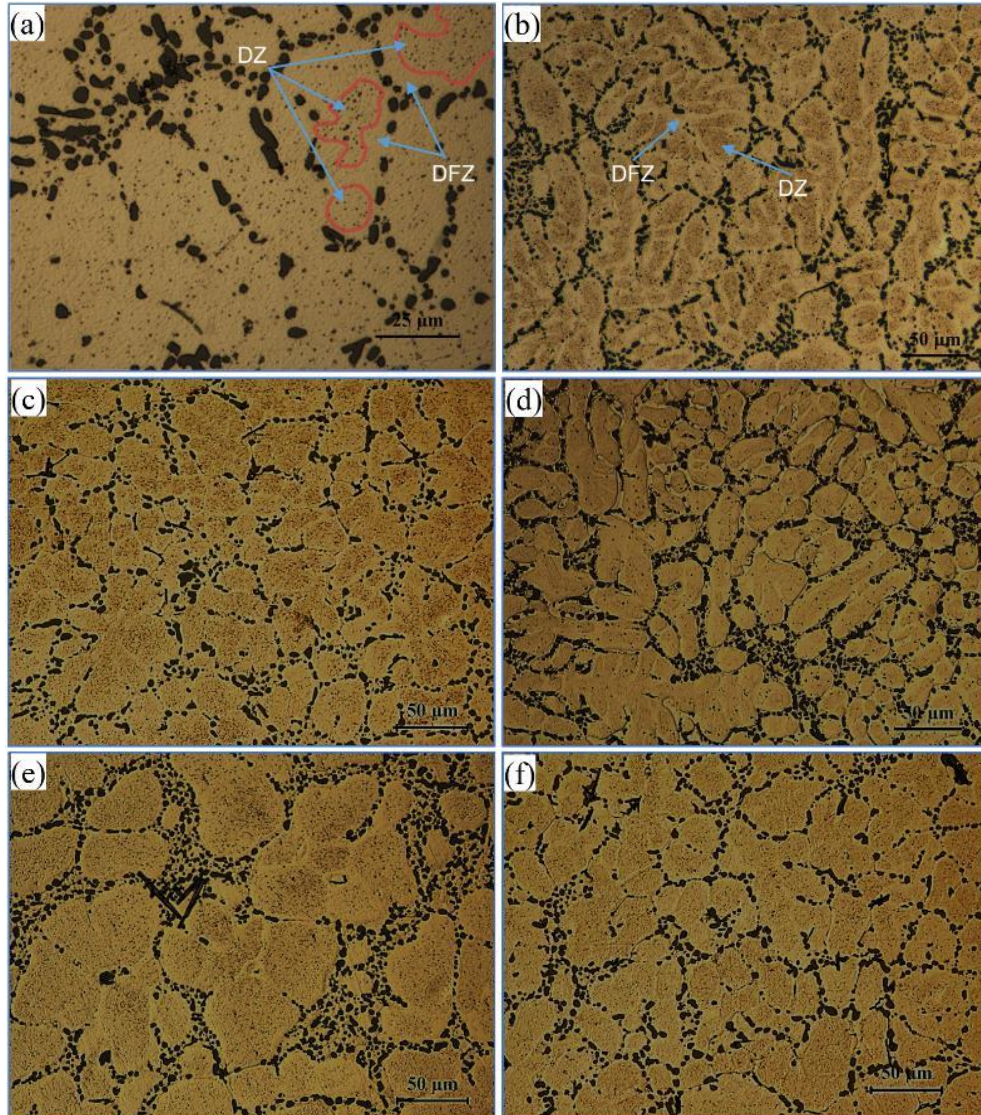


Figure 4.5 Zone de dispersion (DZ) et zone libre de dispersoïde (DFZ) formées pendant le traitement en solution (520°C/4h) (gravées avec 0,5% de HF pendant 90 s): (a) #0-S; (b) #1-S; (c) #2-S; (d) #3-S; (e) #4-Y; (f) #4-S.

Les dispersoïdes précipitent généralement dans les cellules dendrites (la zone dispersoïde (DZ) dans la région intradendritique). À l'extérieur de la zone dispersoïde, il forme la zone libre de dispersoïde (DFZ), qui se situe près des limites de la dendrite et des particules intermétalliques en raison des solutés d'alliage appauvris dans la zone. La Figure 4.5 montre des images optiques donnant une vue d'ensemble de la distribution des zones dispersoïdes et des zones libres de dispersoïdes après traitement en solution dans les

alliages # 0, # 1 et # 3 à titre d'exemples. Tous les échantillons sont gravés avec 0,5% HF pendant 90 s afin de révéler clairement les DZ et DFZs. On peut trouver que le volume de DZ est plus faible mais avec un DFZ plus élevé dans le #0 par rapport aux alliages #1 et #3 tandis que le #3 a le volume maximal de DZ.

Tableau 4.3 Fractions de surface des DZ dans les alliages en solution

| Fraction DZ (%) | #0   | #1   | #2   | #3   | #4   |
|-----------------|------|------|------|------|------|
| Échantillons Y  | 41±5 | 64±6 | 64±8 | 74±5 | 66±7 |
| Échantillons S  | 44±4 | 62±7 | 65±6 | 73±3 | 68±7 |

Les fractions de surface mesurées des DZ dans différents alliages sont présentées dans le Tableau 4.3. Sur la base des mesures, il est clair que les vitesses de refroidissement ont une influence limitée sur la fraction de DZ, tandis que les éléments de transition ajoutés ont des effets importants sur celle-ci, qui peuvent être liés à leurs coefficients de partition inverse ( $k_0$  (Mn, Fe et Si) < 1 tandis que  $k_0$  (Ti, V, Zr and Mo) > 1 [2, 9, 11]). Par conséquent, la formation de DZ a été augmentée avec des éléments de transition. La fraction DZ maximale a été trouvée dans l'alliage #3, environ 73% avec les deux moules, indiquant que Mo est un élément d'élimination DFZ puissant pour les alliages de fonderie Al-Si-Cu-Mg. Les alliages #1, #2 et #4 ont des fractions DZ similaires qui sont plus petites que celles de l'alliage #3, en raison de leurs DFZ relativement plus grandes autour des limites de la dendrite, comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.5. Cependant, ils ont absolument des DZ plus grands que l'alliage #0 dont les DZ sont même difficiles à identifier.

