

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE CONSTANTINE 1

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

Département de Physique

N° d'ordre :
Série :

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Science

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

Par

DJAABOUBE Halima

THEME

*ETUDE DE LA PRECIPITATION DES PHASES S'/S ET T₁ DANS UN ALLIAGE
QUATERNAIRE A BASE D'ALUMINIUM VIEILLI A DIFFERENTES TEMPERATURES.
IDENTIFICATION PAR DIFFRACTION ELECTRONIQUE A TRANSMISSION.*

Soutenu le : 26/01/2014

Devant le jury :

<u>Président :</u>	D. HAMANA	Prof.	Université Constantine 1
<u>Rapporteur :</u>	D. KHIREDDINE-THABET	Prof.	Université Constantine 1
<u>Examineurs</u>	C. BELAMRI	Prof.	Université Hadj Lakhdar (Batna)
	A. SAKER	Prof.	Université Badji Mokhtar (Annaba)
	A. TRIKI	Prof.	Université Badji Mokhtar (Annaba)

Remerciements

Tout d'abord remerçons Dieu tout puissant qui nous a éclairés vers le bon chemin.

*Ce travail a été réalisé au sein du "Laboratoire de Transformations de Phases" de l'Université Constantine 1, sous la direction de Mme le Professeur **Djamila THABET-KHIREDDINE**.*

*Mes premiers remerciements s'adressent conjointement et tout naturellement au directeur de thèse, Mme **Djamila THABET-KHIREDDINE**, professeur au Département de Physique, Faculté des Sciences Exactes de l'Université Constantine 1, pour la qualité de son encadrement, sa compétence, son aide précieuse dans le domaine scientifique, sa disponibilité et ses conseils qui m'ont permis de mener à bien cette thèse.*

*Je remercie particulièrement Monsieur **Djamel HAMANA**, Professeur à l'Université Constantine 1, Directeur du Laboratoire de Transformations de Phases et Directeur de l'école Nationale Polytechnique, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur **A. TRIKI** et à Monsieur **A. SAKER**, tous deux Professeurs à l'Université de Annaba et à Monsieur **C. BELAMRI**, Professeur à l'Université de Batna, qui ont accepté de se déplacer pour participer à mon jury, malgré leurs nombreuses obligations.*

*Je prie Monsieur **MH. KHIREDDINE**, Professeur à l'Université Constantine 1, d'accepter l'expression de mes sincères remerciements pour les remarques qu'il a bien voulu me faire au moment de la rédaction de cette thèse et pour leur contribution à la réalisation de ce travail.*

*Je n'oublie pas de remercier Messieurs **L. HADJADJ**, Professeur à l'université Constantine 1, **A. HAYOUNE** et **M. HACHOUF**, Maitres de recherches au Centre de Recherche Nucléaire de Ain Oussara pour leurs soutiens continus et leurs encouragements.*

*Je remercie sincèrement tous mes collègues du "Laboratoire de Transformation de phases" surtout **A. AZIZI**, **L. AMIOUR**, **L. BOUMAZA**, **L. CHETIBI** et à **M. BENGUEDOUAR**, pour leurs soutiens et qui ont créé autour de moi une ambiance familiale.*

Je remercie évidemment toutes mes amies qui m'ont encouragée à poursuivre mes études.

*Je ne saurais oublier de remercier toutes les personnes qui me sont chères, en particulier mon mari **ADNANE**, ma mère, mon père, mes frères et mes sœurs pour leurs encouragements, la confiance et le soutien morale dont ils ont fait preuve tout au long de ces années de thèse.*

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

SOMMAIRE

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I</u>	
Précipitation dans les alliages Al-Li, Al-Cu-Mg, Al-Li-Cu, Al-Li-Cu-Mg	4
I.1 Introduction	4
I.2 Alliages Al-Li	4
I.2.1 Précipitation dans les alliages Al-Li	4
I.2.1.1 Diagramme de phase Al-Li	5
I.2.1.2 Séquence de précipitation	6
I.2.1.3 La phase δ' (Al ₃ Li)	7
I.2.1.4 La phase δ (AlLi)	10
I.2.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages Al-li par différentes techniques expérimentales	10
I.2.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	10
I.2.2.2 Analyse par diffraction des rayons X	13
I.2.2.3 Mesure de la microdureté.....	16
I.2.2.4 Observation par la microscopie électronique à transmission (MET).....	17
I.3 Alliages Al-Cu-Mg	19
I.3.1 Précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg.....	19
I.3.1.1 Diagramme d'équilibre	19
I.3.1.2 Séquence de précipitation	20
I.3.1.3 Les zones GPB et/ou les amas Cu-Mg	21
I.3.1.4 La phase S''.....	22
I.3.1.5 La phase S'/S	23
I.3.2 Mise en évidence des phases précipitées par différentes techniques expérimentales.....	23
I.3.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	23
I.3.2.2 Analyse par diffraction des rayons X	26
I.3.2.3 Analyse par mesure de la microdureté	28
I.3.2.4 Observation par la microscopie électronique à transmission (MET).....	30
I. 4 Alliages Al-Li-Cu	31
I.4.1 Précipitation dans les alliages Al-Li-Cu.....	31
I.4.1.1 Diagramme d'équilibre.....	31
I.4.1.2 Séquences de précipitation.....	33
I.4.1.3 La phase T ₁	34
I.4.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages Al-Li-Cu par différentes techniques expérimentales.....	35

I.4.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	35
I.4.2.2 Analyse par diffraction des rayons X	38
I.4.2.3 Mesure de la microdureté	39
I.4.2.4 Observation par microscopie électronique à transmission (MET).....	41
I.5 Alliages Al-Li-Cu-Mg.....	43
I.5.1 Précipitation dans les alliages Al-Li-Cu-Mg.....	43
I.5.1.1 Diagramme d'équilibre Al-Li-Cu-Mg.....	44
I.5.1.2 Séquence de précipitation.....	45
I.5.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages 8090 par différentes techniques expérimentales.....	47
I.5.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	47
I.5.2.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	49
I.5.2.3 Mesure de la microdureté.....	51
I.5.2.4 Observation par microscopie électronique à transmission (MET).....	53

CHAPITRE II

Etude cristallographique des principales phases durcissantes des alliages 8090.....	58
--	-----------

II.1 Introduction.....	58
-------------------------------	-----------

II.2 Cristallographie de la phase T1.....	58
--	-----------

II.3 Cristallographie de la phase S'/S	63
---	-----------

CHAPITRE III

Matériau étudié et techniques expérimentales utilisées.....	72
--	-----------

III.1 Matériau étudié.....	72
-----------------------------------	-----------

III.2 Techniques expérimentales utilisées.....	72
---	-----------

III.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	72
--	----

III.2.2 La diffraction des rayons X.....	74
--	----

III.2.3 Microscopie électronique en transmission (MET).....	74
---	----

III.2.3.1 Préparation des lames minces.....	76
---	----

III.2.3.2 Principe de la technique de formation de l'image et de la diffraction en MET.....	77
--	----

III.2.4 Microdureté.....	82
--------------------------	----

CHAPITRE IV

Résultats de la caractérisation de la précipitation – Effet du temps et de la température de vieillissement	83
--	-----------

IV.1 Etude de l'état trempé.....	83
---	-----------

IV.1.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	83
IV.1.1.1 Effet de la vitesse de chauffage.....	83
IV.1.1.2 Séquence de précipitation	84
IV.1.1.3 Cinétiques de précipitation.....	86
IV.1.1.3.1 Calcul de l'énergie d'activation.....	87
IV.1.1.3.2 Calcul de l'exposant n de réaction.....	94
IV.1.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	96
IV.1.2.1 Texture du matériau.....	96
IV.1.2.2 Diffraction sur les trois faces du matériau.....	97
IV.2 Influence du temps et de la température de vieillissement sur la précipitation des différentes phases.....	99
IV.2.1 Cas du vieillissement à 160°C.....	99
IV.2.1.1 L'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	99
IV.2.1.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	102
IV.2.1.3 Mesure de la microdureté.....	108
IV.2.2 Cas du vieillissement à 190°C.....	108
IV.2.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	108
IV.2.2.2 Analyse par diffraction des rayons X	110
IV.2.2.3 Mesure de la microdureté.....	113
IV.2.3 Cas du vieillissement à 210°C.....	113
IV.2.3.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	113
IV.2.3.2 Analyse par diffraction des rayons X	114
IV.2.3.3 Mesure de la microdureté.....	118
 <u>CHAPITRE V</u>	
Etude par MET de la diffraction des différentes phases de l'alliage 8090.....	119
V.1 Introduction.....	119
V.2 Etude du diagramme (100)*_α	119
V.2.1 Identification théorique des taches de S'/S sur (100)* _α	120
V.2.2 Identification théorique des taches de T ₁ sur (100)* _α	127
V.3 Etude théorique du diagramme (112)*_α	148
V.3.1 Identification des taches de la phase S'/S sur (112)* _α	149
V.3.2 Identification des taches de T ₁ sur (112)* _α	155
V.4 Comparaison avec les diagrammes expérimentaux.....	168
V.4.1 Diagrammes de diffractions.....	168
V.4.2 Comparaison entre diagrammes théoriques et expérimentaux.....	172
V.4.3 Images en champ sombre des différentes phases du 8090.....	177
 <u>CONCLUSION</u>	181
 <u>ANNEXE A</u>	
Généralité sur le durcissement structural et la cinétique de transformations de phases dans les alliages d'aluminium.....	183

A.1 Introduction	183
A.2 L'aluminium et ses alliages	183
A.3 Durcissement structural des alliages d'aluminium	185
A.3.1 Séquence de précipitation.....	186
A.3.2 Principe du durcissement par précipitation.....	187
A.4 Cinétique de transformation anisotherme	188
A.4.1 Détermination de l'énergie d'activation	190
A.4.2 Détermination de l'exposant n de réaction.....	192

ANNEXE B

Fiches ASTM des différentes phases étudiées et projections stéréographiques.....

194

B.1 Fiches ASTM des différentes phases étudiées	194
B.1.1 La matrice d'aluminium	194
B.1.2 La phase δ (AlLi).....	195
B.1.3 La phase δ' (Al ₃ Li)	197
B.1.4 La phase S' (Al ₂ CuMg)	199
B.1.5 La phase T ₁ (Al ₂ CuLi)	201
B.2 Projections stéréographiques	204

<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</u>	207
---	-----

INTRODUCTION

Il est connu que la faible ductilité des alliages binaires Al-Li est induite par le processus de cisaillement de la phase δ' dans les grains et à la formation des zones dénudées de ces précipités le long des joints de grains lorsque la précipitation intergranulaire δ se produit.

Pour améliorer la ductilité et augmenter la résistance de ces alliages, d'autres éléments, tels Cu, Mg et Zr, sont rajoutés pour obtenir les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg (Zr) tel que le 8090. La composition de ce type d'alliages est la suivantes : 2,2-2,7 (Li), 1,0-1,6 (Cu), 0,6-1,3 (Mg) et 0,04-0,16 (Zr) en % poids.

L'addition du Zr, en faible quantité, mène à la formation de la phase β' de structure cohérente ordonnée $L1_2$ et dont le rôle essentiel est de retarder le phénomène de grossissement du grain au cours de la recristallisation lors d'un traitement thermique donné. Ces petites particules β' se forment dès le traitement d'homogénéisation du matériau et constituent souvent des sites favorables pour la précipitation de la phase δ' .

La phase métastable δ' , cohérente et ordonnée de structure $L1_2$, provient de la décomposition de la solution solide sursaturée en Li, au cours d'un traitement de vieillissement du matériau et même au cours de la trempe qui suit le traitement de mise en solution. Pour des vieillissements prolongés, la phase peut se transformer en phase d'équilibre δ plus riche en Li. Cette phase δ peut précipiter, indépendamment de la transformation de δ' , aux joints de grains.

Le cuivre et le magnésium permettent la précipitation intragranulaire de deux phases de rôle majeur dans le phénomène de durcissement structural du 8090 : ce sont es phases : S'/S (Al_2CuMg) et T_1 (Al_2CuLi).

La proportion relative de ces deux phases, dans les alliages quaternaires, dépend des concentrations des éléments Li, Cu et Mg et des traitements thermo-mécaniques effectués sur le matériau.

La phase T_1 , de structure hexagonale ($a=0,496$ nm et $c=0,935$ nm), est très étudiée dans les alliages ternaires Al-Li-Cu. Elle est semi-cohérente avec la matrice α et présente des relations d'orientation cristallographiques avec cette dernière :

$$(0001)_{T_1} // (111)_{\alpha}, (10\bar{1}0)_{T_1} // (1\bar{1}0)_{\alpha} \text{ et } (11\bar{2}0)_{T_1} // (2\bar{1}\bar{1})_{\alpha}$$

La phase métastable S', étudiée particulièrement dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg, a une structure orthorhombique ($a_{S'} = 0,404\text{nm}$, $b_{S'} = 0,925\text{nm}$, $c_{S'} = 0,718\text{nm}$) et précipite sous forme de petits bâtonnets généralement à l'intérieur des grains. Parfois, elle précipite sur les joints de grains et sur les dislocations. Cette phase se transforme en phase d'équilibre S au cours des traitements de vieillissement du matériau. La phase stable S a la même structure que S' avec une légère différence sur les paramètres ($a_S = 0,400\text{nm}$, $b_S = 0,923\text{nm}$, $c_S = 0,714\text{nm}$).

Ces deux phases présentent les mêmes relations d'orientation avec la matrice :

$$[100]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [02\bar{1}]_{\alpha} // [010]_{S'/S} \text{ et } [012]_{\alpha} // [0101]_{S'/S}$$

Dans la littérature, plusieurs relations d'orientation sont mentionnées. Mais la plupart des travaux se basent sur les relations indiquées ci-dessus.

Le but du présent travail est de contribuer à fournir des informations sur les phénomènes de précipitation de ces différentes phases clés, dans le durcissement des alliages 8090. Nous allons tenter de comprendre la cinétique et les séquences de précipitation des différentes phases par des analyses calorimétriques différentielles, en jouant sur le couple (T, t) de vieillissement. Nous utiliserons l'analyse par diffraction des rayons X pour confirmer l'existence des phases à un état donné du matériau.

Ces deux techniques nous permettront de dégager à chaque température de vieillissement, la durée à partir de laquelle commence la précipitation des phases principales dans le durcissement du 8090, à savoir S' et T₁. Finalement, nous terminerons par une étude quelque peu fondamentale sur la précipitation des différentes phases, notamment S'/S et T₁, par la diffraction électronique à transmission.

L'originalité de ce travail réside dans le calcul théorique des diagrammes de diffraction par MET de la phase α avec l'indication de toutes les taches de diffraction supplémentaires provenant de différentes phases existantes dans le matériau pour un état de vieillissement donné. Le support de connaissances cristallographiques est ici important. En effet, nous avons une phase mère CFC et deux autres phases, l'une hexagonale et l'autre orthorhombique, qui peuvent se trouver simultanément en position de diffraction.

Deux diagrammes sont étudiés, tant du point de vue théorique que du point de vue expérimental : $(100)_{\alpha}^*$ et $(112)_{\alpha}^*$.

Afin de mener à bien ce travail, nous avons commencé par une large recherche bibliographique qui fait l'objet des deux premiers chapitres :

- Le premier porte surtout sur les séquences et les cinétiques de précipitation dans les alliages binaires (Al-Li), ternaires (Al-Cu-Mg et Al-Li-Cu) et quaternaires (Al-Li-Cu-Mg).

- Dans le deuxième, l'étude a plutôt été axée sur la mise en évidence par MET des phases précipitées dans le cas des alliages quaternaires.

- La présentation du matériau étudié et les techniques expérimentales utilisées figurent dans le troisième chapitre.

- Les chapitres quatre et cinq rassemblent l'ensemble des résultats. Dans le quatrième, sont présentés les résultats concernant les séquences et les cinétiques de précipitations étudiées principalement par DSC, DRX et microdureté, alors que le cinquième contient essentiellement les résultats de l'analyse théorique et expérimentale par MET.

En plus d'une introduction au travail présenté, d'une conclusion générale des résultats obtenus et d'une liste de références bibliographiques, le manuscrit contient également à la fin deux annexes, l'une portant surtout sur la présentation des méthodes utilisées pour l'étude des cinétiques de précipitation des différentes phases, l'autre rassemble les fiches ASTM et les projections stéréographiques utilisées dans les deux derniers chapitres (dépouillement et calcul).

CHAPITRE I

Précipitation dans les alliages

Al-Li, Al-Cu-Mg, Al-Li-Cu, Al-Li-Cu-Mg

I.1 Introduction

Dans ce chapitre, une revue bibliographique sur la microstructure des phases responsables du durcissement structural dans les alliages à base d'aluminium : Al-Li, Al-Cu-Mg, Al-Li-Cu et Al-Li-Cu-Mg est présentée. Nous allons rapporter les séquences de précipitation et la détermination des différents stades de durcissement dans ces alliages. Afin de bien cerner le phénomène de précipitation dans notre alliage, l'intérêt sera particulièrement porté aux alliages dont les concentrations en Li, Cu et Mg sont proches de celles de l'alliage faisant l'objet du présent travail.

I.2.1 Alliages Al-Li

I.2.1 Précipitation dans les alliages Al-Li

L'alliage Al-Li est probablement l'alliage le plus important des alliages d'aluminium développés ces cinquante dernières années. En effet, l'addition du lithium diminue la densité de l'alliage d'environ 3% et augmente le module de Young (la rigidité) d'environ 6% pour 1% (en masse) de lithium ajouté [1-3] (Fig. I.1). Ces alliages vont pouvoir éventuellement remplacer les alliages traditionnels utilisés dans l'industrie aéronautique tels que les alliages Al-Cu et Al-Zn, à cause de la présence de la phase durcissante δ' (Al_3Li).

L'addition du zirconium aux alliages Al-Li est extrêmement efficace pour améliorer la résistance et la ductilité du matériau. En effet, des faibles teneurs en Zr (inférieures à 0,2 % [4] ont été ajoutées à ces alliages menant à la formation de dispersoïdes cohérents β' (Al_3Zr) dès le traitement d'homogénéisation de la solution solide. En l'absence de Zr, une structure à gros grains se développe, ce qui favoriserait l'apparition de bandes de glissement très larges en cours de déformation, responsables des concentrations de contrainte et de déformation aux joints de grains et donc une perte de ductilité [5]. La formation des dispersoïdes β' retarde la recristallisation, supprime le grossissement des

grains et réduit la distribution inhomogène du glissement introduite par les phases cisailables [6].

Les dispersoïdes β' possèdent la même structure que δ' ($L1_2$) et un paramètre de maille $a = 0,408 \text{ nm}$ [7] ; ce dernier est du même ordre de grandeur que celui de la phase δ' ($a = 0,401 \text{ nm}$) [8]. Ces dispersoïdes jouent parfois le rôle de sites favorables de germination pour la phase δ' [9].

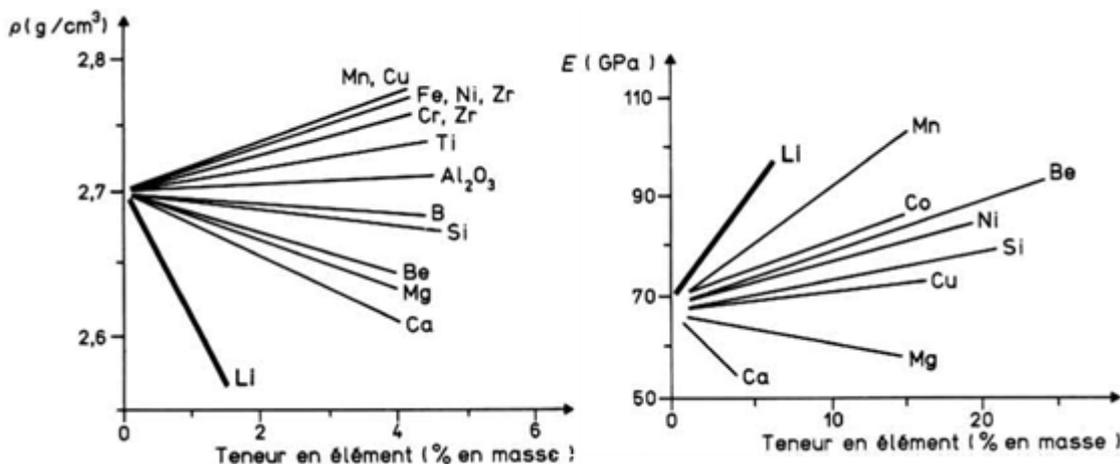


Fig. 1.1 : Influence des différents éléments d'addition sur la masse volumique ρ et le module de Young E de l'aluminium [3].

I.2.1.1 Diagramme de phase Al-Li

L'étude de la zone métastable du diagramme d'équilibre Al-Li, dont la teneur en lithium est relativement faible, a été réalisée par plusieurs techniques expérimentales et calculs théoriques [10-15]. Le diagramme révèle l'existence d'une lacune de miscibilité à travers laquelle une phase ordonnée métastable δ' (Al_3Li) se transforme en phase d'équilibre δ (AlLi) au sein d'une solution solide α (Fig. 1.2) [15]. La figure 1.3 montre le diagramme d'équilibre globale Al-Li (0 - 40 wt.%Li) [11] où plusieurs phases intermétalliques apparaissent.

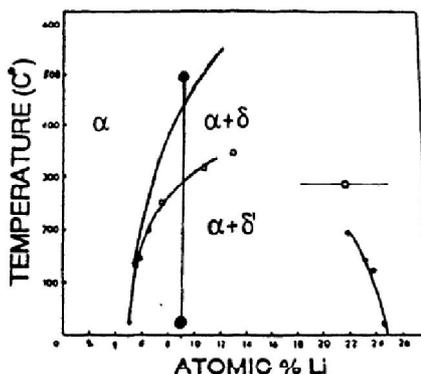


Fig. I.2 : Zone d'existence des deux phases : la solution solide α et la phase ordonnée métastable δ' (Al₃Li) [15].

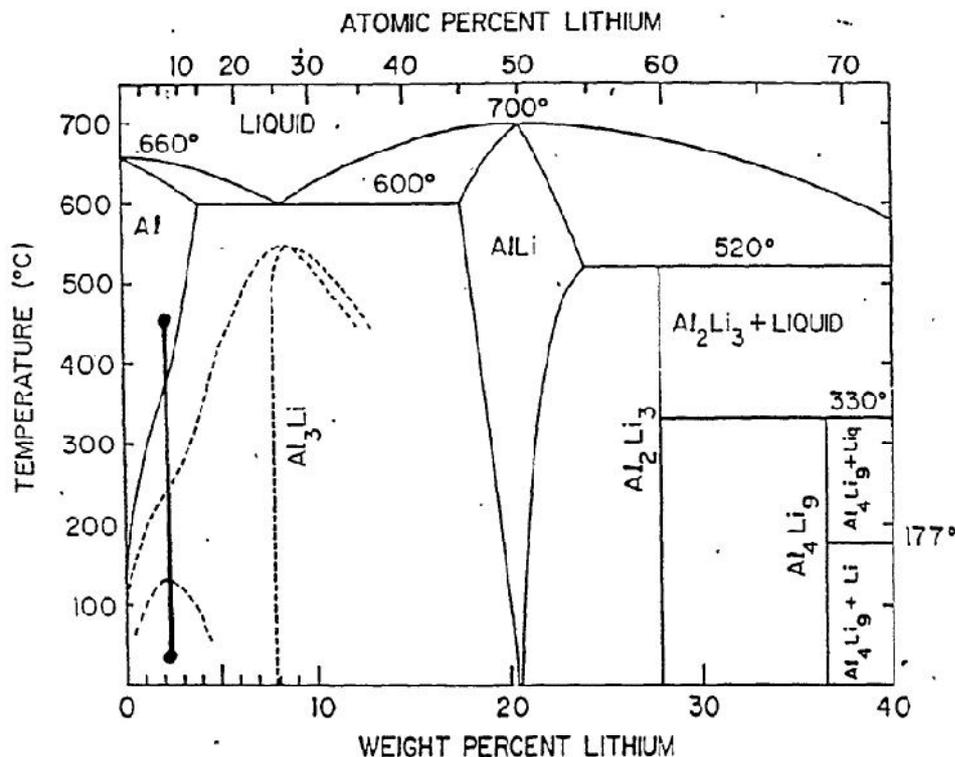


Fig. I.3 : Calcul du diagramme de phase Al-Li : () zone stable, (----) zone métastable [11].

I.2.1.2 Séquence de précipitation

La première séquence de précipitation dans les alliages Al-Li a été proposée par Silcock [16] où la solution solide sursaturée se décompose pour donner la phase métastable δ' (Al₃Li) qui se transforme en phase d'équilibre δ (AlLi). Cette séquence a été approuvée par plusieurs auteurs [17, 18]. Par contre, d'autres auteurs ont émis des réserves quant à l'interprétation des effets thermiques et des augmentations de la résistivité électrique apparaissant avant le pic de précipitation de la phase δ' . Ces effets sont semblables à ceux observés dans d'autres alliages d'aluminium et qui seraient attribués à la formation d'amas riches en soluté, de taille trop faible pour pouvoir être détectés en microscope électronique. Dans le cas des alliages Al-Li, l'observation par un MET ordinaire ne permet pas la réalisation d'images des amas de solutés. La différence entre les alliages Al-Li et les autres alliages d'aluminium est due à la sursaturation qui est beaucoup plus importante dans les Al-Li que dans les autres alliages, et l'augmentation de la résistivité est expliquée par la formation de très fines particules de δ' et non pas par la formation d'amas [19].

Pour les auteurs qui avancent la thèse de la formation des amas de soluté, les effets thermiques observés avant le pic de précipitation de la phase δ' seraient attribués à

différentes structures telles que : les zones GP (structure d'ordre à courte distance), les zones GP1, GP2, une phase δ'' et une phase δ' de très petite taille obtenue par décomposition spinodale avec les zones ordre/désordre modulées de concentrations variables en lithium [20-28].

D'autres études ont attribué ces effets à la dissolution des précipités δ' se formant pendant la trempe ou pendant la maturation à la température ambiante [29-31].

En 2011, Spowage et Bray [32] se basent sur l'analyse par DSC et par mesure de la résistivité électrique pour proposer la séquence de précipitation suivante, dans un alliage de composition Al-8.7%Li-0.07%Zr (at.%) :

Spinodale-Ordre \rightarrow Ordre + Décomposition Spinodale +Dissolution des petites zones spinodalement ordonnées \rightarrow Croissance de $\delta' \rightarrow$ Dissolution de $\delta' \rightarrow$ Germination et croissance de δ et dissolution de cette dernière.

En fait, l'observation par MET d'alliages Al-Li trempés, permet de mettre en évidence des précipités sphériques associés à la phase δ' ainsi que leurs taches de surstructure visibles sur les diagrammes de diffraction. Quoi qu'il en soit, ceci nous permet d'admettre que l'apparition d'un ordre à courte distance dans la solution solide d'Al-Li est un signe précurseur de la précipitation de la phase δ' . Ce qui est bien traduit dans la séquence proposée par Silcock [16].

1.2.1.3 La phase δ' (Al₃Li)

La phase métastable δ' de formule stœchiométrique Al₃Li bien établie a une structure cristallographique cubique ordonnée du type CuAu₃ (L1₂) où les atomes d'aluminium sont au centre des faces et les atomes de lithium aux sommets du cube (Fig. 1.4). Elle est complètement cohérente avec la matrice et assure de ce fait un durcissement par ordre chimique. δ' possède un groupe d'espace $Pm\bar{3}m$ avec un paramètre de maille $a=0,405$ nm. Elle précipite de façon homogène dans les grains [33] et apparait pendant le vieillissement et même dès les premiers stades de maturation après la trempe des alliages contenant plus de 1 % de lithium en masse [34]. Ces précipités grossissent tout en conservant leur cohérence et leur forme sphérique [35] jusqu'à atteindre des tailles importantes allant jusqu'à 0,3 μm de diamètre [2, 36]. Elle peut, en outre, précipiter sous forme de plaquettes à l'état sur-revenu [34].

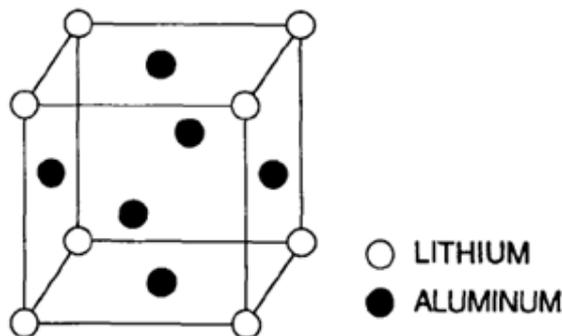


Fig. I.4 : Structure ordonnée $L1_2$ de la phase δ' .

La cinétique de croissance de δ' a également fait l'objet de nombreuses études [35], [37], [38] qui s'accordent toutes sur un même processus de croissance gouverné par la cinétique en $t^{1/3}$ (loi de Lifshitz-Slyosov-Wagner) [39, 40]. La taille critique des précipités δ' , qui confère un durcissement maximal, est entre 300 et 500 Å [35]. Wang et Shiflet [41] observent qu'il est plus facile pour δ' de germer sur des dislocations coins aux faibles températures.

L'étude du processus de germination de la phase δ' a été réalisée par Pérez Landazébal *et al.* [42]. Ces auteurs ont utilisé la méthode de Rietveld (méthode d'affinement des spectres de diffraction X qui permet d'identifier plusieurs paramètres concernant l'échantillon à l'aide du programme DBWS [42]) pour réaliser une étude quantitative de l'évolution de la fraction massique des précipités δ' et δ en fonction du temps de vieillissement à 160°C, 180°C et à 200°C pour des échantillons de l'alliage Al-2,25%Li-0,1%Zr (wt.%). La figure I.5 montre que la fraction massique des précipités δ' augmente jusqu'à un maximum pour ≈ 278 h à 160°C, ≈ 55 h 30 mn à 180°C et ≈ 19 h 30 mn à 210°C, puis elle diminue. Pour des durées de vieillissement importantes, δ' se transforme progressivement en phase d'équilibre δ . Ceci est bien montré sur la courbe correspondant au vieillissement à 200°C. A basse température, la cinétique est plus lente. A haute température, le maximum de la fraction formée de δ' se décale vers les basses durées de vieillissement. Dans ces mêmes conditions, la chute de la fraction de δ' se traduit par une augmentation de la fraction de δ . Cependant, cette augmentation ne provient pas uniquement de la transformation de δ' car, pour un traitement de 146 h à 200°C, les auteurs observent la formation de δ aux joints de grains. Cette précipitation de δ aux joints de grains est, en effet, indépendante de la transformation de δ' à l'intérieur des grains.

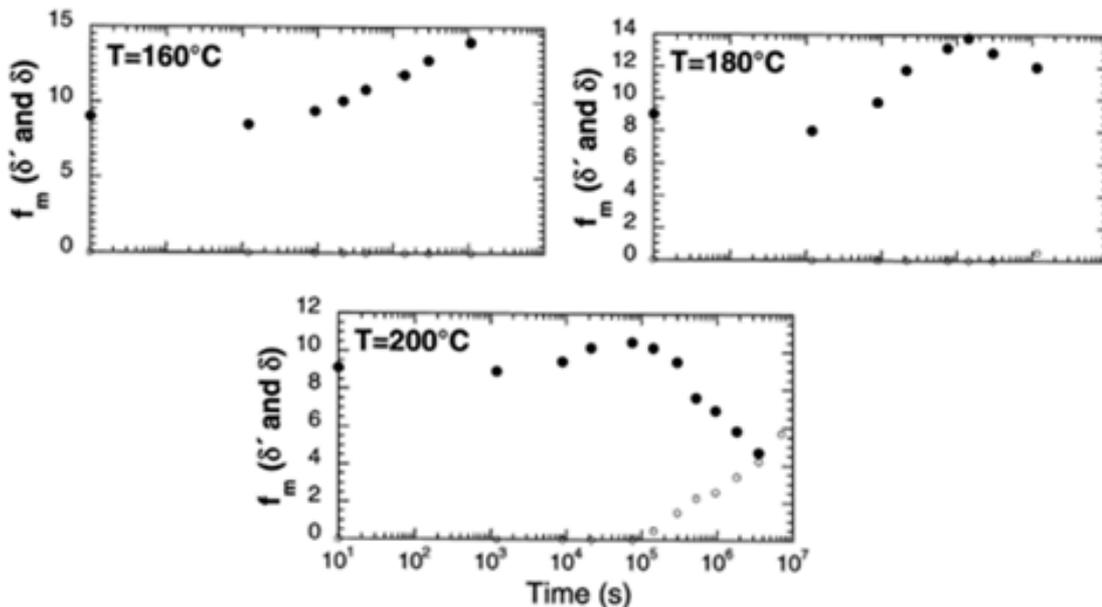


Fig. I.5 : Evolution de la fraction massique des phases δ' (●) et δ (○) obtenue pour l'alliage Al-2,25%Li-0,1%Zr (wt.%) vieilli à 160°C, 180°C et à 200°C [42].

Les mêmes auteurs ont tracé l'évolution du rayon moyen des précipités δ' en fonction du temps de vieillissement à 200°C à partir des résultats obtenus par MET et par la diffraction des rayons X (DRX). La courbe de la figure I.6 montre la variation linéaire du rayon moyen R en fonction de $t^{1/3}$, confirmant la loi de Lifshitz-Slyosov-Wagner [39], [40].

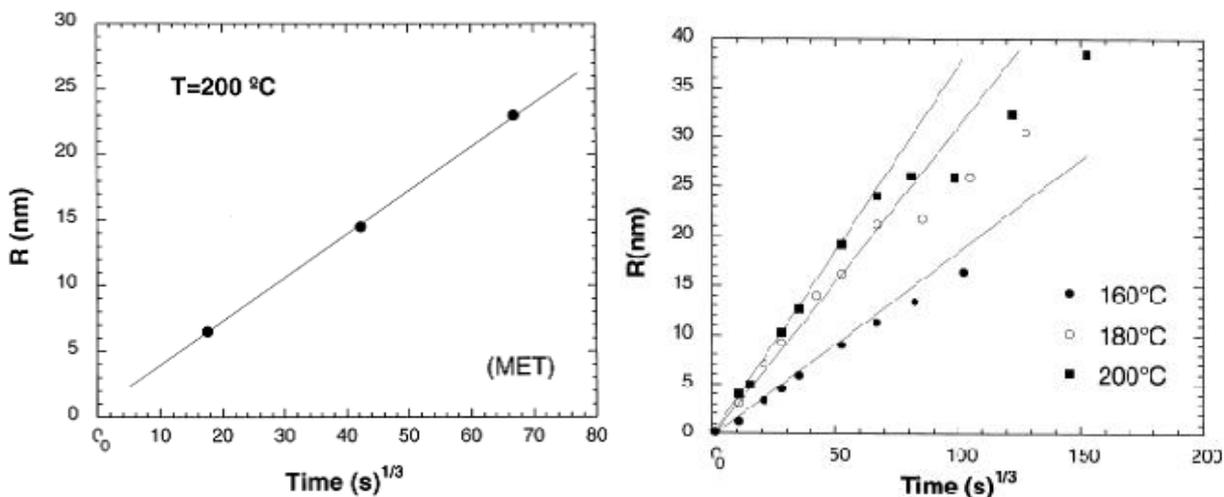


Fig. I.6: Mesure du rayon moyen des précipités δ' en fonction du temps $t^{1/3}$ obtenue par MET à 200°C (a) et par diffraction des rayons X à 160°C, 180°C et 200°C (b) [42].

A cause de sa structure ordonnée et parfaitement cohérente avec la matrice, la phase δ' assure un durcissement optimal des alliages Al-Li. En outre, à cause du cisaillement facile de cette phase, résulte un glissement planaire et une localisation de la déformation

entraînant une faible ductilité de ces alliages. La formation d'autres phases durcissantes non cisillables serait donc souhaitable pour le développement des alliages Al-Li.

I.2.1.4 La phase δ (AlLi)

La phase stable δ , de formule stœchiométrique AlLi, a une structure cubique de forme B32 (NaTi) et de paramètre ($a = 0,637$ nm), plus grand que celui de la matrice d'aluminium ($a = 0,404$ nm), ce qui impose l'incohérence entre les deux phases [8]. Pour minimiser l'énergie élastique stockée aux interfaces δ/α , cette phase se développe préférentiellement aux joints fortement désorientés [16]. Elle précipite également à l'intérieur des grains pour des durées élevées de vieillissement résultant de la transformation des gros précipités δ' [16, 43].

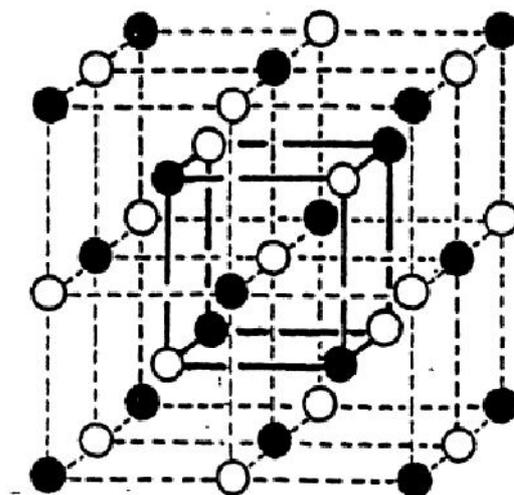


Fig. I.7 : Structure de la phase δ (AlLi) B32.

La germination et la croissance des précipités δ riches en lithium s'effectuent préférentiellement aux joints de grains, conduisant à l'apparition de zones dénudées de précipités δ' (Precipitate-Free-Zone (PFZ)), adjacentes aux joints de grains. Ces PFZ représentent des sites favorables pour la localisation du glissement au cours d'une déformation éventuelle [43].

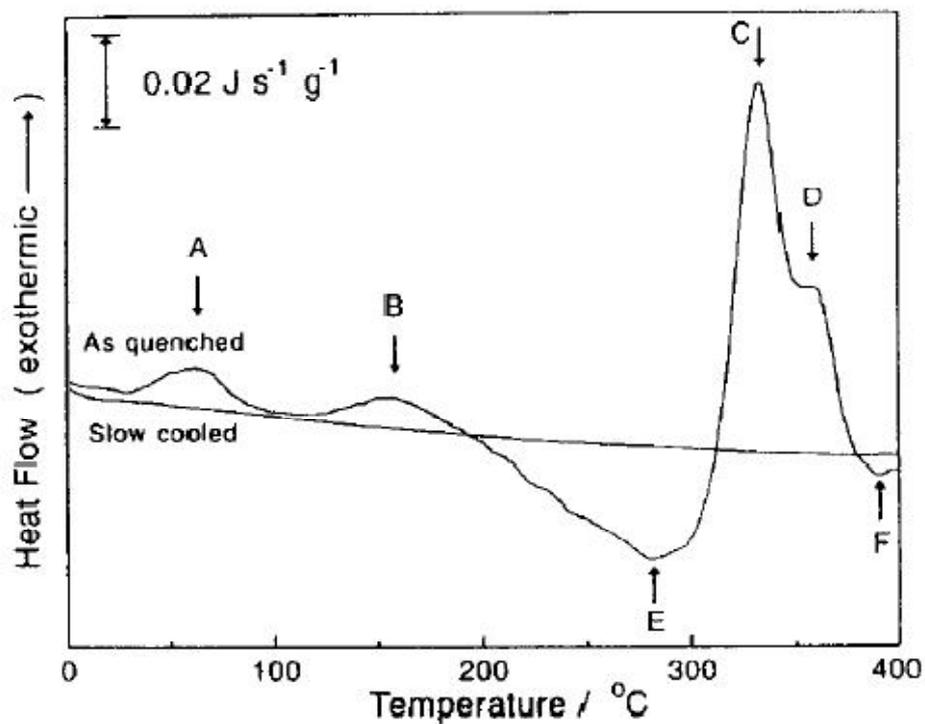
I.2.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages Al-Li par différentes techniques expérimentales

I.2.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

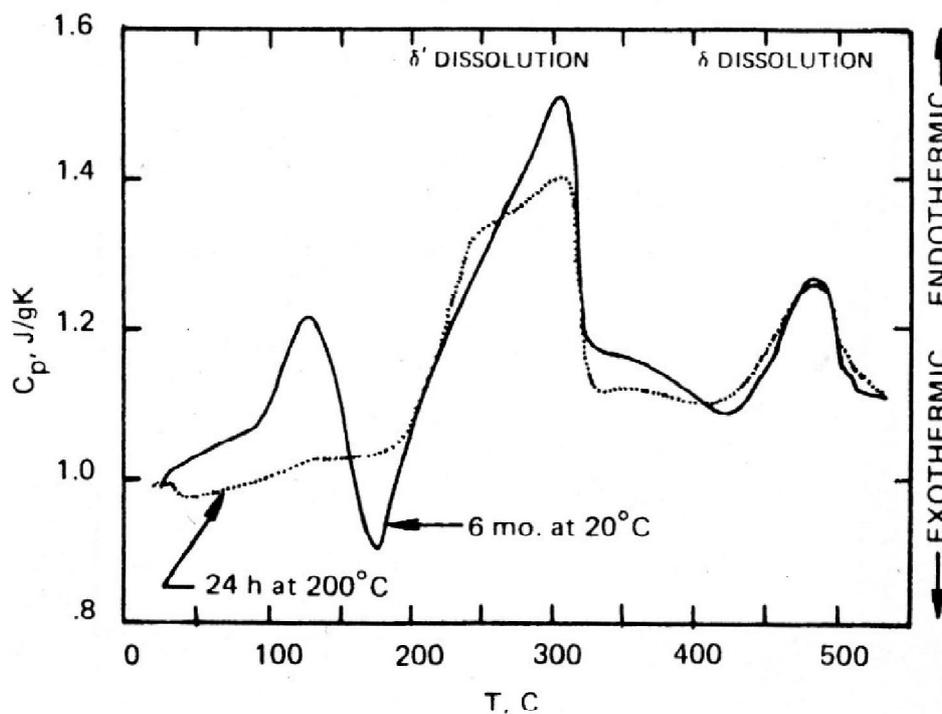
Les courbes DSC des alliages binaire Al-Li (Fig. I.8), à l'état de trempe ou aux états vieillis, montrent plusieurs pics exothermiques et endothermiques correspondant à la formation et la dissolution des différentes phases précipitées.

- **Le premier pic exothermique** : Noble et Trowsdale [44] ont observé ce pic (noté A) vers 60°C. Ces auteurs attribuent l'apparition de ce pic au réarrangement des atomes précédant la précipitation de δ' . Un vieillissement de 10 mn à la température ambiante, avant l'essai de DSC, est suffisant pour l'élimination de ce pic. Mukhopadhyay *et al.* [45] ont observé ce même pic à environ 50°C de l'alliage Al-2,8%Li (wt.%) trempé. Ces auteurs ont attribué ce pic à la formation des zones GP et sont en accord avec les résultats obtenus par Papazian [21] et Nazato & Nakai [20]. Il faut noter que Mukhopadhyay *et al.* [45] n'ont pas observé ce premier pic exothermique dans le cas de l'alliage (Al-2,6%Li-0,1%Zr (wt.%) contenant du Zr. Selon ces auteurs, le Zr serait la cause de l'élimination de la formation des zones GP et donc de la disparition de ce pic sur les courbes DSC.
- **Le premier pic endothermique** : il apparaît à environ 120°C. Noble et Trowsdale [44], Papazian *et al.* [21], Nazato et Nakai [20] ont associé ce pic à la dissolution des zones GP précédant la précipitation de δ' . Mukhopadhyay [45] et Balmuth *et al.* [31] ont plutôt associé ce pic à la dissolution des fines particules δ' se formant très tôt à la température ambiante, juste après la trempe ou même pendant la trempe.
- **Le deuxième pic exothermique** : il apparaît entre 130°C et 180°C et est attribué à la formation de la phase δ' [20, 21, 31, 44].
- **Le deuxième pic endothermique** : il apparaît entre 180°C et 300°C sur les courbes DSC. Ce pic est attribué à la dissolution de la phase δ' [20, 21, 31, 44].
- **Le troisième pic exothermique** : il apparaît vers 350°C pour Noble & Trowsdale [44], vers 430°C pour Papazian [21] et vers 300°C pour Mukhopadhyay [45]. Ce pic est attribué à la formation de la phase d'équilibre δ (AlLi).

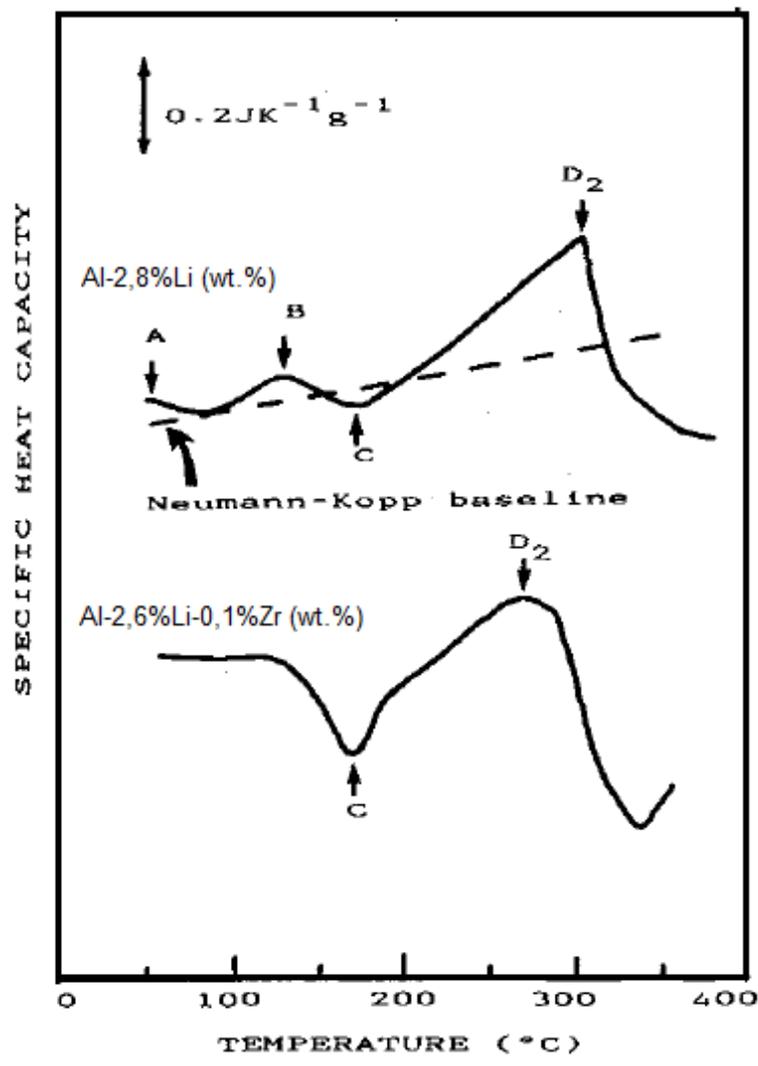
Makin [46] a étudié le pic associé à la précipitation de δ' (pic B pour Noble & Trowsdale [44]) pour différentes vitesses de balayage calorimétrique. L'auteur a ainsi évalué l'énergie d'activation de formation de δ' , estimée à 120 kJ/mol.



(a)



(b)



(c)

Fig. 1.8: Courbes DSC réalisées sur des alliages binaires Al-Li par a) B. Noble [44] (Al-4 wt.%Li), b) Papazian [21] (Al-2.5 wt.%Li) et c) Mukhopadhyay [45] (Al-2,8%Li (wt.%) et Al-2,6%Li-0,1%Zr (wt.%)).

I.2.2.2 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été rarement utilisée dans les études de précipitation des alliages Al-Li [26, 27, 42]. Pérez-Landazébal *et al.* [42] ont réalisé une étude qualitative sur la précipitation de la phase δ' dans un alliage de composition Al-2,25%Li-0,1%Zr (wt.%). Les échantillons subissent un traitement d'homogénéisation de 30 min à 530°C suivi d'un vieillissement pendant différentes durées à 160°C, 180°C et 200°C. Les auteurs ont suivi l'évolution qualitative des pics de surstructure (100) et (110) de δ' qui apparaissent aux angles 21,9° et 31,2°. Les mêmes pics ont été observés après un maintien de 3 h à la température ambiante (Fig. I.9) [27]. Les spectres de diffraction (Fig. I.10) montrent l'apparition des pics de δ' à l'état de trempe et aussi aux états vieillis à

200°C avec des intensités croissantes jusqu'à 83 h de vieillissement où ces pics atteignent leurs maximums. Après 83 h de vieillissement, l'intensité des pics devient décroissante jusqu'au vieillissement de 4546 h (≈ 190 jours) où ils disparaissent complètement. Dans ces conditions, il apparaît deux pics aux angles $24,17^\circ$ et 40° correspondant, selon les auteurs, à la phase stable δ . L'apparition de cette dernière se fait au détriment de la phase δ' . Dans le cas des deux vieillissements à 160°C et à 180°C , le même effet est observé.

Wei et Wang [26] ont observé deux pics de surstructure de la phase δ' (100) et (210) vers les angles 22° et 56° respectivement (Fig. I.11). Benaskeur [47] et Aklouche [48] ont observé un seul pic de la phase δ' (110) vers l'angle 31° (Fig. I.12).

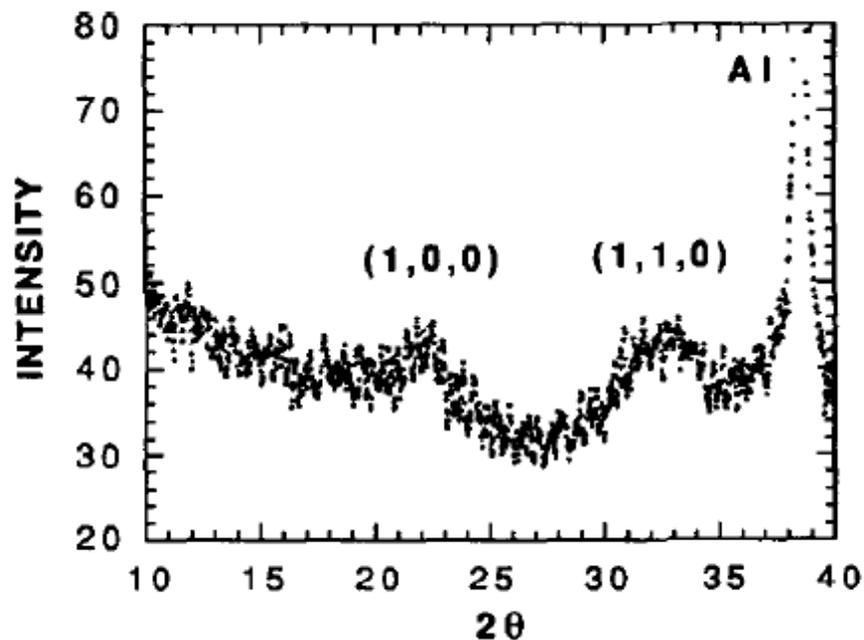


Fig. I.9 : Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-2.25 %Li-0.1 %Zr (wt. %) montre les pics (100) et (110) de la phase δ' après 3 h de maintien à la température ambiante. [27]

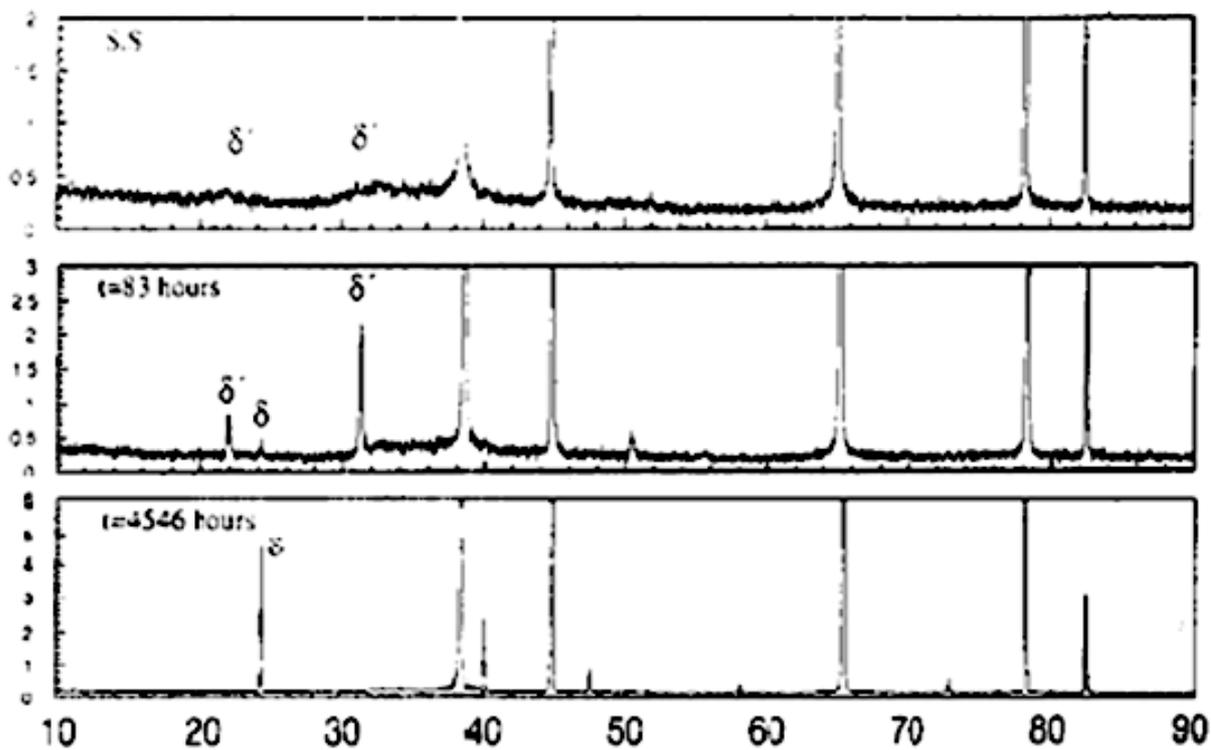


Fig. I.10 : Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-2,25%Li-0,1%Zr (wt.%) en fonction du temps de vieillissement à 200°C [42].

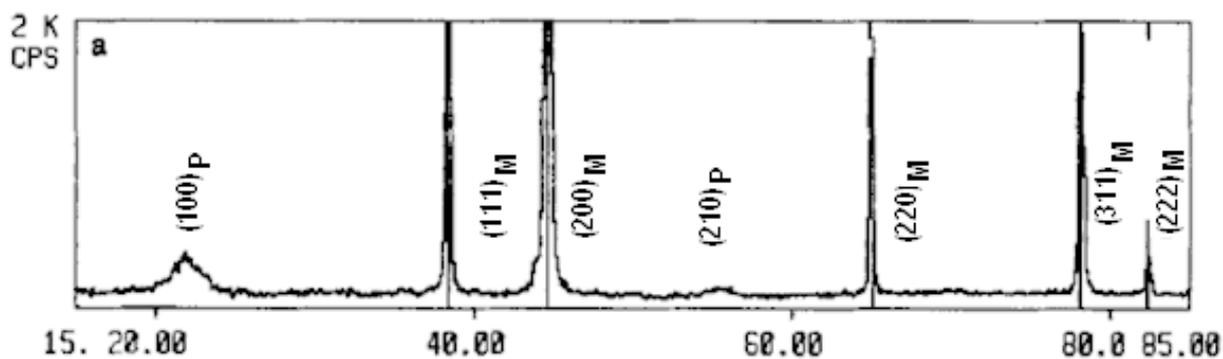


Fig. I.11 : Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-12.7%Li (at. %) montrant les pics de la phase δ' [26].

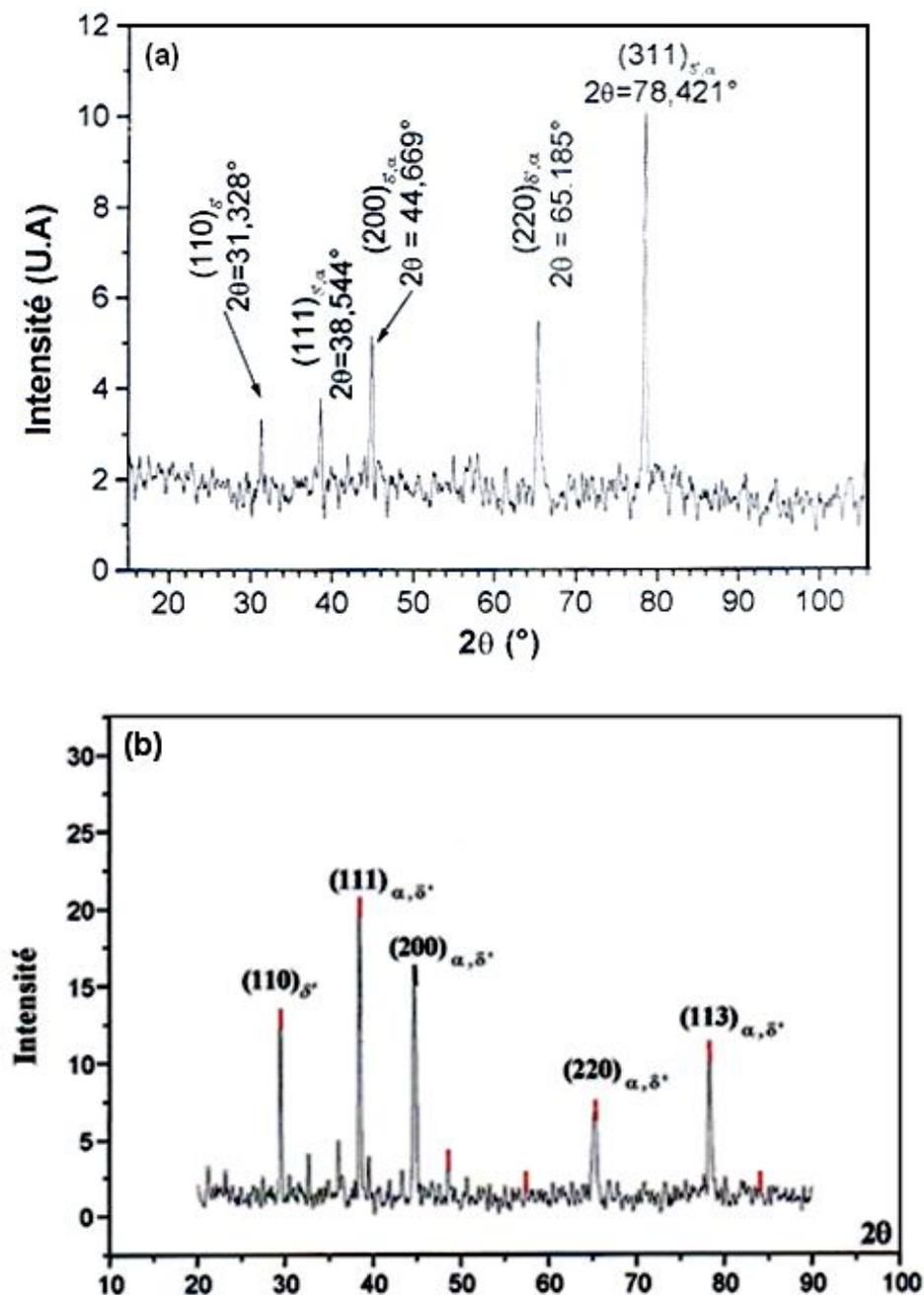


Fig. I.12 : Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage Al-2%Li (wt.%) vieilli a) 15 mn à 190°C [47], b) 30 h à 200°C [48]

I.2.2.3 Mesure de la microdureté

Les mesures de la microdureté des alliages binaires en fonction du temps de vieillissement pour 2%Li [48], 2,5%Li et 3%Li [49] sont montrées sur la figure I.13. La microdureté est croissante avec la concentration massique de lithium et avec la température de vieillissement et atteint un maximum (après 6 h de vieillissement à 190°C). Pour 200°C et 220°C, le maximum de la microdureté est atteint avant 6h de vieillissement.

L'augmentation de la microdureté est due à la croissance de la fraction volumique des précipités δ' au cours du traitement de vieillissement. La microdureté diminue après le pic, ce qui correspondrait d'une part à la grosse taille des particules δ' et à la dimension des espaces inter-particules qui devient importante, et d'autre part, à la transformation progressive de δ' en phase d'équilibre δ . Le pic de durcissement de l'alliage Al-2,25%Li (wt.%) est situé à environ 6 h de vieillissement à 160°C et à seulement 1 h de vieillissement à 200°C, dans une étude réalisée par Pérez-Landazébal *et al.* [42].

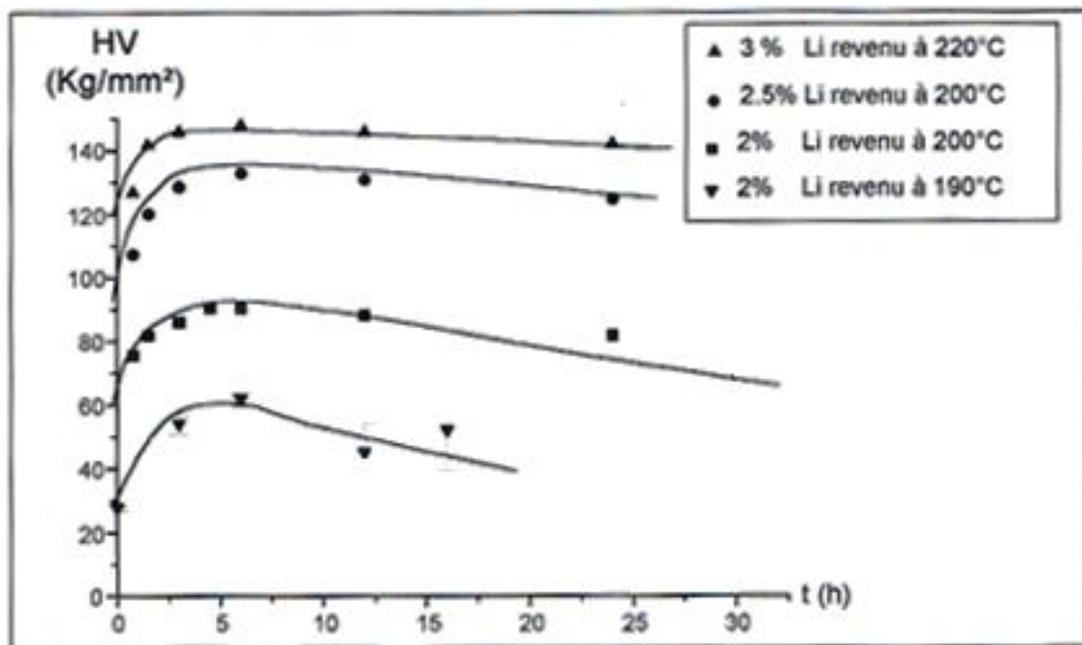


Fig. I.13 : Microdureté des alliages binaires Al-Li vieillis à différentes températures [48,49].

I.2.2.4 Observation par la microscopie électronique à transmission (MET)

L'observation par MET des précipités δ' et δ a fait l'objet de nombreuses études expérimentales. La figure I.14 présente un champ sombre de δ' dans l'alliage Al-12%at. Li à l'état de trempe. Cette figure montre une intense densité de fins précipités δ' de taille inférieure à 30 Å distribués de façon homogène dans les grains. Les images des états vieillis 7 mn et 60 mn à 200°C indiquent des tailles plus grandes de la phase δ' . Pérez-Landazébal *et al.* [42]. ont observé des précipités δ' de taille croissante avec la durée de vieillissement (Fig. I.15) et des précipités δ' entourant les particules β' (Fig.I.15b).

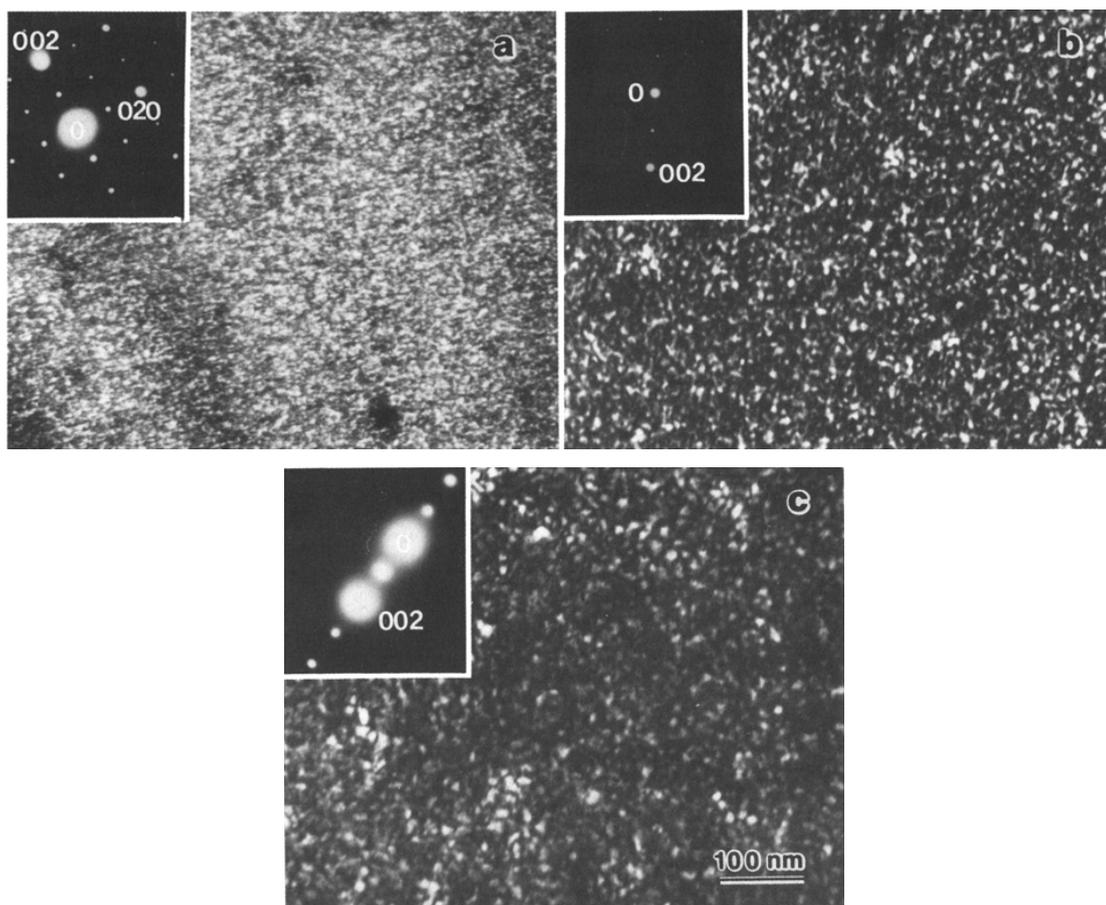


Fig. I.14 : Champs sombres montrant les précipités δ' dans l'alliage Al-12%at. Li à l'état a) de trempe, b) vieilli 7 min à 200°C, c) vieilli 60 min à 200°C [28].

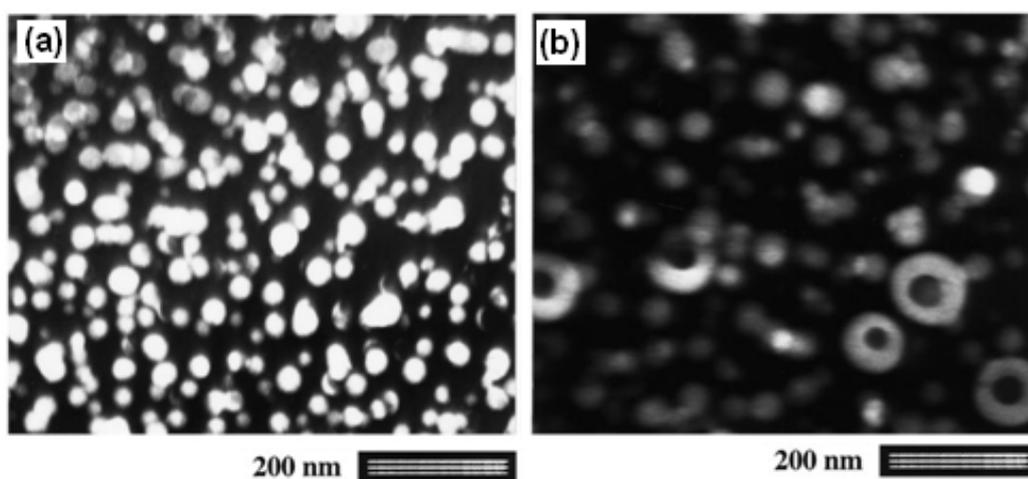


Fig. I.15 : Champs sombres montrant les précipités δ' dans l'alliage Al-2.25%Li-0.1%Zr (wt.%) vieilli (a) 21 h et (b) 146 h à 200°C [42].