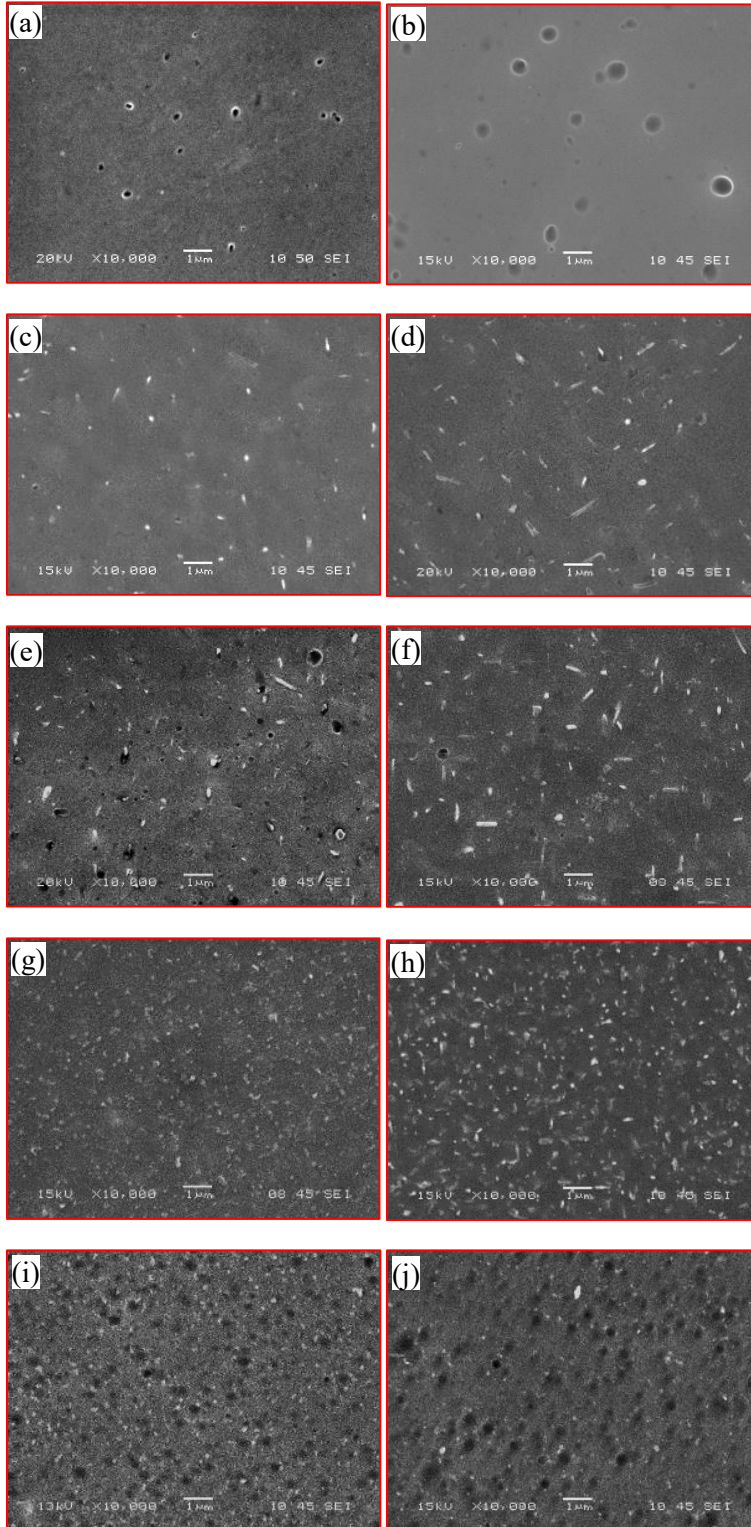
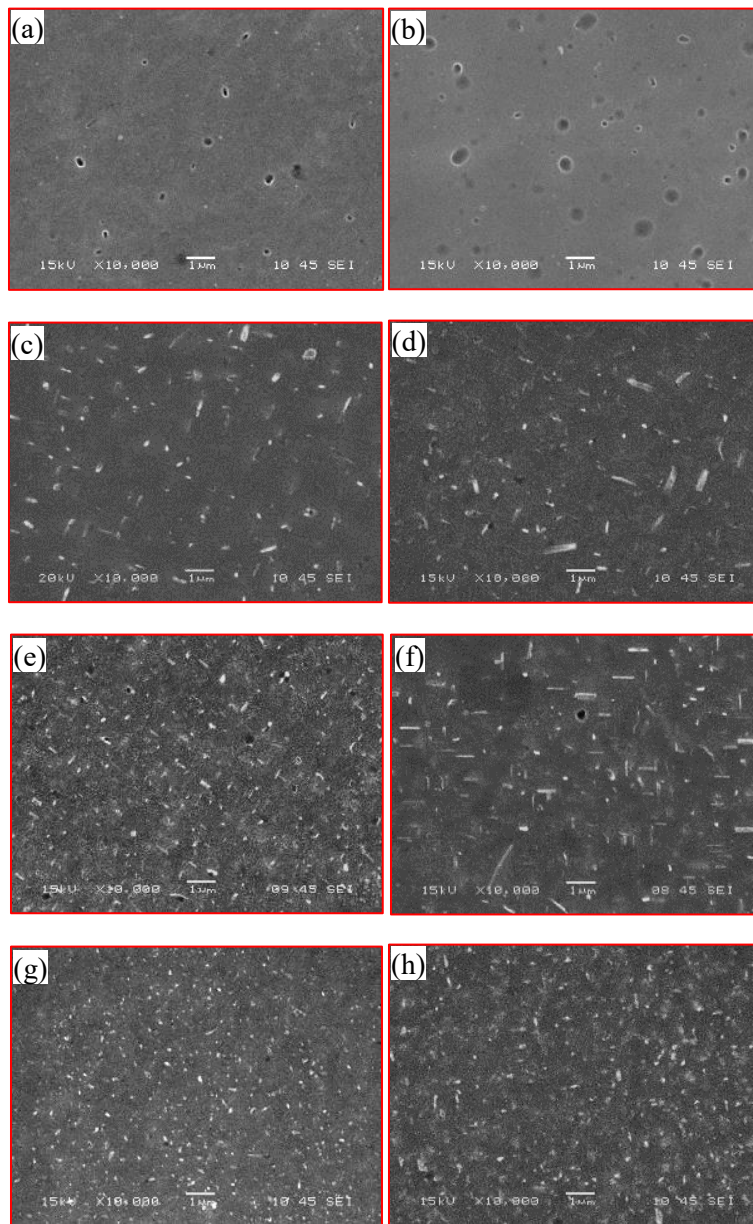


Figure 4.6 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons Y pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).



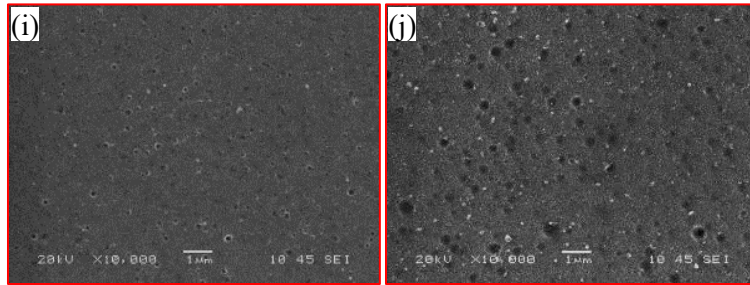


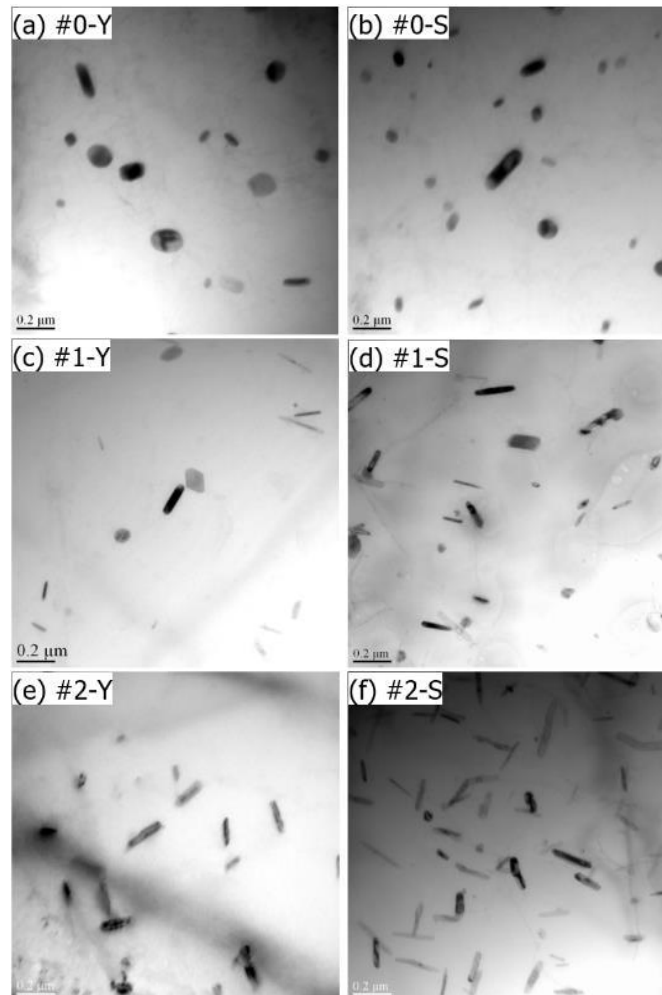
Figure 4.7 Images SEM de dispersoïdes dans des échantillons S pendant le traitement en solution pendant 2 heures (a, c, e, g, i correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4) et 12 heures (b, d, f, h, j correspondant aux alliages # 0, # 1, # 2, # 3, # 4).