I. 3 Alliages Al-Cu-Mg

I.3.1 Précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg

Les alliages Al-Cu-Mg sont classés parmi les alliages à durcissement structural, très étudiés du fait leur vaste champ d'application dans l'industrie. Le système Al-Cu-Mg constitue la base de la série 2xxx où le cuivre et le magnésium sont les éléments d'alliages. Ces alliages se distinguent par de bonnes caractéristiques mécaniques notamment à l'état de trempe, à l'état revenu ou mûré et ont de bonnes aptitudes de tenue à chaud. En conséquence, plusieurs traitements de chauffage, de trempe avec différentes vitesses, de travail à froid et de vieillissement à différentes températures ont été employés pour créer ou améliorer certaines propriétés. Ces alliages sont utilisés pour des pièces soumises à des contraintes, particulièrement dans les structures d'avion comme le fuselage et les ailes, à cause de leurs bonnes résistances à la fatigue [50]. Le tableau I.1 montre la composition chimique de quelques alliages de la série 2xxx.

Tab. I.1 : Composition chimique de quelques alliages de la série 2xxx [51]

Alliage	Cu	Mg	Zn	Mn	Cr	Ti	Si	Fe	Ni
2014	3.9-5.0	0.2-0.8	<0.25	0.4-1.2	<0.1	<0.15	0.5-1.2	<0.7	-
2024	3.8-4.9	1.2-1.8	<0.25	0.3-0.9	<0.1	<0.15	<0.5	<0.5	-
2124	3.8-4.9	1.2-1.8	<0.25	0.3-0.9	<0.1	<0.15	<0.2	<0.3	-
2618	1.9-2.7	1.3-1.8	<0.1	-	-	0.04-0.1	0.1-0.25	0.9-1.3	0.9-1.2

I.3.1.1 Diagramme d'équilibre

Dans notre recherche bibliographique, nous nous intéresserons au domaine $\alpha + S$ [52] afin de pouvoir déterminer les séquences et la structure des phases présentes dans ces domaines. La section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire à 190°C et à 500°C (Fig. I.16) montre trois phases intéressantes $\theta(Al_2Cu)$, $S(Al_2CuMg)$ et $T(Mg_4CuAl_6)$. La précipitation de l'une de ces phases dépend du rapport des éléments cuivre et magnésium (Cu/Mg) [53].

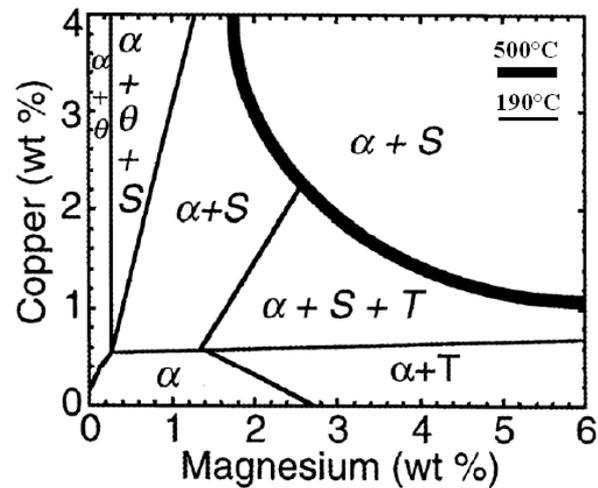


Fig. I.16 : Diagramme de phases Al-Cu-Mg [53]

I.3.1.2 Séquence de précipitation

La séquence de précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg, de faible rapport Cu/Mg, a été proposée par Bagayaratsky [54] :

Solution solide sursaturée (SSS) \rightarrow zones GP \rightarrow S'' \rightarrow S' \rightarrow S (Al₂CuMg)

Plusieurs séquences ont été proposées pour les alliages Al-Cu-Mg, mais la détermination des structures des phases responsables du durcissement reste obscure. Dans le tableau I.2, nous avons résumé les différentes séquences proposées dans la littérature.

Tab. I.2 : Différentes séquences de précipitation proposées dans la littérature.

Séquence de précipitation	Auteurs
SSS \rightarrow zones GP \rightarrow S'' \rightarrow S' \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Bagayaratsky [54]
SSS \rightarrow zones GPB (<001> bâtonnés \rightarrow S' \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Silcock [16]
SSS \rightarrow Clusters Cu-Mg \rightarrow zones GPB + S \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Ringer <i>et al.</i> 1996 [55]
SSS \rightarrow Co-clusters Cu-Mg \rightarrow zones GPB \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Ringer <i>et al.</i> 2000 [56], Reich <i>et al.</i> 1999 [57]
SSS \rightarrow Co-clusters Cu-Mg \rightarrow S''/GPB \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Wang & Starink 2005 [6]
SSS \rightarrow Co-clusters Cu-Mg \rightarrow S''/GPB2 \rightarrow S (type 1) \rightarrow S (type 2)	Wang & Starink 2006 [58], 2007 [59]
SSS \rightarrow Co-clusters Cu-Mg/zones GPB \rightarrow S''/GPB \rightarrow S'/S	Khan <i>et al.</i> 2008 [60]
SSS \rightarrow Co-clusters Cu-Mg \rightarrow S''/GPB2 \rightarrow S (Al ₂ CuMg)	Parel 2010 [50]

I.3.1.3 Les zones GPB et/ou les amas Cu-Mg

Au début de sa recherche, Bagayaratsky [54] s'est basé sur les résultats de diffraction RX d'un alliage Al-3%Cu-1,15%Mg (wt.%) et a proposé que plusieurs stades de durcissement s'obtiennent par la décomposition de la solution solide sursaturée après une trempe rapide. Le premier stade est associé à la formation des zones de Guinier-Preston qui sont des rangées (à courte distance) des atomes de soluté Cu et Mg sur les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Ce stade compte pour environ 60% de la dureté finale du matériau soumis à un traitement thermique [50].

Depuis, plusieurs suggestions ont été proposées avec ou contre la proposition des zones GP. Silcock [16], dans une étude de l'alliage Al-3,15%Cu-1,52%Mg (wt.%), a confirmé la présence de ces zones et proposé le nom de GPB (Guinier-Preston-Bagayaratsky) pour les différencier des zones GP du système Al-Cu. L'auteur a considéré que ces zones sont constituées en proportion égale d'atomes de cuivre et de magnésium. Ces zones ont une forme cylindrique de 1 à 2 nm de diamètre et de 4 à plus de 8 nm de longueur, en fonction de la vitesse de trempe. L'auteur a proposé une structure tétragonale pour ces zones dont les paramètres sont $a=0,55$ nm et $c=0,404$ nm.

Des observations par microscopie à haute résolution et des analyses calorimétriques différentielles ont été réalisées sur un alliage Al-Cu-Mg de rapport Cu/Mg égal à 1,6 et vieilli 4h à 200°C par Charai *et al.* [61]. Ces auteurs ont associé le premier stade de durcissement de leur alliage, à la formation d'amas riches en Mg et de zones GPB riches en Cu (Fig. I.17).

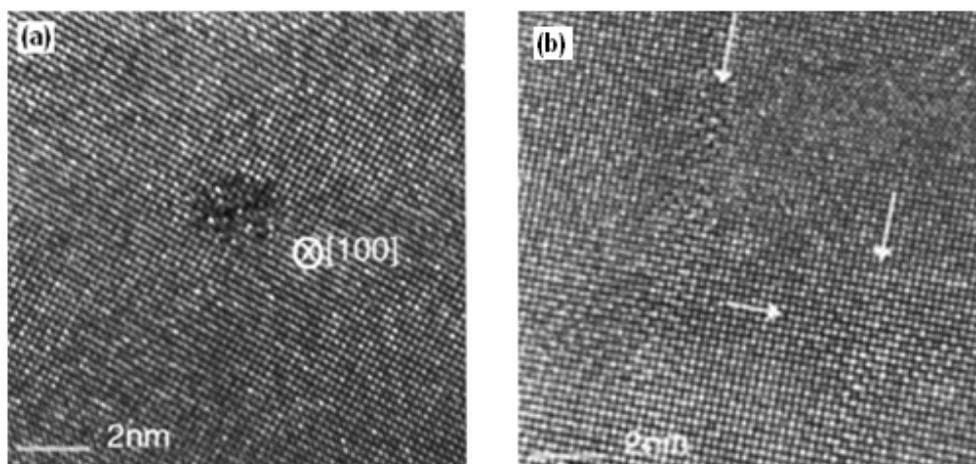


Fig. I.17 : Image en MEHR montrant (a) les amas et (b) les zones GPB dans la matrice d'aluminium [61].

En fait, le processus serait gouverné par la diffusion des atomes Mg vers les lacunes car, d'une part, l'énergie de liaison atomes Mg-lacune est plus élevée que l'énergie de liaison atomes Cu-lacune, et, d'autre part, l'énergie d'activation de la diffusion des atomes Mg dans l'aluminium est plus faible que celle du Cu dans l'aluminium. Ce qui conduirait à la formation des amas Mg-Mg, de forme ellipsoïdale, de taille nanométrique, parallèles aux plans {011} de la matrice. Ces amas sont considérés comme des germes dans la formation de la phase S'. D'autre part, les auteurs ont considéré que la diffusion lente des atomes Cu serait responsable de la formation des monocouches des zones GPB sur les plans {002} de la matrice, comme le cas des alliages Al-Cu. Ces GPB peuvent contenir plus d'atomes de Cu que de Mg à la température ambiante. Au cours du vieillissement, ces zones peuvent alors se transformer en phase semi-cohérente S''.

Par ailleurs, Ringer *et al.* [55, 62, 63], dans une étude de la précipitation dans un alliage Al-1.1 at.%Cu-1.7 at.% Mg, basée sur les résultats de la microscopie ionique à sonde atomique « Atom Probe Field Ion Microscopy (APFIM) », la MEHR et la diffraction électronique ont proposé que le premier stade de durcissement est dû à la formation des amas Cu-Cu, Mg-Mg et Cu-Mg, de forme cylindrique avec des diamètres de 1 à 2 nm et des longueurs de l'ordre de 10 nm et que le deuxième stade de durcissement est dû à la formation des zones GPB (pour 100h de vieillissement à 150°C).

Selon Starink et Wang [64], les amas sont responsables du durcissement dans plusieurs autres types d'alliages durcis par précipitation. Ces amas dans les alliages à base d'aluminium sont associés avec le terme de zone GP. En effet, il n'y a aucune observation réalisée par MET confirmant que la microstructure des amas comme étant différentes des zones GPB. Pour cela, plusieurs auteurs ont considéré qu'il n'y avait pas de différence entre les amas et les zones GPB [65].

I.3.1.4 La phase S''

Cuisiat *et al.* [66] ont détecté la phase S'' dans l'alliage Al-1.2 at.% Cu-1.6 at.% Mg avec une taille et une orientation différentes de celles de S' et S. La phase S'' a une structure orthorhombique avec les paramètres $a = 0,405$ nm, $b = 0,405$ nm et $c = 0,81$ nm. Shih *et al.* [67] ont considéré que cette phase représente une version partiellement ordonnée des zones GPB. Zahra *et al.* [68] ont observé S'' allongé sur plusieurs dizaines de nanomètres, parallèlement à la direction [100] de la matrice avec une longueur dépassant 10 nm, ce qui est confirmé par l'observation d'Alekseev *et al.* [69]. En outre, plusieurs

auteurs n'ont pas mentionné l'existence de cette phase dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg [16, 70, 63]. Par contre, selon Charai [61], la phase S'' existe (Fig.I. 18) et la phase S' serait identique à la phase d'équilibre S, proposition confirmée par Wang et Starink [58, 64].

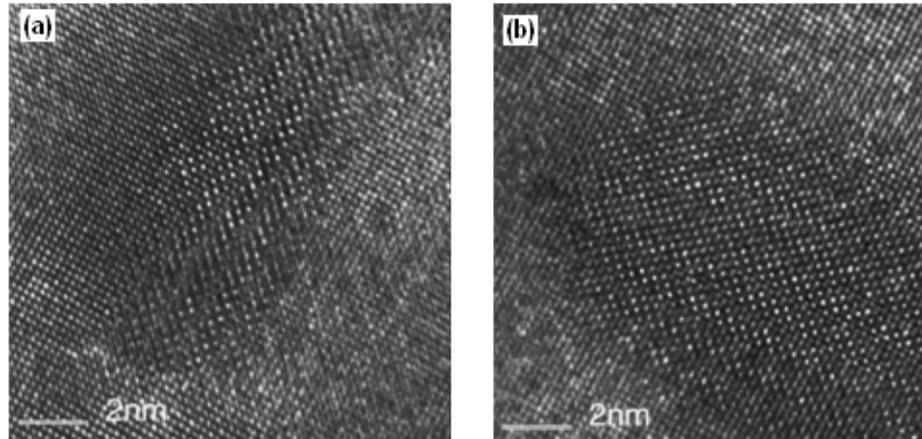


Fig. I.18 : Image en MEHR montrant deux précipités de la phase S'' [61].

I.3.1.5 La phase S'/S

La phase métastable S' est souvent étudiée dans les alliages Al-Cu-Mg à cause de son effet de durcissement considérable des alliages vieillis. Cette phase peut précipiter par germination homogène dans les grains sous forme d'aiguilles parallèles aux directions $\langle 100 \rangle_\alpha$, ou par germination hétérogène sur les dislocations sous forme de lattes et de chevrons dirigés suivant les directions $\langle 100 \rangle_\alpha$ avec des faces orientées parallèlement aux plans $\{120\}_\alpha$ [71]. Wilson et Partidge [70] ont montré également que la phase métastable S' (de paramètres $a_{S'} = 0,404$ nm, $b_{S'} = 0,925$ nm, $c_{S'} = 0,718$ nm) a une structure orthorhombique identique à celle de la phase d'équilibre S. Cette dernière a des paramètres légèrement différents de ceux de la phase métastable ($a_S = 0,400$ nm, $b_S = 0,923$ nm, $c_S = 0,714$ nm) [72]. Gupta *et al.* [71] ont montré que S' est une version étendue de la phase d'équilibre S.

I.3.2 Mise en évidence des phases précipitées par différentes techniques expérimentales

I.3.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les conséquences des effets thermiques sur la séquence de précipitation dans ces alliages ternaires d'aluminium ont fait l'objet d'un grand nombre d'études. Nous nous proposons de résumer ici la séquence de précipitation et de décrire les domaines de

températures de précipitation et de dissolution pour chaque phase au cours du traitement de chauffage réalisé par DSC, et ce pour les alliages ayant un rapport Cu/Mg proche de 2. Jena *et al.* [73] ont réalisé un essai de DSC sur un échantillon de l'alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (wt.%) homogénéisé 1 h à 505°C suivi d'une trempe à l'eau (à la température ambiante). Le thermogramme de l'échantillon à l'état de trempe (Fig. I.19), réalisé avec une vitesse de chauffage égale à 10°C/min, montre l'apparition de deux pics exothermiques A et D et de trois pics endothermiques B, C et E. Zahra *et al.* [74] ont également réalisé des essais de DSC de l'alliage Al-2,5%Cu-1,5%Mg (wt.%) vieilli pour différentes durées à 150°C. Les courbes DSC (Fig. I.20) montrent les mêmes pics endothermiques et exothermiques obtenus par Jena *et al.* [73]. Notons, cependant, l'absence du premier pic exothermique associé aux zones GPB.

L'interprétation d'apparition de ces pics est la suivante :

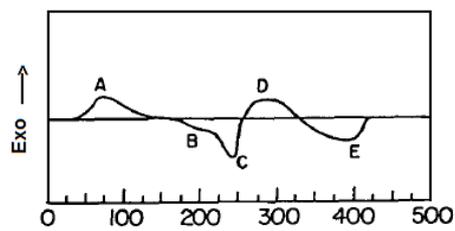


Fig. I.19 : Courbes DSC de l'alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (wt.%) homogénéisé et trempé à l'eau [73].

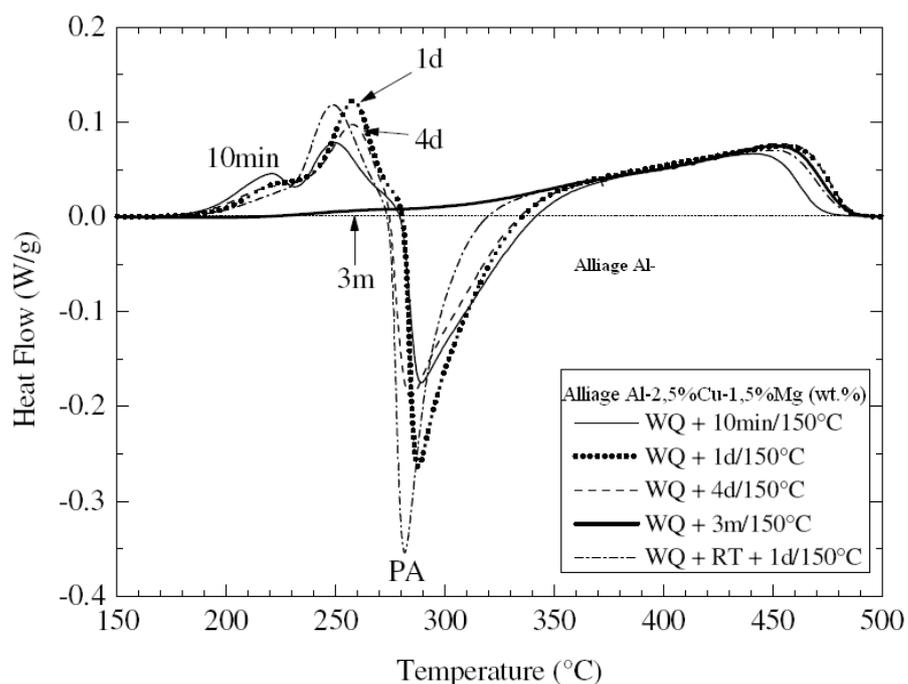


Fig. I.20 : Courbes DSC de l'alliage Al-2,5%Cu-1,5%Mg (wt.%) vieilli pour différentes durées à 150°C [74].

Le pic exothermique A apparaît entre 25-170°C avec un maximum à 84,5°C [73]. Ce pic est attribué à la formation des zones GPB [73, 74, 75, 61] alors que d'autres auteurs l'ont attribué à la formation des amas riches en soluté Cu-Mg [64, 76, 77].

L'énergie d'activation de ces zones a été déterminée et est située dans l'intervalle 51 à 67 KJ/mol. En effet, elle est égale à 55,6 kJ/mol [73], égale à 65,0 KJ/mol [78] dans l'alliage Al-1,8%Cu-1,6%Mg (at.%) et égale à 67 KJ/mol pour l'alliage Al-2,03%Cu-1,28%Mg (wt.%) à l'état de trempe pour des vitesses variant de 0,5 à 20°C/min. [61]

Selon ces auteurs, il existerait un excès de lacunes à l'état de trempe et l'énergie de migration de ces lacunes dans les alliages Al-Cu varierait de 41,8 à 66,9 KJ/mol [79], ce qui montre que l'énergie d'activation de ces zones et l'énergie de migration des lacunes seraient du même ordre de grandeur.

Starink *et al.* [64] ont étudié l'effet de la température sur le premier pic exothermique (maximum à 85°C) qu'ils ont associé à la formation des co-amas ou les zones GPB dans l'alliage Al-1.2%Cu-1.2%Mg (at.%). Ces auteurs ont observé qu'une heure de maintien à la température ambiante est suffisante pour la diminution de ce pic et qu'avec l'évolution du temps de maintien, ce pic diminue jusqu'à sa disparition après 170 h de vieillissement avant l'essai DSC (Fig.I.21).

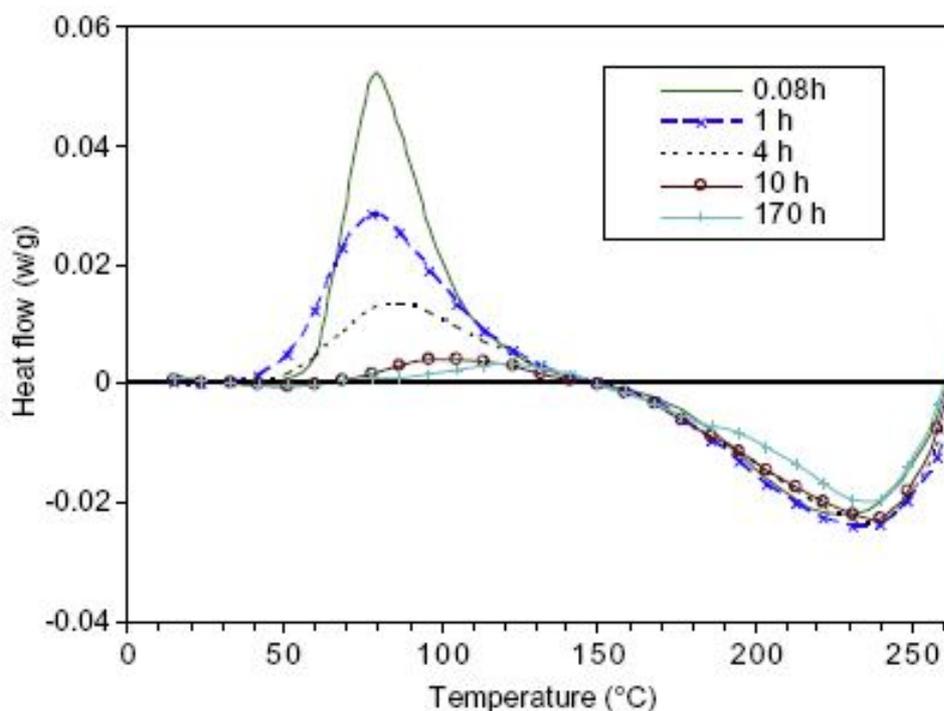


Fig. I.21 : Courbes DSC de l'alliage Al-1.2%Cu-1.2%Mg (at.%) trempé suivi d'un maintien à la température ambiante [64].

Les pics endothermiques B et C sont associés à la dissolution des zones GPB. Selon Jena *et al.* [73], l'aire du pic B est relativement faible par rapport au pic de formation des zones GPB (pic A), ce qui montre que ces zones ne se dissolvent pas complètement dans le pic B. D'autre part, la somme des aires des pics de dissolution B et C est plus grande que celle du pic A. Les auteurs ont considéré ici qu'une partie des zones GPB se stabilise pour se dissoudre à haute température et le reste est dû à la dissolution des zones GPB formées sur les dislocations. Cette interprétation est basée sur la microstructure observée par MET, réalisée dans ce domaine de températures où la présence des boucles de dislocations est mise en évidence.

Le pic exothermique D apparaît à environ 290-300°C [73, 74, 80]. Il est attribué à la précipitation de la phase S'. L'énergie d'activation de la précipitation de cette phase est de l'ordre de 129,9 KJ/mol selon Jena *et al.* [73], de l'ordre de 134±5 KJ/mol selon Charai *et al.* [61] et de l'ordre de 129,49 KJ/mol selon Li *et al.* [80].

Le pic endothermique E est associé à la dissolution de la phase S'. Sur le thermogramme, il n'apparaît aucun pic ou plateau dus à la précipitation de la phase stable S. Les auteurs ont admis la proposition de Gupta *et al.* [71], que S' est une version légèrement tendue de la phase S et qu'avec l'augmentation du temps de vieillissement, S' se transformerait progressivement en S.

I.3.2.2 Analyse par diffraction des rayons X

Mondolfo [81], Cuisiat [66] et Yan *et al.* [82] ont utilisé la diffraction des rayons X pour déterminer la structure cristallographique de la phase S'. Chacun de ces auteurs a proposé un modèle de structure. Perz-Landazábal *et al.* [83] ont réalisé une étude expérimentale en utilisant la diffraction des rayons X afin de choisir la structure la plus adéquate parmi les trois modèles proposés. Les auteurs ont opté pour la structure orthorhombique ayant un groupe d'espace Cmc₂m, de paramètres $a = 0,400$ nm, $b = 0,295$ nm et $c = 0,718$ nm avec 16 atomes dans la cellule unitaire Al :Cu :Mg = 8 :4 :4. Ce modèle est similaire à celui proposé par Mondolfo (Fig. I.22). Pérez-Landazébal *et al.* [83] ont vérifié l'existence des pics de diffraction dans l'intervalle 10° - 37°, liés à la phase S' (Fig. I.23).

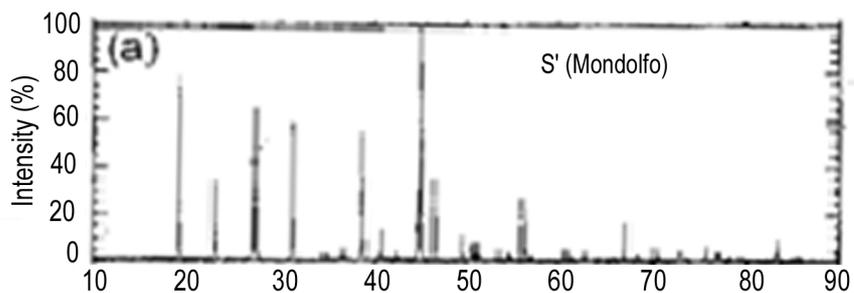


Fig. 1.22 : Spectre théorique de DRX du modèle de structure de la phase S selon Mondolfo [83].

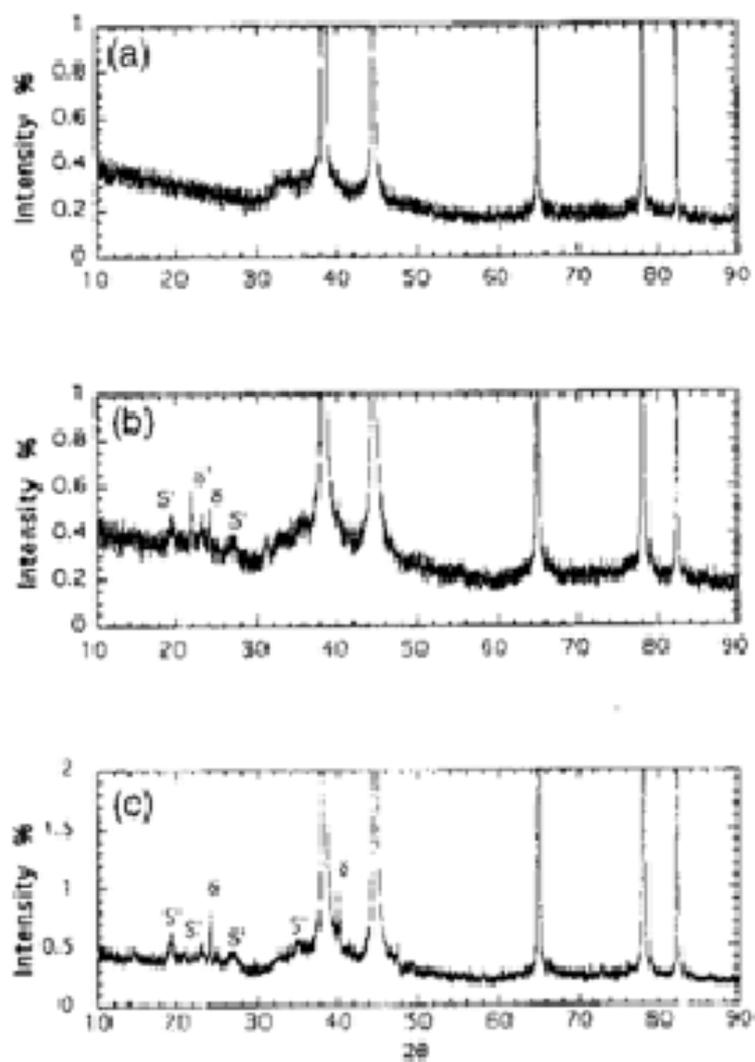


Fig. 1.23 : Spectres de diffraction des rayons X d'une poudre d'alliage ternaire Al-2,1%Cu-1,35%Mg (wt. %) [83]

Yong & Seon [84] ont également étudié la diffraction des rayons X de l'alliage Al-3.8Cu-1.2Mg-0.5Mn (wt%) vieilli 1 h à 290°C. Le spectre montre qu'un seul pic de la phase S apparaît à environ 35° (Fig. I.24).

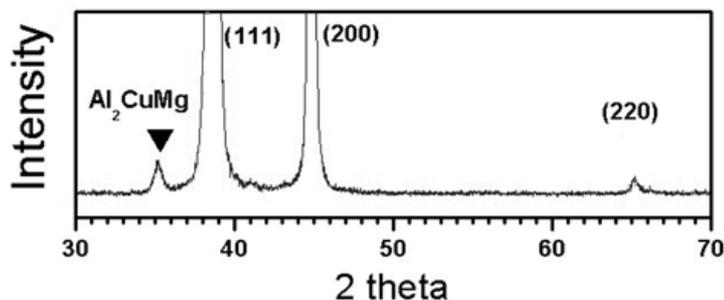


Fig. I.24 : Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-3.8Cu-1.2Mg-0.5Mn (wt%) vieilli 1 h à 290°C [84].

I.3.2.3 Analyse par mesure de la microdureté

Cuisiat [66] a établi que les courbes de dureté en fonction du temps et de la température de vieillissement de l'alliage Al-3%Cu-1,5%Mg (wt.%) sont de trois types :

- aux températures inférieures à 100°C, la dureté croît jusqu'à un maximum, puis reste constante.
- aux températures supérieures à 250°C, la dureté augmente jusqu'à un maximum puis diminue.
- aux températures intermédiaires, la dureté subit deux augmentations séparées par un palier, suivie d'une décroissance.

Li *et al.* [80] ont obtenu une courbe de dureté similaire au cas de la température supérieure à 250°C (Fig. I.25), alors que Ringer et Hono [56] ont observé une courbe (Fig. I.26) similaire à la courbe correspondant aux températures intermédiaires.

Parel *et al.* [50], pour l'alliage Al-1,8%Cu-1,6%Mg-0,2%Mn (at.%) (Fig. I.27), ont mesuré la variation de la dureté en fonction de la température de vieillissement. Les auteurs ont attribué le premier pic de durcissement (à environ 100°C) à la formation des amas qui est représentée par un pic exothermique à environ 100°C sur les courbes de DSC et que la diminution de la dureté (de 150°C à 200°C) est due à leur dissolution. L'augmentation de la dureté à 250°C, suivi d'une diminution, est attribuée à la précipitation de deux types de la phase S (type I et type II) respectivement. Ces deux types sont différenciés par les relations d'orientation avec la matrice d'aluminium.

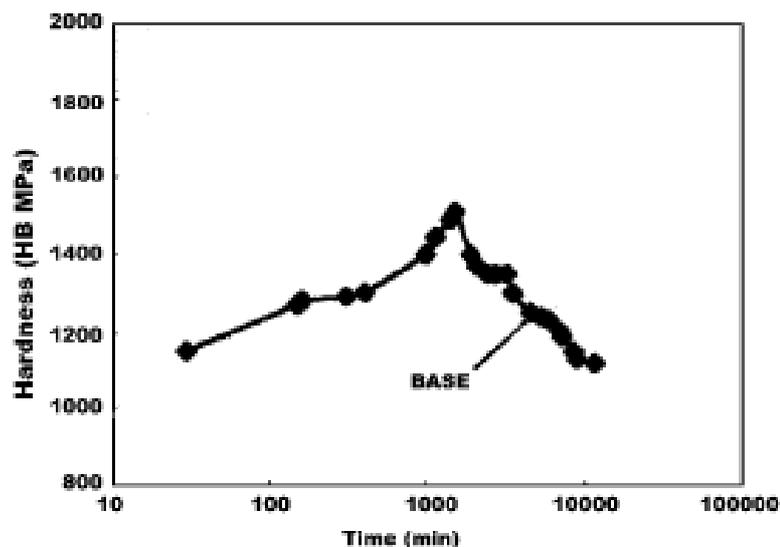


Fig. I.25 : Courbe de dureté de l'alliage ternaire Al-4.0Cu-1.85Mg (wt%) vieilli à 190°C [80].

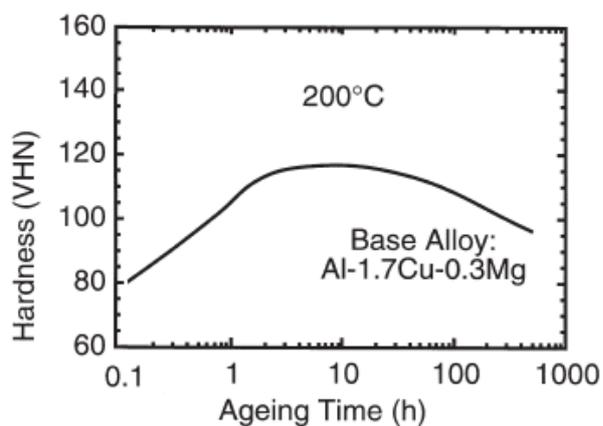


Fig. I.26 : Courbe de dureté de l'alliage ternaire Al-1.7Cu-0.3Mg (wt%) vieilli à 200°C [56].

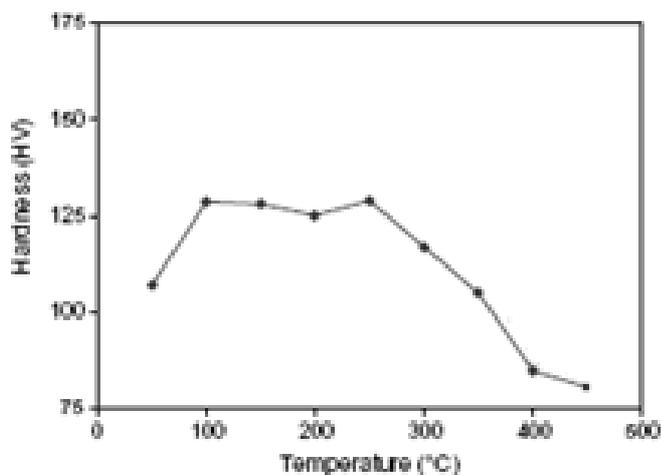


Fig. I.27 : Courbe de microdureté de l'alliage Al-1,8%Cu-1,6%Mg-0,2%Mn (at.%) vieilli avec une vitesse 10°C/min en fonction de la température [50]

I.3.2.4 Observation par la microscopie électronique à transmission (MET)

L'observation par MET de l'alliage Al-3.8Cu-1.2Mg-0.5Mn(wt%) a été réalisée par Yong & Seon [84] qui met en évidence des précipités allongés de différentes tailles avec des épaisseurs variant de 100 nm à 200 nm et des longueurs variant de 400 nm à 600 nm. La phase S' précipite également le long des joints de grains sous forme de bâtonnets d'épaisseur moyenne 10 nm et longueur variant de 30 à 45 nm.

Des observations ont été enregistrées par Kamp *et al.* [85] (Fig. I.28) mettant en évidence la phase S' par image et sur le diagramme de diffraction. La figure I.29a représente un champ clair réalisé sur un alliage Al-Cu-Mg (2816) vieilli 20 h à 200°C, montrant les bâtonnets de précipités S'. Cette observation a été confirmée par l'existence de taches de diffraction de cette phase S' sur le diagramme (100) de la matrice (Fig. I.29b) [86].

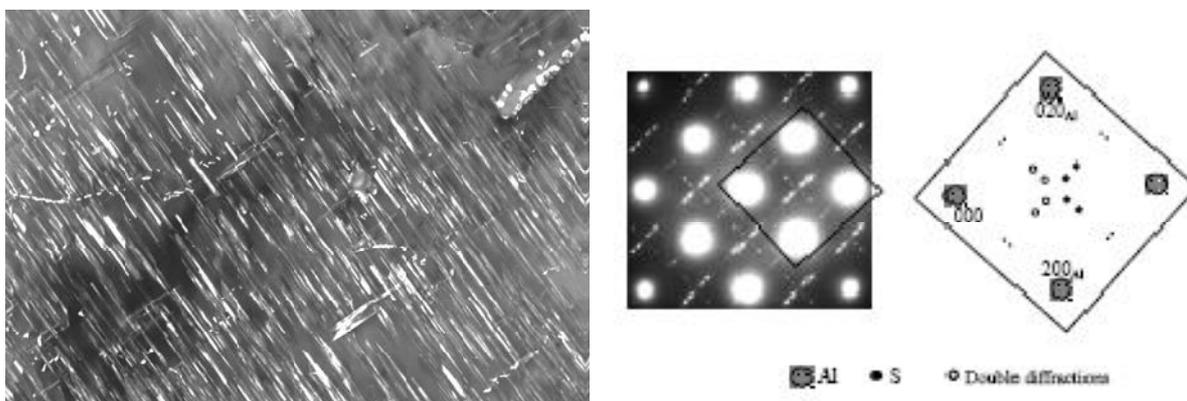


Fig. I.28 : Observation par MET de l'alliage Al-4,34%Cu-1,37%Mg-0,42%Mn (wt. %) vieilli 12h à 190°C, montrant les précipités S avec le diagramme de diffraction correspondant [85].

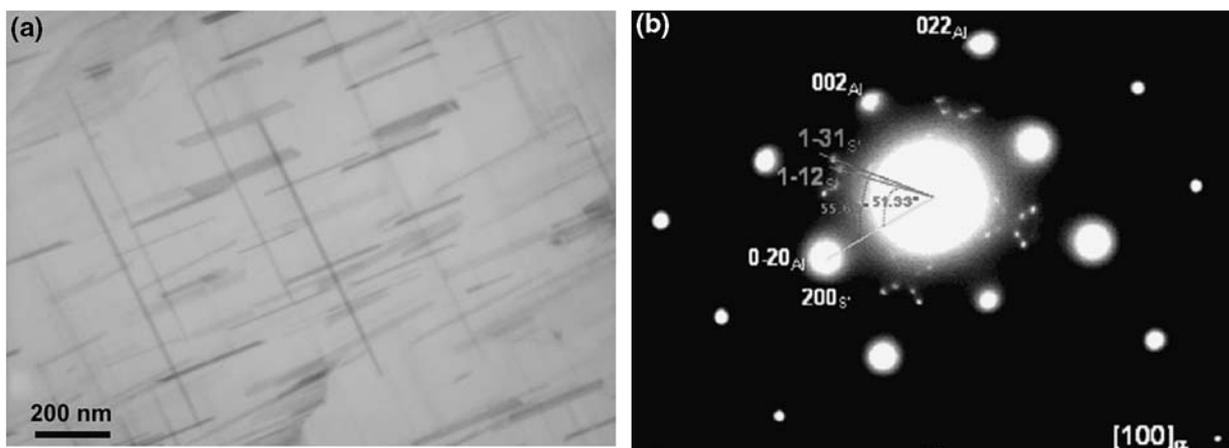


Fig. I.29 : Observation par MET de la phase S'(Al₂CuMg) dans l'alliage 2816 vieilli 20h à 200°C [86].

I. 4 Alliages Al-Li-Cu

I.4.1 Précipitation dans les alliages Al-Li-Cu

Les alliages reportés dans cette partie sont des alliages appartenant à la série à base 2000 où les éléments d'alliages sont le cuivre et le lithium et les éléments d'addition sont généralement le Zr, Mg, Ag, etc. Ces alliages ont un intérêt important dans l'industrie, notamment dans les constructions aéronautiques. Ils sont caractérisés par une faible densité, un module d'élasticité élevé, une dureté spécifique élevée et une ductilité raisonnable [87, 88, 89].

La recherche sur les phases durcissantes, la séquence de précipitation et la variété de la composition chimique de cette série d'alliages ont fait l'objet de nombreuses études afin d'améliorer certaines propriétés ou d'en acquérir de nouvelles [90]. Le tableau I.3 montre l'intervalle de composition des éléments d'alliages de quelques alliages de la série 2000.

Tab. I.3 : Intervalle de composition des éléments d'alliages (wt.%) du système Al-Cu-Li [91].

Alliage	Cu	Li	Mg	Zr	Ag
2090	2,4-3,0	1,9-2,6	0,0-0,25	0,08-0,15	--
2198	2,9-3,5	0,8-1,1	0,25-0,8	0,04-0,18	0,1-0,5
2196	2,5-3,3	1,4-2,1	0,25-0,8	0,04-0,18	0,25-0,6
2091	1,7-2,3	1,8-2,5	1,1-1,9	0,04-0,16	--

I.4.1.1 Diagramme d'équilibre

Les figures I.30 et I.31 montrent deux sections isothermes du diagramme de phases des alliages ternaires Al-Cu-Li, où l'on montre la distribution des phases : δ' , δ , T_1 , T_2 , T_B , θ , θ' et θ'' à différentes températures [92, 93].

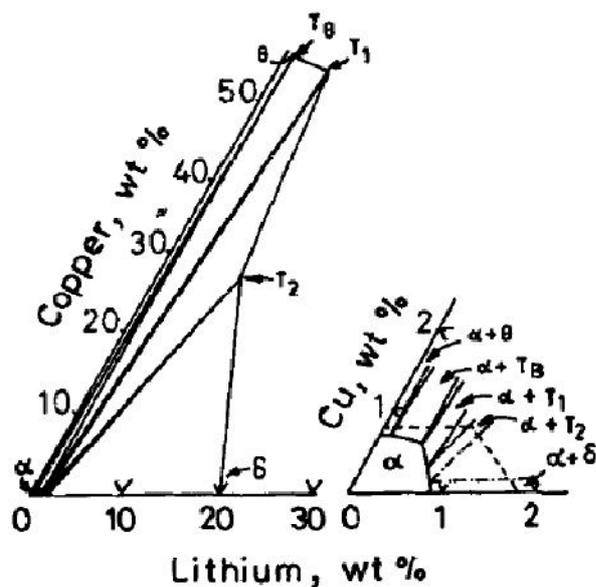


Fig. I.30 : Section isotherme du diagramme ternaire Al-Li-Cu proposé par Hardy & Silcock [92]

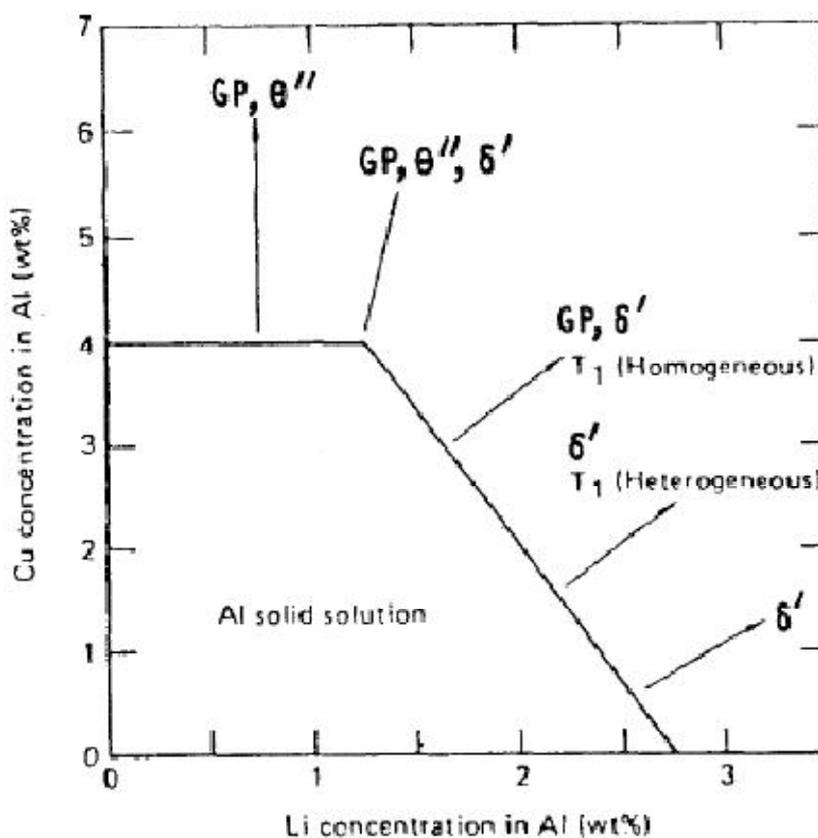
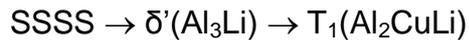


Fig. I.31 : Diagramme de phase Al-Cu-Li à 500°C [93]

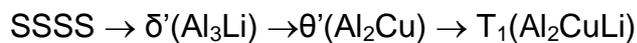
I.4.1.2 Séquences de précipitation

Les alliages Al-Cu-Li sont généralement durcis par la précipitation de la phase T_1 (Al_2CuLi) et, selon la composition chimique du matériau, peuvent apparaître de faibles quantités de phases intermétalliques comme θ (Al_2Cu), T_2 (Al_6CuLi_3) et T_B ($AlCu_4Li$).

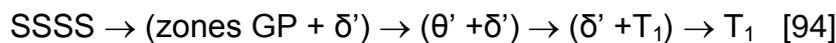
Selon Dubost et Sainfort [34], si le rapport des teneurs en Li et en Cu est supérieur à 1,5 ($Li/Cu > 1,5$), la séquence de précipitation dans les alliages Al-Li-Cu est la suivante :



Si le rapport des teneurs en Li et en Cu est inférieur à 1 ($Li/Cu < 1$), la séquence de précipitation est la suivante :



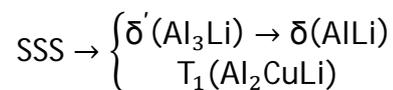
Noble et Thompson [94] ont proposé la formation des zones GP, $\theta'(Al_2Cu)$ et $\delta'(Al_3Li)$ dans le premier stade de précipitation, dans certaines conditions de vieillissement. Selon ces auteurs, la séquence de précipitation avec un rapport Cu/Li variant de 1 à 2,5 est la suivante :



Selon Smith *et al.* [95] et Nagai *et al.* [96], la séquence de précipitation dans les alliages 2090 est de type :



Enrique *et al.* [97] ont proposé que, pour une concentration de cuivre ($\approx 2\%$) et une concentration de lithium supérieure à 2%, la séquence de précipitation sera la suivante :



La présence d'une phase « précurseur » de la phase T_1 n'est pas clairement établie. Suzuki *et al.* 1982 [98] ont avancé pour la première fois que la phase T_1' est précurseur de la phase T_1 dans l'alliage Al-4,2%Cu-0,9%Li (wt.%) avec une interprétation insuffisante sur les micrographies électroniques et les diagrammes de diffraction réalisés. Plus tard, Rioja et Ludwiczak [99] ont étudié un alliage 2090 vieilli à différentes températures et ont attribué une structure orthorhombique à la phase T_1' avec les paramètres : $a=0,86$ nm et $c=0,406$ nm. Sainfort et Dubost [100] ont observé une précipitation homogène simultanée de T' et de δ' dans l'alliage Al-2,6%Li-3,1%Cu vieilli 24 h à 150°C. Cette proposition a été complètement refusée par Haung et Ardell [101], Cassada *et al.* [102] et Ahmadi [103].

I.4.1.3 La phase T_1

Cassada *et al.* [102] ont montré que la précipitation de la phase δ dans les alliages Al-Li est remplacée dans les alliages Al-Li-Cu par les phases consommant du lithium comme T_1 (Al_2CuLi), T_2 (Al_6CuLi_3) et R (Al_5CuLi_3).

La phase T_1 représente la phase la plus durcissante des alliages Al-Cu-Li. Elle a une formule stœchiométrique Al_2CuLi , une structure hexagonale, possède les paramètres : $a = 0,4965\text{nm}$ et $c = 0,9345\text{ nm}$ et appartient au groupe d'espace $p6/mmm$ [92]. Cette phase précipite sous forme de plaquettes sur les plans $\{111\}$ de la matrice, sur les dislocations, sur les joints de grains et sur les sous-joints de grains. Elle a été observée sous forme de fines baguettes de longueur allant jusqu'à 100 nm, sans perte de cohérence avec la matrice [90, 104, 105]. Cette phase apparaît après seulement 6 mn de vieillissement à 205°C

Decreus *et al.* [90] ont étudié l'effet du temps de vieillissement sur l'évolution du diamètre et de la longueur des précipités T_1 dans deux alliages : le 2198 de faible concentration en lithium et le 2196 de concentration en lithium plus élevée. Les auteurs ont observé que, dans les deux alliages, l'épaisseur des précipités, en fonction du temps de vieillissement à 155°C , reste constante $\sim 1,3\text{ nm}$ (Fig. I.32), et que la longueur moyenne des précipités augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement, puis demeure constante entre 40 et 60 nm, même pour des durées élevées de vieillissement. La figure I.33, réalisée en (aberration-corrected (scanning) transmission electron microscopy HAADF STEM) sur la zone $\langle 110 \rangle$ de la matrice d'un alliage 2198 vieilli 15 h à 155°C montre les précipités très fins de la phase T_1 .

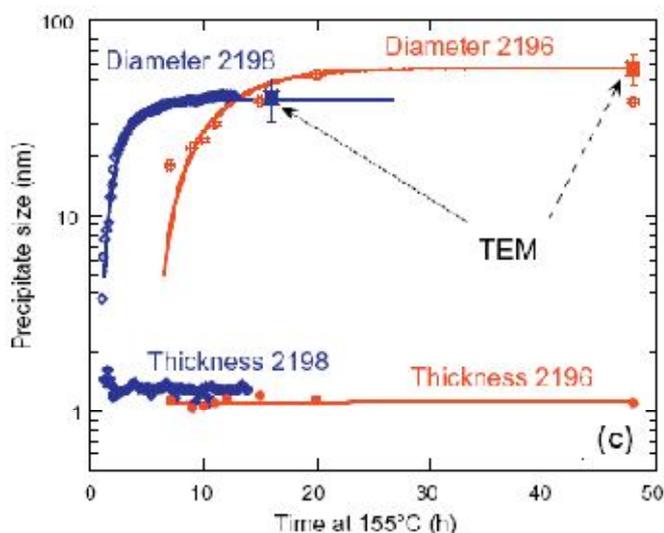


Fig. I.32 : Comparaison entre la longueur et l'épaisseur des précipités T_1 vieilli à 155°C [90].

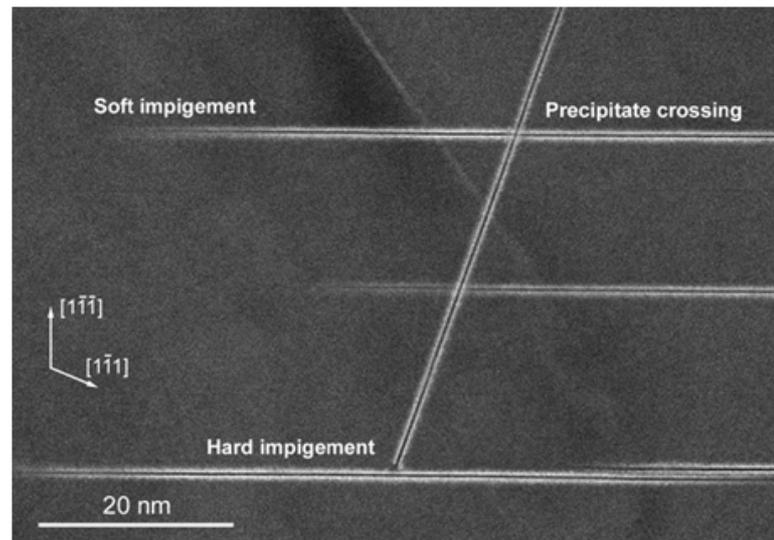


Fig. I.33 : Image en HAADF STEM montrant les précipités T_1 sur la zone $\langle 110 \rangle$ de la matrice d'un alliage 2198 vieilli 15 h à 155°C [90].

I.4.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages Al-Li-Cu par différentes techniques expérimentales

I.4.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les figures I.34 - I.37 représentent les courbes DSC de différents alliages ternaires Al-Cu-Li. Ces courbes montrent l'apparition de plusieurs pics exothermiques et endothermiques nommés A, B, C, D, E et F (par Shen *et al.* [106]).

- **Le pic endothermique A** : il apparaît seulement sur les thermogrammes obtenus par Shen *et al.* [106] et Bray *et al.* [107] à environ 150°C et qui est absent dans l'état de trempe. Après vieillissement, ce pic est attribué, selon Shen *et al.* [106], à la dissolution des amas de solutés due au traitement de vieillissement.
- **Le pic exothermique B** : il apparaît vers 180°C pour Shen *et al.* [106] et vers 220°C pour Bray *et al.* [107] pour les cas vieillis, attribué à la formation de la phase δ' . Ce pic est absent dans l'état vieilli 18h à 190°C.
- **Le pic endothermique C** : il apparaît à environ 240°C et est attribué à la dissolution de la phase δ' . Signalons que ce pic apparaît même dans l'état trempé, montrant que la formation de cette phase a lieu dès la trempe.
- **Le pic exothermique D** : il apparaît vers 330°C pour Shen *et al.* [106], vers 500°C pour Ahmadi *et al.* [103], vers 280°C pour Bray *et al.* [107], vers 380°C pour Decreus *et al.* [90], entre 275 et 310°C pour Davydov *et al.* [108] et entre 135°C et 260°C pour Chen *et al.* [105]. Ce pic est attribué par tous ces auteurs à la précipitation de la phase T_1 .

- **Le pic endothermique E** : il apparait vers 430°C et est attribué à la dissolution des phases T_1 . Il apparait entre 470 et 530°C pour Ahmadi *et al.* [103] et entre 440 et 510°C pour Davydov *et al.* [108]. Ces auteurs ont attribué ce pic à la dissolution des phases T_1 , T_2 , θ et θ' .

Un pic endothermique, situé à environ 610-660°C, a été observé par Ahmadi *et al.* [103] et correspondrait à la fusion de l'alliage.

- **Le pic exothermique F** : il apparait entre 80 et 120°C dans le cas du traitement de réchauffage (2 mn à 275°C). Ce pic est attribué à la formation des amas causés par ce traitement de réchauffage et qui est absent dans les autres cas de vieillissement. Bray *et al.* [107], sur des échantillons vieillis naturellement à la température ambiante puis 1 h et 4 h à 160°C, observent ce premier pic à environ 180°C seulement dans le cas des états vieillis à la température ambiante et 1 h à 163°C. Ce pic est associé à la dissolution des amas présents avant l'essai de DSC. Selon ces auteurs, l'absence de ce pic, dans l'état de vieillissement de 4 h à 163°C, prouve la dissolution des amas pendant le vieillissement artificiel. Ce qui est bien montré sur le champ sombre réalisé par MET sur un échantillon vieilli 4 h à 163°C qui ne montre que les plaquettes de la phase T_1 allongées sur les plans $\{111\}$ de la matrice avec une longueur de 3,5 à 5 nm, relativement conséquente.

Ahmadi *et al.* [103] ont utilisé les thermogrammes de la figure I.35 pour calculer les énergies d'activation de précipitation et de dissolution de la phase T_1 évaluées à 122,1 KJ/mol et 130,3 KJ/mol respectivement.

Il faut noter que, sur les courbes DSC (Fig. I.37) obtenus par Decreus *et al.* [90], les pics de précipitation de la phase T_1 ont relativement la même amplitude dans les états allant de T351 à 5 h à 155°C, indiquant que les microstructures initiales ne contiennent pas ou peu de T_1 . La réaction de précipitation de T_1 semble donc se dérouler majoritairement entre 16h et 72h à 155°C, temps à partir duquel les auteurs n'observent plus le pic de précipitation de cette phase.

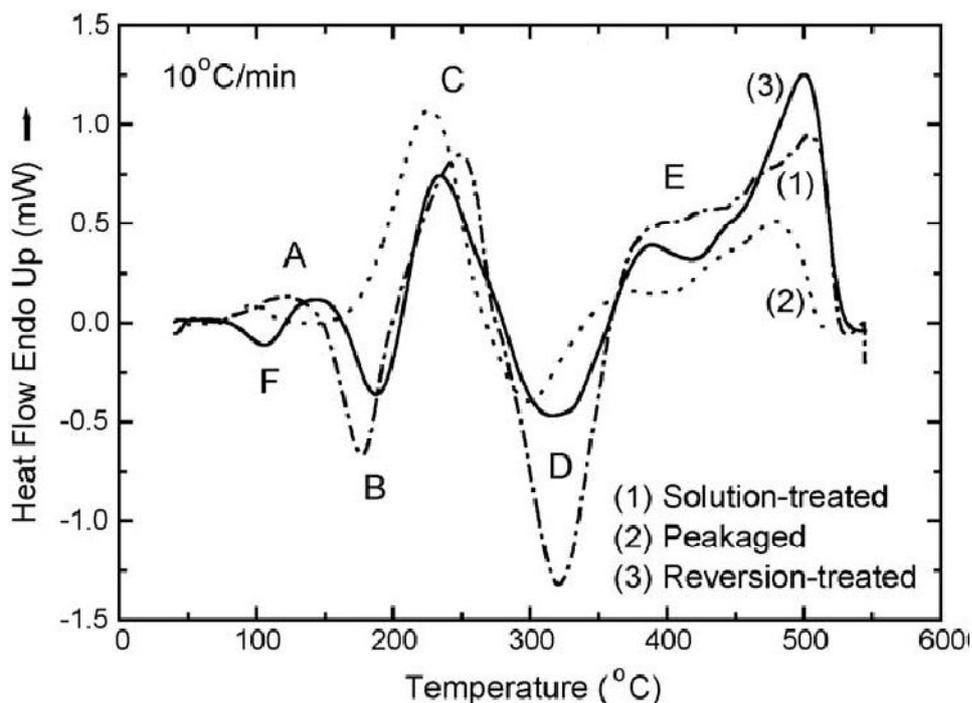


Fig. I.34 : Courbes DSC de l'alliage Al-2.05%Li-2.86%Cu-0.12%Zr (wt.%) : (1) état homogénéisé 30 mn à 550°C (2) vieilli 18 h à 190°C (pic de durcissement) (3) un traitement de réchauffage 2 mn à 275°C [106].

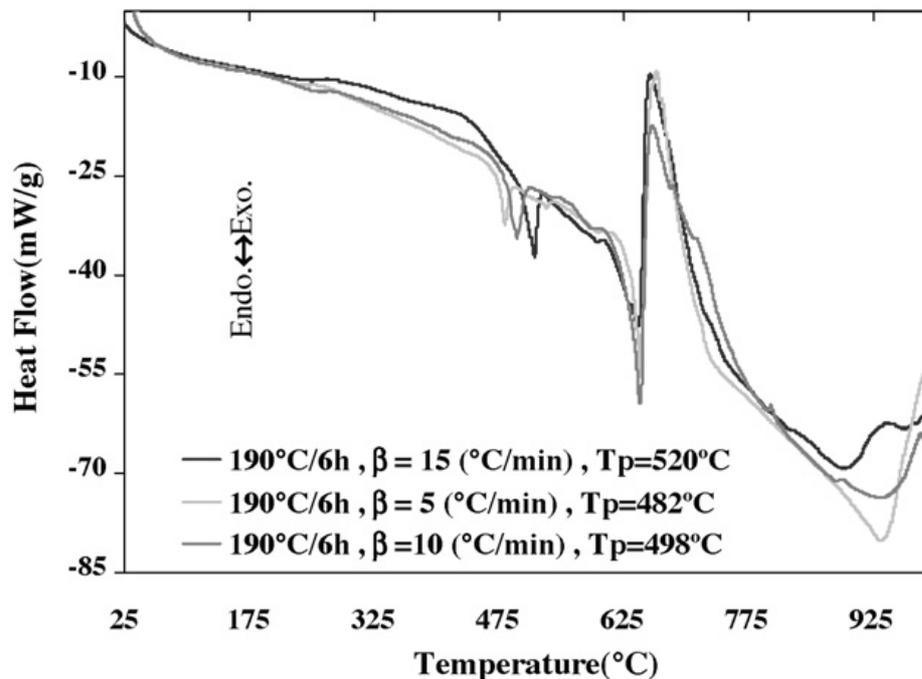


Fig. I.35 : Courbes DSC, réalisées à différentes vitesses de chauffage de l'alliage Al-2.35%Cu-2.1%Li-0.1%Zr (wt.%) vieilli 6 h à 190°C [103].

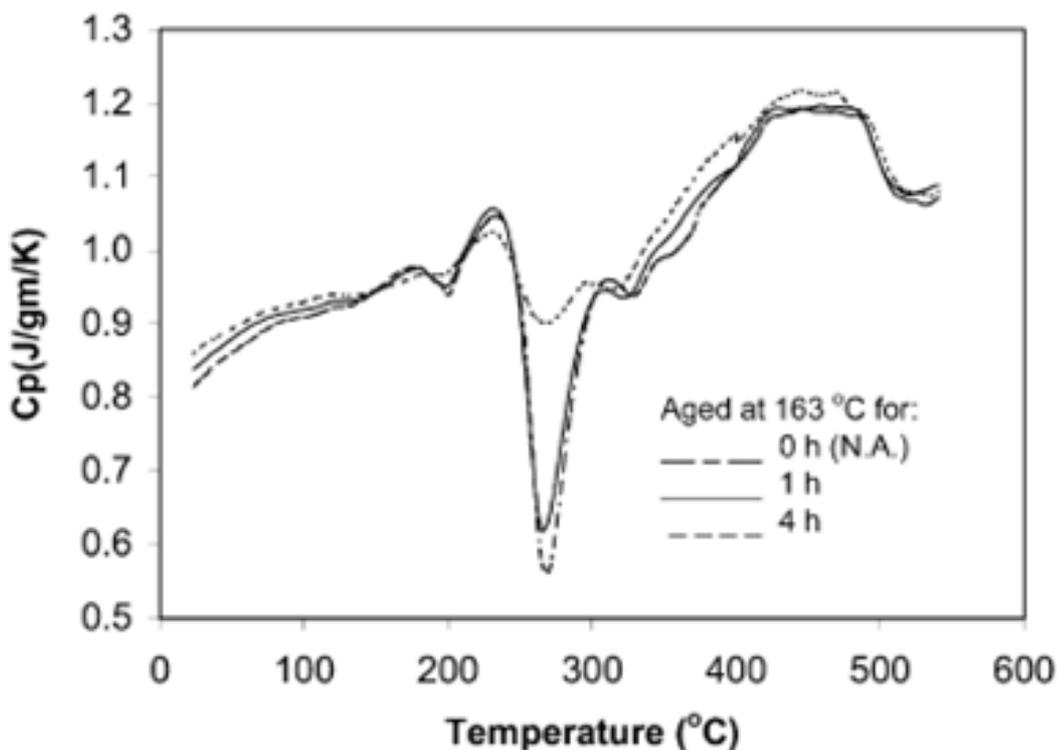


Fig. I.36 : Courbes DSC d'un alliage Al-Li-Cu vieilli pour différentes durées à 163°C [107].

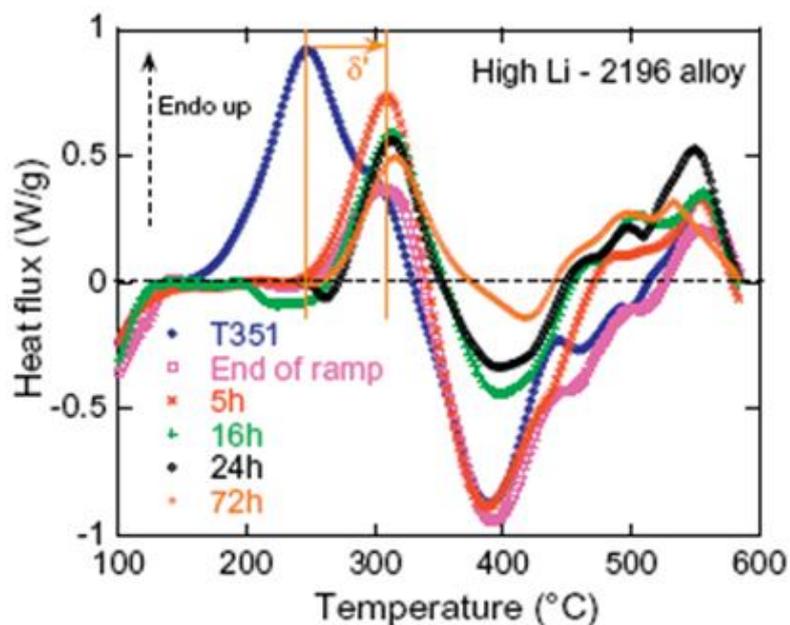


Fig. I.37 : Courbes DSC de l'alliage 2196 soumis à différents traitements thermiques [90].

I.4.2.2 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est souvent utilisée dans les études des alliages Al-Li-Cu. La figure I.38 montre deux spectres de diffraction des rayons X d'un alliage Al-Cu-Li homogénéisé 30 min à 520°C et trempé, avec deux vitesses de refroidissement, 1.2 et 9.5

°C/s. Les spectres montrent les pics de la matrice, de la phase δ' (Al₃Li), β' (Al₃Zr) et T₁ (Al₂CuLi) [109]. Les pics de la phase T₁ sont situés vers : 21°, 26°, 42°, 46° et 47°. Shamarai *et al.* [110] ont observé seulement deux pics de diffraction de la phase T₁ : (100) vers 21° et (200) vers 42° (Fig. I.39).

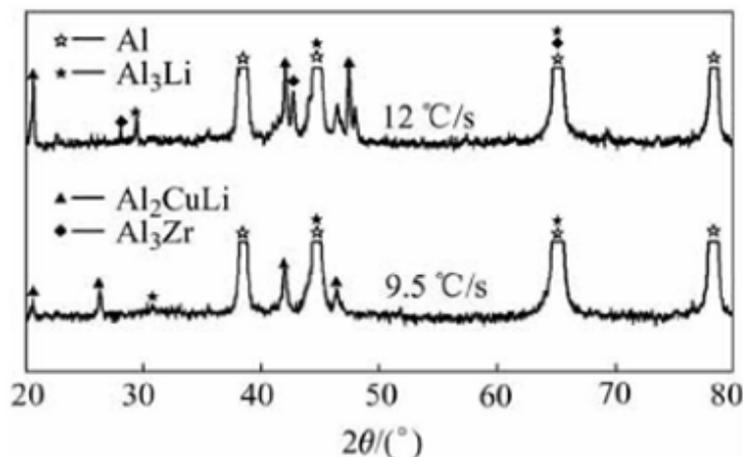


Fig. I.38 : Spectre de diffraction des rayons X d'un alliage Al-Li-Cu trempé avec deux vitesses de refroidissement 1.2 et 9.5 °C/s [109].

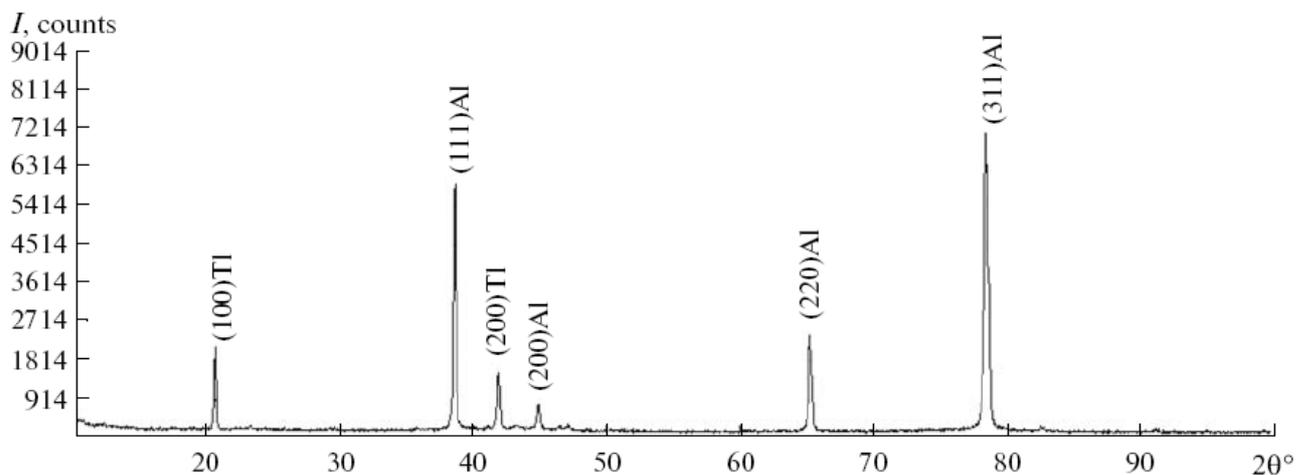


Fig. I.39 : Spectre de diffraction des rayons X d'un alliage Al-Li-Cu vieilli 30h à 160°C [110].