Les Figure 4.6 et Figure 4.7 montrent les détails de la zone dispersoïde avec SEM après solution traitée pendant 2 et 12 heures des alliages dans les échantillons Y et S-échantillons respectivement pour montrer l'évolution des dispersoïdes avec le temps de maintien. Comme différents dispersoïdes ont des réactions différentes à l'agent de gravure, les dispersoïdes dans l'alliage de base se sont révélés sous forme de trous; tandis que dans les alliages ajoutés en V, Zr ou / et Mo, la matrice semble être préférée pour être gravée que certains dispersoïdes, et les dispersoïdes dépassaient généralement de la surface de la matrice gravée plus profondément combinée à certains trous dans une plus ou moins grande mesure. Ces images montrent le processus de grossissement des dispersoïdes entre 2 heures et 12 heures de temps de maintien, ainsi que les effets de promotion et de raffinage des dispersoïdes induits par une vitesse de refroidissement plus élevée, puisque les échantillons S ont toujours les dispersoïdes avec une taille plus fine et une densité numérique plus élevée que le Y- échantillons.

En ce qui concerne la morphologie des dispersoïdes dans différents alliages, les alliages #0 ne contiennent que des dispersoïdes représentés par des trous arrondis, indiquant les dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Fe,Mn)Si classiques. Dans les alliages #1 et #2, la plupart des dispersoïdes présentent des morphologies en forme de bâtonnets, qui sont plus évidentes avec un temps de maintien prolongé. Les alliages #3 présentent des dispersoïdes presque

sphériques denses et fins qui se sont révélés être  $\alpha$ -Al(Fe,Mn,Mo)Si [10]. En comparant les effets de différents éléments de transition, les alliages #3 avec ajout de Mo ont un grand avantage sur la densité et la taille du nombre de dispersoïdes par rapport aux alliages #0, #1 et #2.

Pour étudier les détails des dispersoïdes (type, morphologie, taille et densité en nombre) dans les états de dureté maximale, une enquête TEM est effectuée pour chaque état d'alliage, et la distribution des dispersoïdes dans la DZ des alliages expérimentaux est illustrée à la Figure 4.8.



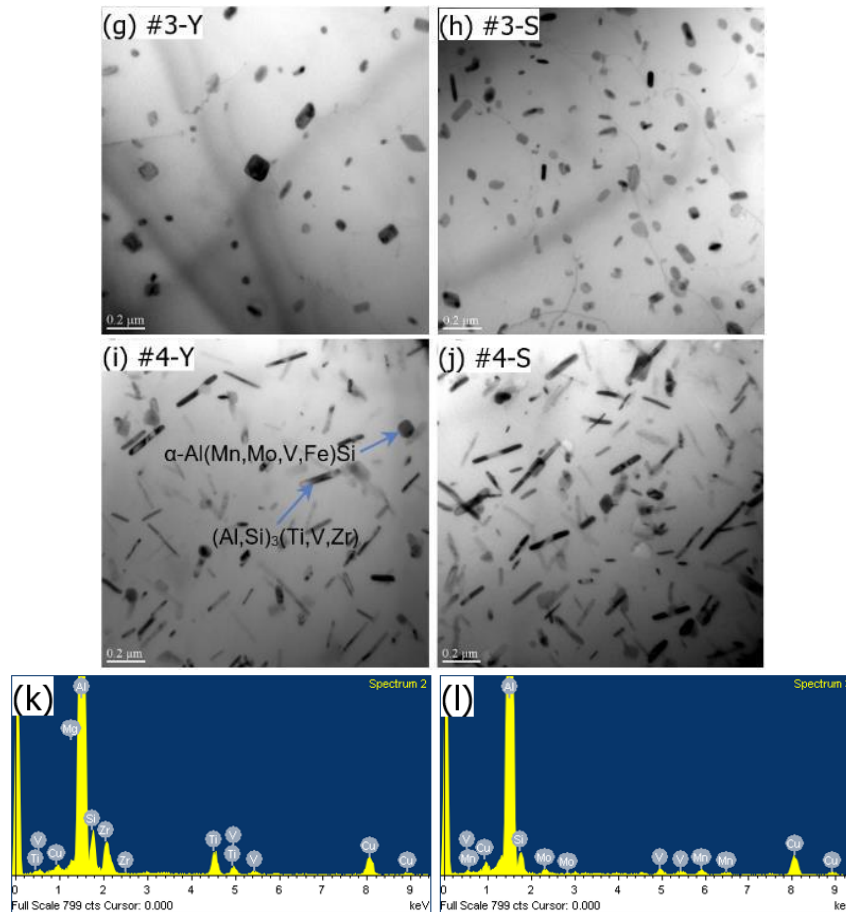


Figure 4.8 Images TEM révélant les dispersoïdes dans toutes les conditions d'alliage avec des échantillons Y et des échantillons S (a-j); Résultats TEM-EDS des dispersoïdes typiques  $(\text{Al}, \text{Si})_3(\text{Ti}, \text{V}, \text{Zr})$  et  $\alpha\text{-Al}(\text{Mn}, \text{Mo}, \text{V}, \text{Fe})\text{Si}$  dispersoïdes (k-l).

Pour aider à l'identification des dispersoïdes, TEM-EDS a été utilisé pour analyser les compositions chimiques de différents types de dispersoïdes. En général, les dispersoïdes trouvés sous TEM peuvent être divisés en deux groupes: les dispersoïdes de type  $\alpha\text{-Al}(\text{Mn}, \text{Fe})\text{Si}$  avec une morphologie en bloc et les dispersoïdes de type  $(\text{Al}, \text{Si})_3\text{M}$  avec une morphologie en forme de bâtonnet et leur distribution dans les alliages sont résumés dans le Tableau 4.4. La différence de morphologie entre ces deux types de dispersoïdes peut être expliquée par leurs structures cristallines cubiques et tétraogonales  $\text{D}0_{22}$  /  $\text{D}0_{23}$  respectives [9, 12-14]. En outre, le diamètre équivalent global et les densités en nombre des dispersoïdes ont été analysés quantitativement sur la base de l'analyse d'image sur des

images TEM, avec des rapports des 2 types de dispersoïdes estimés empiriquement sur la base des résultats TEM-EDS dans chaque état d'alliage, comme indiqué dans Figure 4.9.

Tableau 4.4 Dispersoïdes confirmés par TEM dans différents alliages

| Alliages | Dispersoïdes  |
|----------|---|
| #0       | $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si   |
| #1       | $\alpha$ -Al(Mn, V,Fe)Si, (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,V)         |
| #2       | (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,Zr)*, $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si          |
| #3       | $\alpha$ -Al(Mn,Mo,Fe)Si                                      |
| #4       | (Al,Si) <sub>3</sub> (Ti,V,Zr)*, $\alpha$ -Al(Mn,Mo, V, Fe)Si |

\* Dispersoïdes dominants

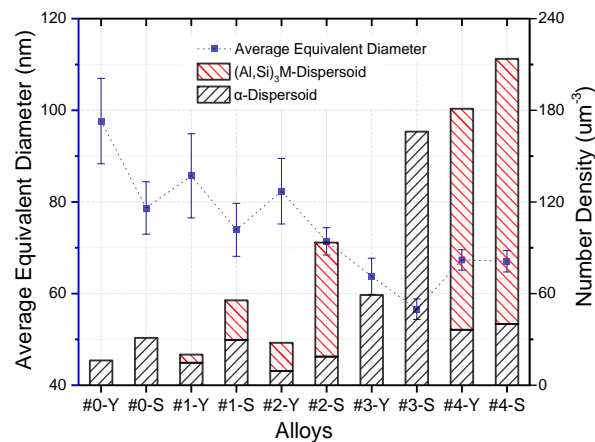


Figure 4.9 Diamètres équivalents moyens de dispersoïde et densité numérique dans différents alliages et moules

Dans les alliages de base #0, un certain nombre de dispersoïdes en forme de blocs sont apparus (Figure 4.8a-b), qui sont identifiés comme  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si, en raison de la présence de Mn dans l'alliage de base. Cependant, l'alliage de base a le plus grand diamètre moyen de dispersoïde (98 nm dans les échantillons Y et 79 nm dans les échantillons S) et la densité numérique la plus faible par rapport aux autres alliages.