I.4.2.3 Mesure de la microdureté

Ahmadi *et al.* [103] ont tracé l'évolution de la dureté de l'alliage Al-2,2Li-3,1Cu-0,12Zr (wt.%) en fonction du temps de vieillissement à 150 et à 190°C (Fig. I.40). Les auteurs ont observé une augmentation de la dureté avec l'augmentation du temps de vieillissement jusqu'aux pics de durcissement à 48 h (170 HB) et à 6 h (158 HB) de vieillissement respectivement à 150°C et 190°C. Cette augmentation est due à la précipitation de la

phase T_1 . Ensuite, la dureté décroît pour les deux cas. Ces stades sont attribués à la croissance et/ou la formation de lattes induisant des espaces inter-précipités relativement importants, menant à une microdureté moyenne de plus en plus faible.

Decreus *et al.* [90] ont étudié l'influence de la précipitation sur le durcissement durant le vieillissement à 155°C des deux alliages 2198 et 2196 (Fig. I.41). Les auteurs ont constaté une différence importante de dureté, de l'ordre de 25 HV entre les deux alliages à l'état de trempe. L'augmentation est due à la présence, dans l'alliage 2196 (riche en lithium), d'une plus forte fraction volumique de δ' .

Les deux alliages subissent ensuite une chute de leur dureté qui correspond à la réversion des amas de cuivre dans l'alliage 2198 (riche en cuivre) et des précipités δ' dans l'alliage 2196. Après une stabilisation entre 1 et 5 h de vieillissement à 155°C , les deux alliages présentent une augmentation rapide de la dureté, pour atteindre un même maximum situé vers 190 HV. Ce maximum est atteint au bout d'une trentaine d'heures pour le 2198 et autour de 60-70 h pour le 2196.

En condition de sur-revenu, les deux alliages présentent une chute de dureté. Cette chute est beaucoup plus marquée dans le 2198, qui perd 40 HV par rapport au pic de dureté après un revenu de 500 h à 155°C alors que la perte pour le 2196 n'est que de 15 HV.

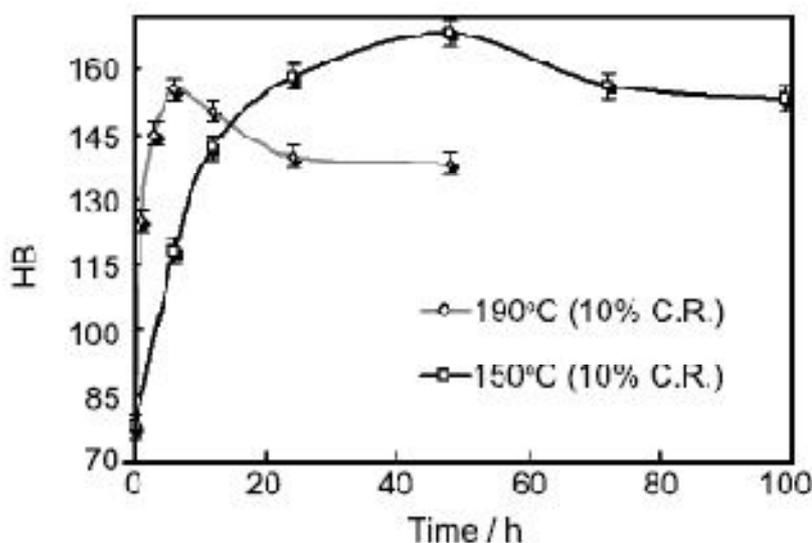


Fig. I.40 : Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 150°C et à 190°C de l'alliage Al-2,2Li-3,1Cu-0,12Zr (wt.%) [103].

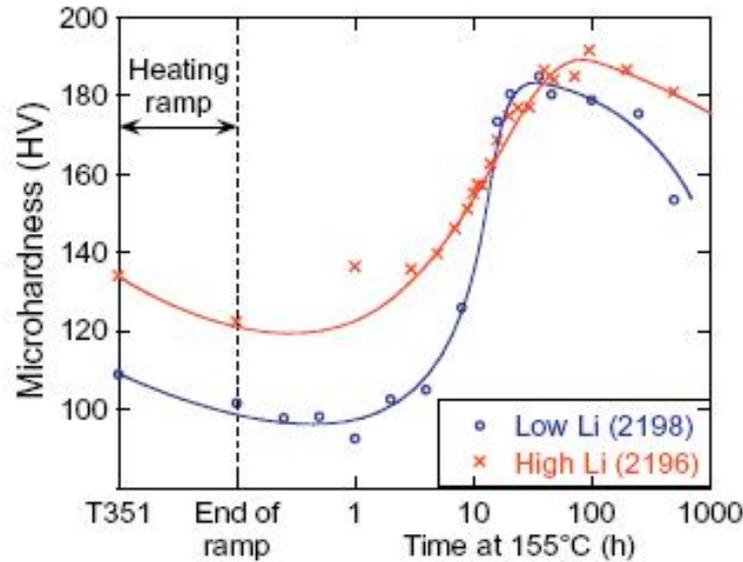


Fig. I.41 : Variation de la dureté Vickers des alliages 2196 et 2198 durant leur vieillissement à 155°C [90].

I.4.2.4 Observation par microscopie électronique à transmission (MET)

Frangomeni *et al.* [111] ont étudié la précipitation de T_1 dans un alliage Al-1.8wt.%Li-2.7Cu-0.3Mg-0.5Zr-0.3Mn-0.8Zn (wt.%) (Fig. I.42). Les auteurs n'ont pas observé les taches de diffraction de cette phase sur le diagramme de diffraction de l'alliage vieilli 3 h à 150°C. Ils ont observé une intense précipitation de fines particules sphériques correspondant à la phase δ' , ce qui est confirmé sur le diagramme de diffraction qui ne présente que les taches de surstructure de la structure ordonnée $L1_2$ de cette phase (Fig. I.42b). Dans le cas de l'alliage vieilli 24 h à 150°C (Pic de durcissement) (Fig. I.42c,d), les champs sombres mettent en évidence la précipitation δ' (de taille plus importante) et celle de T_1 (en forme d'aiguilles). Le diagramme de diffraction montre des taches le long de la direction 111 correspondant à la phase T_1 , en plus des réflexions de δ' et de la matrice.

Bray *et al.* [107] ont observé une distribution intense des précipités T_1 parallèles aux plans $\{111\}$ et des dispersoïdes β' (Fig. I.43). Decreus *et al.* [90] ont observé également la phase T_1 sur le champ sombre de la figure I.44 de l'alliage 2196 vieilli 16h à 155°C, montrant de nombreux précipités T_1 de même épaisseur.

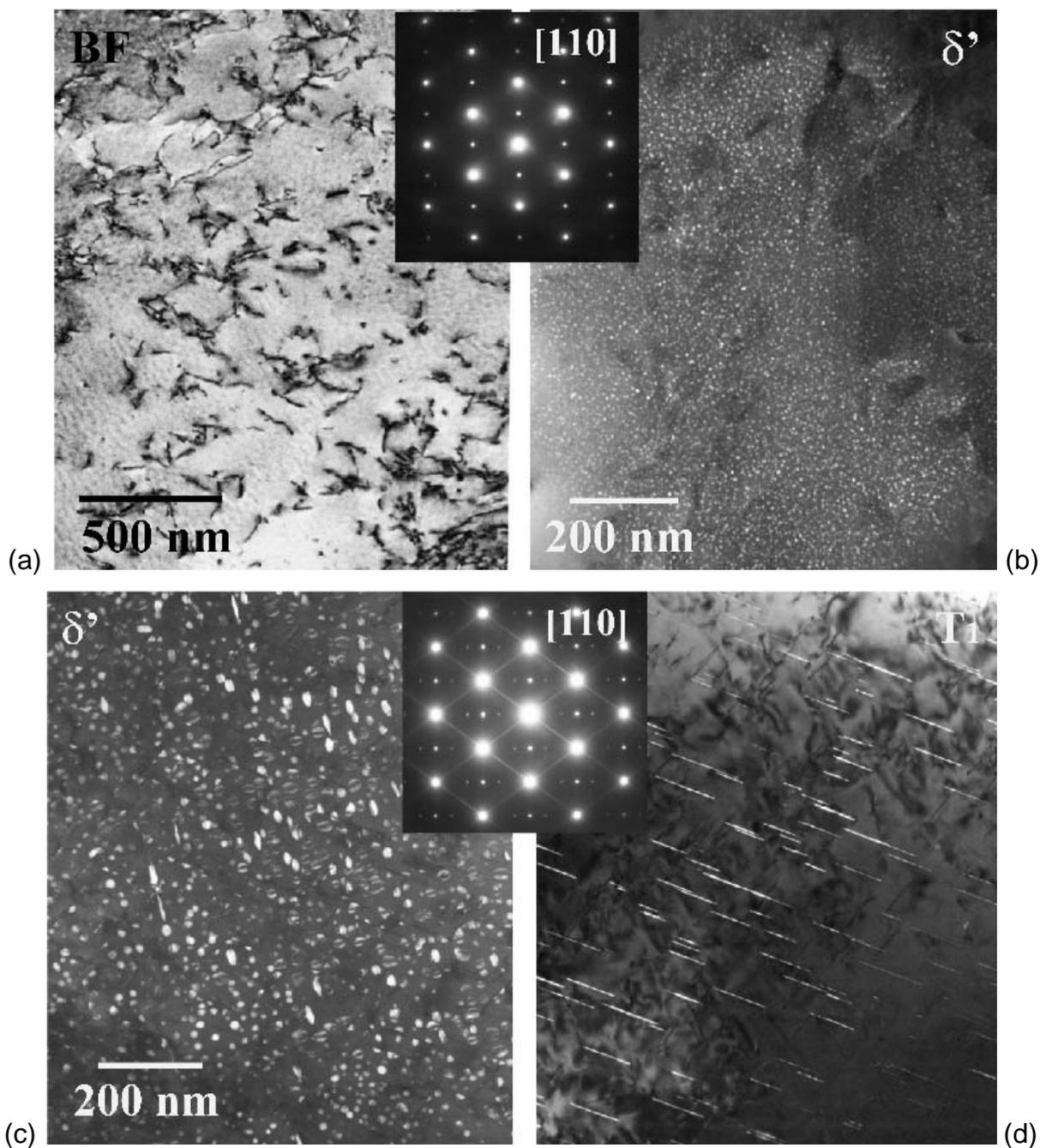


Fig. I.42 : Observations par MET de l'alliage Al-1,8%Li-2,7Cu-0,3Mg-0,5Zr-0,3Mn-0,8Zn (wt.%) vieilli 3 h (a, b) et 24 h (c, d) à 150°C pour l'axe de zone [110] : a) champ clair, b et c) champs sombres montrant les précipités δ' , d) champ sombre montrant les précipités T_1 [111].



Fig. I.43 : Observations par MET d'un alliage Al-Cu-Li(Mg) vieilli 4 h à 160°C [107.]

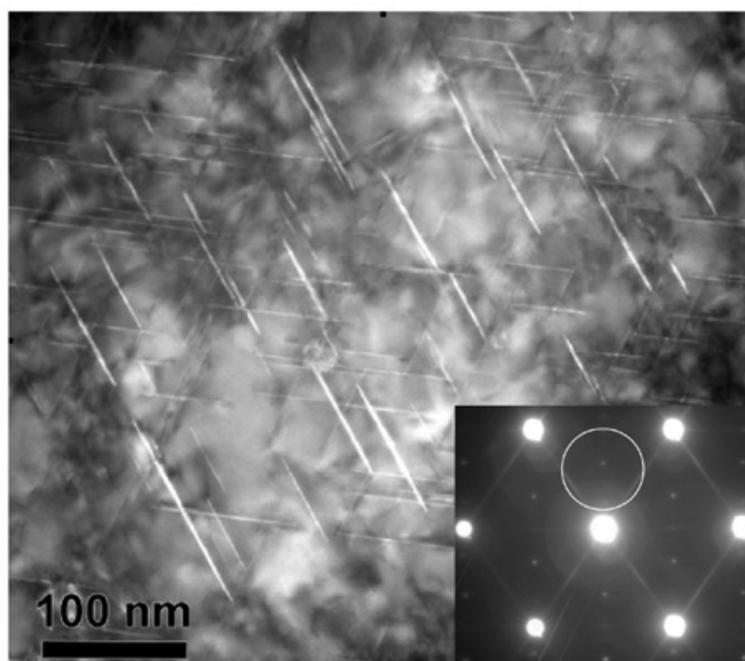


Fig. I.44 : Micrographie par MET : champ sombre (zone [110]) de l'alliage 2196 vieilli 16 h à 155°C, montrant de nombreux précipités T_1 de même épaisseur [90]

I.5 Alliages Al-Li-Cu-Mg

I.5.1 Précipitation dans les alliages Al-Li-Cu-Mg

Le lithium a été introduit dans la composition des alliages industriels en 1924 alors que des chercheurs allemands ont observé, pour l'alliage nommé Scleron (Al-12Zn-3Cu-0,6Mn-0,1Li), un module d'élasticité élevé, comparable à celui du duralumin. En 1950,

Alcoa a réalisé un alliage 2020 (Al-4,5Cu-1,3Li-0,5Mn-0,2Cd) qui avait une bonne réaction au vieillissement artificiel. En 1970, un autre type d'alliage, le 1420 (Al-5Mg-2Li-0.1Zr), a été développé dans l'ex-Union Soviétique, caractérisé par sa faible densité (2.47g/cm^3) [112].

Depuis, plusieurs alliages à base d'aluminium contenant principalement les éléments Li, Cu, Mg ont été développés. Le tableau I.4 résume les séries les plus importantes des alliages Al-Li-Cu-Mg :

Tab. I.4 : Intervalle de composition des éléments d'alliage (wt.%) dans les alliages Al-Li-Cu-Mg [113, 91].

Alliage	Li	Cu	Mg	Zr
8090	2,2-2,7	1,0-1,6	0,6-1,3	0,04-0,16
8091	2,4-2,8	1,6-2,2	0,5-1,2	0,08-0,16
8192	2,3-2,9	0,4-0,7	0,9-1,4	0,08-0,15

Dans ce manuscrit, nous nous intéressons particulièrement à l'alliage 8090 qui se caractérise par 15% d'augmentation de sa dureté et 10% de diminution de sa densité (2.54 g/cm^3) et présente un module d'Young élevé (80 GPa [114], 83 GPa [115]), comparable à celui des alliages conventionnels d'aluminium comme le 2024 (72 GPa [115]) et le 7075 (71 GPa [115]). Le 8090 possède un bon équilibre des propriétés de tolérance au dommage quand il subit des traitements de vieillissement artificiel [116].

Le cuivre et le magnésium sont rajoutés pour former deux phases principales $S'(Al_2CuMg)$ et $T_1(Al_2CuLi)$ qui, à cause de leur nature non cisailable, diminuent la concentration des contraintes aux joints de grains [117] et empêchent la formation des bandes de déformation coplanaires liées au processus de cisaillement des précipités δ' . La complexité des phénomènes de précipitation dans les alliages quaternaires (type 8090) et les cinétiques de transformations de phases sont encore mal cernées.

I.5.1.1 Diagramme d'équilibre Al-Li-Cu-Mg

Selon la concentration des éléments d'alliage, apparaissent cinq phases intermétalliques $\delta'(Al_3Li)$, $\delta(AlLi)$, $T_1(Al_2CuLi)$, $T_2(Al_6Cu(Li,Mg)_3)$, $S'/S(Al_2CuMg)$. La figure I.45 présente le diagramme d'équilibre quaternaire isotherme à 190°C qui montre les différentes phases à l'équilibre.

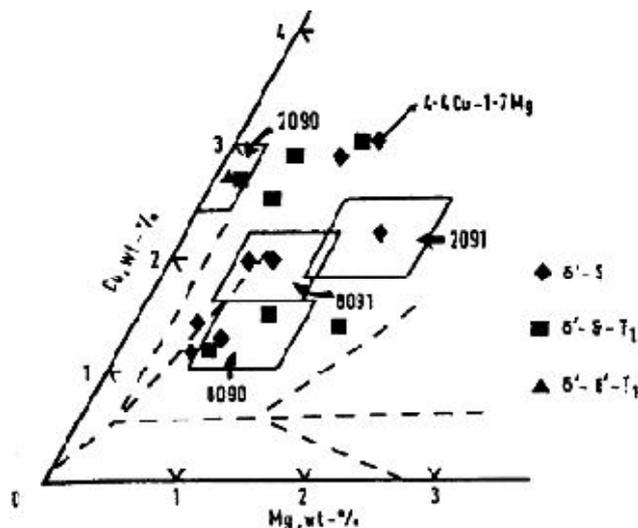
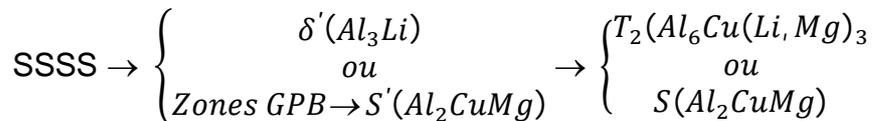


Fig. I.45 : Diagramme d'équilibre quaternaire Al-Cu-Mg-(Li) : section isotherme à 190°C [118].

I.5.1.2 Séquence de précipitation

Selon Dubost [34], si le rapport Cu/Mg est compris entre 1 et 2 wt% et la teneur en lithium comprise entre 1,5 à 3 wt%, la séquence de précipitation dans les alliages Al-Li-Cu-Mg est la suivante :



D'autres auteurs [119- 123] ont considéré la séquence suivante :

Région riche en Li $\rightarrow \delta' \rightarrow \delta$

Région riche en Cu et Mg \rightarrow co-amas/GPB zones $\rightarrow S'/S$

Selon Davin *et al.* [124], quatre séquences peuvent être données dans les alliages Al-Li-(Cu-Mg) :

Tous les alliages Al-Li : $\alpha_{SS} \rightarrow \delta'(Al_3Li) \rightarrow \delta(AlLi)$

Al-Li-Mg : $\alpha_{SS} \rightarrow \delta'(Al_3Li) \rightarrow Al_2MgLi$

Al-Li-Cu (haut Li/Cu) : $\alpha_{SS} \rightarrow T_1(Al_2CuLi)$

Al-Li-Cu-Mg: $\alpha_{SS} \rightarrow$ zones GPB $\rightarrow S' \rightarrow S(Al_2CuMg)$

Les phases δ' , δ , S'/S et T_1 , bien définies précédemment dans les alliages Al-Li, Al-Cu-Mg et Al-Cu-Li, sont considérées de mêmes structures et de mêmes formes dans les alliages Al-Li-Cu-Mg.

A cause de la faible quantité de Mg dans les alliages 8090, la phase Al_2MgLi n'est pas observée dans ces alliages. L'existence de la phase métastable S", précurseur de la

phase S' dans les alliages Al-Cu-Mg, n'a pas été confirmée expérimentalement dans les alliages 8090. Concernant la phase T₁, Luo *et al.* [122] ont considéré l'existence d'une petite quantité de cette phase qui n'est même pas prise en considération dans l'analyse DSC réalisée par ces auteurs.

L'existence de plusieurs phases quasicristallines a été proposée dans les alliages Al-Li-Cu-Mg dès la recristallisation ou après le vieillissement. Il est montré que dans ces alliages, le magnésium peut remplacer les atomes de lithium dans la phase T₂(Al₆CuLi₃) qui précipite dans les alliages Al-Cu-Li pour former la phase de formule stœchiométrique Al₆Cu(Li,Mg)₃ (T₂) et de structure icosaédrique [125]. D'autres auteurs ont nommé cette phase par la lettre I [126, 121]. Cette phase a été observée aux joints de grains à l'état sur-vieilli et même à l'état correspondant au pic de durcissement [100, 127, 128, 121, 129]. Les sites favorables de précipitation de cette phase est l'interface β'(Al₃Zr)/matrice [130] et leur apparition est plus abondantes dans les alliages riches en magnésium (>1wt.%) [131] et (0,5-1,5%) [100].

Dans les états de vieillissement au pic de durcissement ou sur-vieilli, des zones d'environ 0,5 μm, dénudées de δ', voisines des joints de grains ou proches des phases d'équilibre, apparaissent [132]. Ces zones, appelées Precipitate-Free Zones (PFZ), se forment à cause de leur appauvrissement en lithium, processus associé à la précipitation des phases d'équilibre riches en lithium [133]. La formation de ces zones est contrôlée par le phénomène de diffusion, et l'élévation de la température de vieillissement accélère leur formation [113].

La précipitation de T₂ entraîne l'apparition des PFZ [121] et une déformation pré-revenu évite la précipitation de cette phase [134].

D'autres phases quasicristallines ont été observées dans ces alliages dont la concentration des éléments Li, Cu et Mg ont le rôle principal dans leur apparition. Citons la phase C de structure tétragonale a = 1,4 nm, c = 5,41 nm, la phase Z de structure hexagonale a = 1,4 nm, c = 2,8 nm [135, 136], la phase Y de structure cubique a = 2 nm [137], la phase R (Al₅CuLi₃) de structure cubique a = 1,403 nm, observée dans les alliages contenant une concentration élevée en cuivre (~4 wt%) et la phase T_B de composition (Al_{7,5}Cu₄Li₃) de structure CFC (a = 5,83 nm) [138].

Le magnésium réduit la solubilité du lithium dans la matrice et élimine la formation des PFZ par la précipitation de la phase S' qui a un grand effet durcissant. La précipitation de

la phase T_1 est associée au pouvoir de stabiliser les atomes de Li et de Cu dans la matrice et donc de retarder la formation des précipités aux joints de grains, comme δ et T_2 [127]. Il est rapporté également que la phase S' peut disperser le glissement pendant la déformation plastique de manière plus efficace, comparée à la phase T_1 [139, 140].

I.5.2 Mise en évidence des phases précipitées dans les alliages 8090 par différentes techniques expérimentales

I.5.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Plusieurs essais d'analyse DSC, de calcul d'énergies d'activation de formation et de dissolution des différentes phases présentes dans les alliages Al-Li-Cu-Mg (8090) au cours du chauffage ont été réalisées et ce, afin de particulariser la séquence de précipitation spécifique à ce type d'alliages et pour lequel nous proposons d'en résumer les différentes séquences.

Les courbes DSC des deux alliages 8090 à l'état trempé, réalisées par Starink *et al.* [119] et par Vaidya *et al.* [141], montrent plusieurs pics endothermiques et exothermiques (Fig. I.46). Désignés par les lettres A à F, ils indiquent les effets de précipitation et de dissolution qui se produisent au cours du chauffage de chaque alliage considéré.

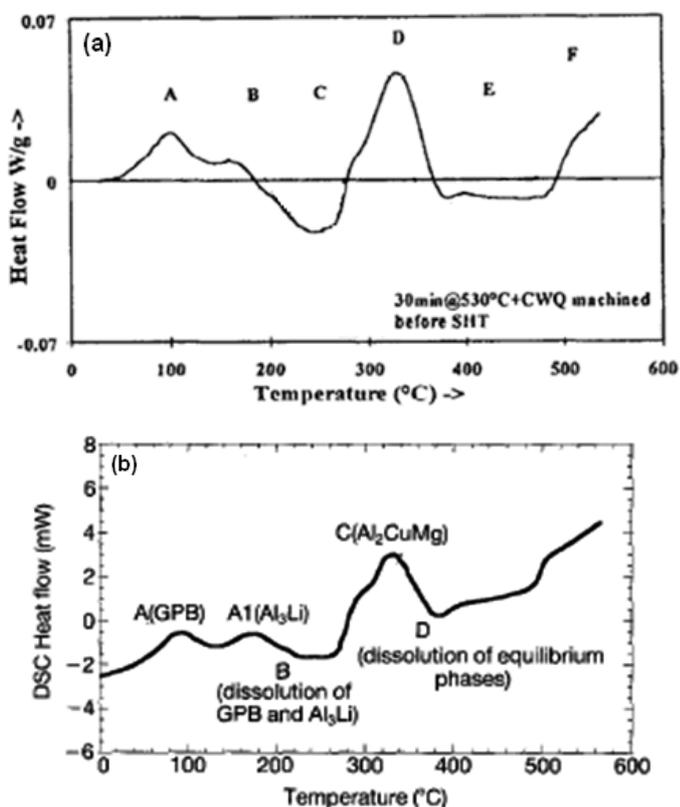


Fig. I.46 : Courbes DSC de deux alliages 8090 homogénéisés et trempés à l'eau : (a) Starink *et al.* [119], (b) Vaidya *et al.* [141].

L'interprétation des effets qui se produisent au cours des essais de DSC (Fig. I.46a) est la suivante :

Le pic exothermique A : avec un maximum de 105°C, ce pic est semblable au pic de formation des zones GPB dans les alliages Al-Cu-Mg et qui est absent dans les alliages Al-Li et Al-Cu-Li. Il est donc attribué à la formation des zones GPB, précurseurs de la phase S'.

L'énergie d'activation de formation des zones GPB a été calculée par plusieurs auteurs par différentes méthodes. Elle est de l'ordre de $61,0 \pm 2,2$ KJ/mol dans l'alliage de composition Al-2,47%Li-1,24%Cu-0,77%Mg-0,1%Zr(wt%) étudié par Luo *et al.* [122], et de l'ordre de $68,42 \pm 5,70$ KJ/mol dans l'alliage Al-2,29%Li-1,24%Cu-0,82%Mg-0,12%Zr(wt%) étudié par Ghosh *et al.* [142]. Selon ces auteurs, cette énergie est de l'ordre de grandeur de l'énergie de migration des défauts dans les alliages quaternaires, située dans l'intervalle 41-69 KJ/mol [44, 143].

Le pic exothermique B : (150-190°C) (173°C [144]). Il est attribué à la précipitation de la phase δ' pour les alliages Al-Li [122, 45]. Abis *et al.* [145] ont attribué ce pic à la précipitation de δ' et de S', se basant sur l'observation par MET qui met en évidence ces deux phases.

L'énergie d'activation de formation de la phase δ' à $T_p=173^\circ\text{C}$ est évaluée à $99,1 \pm 1,5$ KJ/mol par Boukus *et al.* [144] et à $82,2 \pm 0,4$ KJ/mol par Luo *et al.* [122].

Le pic endothermique C : il est centré sur 230°C selon Boukus *et al.* [144]. Il est attribué à la dissolution des zones GPB et de la phase δ' formées dans les deux premiers pics exothermiques. Nazato et Nakai [20] ont attribué ce pic à la dissolution de la phase δ' ordonnée à courte distance et à la dissolution de δ' complètement ordonnée. Dans d'autres travaux [145-148], un effet exothermique C' apparait dans le pic C, suivi par un pic endothermique dû à la dissolution de la phase δ' de grosse taille et des particule δ' entourant β' qui exige une énergie thermique élevée pour leur dissolution [31, 45]. Le pic exothermique C' est dû à la précipitation hétérogène de S' et T_1 sur les dislocations et aux joints de grains. La précipitation homogène de S' et T_1 exige une énergie thermique plus élevée donc se fera à plus haute température [148].

L'énergie d'activation de dissolution des zones GPB et la phase δ' , toutes les deux cohérentes avec la matrice, dans un alliage Al-Li-Cu-Mg-Zr est de $128,50 \pm 3,5$ KJ/mol Luo *et al.* [122]. Rappelons que la valeur de l'énergie de dissolution de la phase δ' , trouvée dans les binaires Al-Li, est de 131,5 KJ/mol [31]. L'énergie de dissolution des zones GPB dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg est de l'ordre de 132,9 KJ/mol [73].

Le pic exothermique D : il est centré sur 300°C [144]. Luo *et al.* [122] ont attribué ce pic à la précipitation des phases S', S et δ . Cette proposition est confirmée par Moukhopadhyay *et al.* [45]. Miller *et al.* [149] soutiennent que ce pic est attribué à la précipitation de S', T₁ et δ , alors que Starink *et al.* [119] proposent comme explication la précipitation de la phase I ou T₂ dans ce pic, et que Chen *et al.* [146] affirment que la précipitation de δ est absente dans ce pic. De Macedo *et al.* [150] ont observé un pic à environ 400°C et l'ont attribué à la précipitation de la phase T₂.

L'énergie d'activation de formation calculée au pic situé à T_p = 305°C est généralement associée à l'énergie d'activation de la phase S' qui est de l'ordre de 93.9 ± 1.2 KJ/mol [144] et de l'ordre de 104 kJ/mol par Luo *et al.* [122].

Le pic endothermique E : il apparaît dans l'intervalle 350-500°C d'après Chen *et al.* [146] et entre 350 et 480°C d'après Boukus *et al.* [144], et attribué à la dissolution des phases S', δ , T₂ et T₁.

Notons que Nazato *et al.* [20] et Luo *et al.* [122] ont observé un pic endothermique situé avant le pic A (vers 70°C) et l'ont associé à la dissolution des zones riches en lithium ou amas de lithium.

I.5.2.2 Analyse par diffraction des rayons X

Ghosh *et al.* [151, 147] ont réalisé des spectres de diffraction des rayons X sur un alliage 8090 ayant subi une série de traitements thermiques (Fig. I.47). Les auteurs ont observé des pics de diffraction des phases δ' , δ , T₁, S'/S et β' , dans le cas du traitement 8090-T8 (déformé 1,5-2,5% et vieilli 24 h à 170°C). Ils ont indexé les pics : (100) δ' , (102)_{T1}, (131) α S', (200) δ , (132) α S', (220) α , (211) δ' . Après les traitements de revenus à 250°C et à 280°C, d'autres pics ont été indexés : (114) β' , (200) δ , (200) β' , (211) δ' , (106)_{T1} et (300) δ' , (212)_{T1}, (311) δ (Fig. I.47b).

Shakesheff *et al.* [152] ont réalisé des spectres de diffraction des rayons X de deux alliages 8090 homogénéisés à 530°C, en fonction de la vitesse de refroidissement (Fig. I.48). Ils ont observé des pics attribués aux phases Al/ δ' et T₂/R. Les phases T₂/R ne sont visibles que dans le cas du refroidissement lent effectué dans le four.

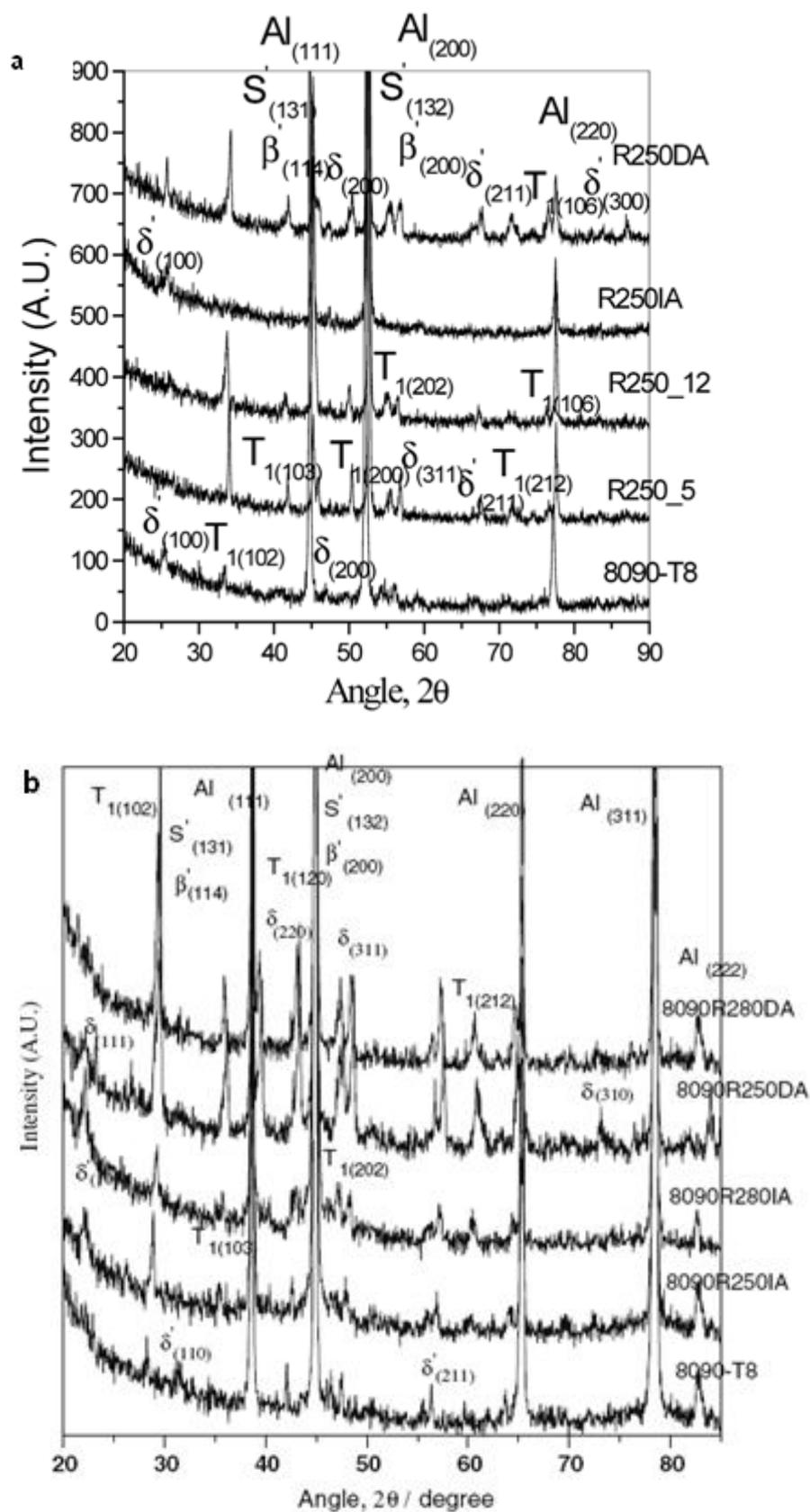


Fig. I. 47 : Spectres de diffraction des rayons X d'un alliage 8090 pour différents traitements thermiques [151, 147]

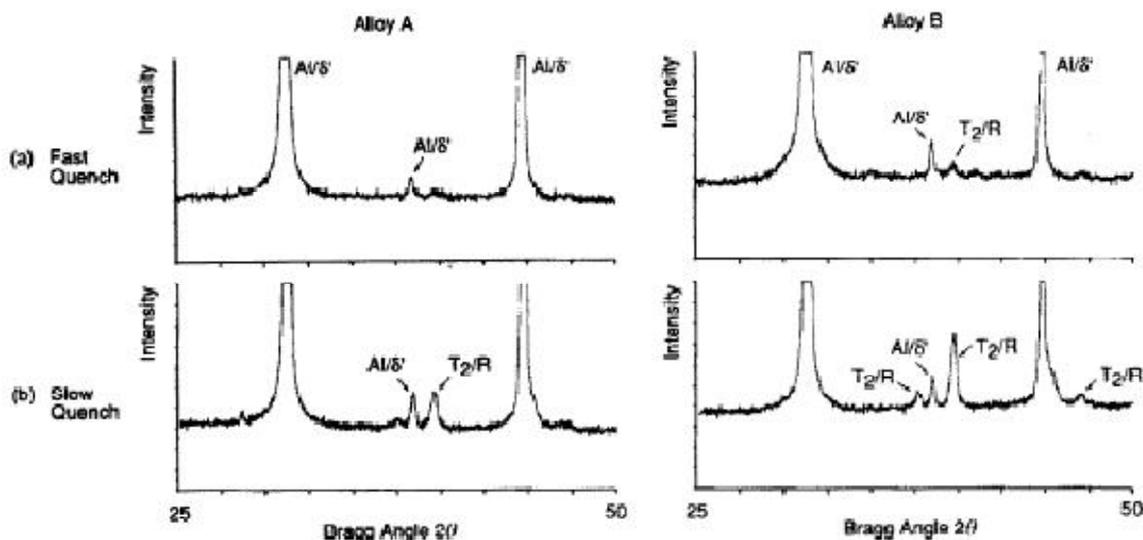


Fig. I.48 : Spectres de diffraction X d'un alliage 8090 homogénéisé à 530°C et trempé : a) à l'eau froide, b) dans le four 0,15°C/min [152].