Dans l'alliage #1 ajouté en V, la densité numérique des  $\alpha$ -dispersoïdes en forme de bloc semble être similaire avec l'alliage de base mais avec une taille plus petite. De plus, les dispersoïdes en forme de bâtonnets (Al,Si)<sub>3</sub>(Ti,V) se sont également formés (Figure 4.8c-



d). Les diamètres moyens des dispersoïdes sont de 86 nm dans les échantillons Y et de 74 nm dans les échantillons S, ce qui est modérément diminué par rapport à l'alliage #0. À la vitesse de refroidissement élevée (échantillons S), la proportion de dispersoïdes  $(Al,Si)_3(Ti,V)$  est supérieure à celle de l'échantillon Y, qui est même similaire aux  $\alpha$ -dispersoïdes.

Dans l'alliage #2 ajouté au Zr, un certain nombre de  $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$  avec une morphologie en forme de bâtonnet se sont formés à la place des  $\alpha$ -dispersoïdes (Figure 4.8e-f). Puisque Zr a une solubilité très limitée dans Al, 0,083 at.% de solubilité solide à l'équilibre maximum et 0,0005 at.% à 400 °C [11], la densité numérique des dispersoïdes  $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$  formés dans l'alliage #2 est relativement faible à la vitesse de refroidissement inférieure. Cependant, la formation de dispersoïdes  $(Al,Si)_3(Ti,Zr)$  est fortement favorisée à une vitesse de refroidissement plus élevée et devient la majorité des dispersoïdes avec une densité en nombre relativement élevée (Figure 4.9) mais la formation de  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si dispersoïde semble être inhibé. On pourrait attribuer à ce que Zr réduit la solubilité du Mn [15] et consomme le précurseur des dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si [16, 17]. Le diamètre moyen des dispersoïdes est de 82 nm dans les échantillons Y et de 71 nm dans les échantillons S, ce qui est légèrement plus petit que l'alliage #1.

L'addition de Mo dans l'alliage #3 a effectivement favorisé la formation de dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Mo,Fe)Si avec une morphologie en bloc, qui sont les seuls dispersoïdes trouvés dans la microstructure (Figure 4.8g-h). L'alliage a le plus petit diamètre de dispersoïde (65 nm dans les échantillons Y et 58 nm dans les échantillons S) parmi les cinq alliages. De plus, les densités en nombre de dispersoïdes dans l'alliage #3 augmentent considérablement par rapport aux alliages #0, #1 et #2. En outre, l'interaction idéale de Mo et Mn conduit également à la plus grande fraction DZ comme mentionné ci-dessus.

L'effet synergique de l'addition combinée de V, Zr et Mo dans l'alliage #4 est assez compliqué. De toute évidence, l'alliage produit le plus grand nombre de dispersoïdes fins

parmi les cinq alliages (Figure 4.8i-j). La taille moyenne du dispersoïde est d'environ 67 nm dans les échantillons Y et S, ce qui est remarquablement plus fin que les alliages #0, #1 et #2 mais légèrement plus grossier que l'alliage #3. Cependant, il a les densités en nombre les plus élevées parmi les cinq alliages (Figure 4.9). Probablement en raison de l'effet combiné de V et Zr, la plupart des dispersoïdes dans les alliages # 4 sont en forme de bâtonnet  $(Al,Si)_3(Ti,V,Zr)$ , qui sont préférés pour précipiter autour du centre des cellules de dendrite et la promotion des dispersoïdes  $\alpha$  par Mo semble être affectée de manière similaire avec l'alliage #2. En conséquence, la fraction DZ dans l'alliage #4 n'est pas aussi grande que celle dans l'alliage #3.

En ce qui concerne la densité numérique des dispersoïdes, l'addition individuelle de V ou Zr dans les alliages # 1 et # 2 a une augmentation limitée par rapport à l'alliage de base. L'addition de Mo et l'addition combinée de V, Zr et Mo ont un impact important sur la densité numérique et ces deux alliages possèdent des densités numériques beaucoup plus élevées aux deux vitesses de refroidissement que les alliages # 0, # 1 et # 2. En raison de sa densité numérique la plus élevée de dispersoïdes fins, l'addition combinée de V, Zr et Mo induit le plus grand effet de durcissement parmi les cinq alliages. Pour les ajouts individuels de V, Zr ou Mo, la séquence de l'effet de durcissement dû au renforcement dispersoïde est  $Mo > Zr > V$  (Figure 4.4a-b).

La vitesse de refroidissement élevée augmente la densité numérique et diminue la taille des dispersoïdes dans les 5 alliages. D'autre part, avec les ajouts de V et Zr dans les alliages #1, #2 et #4, il est également intéressant de noter que la vitesse de refroidissement élevée conduit généralement à une plus grande partie de la tige  $(Al,Si)_3M$  dispersoïdes de type en raison de l'augmentation de la teneur en V, Zr et Ti en solution solide.

### 4.3 Propriétés mécaniques

Les essais de traction à 300 °C ont été réalisés avec des alliages après traitement T7 et stabilisation (500°C/2h + 520°C/4h + trempe à l'eau + 200°C/5h + 300°C/100h).

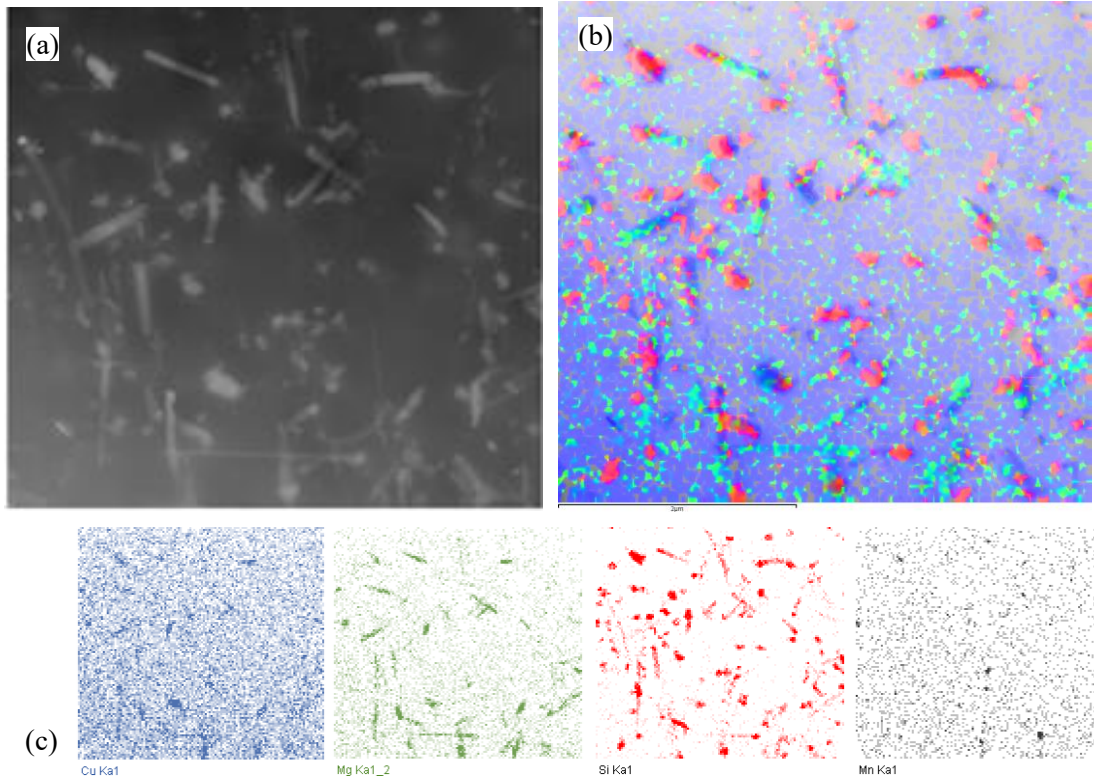


Figure. 4.10 (a) Image STEM de l'alliage T7 #0-Y après stabilisation à 300°C/100h. (b) Image de cartographie EDS mixte des éléments Cu (bleu), Mg (vert) et Si (rouge). (c) Résultats de cartographie EDS individuels de Cu, Mg, Si et Mn.