I.5.2.3 Mesure de la microdureté

Benaskeur [47] a mesuré la microdureté Vickers de l'alliage 8090 vieilli pendant 3 h, 6 h et 12 h. Pour chaque température choisie (Fig. I.49), l'auteur a observé une augmentation notable de la microdureté jusqu'à un maximum, vers 190°C, dans les trois cas étudiés, ce qui montre que le pic de durcissement de l'alliage 8090 étudié se situe toujours autour de la température 190°C. Le vieillissement de 12h à 190°C correspond réellement à l'état peak-aged signalé par l'industrie.

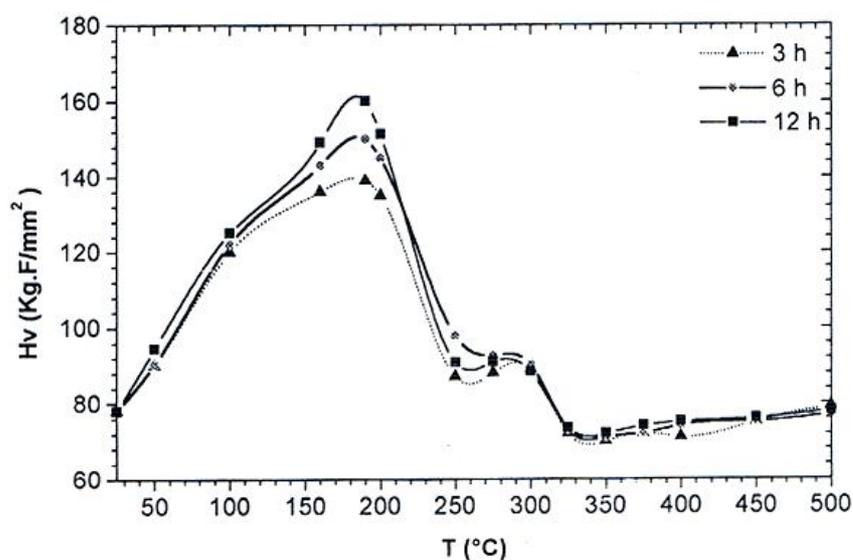


Fig. I.49 : Variation de la microdureté en fonction de la température de vieillissement d'un alliage 8090 [47].

L'évolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 190°C a également été étudiée. La figure I.50 montre que quatre stades sont visibles : le premier stade (0 à 4 h) correspond à une augmentation rapide de la microdureté, attribuée à la formation des zones GPB et à la précipitation de la phase δ' . Le deuxième stade (4 h à 8 h) correspond à un palier de la microdureté qui est associé à la croissance des particules δ' pour atteindre des tailles sur-critiques, et à la transformation des zones GPB en S'. Le troisième stade (8 h à 12 h) correspond à une augmentation lente de la microdureté jusqu'à un maximum après 12 h de vieillissement. Cette augmentation est associée à la formation d'une quantité optimale de S' conférant au matériau son durcissement maximal. Le quatrième stade (12 h à 16 h) correspond à une diminution de la microdureté qui peut être associée à la formation des phases d'équilibre δ et S.

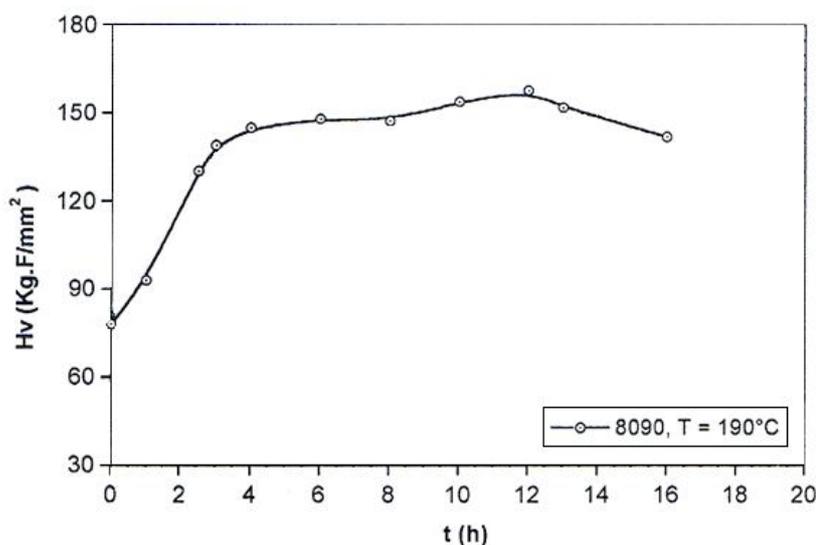


Fig. I.50: Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 190°C de l'alliage 8090 [47].

Ranjit & Bauri [153] ont observé une augmentation de la dureté d'un alliage 8090 vieilli à 165°C jusqu'à un maximum ($H_v=177$ pour environ 5 h de vieillissement) (Fig. I.51 (a)). Ils ont attribué cette augmentation à la précipitation des phases δ' et S', et la diminution est associée à la croissance des gros précipités au détriment des petits. Mondal *et al.* [154] ont observé un pic de durcissement à environ 32 h de vieillissement à 170°C ($H_v \approx 156$) (Fig. I.51b), tandis que Boukus *et al.* [144] ont observé le maximum de dureté à 48 h de vieillissement à 185°C (Fig. I.52).

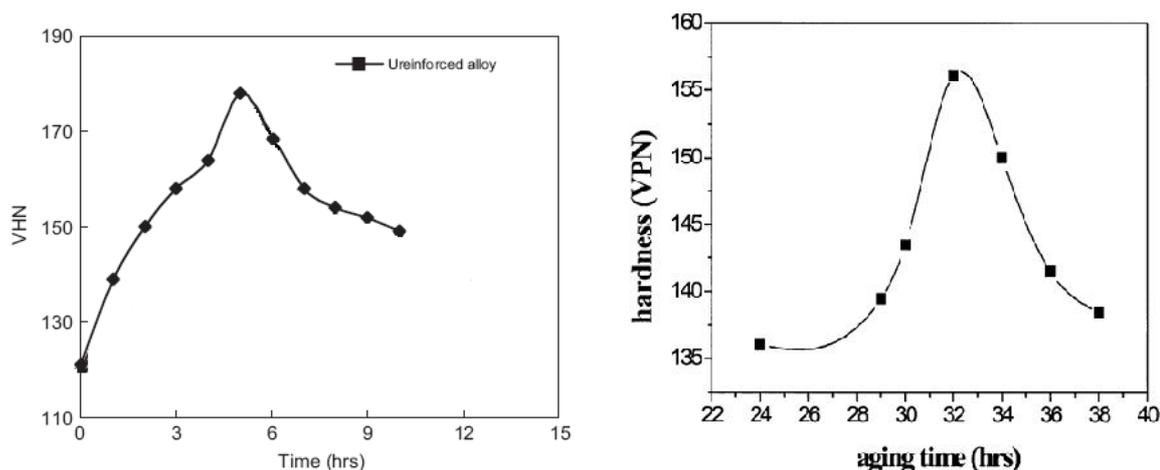


Fig. I.51 : Variation de la dureté pour deux alliages 8090 en fonction du temps de vieillissement à 165°C [153] et à 170°C [154].

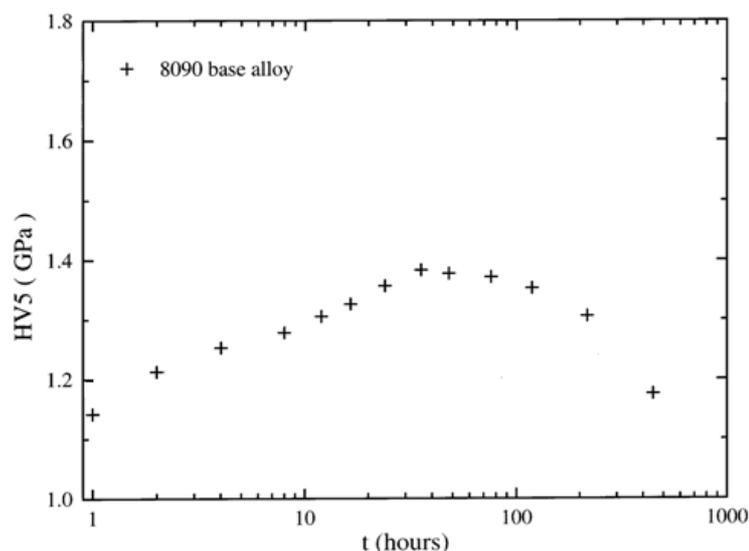


Fig. I.52 : Variation de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 185°C [144].

I.5.2.4 Observation par microscopie électronique à transmission (MET)

Plusieurs auteurs ont utilisé la microscopie électronique à transmission afin de visualiser les différentes phases qui apparaissent au cours d'un traitement de vieillissement. De fins précipités, de forme sphérique, attribués à la phase δ' , ont été observés par MET dans ces alliages homogénéisés et trempés à l'eau [155].

Boukous *et al.* [144] ont analysé par MET un alliage 8090 (Al-2,21%Li-1,18%Cu-0,64%Mg-0,12%Zr (wt.)) vieilli 48 h à 185°C (correspondant au pic de durcissement). La figure I.53 montre un champ sombre réalisé avec la réflexion de sur-structure (011) de la phase δ' . La distribution homogène des précipités δ' est bien visible sur l'image. La

formation des complexes δ'/β' est également mise en évidence avec des diamètres moyens des particules δ' et δ'/β' de 28 et 94 nm respectivement.

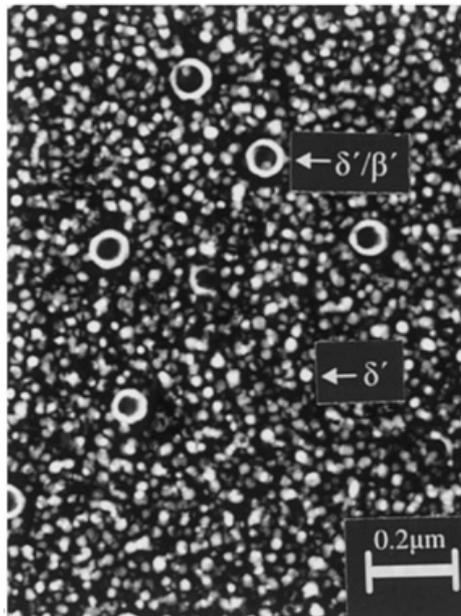


Fig. I.53 : Champ sombre réalisé sur δ' dans un alliage 8090 vieilli 48 h à 185°C [144].

Prasad *et al.* [129] ont observé simultanément la phase δ et T_2 sur les micrographies et sur les clichés de diffraction réalisés par MET, dans un alliage de composition Al-2.2%Li-1.0%Cu-0.7%Mg-0.04%Zr (wt.%) vieilli 24 h à 190°C. La phase δ a été observée dans les interfaces incohérentes T_2 /matrice à la température de dissolution de δ' . Avec le prolongement du temps de vieillissement, les auteurs ont remarqué que le nombre des particules δ ne varie pas. Par contre, si la température de vieillissement est plus élevée (250°C), les auteurs observent de gros précipités δ avec une densité plus importante due à une amplification de la diffusion du lithium aux joints de grains, résultant de la dissolution de la phase δ' . Ces auteurs observent également δ et T_2 sur les joints de grains après un vieillissement de 63 h à 170°C. Ces phases ne sont pas observées à l'intérieur des grains, alors que 16 h de vieillissement à 400°C permet à ces deux phases de précipiter aussi bien dans les joints de grains qu'à l'intérieur des grains.

Mukhopadhyay et Prasad (2004) [156] ont observé la précipitation de la phase quasicristalline T_2 aux joints de grains dans un alliage 8090 vieilli 24 h à 400°C. Le cliché de diffraction électronique de la figure I.54, montre la structure de symétrie d'ordre 5 « five fold symmetry » de la phase T_2 . Passang *et al.* [157] ont observé également les précipités

δ' et S' dans les grains et T_2 et δ' /PFZ sur les joints de grains (Fig.I.55). Prasad *et al.* [113] ont observé δ' et S dans les grains et T_2 le long d'un joint de grain (Fig. I.55).

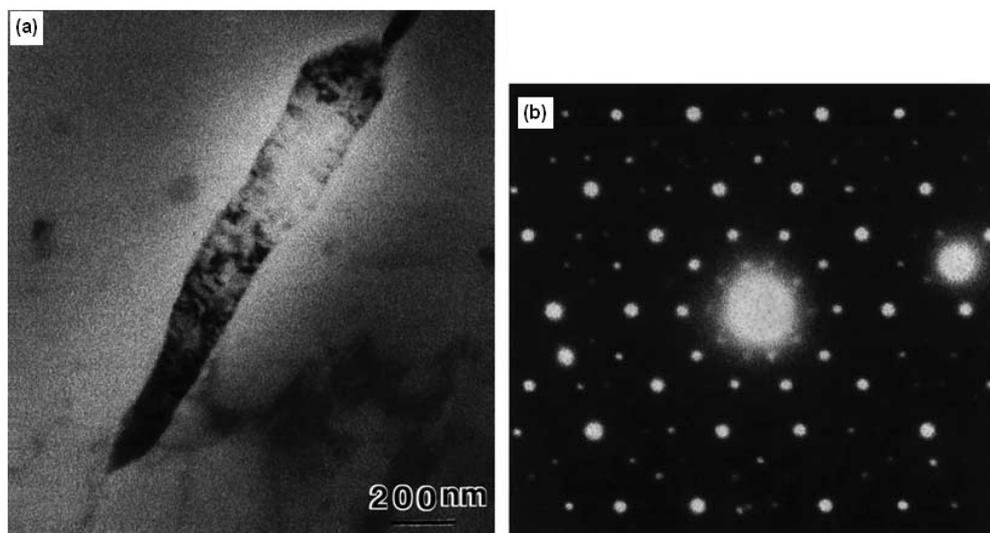


Fig. I.54 : Observation par MET de l'alliage Al-2.5 Li-1.2 Cu-0.8 Mg-0.12 Zr (wt.%) [156].

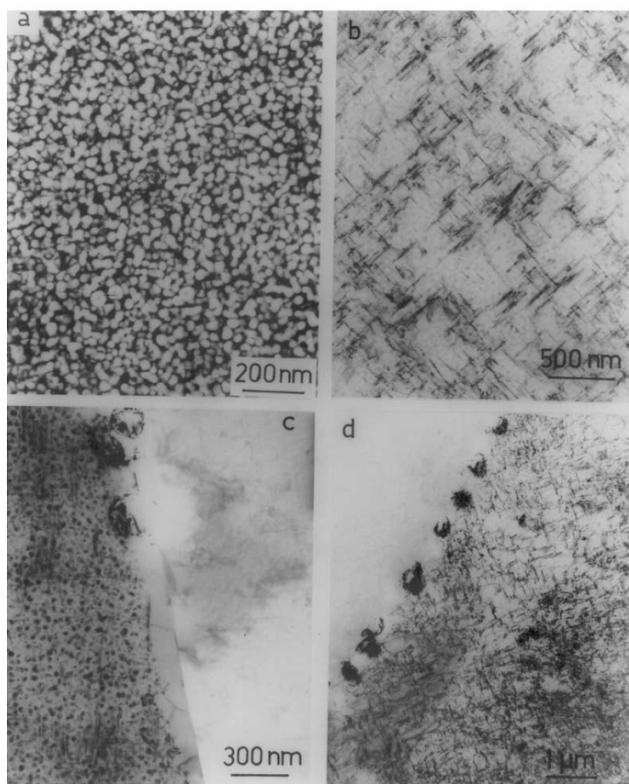


Fig. I.55 : Observation par MET d'un alliage 8090 (T8E51) : a) distribution de δ' , b) distribution de S, c) δ' -PFZ et d) distribution de T_2 le long du joint de grain [113].

Il existe plusieurs travaux qui ne mentionnent pas la phase T_1 sur les observations ou sur les clichés de diffraction électronique [158, 159, 160, 161]. Ohomori *et al.* [160] ont observé les phases δ' , δ et S simultanément dans un échantillon 8090 vieilli (avec une vitesse $1^\circ\text{K}/\text{mn}$) jusqu'à 265°C , et seulement δ et S dans l'échantillon vieilli jusqu'à 295°C (Fig. I.56).

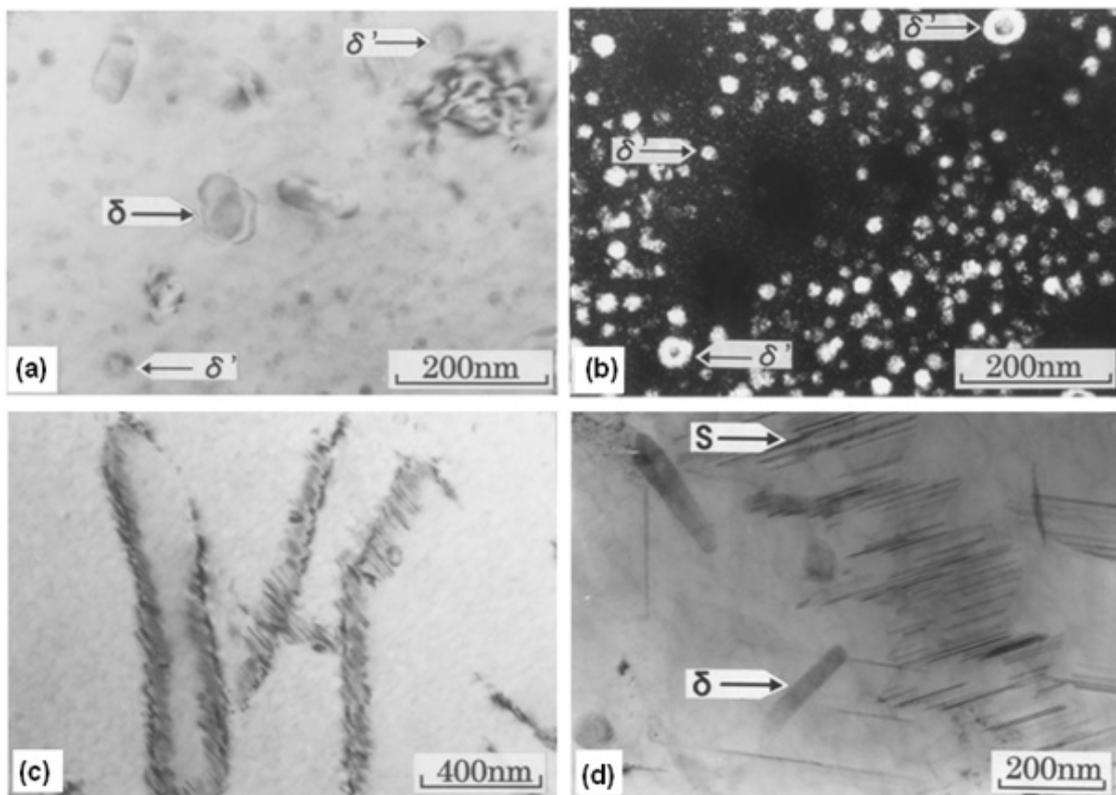


Fig. I.56 : Observations par MET d'un alliage 8090 vieilli avec une vitesse égale à $1^\circ\text{K}/\text{mn}$: a et b) champs clair et sombre montrant les précipités δ' et δ dans l'alliage vieilli jusqu'à 265°C . c) champ clair montrant les précipité S sur les dislocations de l'alliage vieilli jusqu'à 265°C . d) champ clair montrant les aiguilles de la phase S et les lattes δ dans l'alliage vieilli jusqu'à 295°C [160].

Davis *et al.* [161] n'observent que les précipités S, dans un alliage 8090 vieilli à 443K , allongés selon les directions $\langle 001 \rangle$ de la matrice. Ces précipités ont un diamètre initial moyen égal à 5 nm , une longueur moyenne égale à 200 nm et une fraction volumique de l'ordre de $0,1\% \text{ wt}$. Après 39 jours de vieillissement à la même température, les auteurs ont observé une augmentation de l'épaisseur, de la longueur et même de la fraction volumique des précipités S. Les taches de diffraction de cette phase deviennent plus intenses (Fig .I.57).

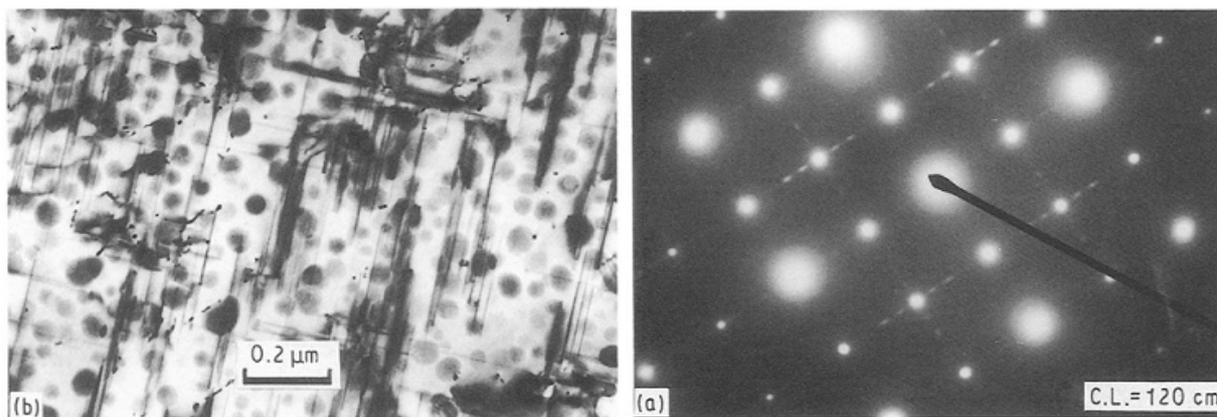


Fig. 1.57 : Observations par MET d'un alliage 8090 vieilli 39 j à 443K montrant les précipités δ' et S sur le cliché et sur le champ clair [161].

Kulkarni *et al.* [52] ont observé les phases S et T_1 ainsi que leurs taches de diffraction sur le cliché de diffraction électronique de l'alliage Al-2,3%Li-1,2%Cu-0,7%Mg-0,12%Zr (wt.%) vieilli 24 h à 200°C.

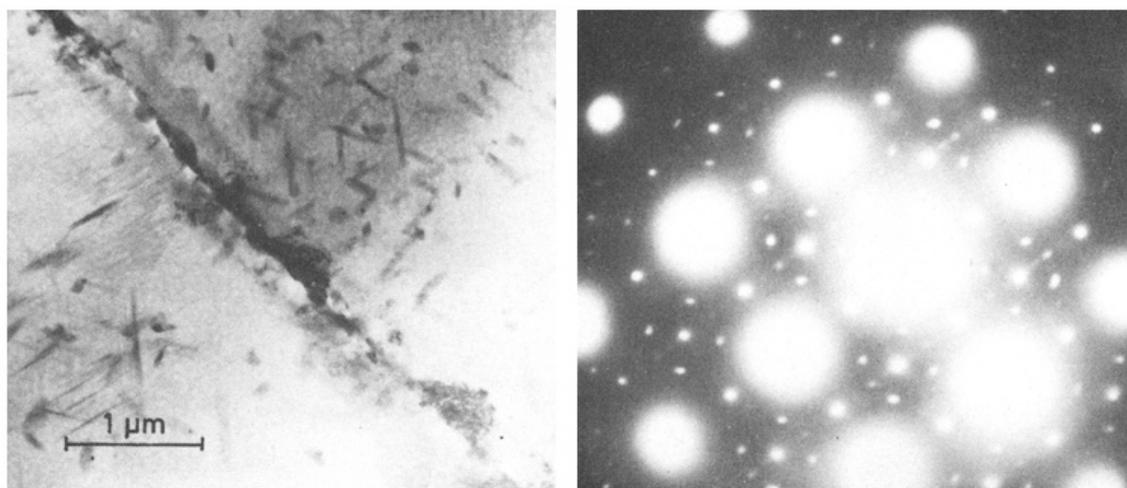


Fig. 1.58 : a) Observation par MET d'un alliage 8090 vieilli 24 h à 200°C montrant les précipités S et T_1 et b) cliché de diffraction montrant les taches provenant de ces précipités [52].

CHAPITRE II

Etude cristallographique des principales phases durcissantes du 8090- Diffraction en MET

II.1 Introduction

Les alliages 8090 possèdent une microstructure très complexe du fait de la précipitation de plusieurs phases, citons δ' , δ , S' , S et T_1 , qui peuvent participer au phénomène de diffraction et se manifestent sur les diagrammes de diffraction en MET sous formes des taches et des trainées (streaks). L'indexation de ces taches de diffraction sur les diagrammes expérimentaux peut s'avérer très compliquée. Dans la littérature, plusieurs relations d'orientation entre la matrice et les phases précipitées existent et l'indexation des réflexions de ces différentes phases sont proposées. Nous détaillons les différentes structures cristallographiques de ces phases, les relations d'orientation avec la matrice et les indexations proposées en comparaison avec les résultats des études expérimentales de la microstructure obtenus par la microscopie électronique en transmission.

Les diagrammes de la matrice d'aluminium, de δ' et de β' sont relativement simple à construire. Pour cela nous développons essentiellement l'étude bibliographique sur les cas complexes des phases S'/S de structure orthorhombique et T_1 de structure hexagonale.

II.2 Cristallographie de la phase T_1

La phase T_1 a une structure hexagonale, avec les paramètres $a=0,4965$ nm et $c=0,9345$ nm [92]. La structure de la phase T_1 a été beaucoup discutée, où plusieurs groupe d'espace ont été proposés : $P622$, $P6mm$, $P6m2$ ou $P6/mmm$, $P\bar{6}m2$, $P\bar{3}m1$ dont le désaccord réside dans l'interprétation du phénomène de double diffraction qui apparait sur les diagrammes de cette phase [92,101,102,162,163,194]. Cependant, le modèle le plus utilisé est celui proposé par Hardy et Silcock [92] $P6/mmm$ qui a été confirmé par Haung et Ardell [101] et par Vecchio et Williams [162]. Ce modèle est en bon accord avec les diagrammes de diffraction électroniques pour les axes de zone $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 112 \rangle$, $\langle 013 \rangle$ et $\langle 114 \rangle$. Par ailleurs, Noble et Thompson [94] ont proposé les relations d'orientation de la phase T_1 avec la matrice suivantes:

$$(0001)_{T_1} // (111)_\alpha ; (10\bar{1}0)_{T_1} // (1\bar{1}0)_\alpha ; (11\bar{2}0)_{T_1} // (2\bar{1}\bar{1})_\alpha$$

En se basant sur ces relations d'orientation, Noble et Thompson [94] ont réalisé pour la première fois l'indexation des taches de diffraction électronique de la phase T_1 précipitée dans un alliage Al-Cu-Li. Les auteurs ont montré que la coupe (001) de la matrice se superpose à celle de la zone $[2\bar{4}23]$ de la phase T_1 . En effet, la réflexion $\bar{1}010$ apparaît sur la direction $[\bar{1}10]$ et la réflexion $\bar{1}10\bar{1}$ apparaît sur la direction $[120]$ (Fig.II.1).

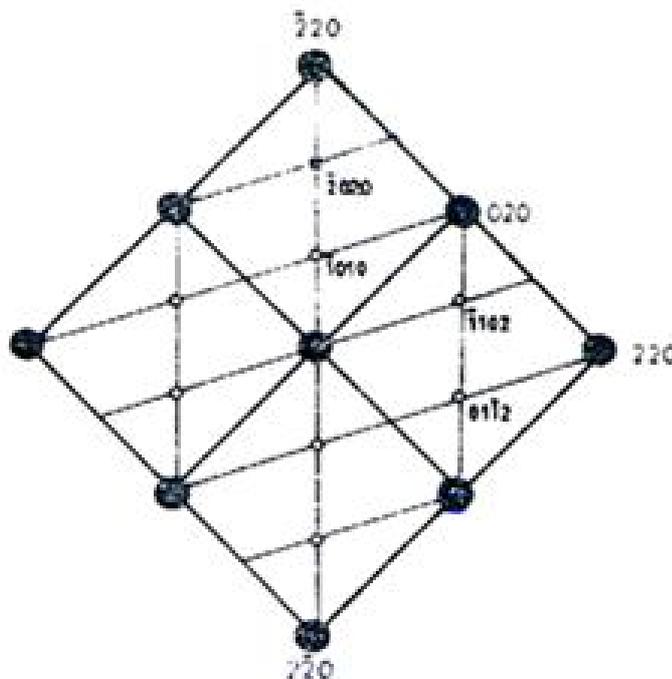


Fig. II.1 : diagramme théorique de zone $[001]$ de la matrice et $[2\bar{4}23]$ de la phase T_1 [94].

Huang et Ardell [101] ont montré qu'il existe quatre variants de la phase T_1 à partir des relations d'orientation de celle-ci avec la matrice. Ils ont réalisé une étude cristallographique afin d'indexer les taches de diffraction de la phase T_1 sur les diagrammes de diffraction relatifs aux axes de zone $[001]$, $[110]$, $[112]$, $[013]$, et $[114]$ de la matrice. Pour cela ils ont utilisé une projection stéréographique standard (0001) de la structure hexagonale avec un rapport c/a égale à 1,882 et une projection stéréographique standard (111) du système cubique.

Les auteurs ont observé deux zones proches de la zone $[001]_a$ (Fig. II.2), la zone $[\bar{1}2\bar{1}1]$ et la zone $[\bar{2}4\bar{2}3]$ qui se trouvent respectivement à $\sim 3,5^\circ$ et à $\sim 8^\circ$ de part et d'autre de la zone $[001]_a$. Les auteurs ont choisi la première zone qui est relativement plus proche. Cette zone montre que la réflexion $1\bar{1}03$ qui se trouve à $1/3$ de la distance de la réflexion $\{420\}$ et donne sur la direction $[\bar{1}10]$ les réflexions $\{10\bar{1}0\}$ et $\{20\bar{2}0\}$ qui sont dues à la double diffraction.

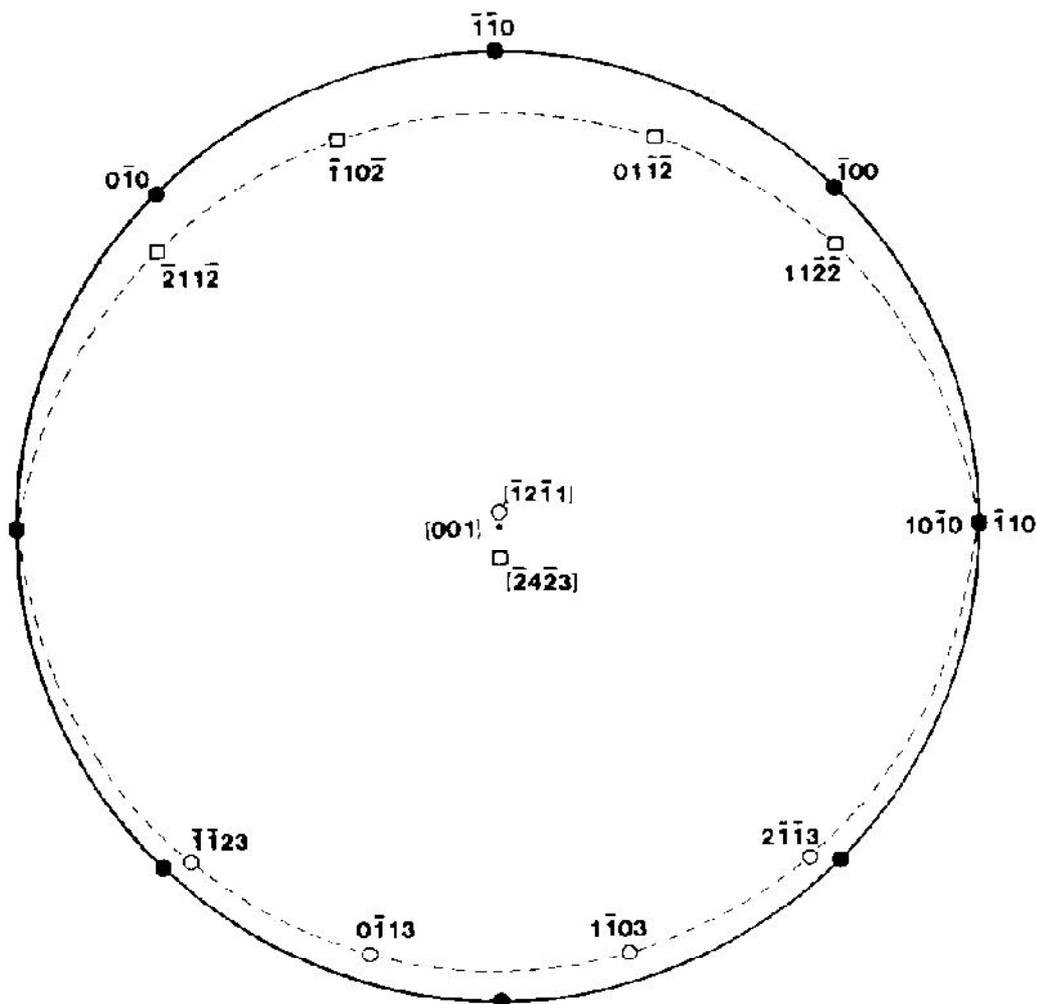


Fig. II.2 : superposition des projections stéréographiques de la matrice pour le variant 1 de la phase T_1 [101].

La figure II.3a montre le diagramme théorique correspondant au variant T_1 sur lequel, les taches $1\bar{1}03$ et $10\bar{1}0$ sont indexées et la figure II.3b représente le diagramme complet des quatre variants superposés. La figure II.3c montre un diagramme de diffraction électronique de l'alliage Al-2,3%Li-2,85%Cu (wt.%) vieilli 132 h à 190°C, les auteurs ont trouvé qu'il existe un bon accord entre le résultat expérimental et le calcul théorique.

En ce qui concerne la coupe (112) ; Noble et Thompson [94] ont réalisé cette coupe en considérant la zone $[1\bar{2}10]$ parallèle à la zone $[\bar{1}\bar{1}2]$, sur cette coupe il apparaît trois taches (0001, 0002 et 0003) sur la direction $[111]$ et deux taches ($\bar{1}010$ et $\bar{2}020$) sur la direction $\bar{1}10$ (Fig. II.4).

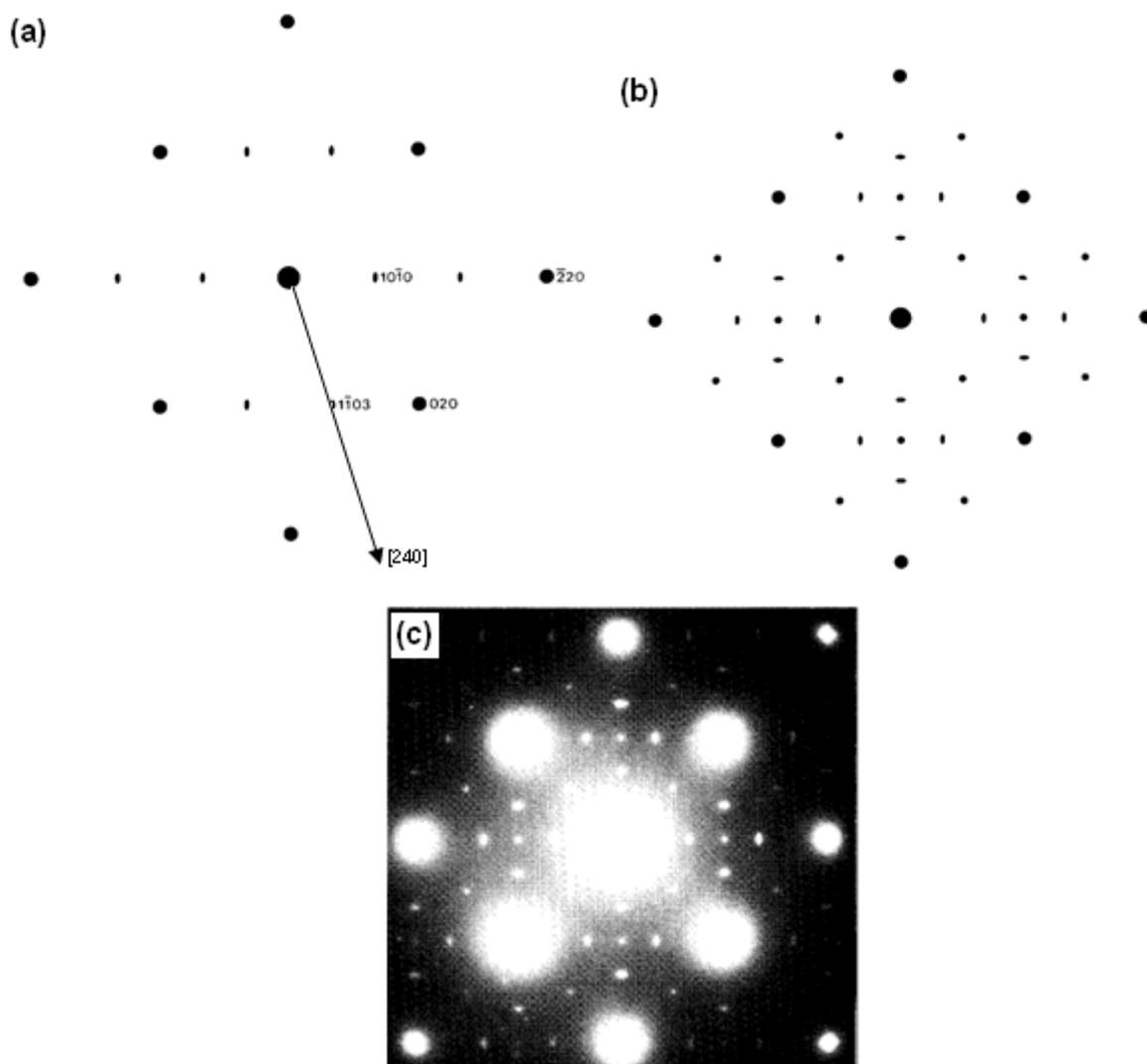


Fig. II.3 : digrammes théoriques correspondant a) à un variant T_1 , b) aux quatre variants de la phase T_1 et c) diagramme expérimental de l'alliage Al-2,3%Li-2,85%Cu (wt.%) vieilli 132 h à 190°C. Nous avons rajouté la direction [240] sur ce diagramme [101].

Huang et Ardell [101] ont superposé la coupe (112) de la matrice aux quatre diagrammes relatifs aux quatre variants de la phase T_1 . La figure II.5 montre le diagramme expérimental (112) de l'alliage Al-2,3%Li-2,85%Cu (wt.%) vieilli 132 h à 190°C sur lequel apparaissent les taches de diffraction de la phase T_1 . Selon les auteurs le diagramme théorique (Fig. II.5e) est en bon accord avec les résultats expérimentaux.

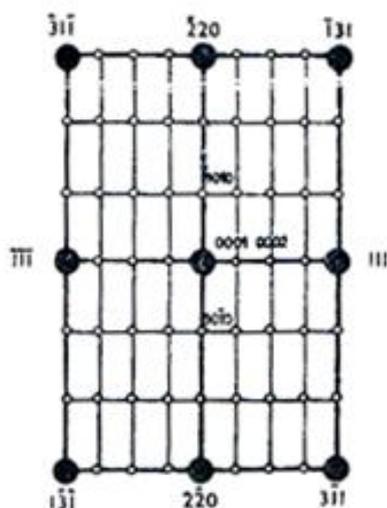


Fig. II.4 : diagramme théorique de zone $[112]$ de la matrice et $[\bar{1}\bar{2}10]$ de la phase T_1 [94].

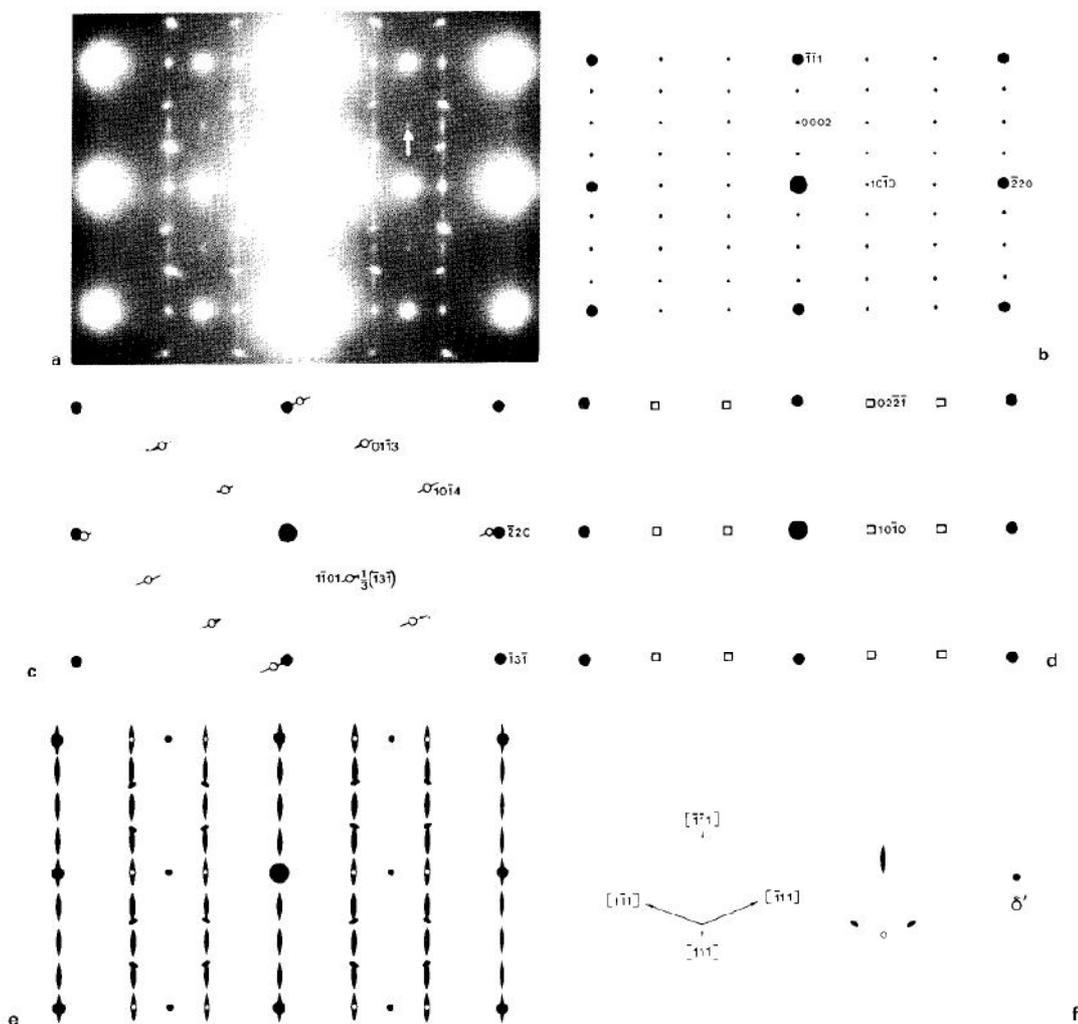


Fig. II.5 : a) Cliché de diffraction électronique (coupe $[112]$) de l'alliage Al-2,3%Li-2,85%Cu (wt.%) vieilli 132 h à 190°C montrant les taches de diffraction de la phase T_1 , b), c) et d) diagrammes indexés des trois variants, e) diagramme $[112]$ complètement schématisé, f) schéma représentant les réflexions associées à chaque variant $[101]$.

II.3 Cristallographie de la phase S'/S

Les phases S' et S représentent deux phases durcissantes des alliages Al-Cu-Mg et Al-Li-Cu-Mg qui se caractérisent par une légère différence de leurs paramètres cristallins. S' est une phase métastable pour laquelle la dureté du matériau est maximale et S la phase d'équilibre. Gupta et al. [165] ont considéré que la phase S' est la phase S étendue légèrement. Dans toute l'étude, on considèrera qu'il n'y a pas de différence entre les deux phases que l'on nommera phase S'/S.

La structure de la phase S'/S a été intensément discutée dans la littérature et plusieurs modèles ont été proposés [72,166,70,167,168,81,82]. Le modèle le plus accepté est celui de Perlitz et Westgren [72] proposant une structure orthorhombique avec un groupe d'espace $Cmcm$ et les paramètres de maille $a = 0,400$ nm, $b = 0,925$ nm et $c = 0,715$ nm. Mondolfo [81] a proposé le même modèle avec une distribution différente des atomes Al, Cu et Mg.

Les relations d'orientation de la phase S'/S avec la matrice ont été beaucoup discutées dans la littérature. C'est Bagayaratsky [54] qui, pour la première fois, a proposé des relations d'orientation de la phase S'/S avec la matrice d'aluminium :

$$[100]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [02\bar{1}]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [012]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$$

Depuis, plusieurs autres relations d'orientation ont été proposées mais le modèle de Bagayaratsky [54] demeure le plus adopté [169,131,6].

$$[100]_{S'/S} // [100]_{\alpha}, [010]_{S'/S} // [052]_{\alpha}, [001]_{S'/S} // [020]_{\alpha} \quad [170]$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{Type 1: } (001)_{S'/S} // (021)_{\alpha}, [100]_{S'/S} // [100]_{\alpha} \\ \text{Type 2: } (0\bar{2}1)_{S'/S} // (014)_{\alpha}, [100]_{S'/S} // [100]_{\alpha} \end{array} \right\} \quad [171]$$

L'indexation des taches de diffraction de la phase S'/S sur les diagrammes de diffraction de la matrice a été réalisée par plusieurs auteurs.

Gupta *et al.* [54], Khireddine *et al.* [172] ont proposé l'existence de 12 variants différents de la phase S'/S se basent sur les relations d'orientation de Bagayaratsky [54]. Les résultats sont rassemblés dans le tableau (II.1). En effet, la direction $[100]_{S'/S}$ peut être parallèle à l'une des trois directions équivalentes $[100]$, $[010]$, $[001]$ de la matrice α . Pour chaque cas, les autres directions $[010]$ et $[001]$ de S'/S vont être parallèles à une direction de la famille $\langle 120 \rangle_{\alpha}$, ce qui mène à douze variants de S'/S et chacun présentant une orientation précise avec la matrice.

Tab. II.1 : Les douze variants de S' avec les relations d'orientation correspondantes [172].

$(100)_S //$	$[010]_S //$			
$(100)_\alpha$	$[021]_\alpha$ S_1	$[012]_\alpha$ S_2	$[0\bar{1}2]_\alpha$ S_3	$[0\bar{2}1]_\alpha$ S_4
$(010)_\alpha$	$[102]_\alpha$ S_5	$[201]_\alpha$ S_6	$[\bar{2}01]_\alpha$ S_7	$[10\bar{2}]_\alpha$ S_8
$(001)_\alpha$	$[210]_\alpha$ S_9	$[120]_\alpha$ S_{10}	$[\bar{1}20]_\alpha$ S_{11}	$[\bar{2}10]_\alpha$ S_{12}

Gupta et al. [71] ont réalisé un diagramme théorique (001), ils ont indexé les quatre taches de type 112 et 131 qui apparaissent autour de la réflexion interdite $\bar{1}10$ de la matrice α (les croix sur la figure II.6) et que les quatre autres taches résulteraient de la double diffraction (les cercles noir sur la figure II.6).

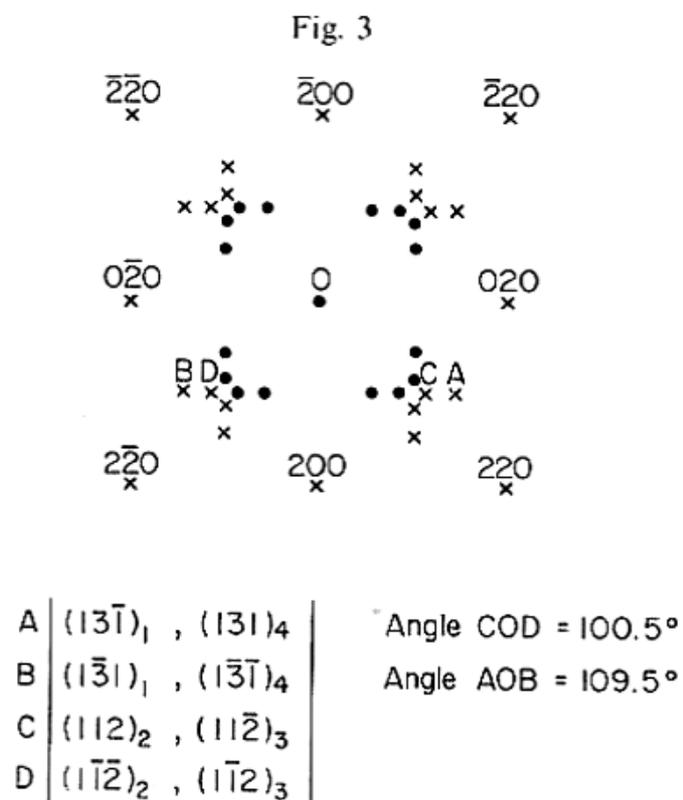


Fig. II.6 : Diagramme de diffraction théorique $(001)_\alpha$. Les croix représentent les premières réflexions de S' et les cercles proviennent de la double diffraction [71].

L'indexation de la zone [001] de la matrice α a été réalisée également par Jin et al. [169] dans un alliage ternaire Al-Cu-Mg. Les auteurs ont utilisé 12 matrices de transformation reliant les différentes directions de la matrice avec celles des précipités S/S (Tab. II.2).

Tab. II.2 : Les 12 relations d'orientations entre la phase S et la matrice α [169].

S1	$[100]_S // [100]_\alpha, [010]_S // [021]_\alpha, [001]_S // [0\bar{1}2]_\alpha$
S2	$[100]_S // [100]_\alpha, [010]_S // [012]_\alpha, [001]_S // [0\bar{2}1]_\alpha$
S3	$[100]_S // [100]_\alpha, [010]_S // [0\bar{1}2]_\alpha, [001]_S // [0\bar{2}\bar{1}]_\alpha$
S4	$[100]_S // [100]_\alpha, [010]_S // [0\bar{2}1]_\alpha, [001]_S // [0\bar{1}\bar{2}]_\alpha$
S5	$[100]_S // [010]_\alpha, [010]_S // [201]_\alpha, [001]_S // [\bar{1}02]_\alpha$
S6	$[100]_S // [010]_\alpha, [010]_S // [102]_\alpha, [001]_S // [\bar{2}01]_\alpha$
S7	$[100]_S // [010]_\alpha, [010]_S // [\bar{1}02]_\alpha, [001]_S // [\bar{2}0\bar{1}]_\alpha$
S8	$[100]_S // [010]_\alpha, [010]_S // [\bar{2}01]_\alpha, [001]_S // [\bar{1}0\bar{2}]_\alpha$
S9	$[100]_S // [001]_\alpha, [010]_S // [120]_\alpha, [001]_S // [2\bar{1}0]_\alpha$
S10	$[100]_S // [001]_\alpha, [010]_S // [210]_\alpha, [001]_S // [1\bar{2}0]_\alpha$
S11	$[100]_S // [001]_\alpha, [010]_S // [2\bar{1}0]_\alpha, [001]_S // [\bar{1}\bar{2}0]_\alpha$
S12	$[100]_S // [001]_\alpha, [010]_S // [1\bar{2}0]_\alpha, [001]_S // [2\bar{1}0]_\alpha$

Selon les auteurs, les relations d'orientation entre la matrice α et un précipité p s'écrivent:

$$[100]_p // [m_1 n_1 p_1], [010]_p // [m_2 n_2 p_2], [001]_p // [m_3 n_3 p_3]$$

La direction de la phase α (X_α) et celle du précipité (X_p) peuvent être reliées par la matrice M :

$$X_p = M X_\alpha, M = \begin{bmatrix} m_1 & n_1 & p_1 \\ m_2 & n_2 & p_2 \\ m_3 & n_3 & p_3 \end{bmatrix} \text{ donc } X_\alpha = M^{-1} X_p \text{ avec } M^{-1} = M' = \begin{bmatrix} m_1 & m_2 & m_3 \\ n_1 & n_2 & n_3 \\ p_1 & p_2 & p_3 \end{bmatrix}$$

Pour le variant S1 la matrice de transformation est la suivante :

$$M_{S1}^{-1} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 2/\sqrt{5} & -1/\sqrt{5} \\ 0 & 1/\sqrt{5} & 2/\sqrt{5} \end{bmatrix}$$

La normale au plan (hkl) est parallèle à $[h/a \ k/b \ l/c]$, pour le variant S1 la normale au plan $(13\bar{1})_{S1}$ est donnée par :

$$X'_{S1} = [0.5778, 0.7495, \overline{0.3233}]_{S1} \text{ et } X'_\alpha \text{ sera } X'_\alpha = [0.5778, 0.8150, 0.0460]_\alpha.$$

Donc le vecteur réciproque du plan $(13\bar{1})_{S1}$ est perpendiculaire à $[001]_{\alpha}$ donc $X'_{\alpha} \approx [570]$. Par conséquent, pour le variant S1 seul les plans $(13\bar{1})$ et $(\bar{1}\bar{3}1)$ peuvent satisfaire la loi de Bragg, et leur taches de diffraction seront localisées sur les directions $[570]$ et $[5\bar{7}0]$ de la matrice respectivement.

Pour les variants S1 à S4, les plans diffractant et satisfaisant la loi de Bragg sont indiqués sur le tableau (II.3), avec g_{α} la direction de la matrice sur laquelle sont situées les taches des précipités.

Tab. II.3: Les plans diffractant qui satisfont la loi de Bragg pour les variants S1 à S4 [169].

Variant	S1		S2		S3		S4	
Plan	$(13\bar{1})_s$	$(\bar{1}\bar{3}1)_s$	$(11\bar{2})_s$	$(\bar{1}\bar{1}2)_s$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{2})_s$	$(\bar{1}12)_s$	$(\bar{1}\bar{3}\bar{1})_s$	$(\bar{1}31)_s$
Direction g_{α} portant les réflexions	$[570]_{\alpha}$	$[5\bar{7}0]_{\alpha}$	$[560]_{\alpha}$	$[5\bar{6}0]_{\alpha}$	$[560]_{\alpha}$	$[5\bar{6}0]_{\alpha}$	$[570]_{\alpha}$	$[5\bar{7}0]_{\alpha}$

Selon les auteurs, parmi les taches $\{020\}$, $\{002\}$, $\{111\}$, $\{112\}$, $\{131\}$, $\{113\}$ de la phase S'/S, seules les taches les plus intenses sont indexées ; ces taches sont de type $\{112\}$, $\{131\}$ (Fig. II.7).

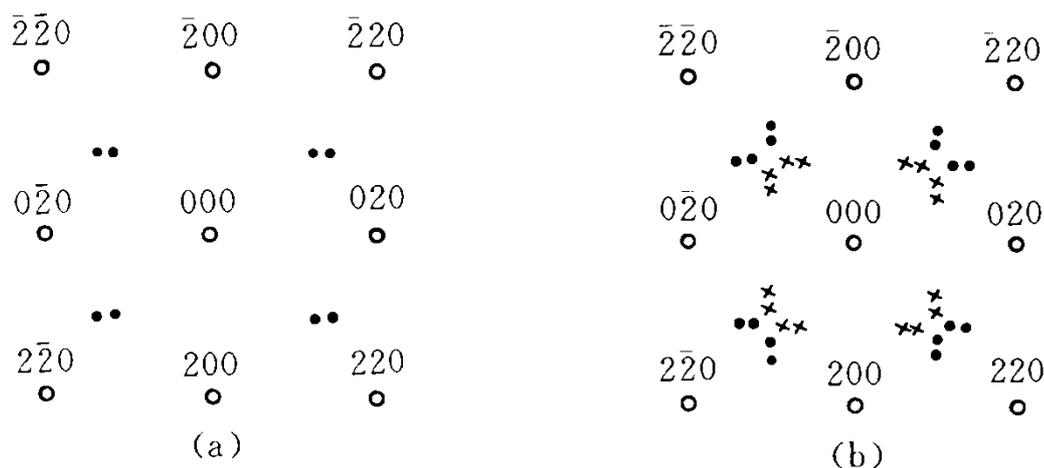


Fig. II.7 : Simulation théorique du diagramme de diffraction $[001]$ représentant : a) les taches de diffraction résultant des variants S1, S2, S3 et S4, b) simulation complète du diagramme ; \circ diffraction des plans de la matrice, \bullet diffraction des plans de la phase S, \times double diffraction des taches de S [169].

Le diagramme (100) a été réalisé expérimentalement par plusieurs auteurs, citons Gupta et al. [71], Tolley et al. [173], Parel et al. [50], Ringer et Hono [56]. Ils montrent tous les taches ou les trainées de la phase S'/S autour de la réflexion interdite $\{110\}$ de α .

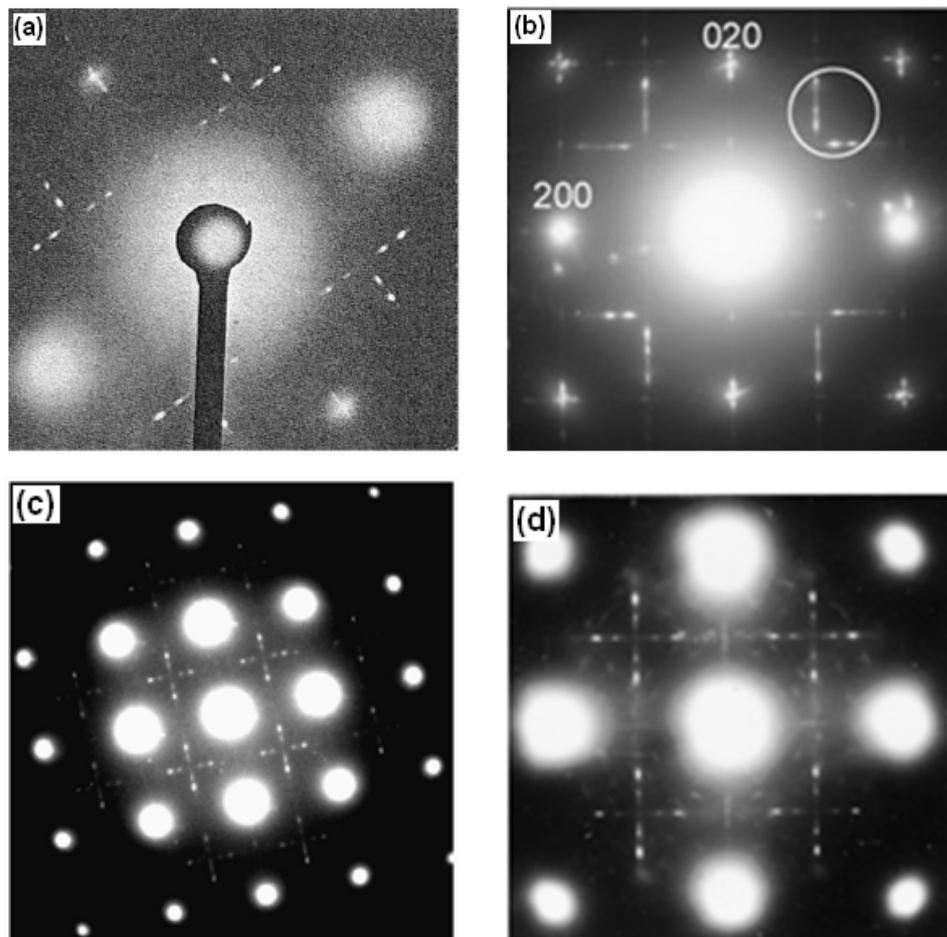


Fig. II.8 : Clichés de diffraction (001) de quatre alliages Al-Cu-Mg vieillis (a) 7 jours à 190°C [71], (b) 5 h à 190°C [173], (c) vieilli jusqu'à 300°C [50] et (d) 500 h à 150°C [56].

Concernant le diagramme (112), Kim et Park [131] ont utilisé la superposition des projections stéréographiques de la matrice avec celle de la phase S'/S en se basant sur les relations d'orientation proposées par Bagayartsky [54]. La figure II.9 montre la superposition des projections d'un seul variant, dont la zone $[112]//[110]$ est bien montrée sur l'image. Le diagramme correspondant à ce variant est montré sur la figure II.10 avec l'indexation des taches 004, $1\bar{1}3$, $1\bar{1}2$, $1\bar{1}\bar{2}$. A partir des superpositions des douze variants, les auteurs ont simulé tout le diagramme théorique (112).

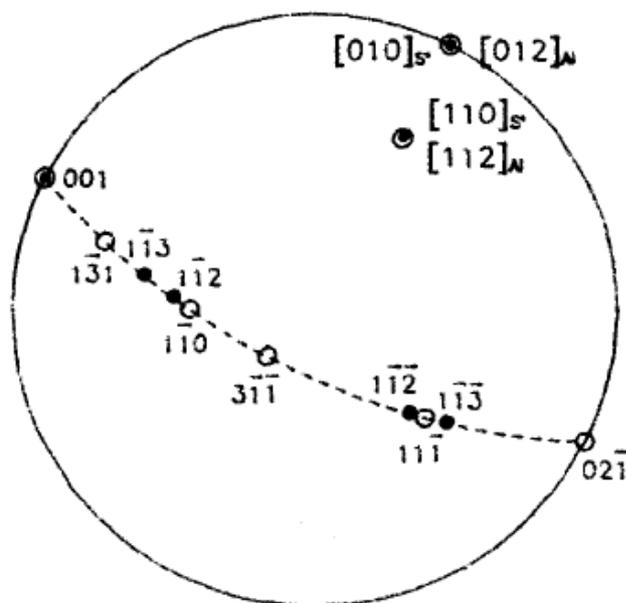


Fig. II.9 : Superposition des projections stéréographiques : matrice et S' $[010]_{S'} // [012]_{M}$ $[131]$.

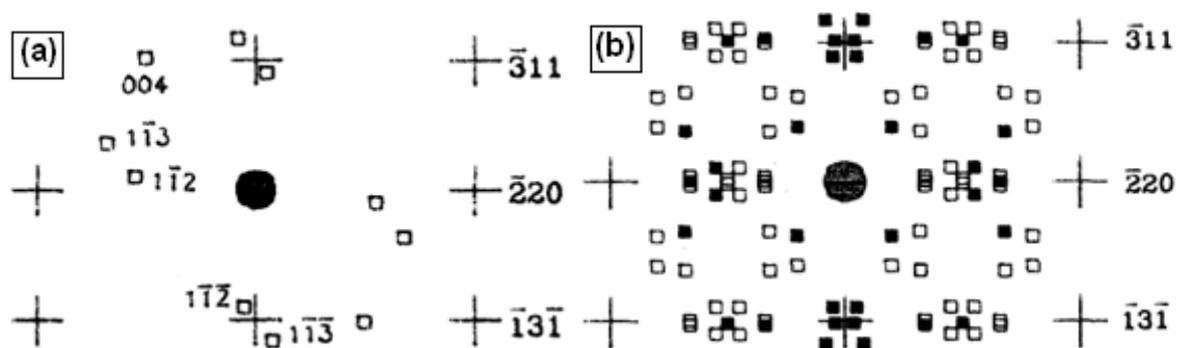


Fig. II.10 : diagrammes théoriques (112) : + réflexions de la matrice ; ■ réflexions de la phase S'/S ; □ doubles diffractions (a) pour un seul variant, (b) pour les douze variants $[131]$.

La précipitation des phases S'/S et T_1 dans la matrice dépend de la présence et de la concentration des éléments Cu et Mg. Comme notre alliage contient les deux phases nous proposons l'étude des diagrammes contenant ces deux phases.

Les taches de diffraction des phases S' et T_1 sont illustrées sur le diagramme simulé correspondant au diagramme de diffraction d'un alliage Al-Li-Cu-Mg vieilli 24 h à 220°C [174]. Les réflexions de ces phases sont localisées autour de la réflexion 110 de la phase δ' (Fig. II.11).

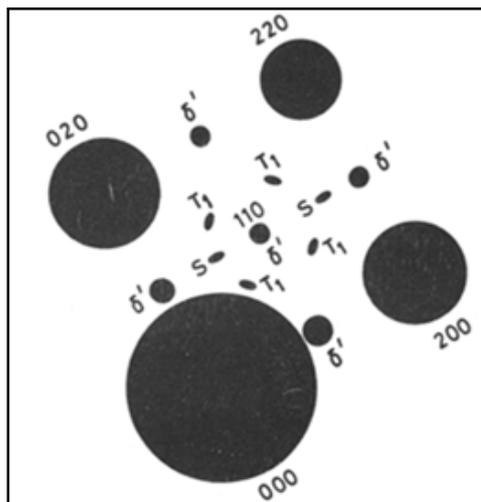


Fig. II.11 : Schema typique correspondant au diagramme experimental (100) d'un alliage Al-Li-Cu-Mg vieilli 24 h à 220°C montrant les taches de S'/S et T_1 [174].

Kim et Park [131] ont réalisé le diagramme théorique (112) de la matrice avec les taches des deux phases S' et T_1 (Fig. II.12).

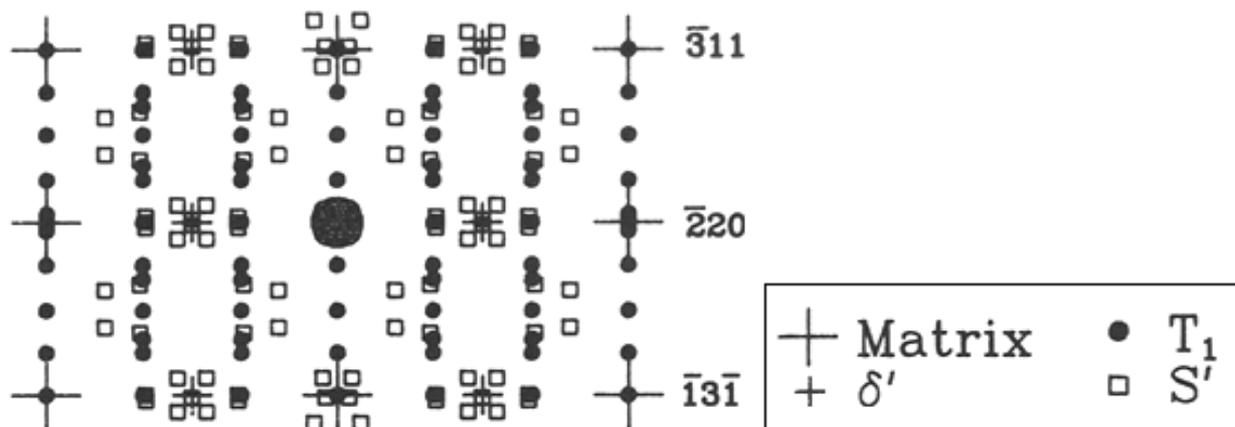


Fig. II.12 : Diagramme théorique (112) montre les réflexions : +matrice, + δ' , • T_1 , □ S' [131].

Les diagrammes expérimentaux des alliages contenant les deux phases ont été souvent réalisés dans la littérature. Bray et al. [107] ont réalisé des clichés de diffraction de la coupe (100) et (112) d'un alliage Al-Cu-Mg-Li (Fig.II.13). Les auteurs ont observé les taches de diffraction de S'/S et T_1 après seulement 4 h de vieillissement à 163°C.