Comme on peut l'observer sur l'image STEM de la Figure. 4.10, après la stabilisation thermique, les phases de durcissement par vieillissement se sont extrêmement grossies et la plupart d'entre elles se sont transformées à l'état d'équilibre avec perte des orientations ordonnées. Les résultats de la cartographie EDS révèlent les accumulations simultanées d'éléments Mg, Si et Cu sur les gros précipités indiquant que les phases de durcissement par vieillissement sont des précipités de type Q-AlCuMgSi. Ces précipités ne sont pas thermiquement stables à 300°C et ils ont des tailles beaucoup plus grandes par rapport aux dispersoïdes contenant du Mn après stabilisation comme représenté dans la cartographie EDS de Mn. En conséquence, on pense que les précipités de Q-AlCuMgSi ont une contribution de renforcement limitée à haute température.

Les courbes d'écoulement de traction et les résultats de la limite d'élasticité (YS), de la résistance ultime (UTS) ainsi que du pourcentage d'allongement (EL%) sont présentés sur la Figure 4.11 et le Tableau 4.5.

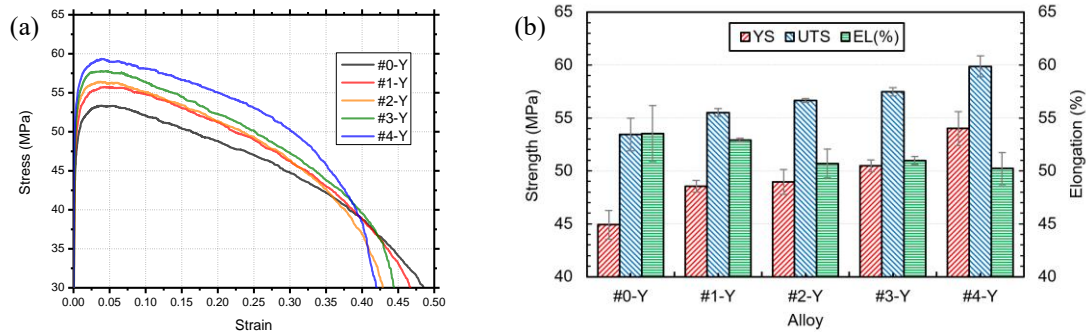


Figure 4.11 (a) Courbes d'essai de traction d'échantillons Y à 300°C, (b) mesures des propriétés YS, UTS et EL.

Tableau 4.5 Résultat du test de traction 300°C de l'alliage # 4-Y

| Alloy | YS (MPa)   | UTS (MPa)  | EL(Pct.)   |
|-------|------------|------------|------------|
| #0-Y  | 44.91±1.37 | 53.44±1.54 | 53.54±2.65 |
| #1-Y  | 48.53±0.56 | 55.51±0.37 | 52.92±0.19 |
| #2-Y  | 48.95±1.17 | 56.65±0.17 | 50.68±1.35 |
| #3-Y  | 50.47±0.55 | 57.48±0.39 | 50.98±0.36 |
| #4-Y  | 54.00±1.61 | 59.87±0.98 | 50.21±1.51 |
| #0-S  | 50.64±3.94 | 60.47±0.96 | 67.13±3.76 |

L'alliage #0 est un alliage de type 356 modifié au Mn avec une bonne ductilité par rapport aux alliages sans Mn contenant 356 rapportés dans la littérature [7], car les intermétalliques  $\beta$ -Fe sont transformés en phases intermétalliques  $\alpha$  moins préjudiciables par Mn. On constate que tout ajout d'éléments de transition dans l'alliage #0 provoque une augmentation de la limite d'élasticité /limite d'élasticité avec une réduction de l'allongement à 300°C comme le montre la Figure 4.11. Les effets de renforcement des éléments sur les résistances montrent une bonne concordance avec leurs effets sur la microdureté, par exemple Mo>Zr>V Bien que le V ait une influence moins néfaste que Zr ou Mo sur l'allongement dans l'essai de traction à haute température.

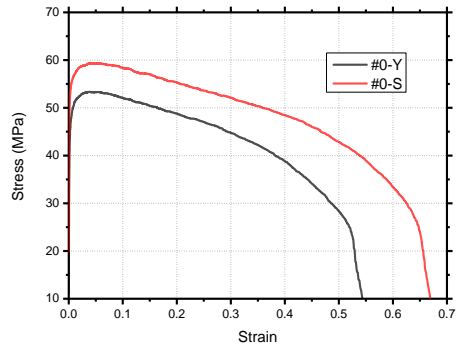
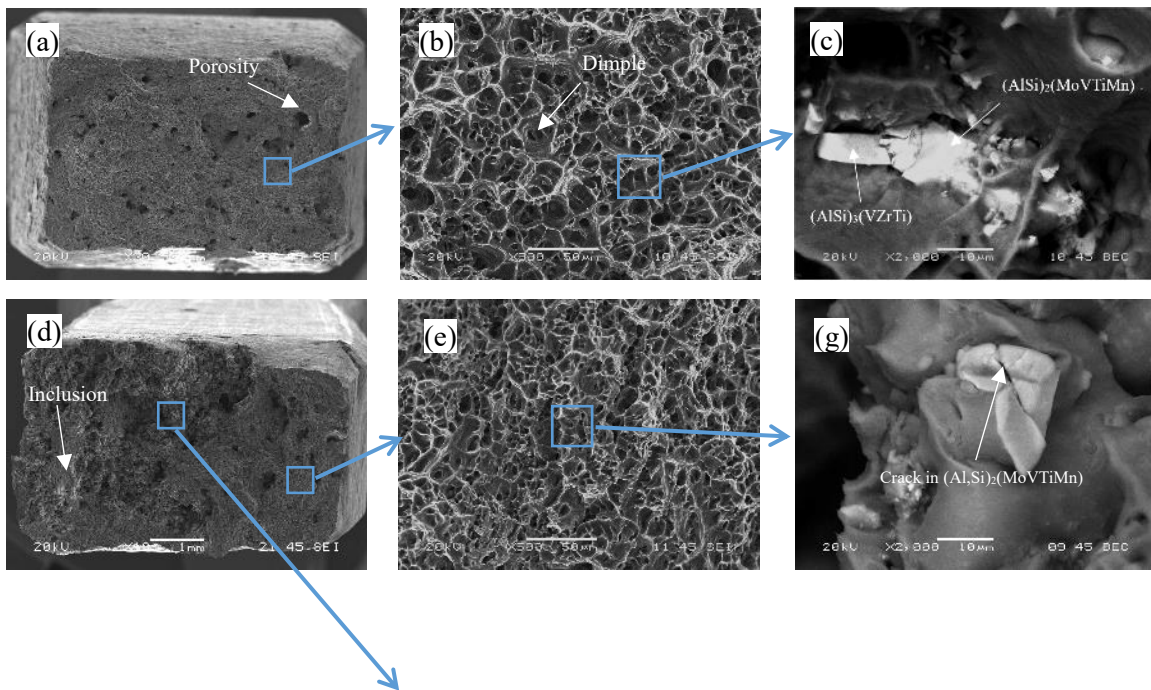


Figure 4.12 Courbes de traction de l'alliage # 0 à différentes vitesses de refroidissement.

Étant donné que les échantillons S dans les travaux actuels contiennent généralement des défauts graves tels que des porosités et des inclusions qui sont nuisibles aux propriétés de l'alliage, des données limitées pourraient être utilisées pour faire des comparaisons valables avec des échantillons Y. Ici, une courbe de traction représentative d'un échantillon S moins défectueux d'alliage #0 est utilisée pour décrire l'influence d'une vitesse de refroidissement élevée sur les propriétés de l'alliage, comme présenté sur la Figure 4.12. L'échantillon S avec une vitesse de refroidissement plus élevée pendant la solidification montre de bien meilleures performances YS/UTS/EL par rapport à l'échantillon Y.



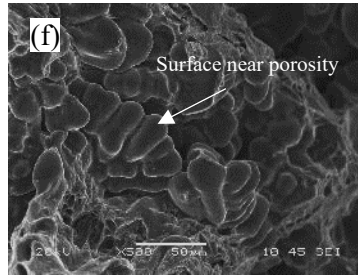


Figure 4.13 Micrographies électroniques secondaires de la surface de fracture par traction à 300°C d'alliages #4-Y (a)(b) et #4-S ainsi que micrographies électroniques rétrodiffusées de grands intermétalliques en alliages #4-Y (c) et #4-S (g).

Des images SEM typiques de fractures de traction à haute température à partir d'alliages #4 sont illustrées à la Figure 4.13. Les alvéoles uniformément réparties montrent une bonne ductilité de l'alliage, et les échantillons S ont généralement des structures d'alvéoles plus fines par rapport aux échantillons Y, comme le montre la Figure 4.13 (b)(e). Alors que certains grands intermétalliques pro-eutectiques  $(AlSi)_3(TiVZr)$  et  $(AlSi)_2(MoVTiMn)$  mentionnés ci-dessus, ont souvent servi à l'origine de l'accumulation de contraintes et de la fracture, comme le montre la Figure 4.13 (c)(g), ce qui est considéré comme la raison pour laquelle les éléments de transition contenant des alliages ont un allongement inférieur à celui de l'alliage #0. En règle générale, les échantillons S ont plus de porosités de coulée et d'inclusions dans la microstructure, comme le montre la Figure 4.13 (d) avec les surfaces ou vides non alvéolaires généralement autour des défauts graves indiquant une articulation faible des microstructures dendritiques (Figure 4.13 f), ce qui peut conduire à des propriétés dégradées.

#### **4.4 Analyse des contributions des différents mécanismes de renforcement sur les propriétés finales de l'alliage 356**

Pour étudier plus en détail les contributions des différents éléments de transition et des vitesses de refroidissement sur les propriétés à haute température, les alliages modifiés par les éléments de transition ont été considérés comme renforcés par des mécanismes de

renforcement en solution, de renforcement dispersoïde et de renforcement de la taille des grains (Hall-Petch).

La limite d'élasticité globale pourrait s'écrire comme suit:

$$\sigma_y = \sigma_m + \Delta\sigma_{ss} + \Delta\sigma_{HP} + \Delta\sigma_{disp} \quad (4.1)$$

Où  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité;  $\sigma_m$  est la résistance de la matrice estimée sur la base de l'alliage #0, et la contribution des précipités  $\theta'$  ou Q est également considérée comme une partie de la résistance de la matrice;  $\Delta\sigma_{ss}$  est la contribution au renforcement de la solution résultant des ajouts de V, Zr et Mo;  $\Delta\sigma_{HP}$  est la contribution au renforcement de Hall-Petch et  $\Delta\sigma_{disp}$  est la contribution au renforcement des dispersoïdes.

#### 4.5.1 Renforcement en solution solide

On s'attend à ce que les éléments d'alliage qui ont des tailles ou des modules de cisaillement différents avec des atomes de matrice contribuent au renforcement de la solution solide par le biais de champs de déformation locaux (déformation du réseau -5,6%, 11,9% et -2,1% pour V, Zr et Mo dans Al, respectivement). En général, la contribution à la limite d'élasticité des atomes de soluté peut être facilement présentée comme [18]

$$\Delta\sigma_{ss} = HC^\alpha \quad (4.2)$$

Où, C est la concentration (wt.%) des atomes de soluté, H et  $\alpha$  sont des constantes. Malheureusement, la recherche sur le renforcement en solution solide de V, Zr et Mo dans les alliages d'Al est encore limitée. Alors que, en raison de la formation de dispersoïdes et de l'existence d'intermétalliques non dissous, ainsi que des solubilités solides limitées de V, Zr et Mo dans la matrice Al, les contributions de renforcement de la solution des trois éléments sont ignorées dans les travaux actuels.

#### 4.5.2 Renforcement de Hall-Petch

La vitesse de refroidissement pourrait influencer la granulométrie et le SDAS de 356 alliages. Un système EBSD fixé sur SEM a été utilisé pour déterminer la taille des grains afin d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement et des éléments de transition. La désorientation  $>15^\circ$  a été définie comme le critère des joints de grains. Les résultats de la cartographie EBSD de chaque alliage d'échantillon Y et d'alliage #4 d'échantillon S provenant d'un moule en feuille mince sont illustrés à la Figure 4.14 à titre d'exemples. Les granulométries moyennes calculées sont indiquées dans le Tableau 4.6.

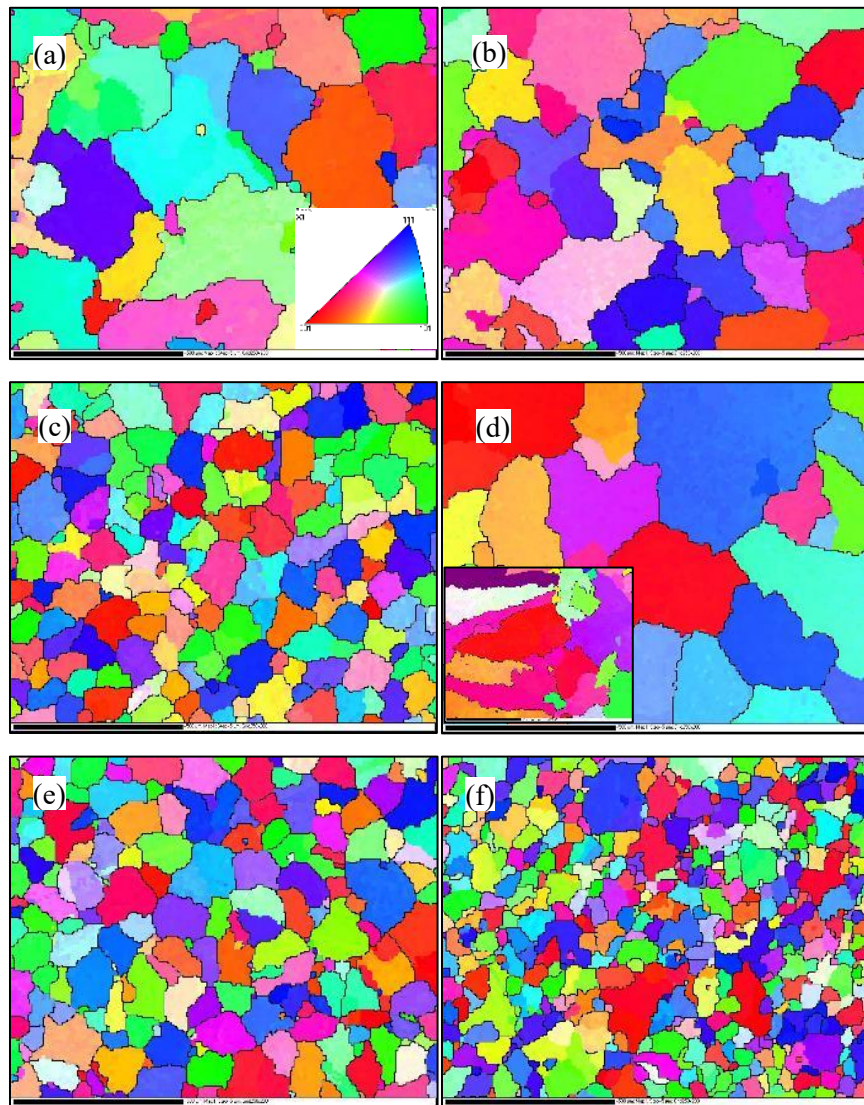


Figure 4.14 Résultats de la cartographie EBSD des alliages (avec grid  $250 \times 200$ , step size  $3 \mu\text{m}$ ) (a) #0-Y, (b) #1-Y, (c) #2-Y, (d) #3-Y, (d) #4-Y, (e) #4-S



Tableau 4.6 Diamètres moyens des grains calculés et contributions de renforcement respectives

|               | Diamètre d (um) |     |    |     |    | Calculated $\Delta\sigma_{HP}$ (MPa) |      |      |       |      |
|---------------|-----------------|-----|----|-----|----|--------------------------------------|------|------|-------|------|
|               | #0              | #1  | #2 | #3  | #4 | #0                                   | #1   | #2   | #3    | #4   |
| Échantillon Y | 151             | 136 | 79 | 193 | 87 | 0.00                                 | 0.30 | 2.12 | -0.64 | 1.76 |
| Échantillon S | 115             | 103 | 52 | 146 | 54 | 0.81                                 | 1.17 | 3.90 | 0.09  | 3.72 |

L'ajout de Zr a eu le meilleur effet de raffinage du grain dans l'alliage 356, V avait un effet relativement limité sur la taille du grain, cependant, le Mo avait un effet poison évident sur le raffinage du grain avec certaines zones montrant même des structures de grain en colonne dans les échantillons S, indiquant l'augmentation de colonne à équiaxe les distances de transition équiaxes (CET) de la surface du moule (Fig. 4.14d). La raison pourrait être que Mo ne pourrait ni former les particules pro-péritectiques primaires fournissant efficacement des sites de nucléation hétérogènes potentiels comme Ti et Zr ni augmenter la surfusion constitutionnelle plus grande comme V, ce qui est plus important, la précipitation de pro-eutectique  $(AlSi)_2(MoTiMn)$  ont consommé des éléments Ti comme raffineur de grain lors de la solidification [1, 19, 20]. Toutes les raisons conduisent simultanément aux plus grandes tailles de grain dans les alliages #3.

La contribution du renforcement granulométrique à température ambiante pourrait être calculée selon la relation Hall-Petch [21]:

$$\Delta\sigma_{HP} = k_y \Delta(d^{-1/2}) \quad (4.3)$$

où  $k_y$  est le coefficient de Hall-Petch des alliages d'Al ( $k_y = 68 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{0.5}$ ) et d est la taille moyenne des grains [22]. Les contributions calculées au renforcement granulométrique dans différents alliages sur la base de l'alliage # 0-Y ont été présentées dans le Tableau 4.6.

Cependant, à haute température, les joints de grains des alliages d'Al deviendront plus doux qu'à température ambiante, ce qui signifie que leurs effets de restriction de dislocation

diminueront, de sorte que les contributions au renforcement de la taille des grains à haute température seront inférieures aux attentes en théorie.

#### 4.5.3 Dispersoid strengthening

Pour calculer les contributions des dispersoïdes, la méthode évoquée par Li et Arnberg [23] avec une modification a été utilisée pour estimer la fraction volumique des dispersoïdes. En supposant que les dispersoïdes sont en forme de tétragone ( $a = b \leq c$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ), répartis aléatoirement dans la zone dispersoïde, et les dispersoïdes sont séparés manuellement une fois superposés.

Le facteur de forme K, peut être calculé par l'équation suivante ( $k = a/c = b/c$ ,  $0 < k \leq 1$ ).

$$K = \frac{\bar{V}}{\bar{A}\bar{D}} = \frac{\sqrt{2\pi}k^2}{(k^2+2k)^{1.5}} \quad (4.4)$$

Ensuite, la fraction volumique des dispersoïdes peut être calculée par

$$V_V = A_A \frac{\bar{K}\bar{D}}{\bar{K}\bar{D}+t} (1 - A_{PFZ}) \quad (4.5)$$

où,  $A_A$  et  $A_{PFZ}$  sont la fraction de surface des dispersoïdes dans l'image TEM et la fraction de surface de PFZ, respectivement, et t est l'épaisseur de la zone observée dans la feuille TEM. Dans les travaux actuels, la technique de diffraction par faisceau d'électrons convergents (CBED) a été utilisée pour estimer l'épaisseur des échantillons TEM.

En raison de la taille relativement grande des particules de dispersoïdes, le mécanisme de contournement d'Orowan sera appliqué pour calculer la contribution du mécanisme de renforcement des dispersoïdes sur la limite d'élasticité [14]

$$\Delta\sigma_{Disp} = \frac{0.84Mgb}{2\pi(1-\nu)^{1/2}\lambda} \ln \frac{r}{b} \quad (4.6)$$

$$\lambda = r \left( \frac{2\pi}{3f} \right)^{1/2} \quad (4.7)$$

Où, le facteur de Taylor pour la matrice polycristalline fcc,  $M=3,06$ ;  $G$  est le module de cisaillement de la matrice Al (diminution de 25,4 GPa à température ambiante à 21,1 GPa à 300 °C [24]); le vecteur burgers d'aluminium  $b = 0.286$  nm; et  $\nu$  est le rapport Poisson égal à 0,33 pour l'aluminium.  $\lambda$  est l'espacement inter-particules des dispersoïdes;  $r$  est le rayon moyen et  $f$  est la fraction volumique des dispersoïdes. Les contributions de renforcement des dispersoïdes calculées de chaque alliage sont présentées dans le Tableau 4.7.

Tableau 4.7 Résultats des contributions de renforcement des dispersoïdes à 300°C et à température ambiante dans divers alliages

| Alliage   | #0-Y  | #0-S  | #1-Y  | #1-S  | #2-Y  | #2-S  | #3-Y  | #3-S  | #4-Y  | #4-S  |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $A_A$ (%)   | 2.51  | 3.12  | 2.49  | 4.81  | 3.24  | 7.74  | 5.17  | 7.99  | 14.15 | 13.76 |
| K   | 0.38  | 0.37  | 0.34  | 0.33  | 0.34  | 0.31  | 0.41  | 0.40  | 0.31  | 0.31  |
| D (nm)  | 97.65 | 78.67 | 85.69 | 73.90 | 82.33 | 71.39 | 63.76 | 56.57 | 67.33 | 67.05 |
| $N_v$ ( $\mu\text{m}^{-3}$ )                          | 16    | 31    | 20    | 56    | 28    | 93    | 59    | 166   | 181   | 214   |
| $f/V_v$ (%)   | 0.14  | 0.17  | 0.20  | 0.36  | 0.25  | 0.50  | 0.35  | 0.72  | 0.82  | 1.02  |
| $\lambda$ (nm)  | 1898  | 1375  | 1374  | 895   | 1199  | 733   | 781   | 484   | 538   | 481   |
| $\Delta\sigma_{\text{Disp @}300^\circ\text{C}}$ (MPa) | 4.51  | 5.75  | 5.94  | 8.63  | 6.71  | 10.39 | 9.31  | 14.29 | 13.82 | 15.44 |
| $\Delta\sigma_{\text{Disp @RT}}$ (MPa)                | 5.43  | 6.92  | 7.15  | 10.39 | 8.07  | 12.50 | 11.21 | 17.21 | 16.63 | 18.58 |

#### 4.5.4 Résumé des effets de renforcement

En conclusion, la limite d'élasticité estimée et expérimentale des alliages en forme de Y a été démontrée sur la Figure 4.15. En termes de tendance, le calcul et les données mesurées sont en bonne coïncidence pour les échantillons Y, et les facteurs des écarts doivent consister en un renforcement de la solution solide ignoré à partir d'éléments de transition, une influence ignorée des éléments de transition sur les comportements de précipitation des phases de durcissement par le vieillissement ( $Q'$  or  $\beta'$ ), et effet de renforcement de la granulométrie surestimé, etc...

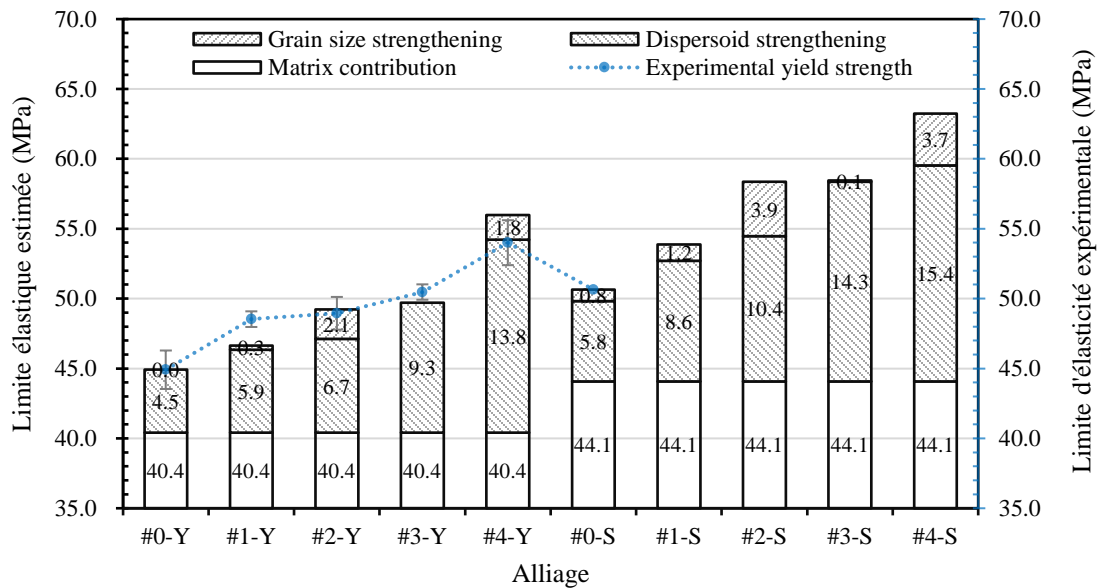


Figure 4.15 Limite élastique estimée et expérimentale des alliages de moules en forme de Y à 300°C.

Compte tenu de la limite d'élasticité à la traction à 300°C, les contributions de renforcement des dispersoïdes dans divers alliages à échantillon Y vont de 10% dans l'alliage #0 à 25% de la limite d'élasticité globale dans l'alliage # 4. Tandis que la vitesse de refroidissement plus élevée a toujours des effets positifs sur les propriétés à haute température grâce au renforcement accru du dispersoïde, au renforcement de la taille des grains et à la résistance de la matrice. Selon le calcul, les limites d'élasticité de certains alliages à échantillon S devraient être d'environ 60 MPa en supposant qu'il n'y ait pas de défauts de coulée lourds dans l'échantillon, ce qui sera une propriété très élevée pour un alliage de type 356.

## 4.5 Sommaire

Les V, Zr et Mo individuels et combinés ont été ajoutés à des alliages de type 356. La composition et la morphologie des dispersoïdes formés dans divers alliages au cours du traitement en solution en 2 étapes ont été démontrées en utilisant SEM/TEM avec EDS. Des essais de traction à 300°C ont été réalisés pour comparer les effets de différents éléments de transition sur les propriétés mécaniques à haute température.

1. L'addition de V peut conduire à la précipitation de dispersoïdes  $(Al, Si)_3(Ti, V)$  et V peut également s'accumuler dans des dispersoïdes  $\alpha-Al(Mn, V, Fe)Si$ , tandis que Zr favorise principalement la précipitation de  $(Al, Si)_3(Ti, Zr)$ . Le Mo peut promouvoir efficacement la précipitation des dispersoïdes  $\alpha-Al(Mn, Mo, Fe)Si$ . L'addition combinée de V, Zr et Mo favorise les précipitations de dispersoïdes  $\alpha-Al(Mn, Mo, V, Fe)Si$  et  $(Al, Si)_3(Ti, V, Zr)$ .
2. L'addition combinée de V, Zr et Mo a le meilleur effet de durcissement que les autres en raison de sa contribution de renforcement de dispersion la plus élevée. Pour les ajouts individuels de V, Zr ou Mo, la séquence de l'effet de durcissement dû au renforcement dispersoïde est  $Mo > Zr > V$ .
3. Zr est plus efficace sur le raffinage du grain de l'alliage de type 356 que V. Cependant, le Mo a des effets néfastes sur le raffinage du grain.
4. La vitesse de refroidissement élevée réduit non seulement le SDAS, la taille des grains et la fraction des phases intermétalliques dans la microstructure telle que coulée, mais affine également la taille des dispersoïdes et augmente la densité numérique des dispersoïdes dans tous les alliages pendant le traitement en solution. Une vitesse élevée de refroidissement peut améliorer remarquablement la résistance des alliages de type 356.

## Références

1. J. Rakhmonov, G. Timelli, F. Bonollo. *Mater. Charact.* **128**, 100-108 (2017).
2. J. Rakhmonov, G. Timelli, A. Fabrizi, F. Bonollo. *International Journal of Materials Research.* **109**, 1099-1112 (2018).
3. B. Huber, H. S. Effenberger, K. W. Richter. *Intermetallics.* **18**, 606-615 (2010).
4. C. Guo, C. Li, P. J. Masset, Z. Du. *Calphad.* **36**, 100-109 (2012).
5. C. E. Ramberg, W. L. Worrell. *J. Am. Ceram. Soc.* **83**, 946-948 (2000).
6. T. Gao, D. Li, Z. Wei, X. Liu. *Mater. Sci. Eng., A.* **552**, 523-529 (2012).
7. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **620**, 181-189 (2015).
8. L. Jin, K. Liu, X. G. Chen. *J. Mater. Eng. Perform.* (2020).
9. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **627**, 127-138 (2015).
10. S. Chen, K. Liu, X. G. Chen. *J. Mater. Res.* **34**, 3071-3081 (2019).
11. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
12. S. Yamaguchi. *Keikinzoku.* **38**, 228-238 (1988).
13. T. Gao, A. Ceguerra, A. Breen, X. Liu, Y. Wu, S. Ringer. *J. Alloys Compd.* **674**, 125-130 (2016).
14. Y. Li, A. Muggerud, A. Olsen, T. Furu. *Acta Mater.* **60**, 1004-1014 (2012).
15. L. L. Rokhlin, N. R. Bochvar, I. E. Tarytina, N. P. Leonova. *Russian Metallurgy (Metally).* **2010**, 241-247 (2010).
16. L. Lodgaard, N. Ryum. *Materials Science and Engineering: A.* **283**, 144-152 (2000).

17. C. Li. Precipitation behaviors of dispersoids induced from transition elements (Mn, Sc and Zr) and their effect on recrystallization resistance in AA6082 alloys. Mémoire de maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, 2018.
18. E. L. Huskins, B. Cao, K. T. Ramesh. *Materials Science and Engineering: A*. **527**, 1292-1298 (2010).
19. M. A. Easton, D. H. StJohn. *Acta Mater.* **49**, 1867-1878 (2001).
20. M. A. Easton, M. Qian, A. Prasad, D. H. StJohn. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **20**, 13-24 (2016).
21. N. Hansen. *Scripta Mater.* **51**, 801-806 (2004).
22. S. Ma, X. Wang. *Mater. Sci. Eng., A*. **754**, 46-56 (2019).
23. Y. J. Li, L. Arnberg. *Acta Mater.* **51**, 3415-3428 (2003).
24. J. Qin, Z. Zhang, X. G. Chen. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **47**, 4694-4708 (2016).