Les diagrammes de diffraction électronique (100) et (112) sont réalisés également par Khan et Robinson [175] et par Boukos et al. [144]. Les taches de diffraction des phases S'/S et T₁ sont bien montrées sur les clichés (Fig. II.14 et 15).

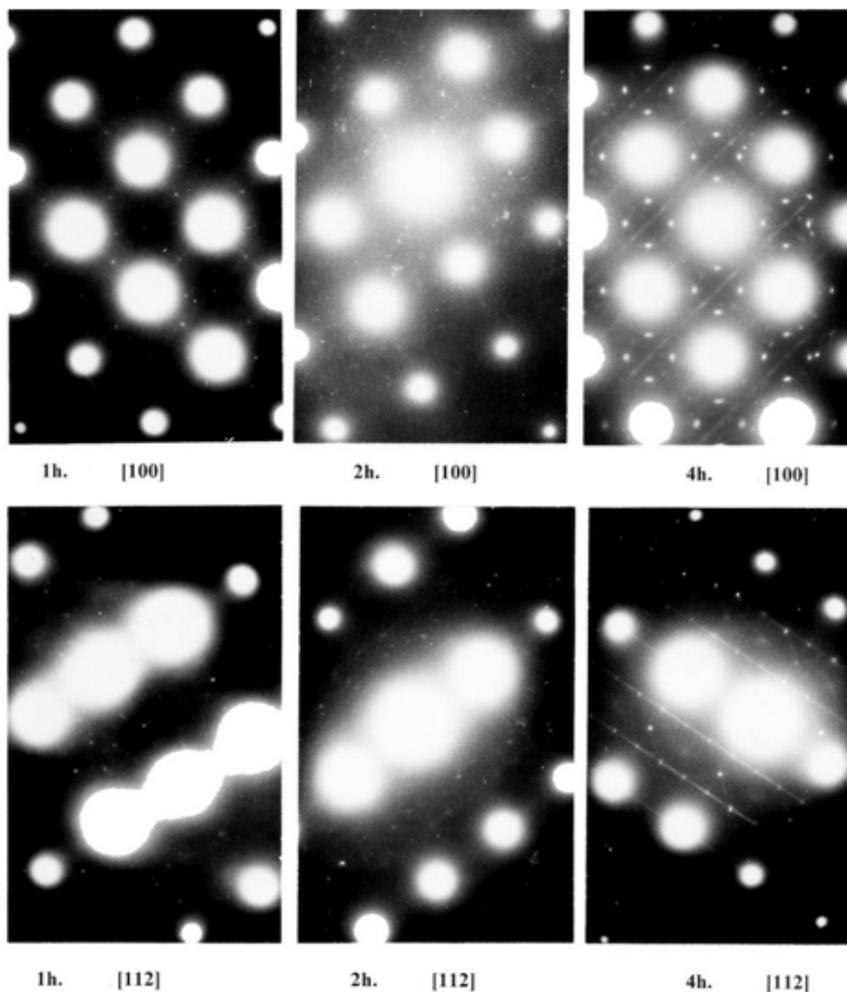


Fig. II.13 : Clichés de diffraction électronique (100) et (112) d'un alliage Al-Cu-Mg-Li vieilli 1 h, 2 h et 4 h à 163°C [107].

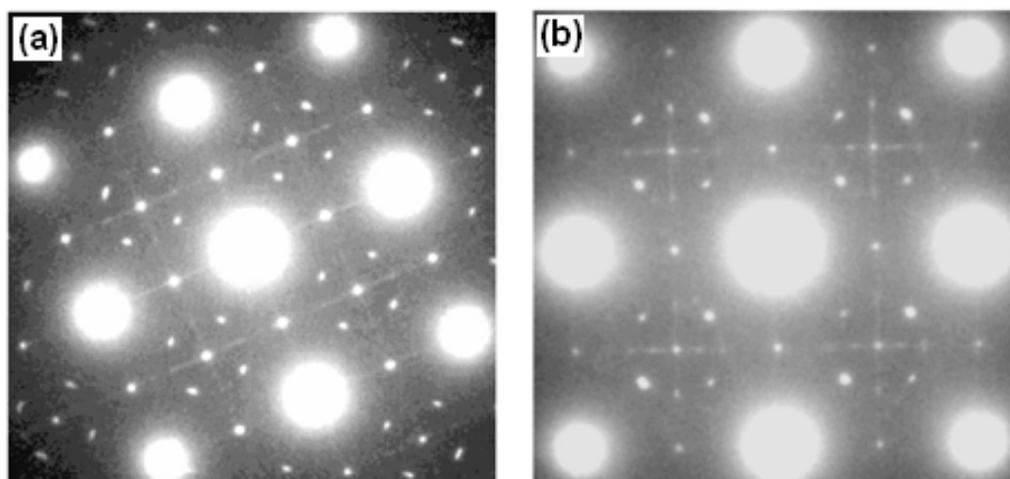


Fig. II.14 : Cliché de diffraction électronique (100) d'un alliage Al-2,63%Cu-1,84%Li-0,61%Mg (wt.%) vieilli à 170°C (a) 100 h, (b) 1000 h [175].

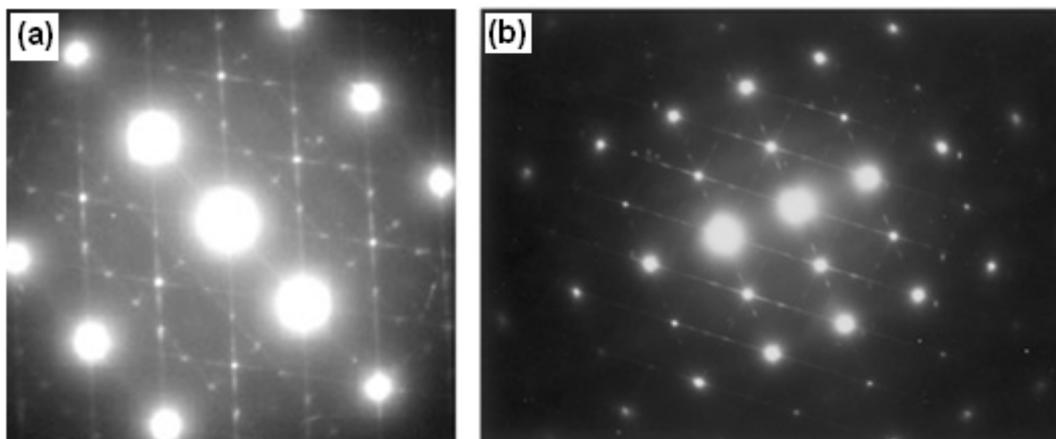


Fig. II.15 : Clichés de diffraction électronique (112) de deux alliages Al-Li-Cu-Mg vieillis (a) 1000 h à 170°C [175], (b) 48 h à 185°C [144].

CHAPITRE III

Matériau étudié et techniques expérimentales utilisées

III.1 Matériau étudié

Au cours de ce travail, un seul alliage à base d'aluminium a été étudié : Al-2,7%Li-1,4%Cu-1%Mg-0,11%Zr (en poids) de type 8090. Pour la mise en évidence des phases précipitées, nous faisons subir à nos échantillons différents traitements thermiques de vieillissement, après homogénéisation d'une heure à 500°C suivie d'une trempe à l'eau. Afin de suivre la cinétique de précipitation, les échantillons sont soumis à des traitements de vieillissement pour différentes durées aux trois températures 160, 190, et 210°C.

Pour l'indexation des réflexions obtenues par diffraction électronique en transmission, les échantillons sont vieillis à 160, 190 et 210°C, correspondant respectivement aux états sous-vieilli, vieilli au pic de durcissement et sur-vieilli.

III.2 Techniques expérimentales utilisées

Pour caractériser et identifier les phases et les précipités présents dans l'alliage étudié, nous avons utilisé différentes techniques expérimentales :

- ✓ L'analyse calorimétrique différentielle (DSC)
- ✓ la diffraction des rayons X (DRX)
- ✓ La microscopie électronique en transmission (MET)
- ✓ Evolution de la microdureté

III.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Le principe de la DSC est de mesurer la variation des chaleurs libérées ou absorbées entre un échantillon et une référence représentée par un creuset vide durant des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée. Elle permet d'apprécier de manière quantitative, les flux de chaleur mis en jeu lors de ces évolutions ; on mesure un déséquilibre « électrique » : différence de puissance électrique fournie pour maintenir la même température entre la référence et l'échantillon. Ces variations de flux sont représentatives des modifications microstructurales qui s'opèrent: transformations de phases, restauration et recristallisation.

La formation d'une phase mène à l'apparition d'un effet exothermique et la DSC enregistre un pic situé au-dessus de la ligne de base et pour la dissolution d'une phase elle enregistre un pic endothermique ; situé au-dessous de la ligne de base.

L'analyseur utilisé est de type SETARAM DSC 131 (Fig. III.1) à flux de chaleur équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur, dans lequel l'échantillon et la référence sont placés dans une même enceinte. Le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat de calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme.

$$\Delta C_p = f(t), \text{ soit } \Delta H = \int C_p dT$$

Les échantillons analysés ont été préparés mécaniquement sous forme de disques de masses égales à 60 mg. Pour éviter l'oxydation au cours du chauffage des échantillons et la vaporisation du lithium, tous les essais sont réalisés sous gaz inerte (Ar).

Le cycle thermique appliqué dans notre étude consiste en un chauffage de l'ambiante à 500°C avec une vitesse variable selon les besoins, suivi d'un maintien de 5 min à 500°C et d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante. Nous nous intéressons dans cette étude aux thermogrammes de chauffage seulement.

Pour étudier les cinétiques de réaction, nous avons fait varier la vitesse de balayage thermique entre 2 et 15°C/mn. La vitesse choisie pour l'étude des séquences de précipitation est fixée à 10°C/mn.



Fig. III.1 : Analyseur calorimétrique DSC 131 SETARAM

III.2.2 La diffraction des rayons X

L'une des approches, pour la mise en évidence des précipités existant dans le matériau, est la diffraction des rayons X. Les spectres de diffraction ont été enregistrés avec un diffractomètre de type X-Pert Philips PRO PAN (Fig. III.2) (Université de Bejaia) équipé avec une anode en cuivre ($\lambda_{K_{\alpha}} = 1,5418 \text{ \AA}$) alimentée sous une tension de 40 KV et un courant de 30 mA.

Les spectres de rayons X sont enregistrés sur un domaine angulaire compris entre 5 et 120° (2θ) par pas de 0,016 et un temps de comptage de 10s par pas. Le balayage a été réalisé au moyen d'un logiciel de type «High Score » permettant d'identifier les phases cristallines de l'échantillon à analyser. Les pics de diffraction sont comparés aux spectres des différentes phases compilées dans les fiches PDF8 (Powder Diffraction File).



Fig. III.2 : Diffractomètre de type PHILIPS XPERT-PRO.

III.2.3 Microscopie électronique en transmission (MET)

Le microscope électronique en transmission est un instrument puissant de caractérisation des matériaux par de multiples approches. Nous l'avons utilisé pour tenter de caractériser notre matériau tant du point de vue microstructure de précipitation que pour l'étude de la diffraction électronique de toutes les phases présentes. L'appareil utilisé pour l'obtention des images est un JOEL100C fonctionnant sous une tension de 100 KV.

Cet appareil est formé généralement de différents systèmes optiques (Fig. III.3):

- Système de production des électrons (canon à électrons).
- Système d'éclairage (condenseurs C1 et C2).
- Système de formation de l'image de l'objet sur le plan image de Gauss de l'objectif.
- Système de formation de diffraction sur le plan focal image de l'objectif.
- Système de grandissement de l'image de l'objet (lentille intermédiaire, lentille de projection).
- Système d'observation (écran ou film).

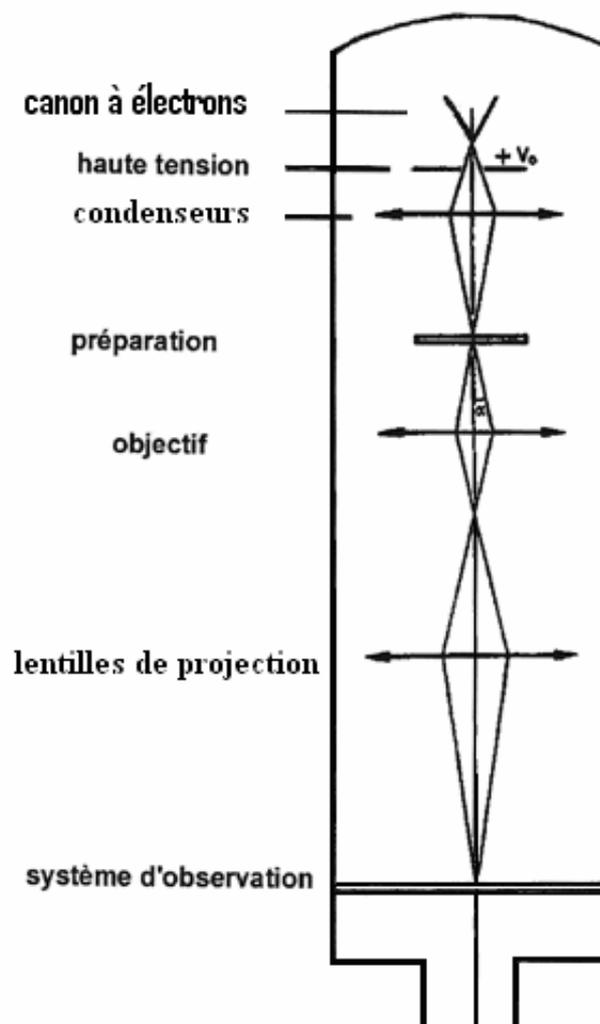


Fig. III.3 : Représentation schématique de la colonne optique du MET.

III.2.3.1 Préparation des lames minces

L'échantillon est placé au niveau de l'objectif. Il doit être mince, voire transparent aux électrons incidents pour rester dans les conditions de la théorie cinématique. L'épaisseur de la lame varie donc de quelques μm à une centaine d'Angströms selon la masse atomique du matériau et la tension d'accélération des électrons. Il existe plusieurs méthodes de préparation des lames minces; citons :

- Le polissage mécanique.
- L'attaque chimique.
- L'attaque électrolytique.
- Le bombardement ionique.
- La technique d'évaporation (film).

Pour nos échantillons, nous avons utilisé un polissage mécanique suivi d'un amincissement électrolytique. Les différentes étapes de préparation des échantillons sont les suivantes :

- *1er étape* : Dans les éprouvettes massives, on procède à un découpage de petits échantillons d'environ 2mm d'épaisseur à l'aide d'une micro-tronçonneuse à scie diamantée. Une réduction à des pastilles circulaires de 3 mm de diamètre par polissage mécanique des bords est effectuée.

- *2ème étape* : Un amincissement mécanique manuel des pastilles jusqu'à une épaisseur d'environ 0,05 mm par polissage des deux faces aux papiers abrasifs 800 et 1000, puis à la pâte diamantée 3 µm.

- *3ème étape* : Un amincissement électrolytique dans une cellule Struers Tenupol dans laquelle la lame subit un amincissement simultané des deux faces par un double jet d'électrolyte. La solution de l'amincissement et les conditions opératoires sont les suivantes :

- **Electrolyte :**

- 1/3 d'acide nitrique.

- 2/3 d'alcool méthylique.

- **Conditions opératoires :**

- température entre : -18°C et -23°C.

- tension : 8 à 12 Volts.

- vitesse du microjet : 1 à 2 sur l'échelle Struers.

- durée : n'excède pas 5 mn.

- nettoyage et conservation : acétone.

III.2.3.2 Principe de la technique de formation de l'image et de la diffraction en MET.

Un faisceau d'électrons sensiblement monocinétique et de vecteurs d'ondes parallèles (donc un faisceau monochromatique), interagit avec la matière dont est constitué

l'échantillon (la lame mince) qu'il traverse au niveau de l'objectif. A la sortie de la lame, les caractéristiques du faisceau d'électrons incidents sont modifiées par l'interaction électron-matière :

- L'intensité du faisceau émergent diminue par le phénomène d'absorption.
- Le faisceau électronique varie en direction: c'est le phénomène de diffraction des électrons.
- Le faisceau peut émerger sans variation de direction: c'est le phénomène de transmission des électrons.

Pour faciliter l'interprétation de la distribution des intensités électroniques du faisceau émergent, nous adoptons les hypothèses de la théorie cinématique :

- Le phénomène d'absorption est négligeable : l'onde associée à l'électron n'est pas affaiblie au cours de la traversée de la lame mince (l'échantillon).
- Le phénomène de diffraction est purement élastique: les électrons ne subissent pas de perte d'énergie.
- Il y a absence de diffraction secondaire ou multiple : les électrons diffractés ne sont pas rediffractés par la matière.

a) Formation des images

L'existence d'un diaphragme de contraste dans le plan focal de l'objectif (Fig. III.4) qui sélectionne les rayons transmis ou diffractés est nécessaire pour la formation des images avec des contrastes différents pour deux points voisins de la lame mince.

La première image de la lame mince se forme dans le plan image de Gauss de l'objectif puis elle est agrandie par un système de grandissement qui est principalement constitué des lentilles intermédiaire et de projection. Selon la position de ce diaphragme, il existe deux types d'images : image en champ clair et en champ sombre.

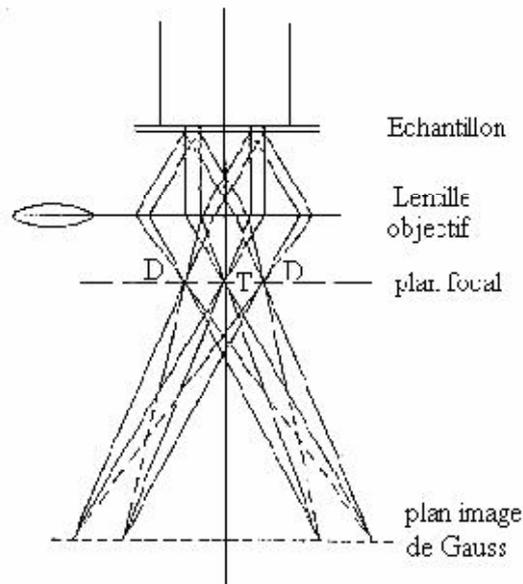


Fig. III.4 : Formation du diagramme de diffraction et de l'image en MET.

T : faisceau transmis, D : faisceau diffracté.

- **Image en champ clair.**

Le diaphragme de contraste qui est placé dans le plan focal image de l'objectif est centré sur la tache centrale transmise. L'image est donc formée avec le faisceau transmis (Fig. III.5). Sur la photo (le positif), les zones claires sont celles qui diffractent peu. Sur le film (le négatif), les zones sombres (fortement impressionnées) sont celles où l'intensité du faisceau transmis est élevée : ce sont les zones éclairées du positif.

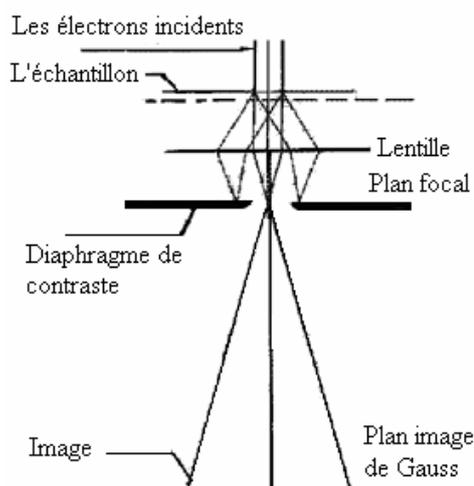


Fig. III.5 : Utilisation du diaphragme de contraste : image en champ clair.

- **Image en champ sombre**

Le diaphragme est centré sur un faisceau diffracté (hkl) (Fig. III.6); seuls les rayons qui correspondent à la réflexion sélective hkl contribuent à la formation de l'image. Le cristallite responsable de la diffraction apparaît clair sur fond sombre: c'est l'image dite en champ sombre. Pratiquement, au lieu de déplacer le diaphragme de contraste pour le placer autour de la tache diffractée, on incline le faisceau incident de 2θ pour amener la tache diffractée sur l'axe optique et minimiser ainsi les aberrations des lentilles électromagnétiques.

Dans notre étude, nous devons mettre en évidence plusieurs types de précipités δ' , S'/S, T_1 , etc. Pour bien mettre en évidence les précipités δ' , nous avons utilisé des champs sombres réalisés avec une tache de diffraction de la sur-structure de cette phase ordonnée et cohérente avec la matrice. Dans le cas des autres précipités, les champs sombres sont réalisés avec une tache (ou une traînée) diffractée provenant de ces phases (tache autre que celle de la matrice et que celle de la phase δ'). Dans chaque cas, on utilise les taches les plus rapprochées du centre (faisceau transmis).

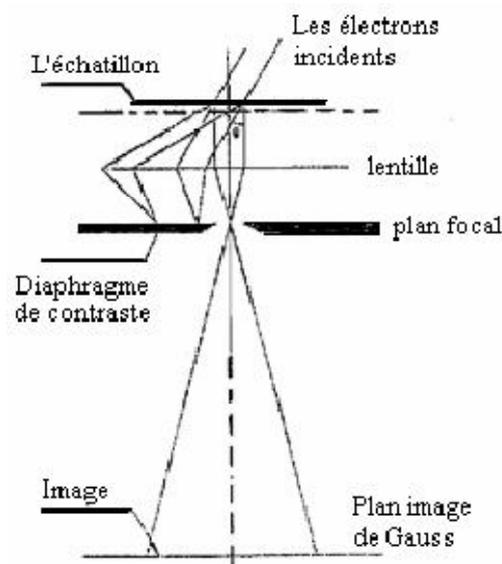


Fig. III.6 : Formation des images en champ sombre.

b) Formation du diagramme de diffraction

Le système de projection est mis au point sur le plan focal de l'objectif (Fig. III.7). Le diagramme de diffraction présente des taches pour les monocristaux ou des anneaux pour les polycristaux. Une zone de l'échantillon est sélectionnée par l'utilisation du diaphragme de sélection d'aire qui est placé dans le plan image de Gauss de l'objectif (Fig. III.7). Le rôle de ce diaphragme est d'arrêter tous les rayons qui n'appartiennent pas à la zone

sélectionnée. Il sert en particulier à réaliser de la microdiffraction sur un seul grain ou sur une seule phase sélectionnée.

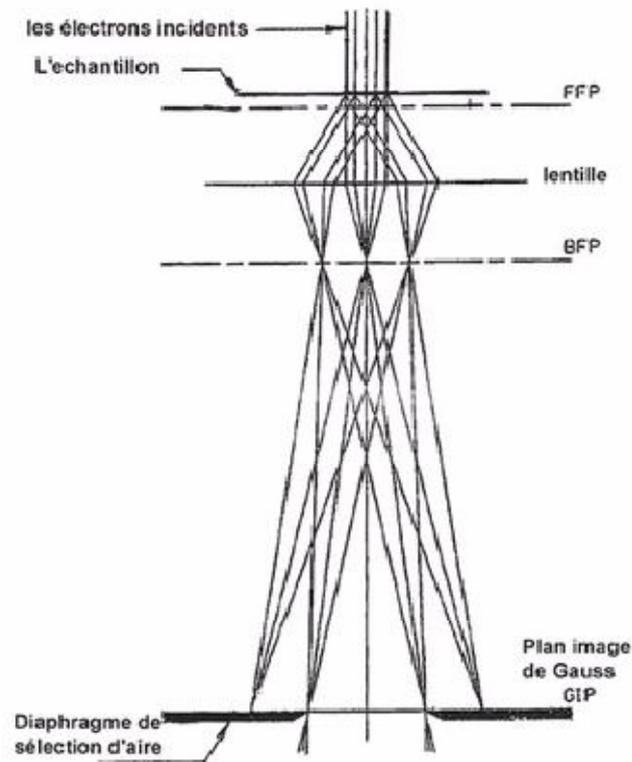


Fig. III.7 : Utilisation du diaphragme de sélection d'aire.

Pour l'obtention des diagrammes de diffraction, il faut que la loi de Bragg soit vérifiée: un ensemble de plans cristallographiques (hkl), de distances inter-réticulaires d_{hkl} , diffracte les rayons incidents si ces plans sont en position favorable (Fig. III.8).

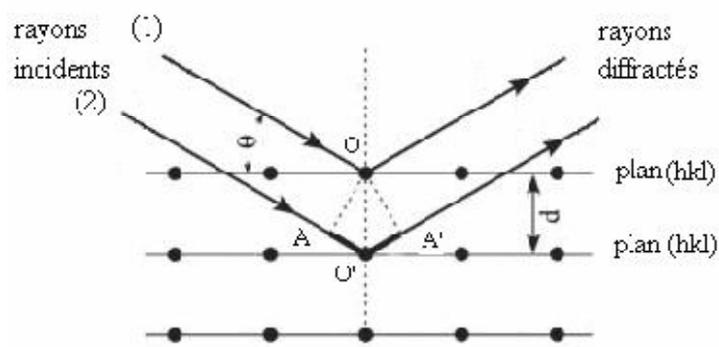


Fig. III.8 : Schéma représentatif des plans cristallographiques en position de diffraction.

Pour qu'il y ait diffraction, il faut que la différence de marche entre les rayons (1) et (2) soit égale à $n\lambda$: $AO' = n\lambda$. Donc : $n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$, c'est la loi de Bragg, où d_{hkl} est la distance entre plans (hkl) parallèles, θ : l'angle de diffraction, λ : la longueur d'onde des électrons incidents et n est un nombre entier.

La distance inter-réticulaire d_{hkl} est liée aux paramètres de la maille du réseau direct a , b et c . Pour les systèmes orthogonaux (cubique, tétragonal, orthorhombique...), elle s'écrit :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

La loi de Bragg devient $n\lambda = 2d_{hkl}\theta$ en diffraction électronique à cause des valeurs de λ qui sont très faibles par rapport à celles des rayons X. Cela signifie que les plans en position de Bragg doivent être presque parallèles à l'axe optique du microscope ou au faisceau incident (Fig. III.9) : on dit que les plans diffractants sont « presque debout ».

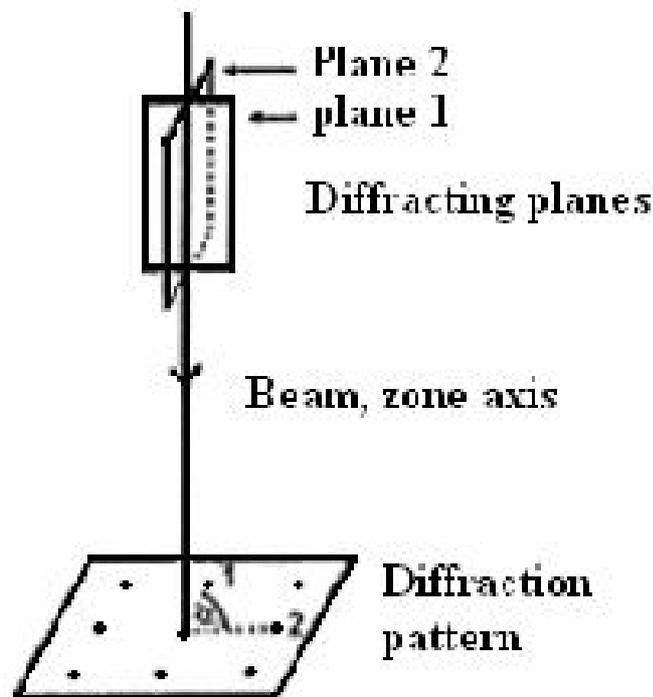


Fig. III.9 : Orientation des plans diffractants en MET.

III.2.4 Microdureté

La microdureté est une méthode complémentaire dans les études métallurgiques pour caractériser, dans une première approche, les propriétés mécaniques du matériau. La mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur sous l'action d'une charge appliquée. Les valeurs de la microdureté Vickers sont déterminées par la formule suivante :

$$H_v = 1854,4 \frac{P^2}{d_1 d_2}$$

où : **H_v** (Kg/mm²) : la microdureté Vickers.

P (g) : la charge appliquée.

d₁ et **d₂** (μm) : les longueurs moyennes des diagonales de l'empreinte.

Les mesures de la microdureté sont effectuées avec un microduromètre semi-automatique de type ZWICK à pénétration Vickers (Fig. III.10). Pour notre part, nous avons choisi une charge de 200g et, chaque valeur de microdureté est une moyenne de six mesures effectuées.

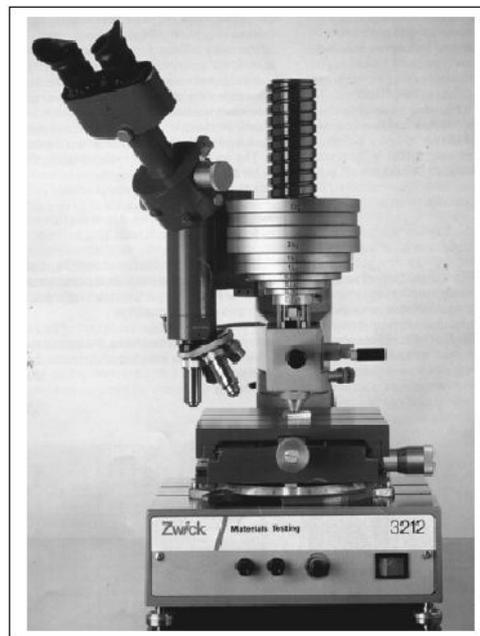


Fig. III.10 : Microduromètre de type ZWICK 3212.

CHAPITRE IV

Résultats de la caractérisation de la précipitation – Effet du temps et de la température de vieillissement

IV.1 Etude de l'état trempé

IV.1.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

IV.1.1.1 Effet de la vitesse de chauffage

D'une manière générale, dans les courbes de DSC, la formation d'un type de précipités est associée au pic exothermique qui correspond à un maximum de flux de chaleur et représente le chevauchement des deux phénomènes : la chute des forces motrices de la précipitation continue et l'augmentation de la diffusivité avec l'évolution de la température résultant en un taux maximal de précipitation. La dissolution (ou remise en solution des précipités) est associée à un pic endothermique.

Nous avons effectué des essais de DSC sur des échantillons durant des traitements de chauffage allant de la température ambiante jusqu'à 500°C avec des vitesses de chauffage égales à 2, 5, 10 et 15 °C/min. La figure (IV.1) représente les courbes de DSC enregistrées. Cette figure montre que le maximum des pics de formation (effet exothermique) ou des pics de dissolution (effet endothermique) se décale vers la droite lorsque la vitesse de chauffage augmente. Ce décalage s'explique comme suit : plus la vitesse de chauffage augmente, plus les effets exothermiques et endothermiques se décalent vers les hautes températures ; de plus, leurs aires deviennent plus importantes. En effet, ce décalage vers les hautes températures des pics exothermiques signifie que le phénomène de diffusion (phénomène activé thermiquement) des solutés devient plus important et par conséquent va mener à une précipitation plus importante, et donc une augmentation des aires des pics exothermiques associés à la précipitation. En ce qui concerne, les pics endothermiques, le phénomène de dissolution de chaque phase formée devient plus facile à haute température, ce qui mène également à l'augmentation des aires des pics endothermiques. Ce qui est en bon accord avec les interprétations de Jena *et al.* [73].

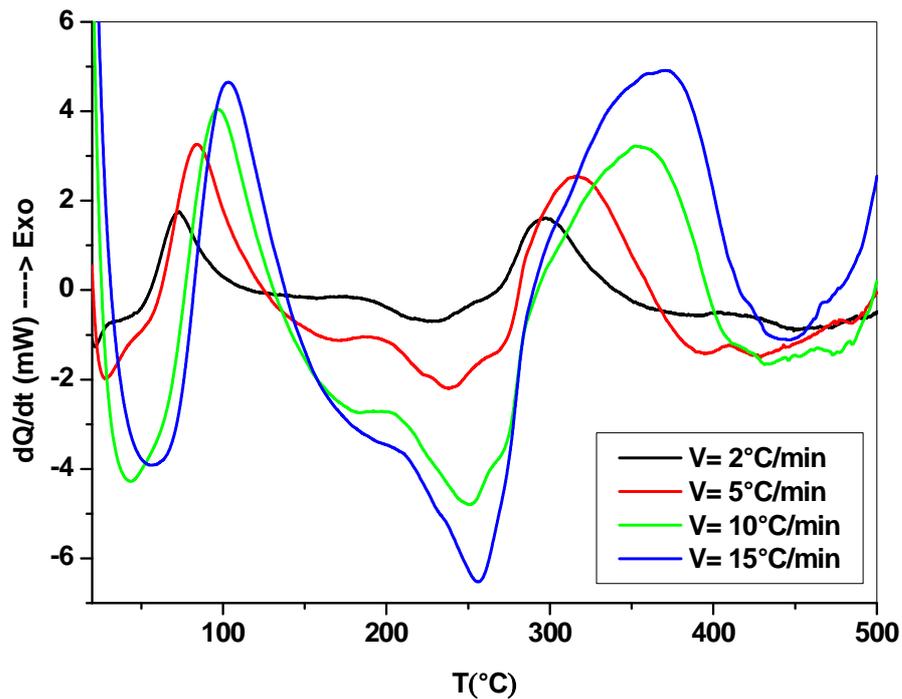


Fig. IV.1 : Courbes DSC des échantillons homogénéisés 1h à 500°C et trempés, enregistrées avec différentes vitesses de chauffage (2, 5, 10 et 15 °C/min)

IV.1.1.2 Séquence de précipitation

Les recherches concernant les séquences de précipitation dans les alliages Cu-Al-Mg sont abondantes. A cause du nombre des éléments d'alliage dans l'alliage quaternaire, Les interprétations des séquences de précipitation obtenues restent contradictoires dans la littérature. Nous allons essayer de fournir une description acceptable des phénomènes qui se produisent au cours du chauffage continu d'un échantillon préalablement trempé. La courbe de DSC obtenue sur cet alliage (Fig. IV.2), réalisée à la vitesse de balayage thermique de 10°C/mn, montre plusieurs pics exothermiques et endothermiques, nommés A, B, C, D et E.

L'effet exothermique A/B, dont le maximum est situé vers 100 °C, couvre un intervalle compris entre 70 et 200°C. Dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg, le premier pic exothermique apparaît dans l'intervalle 70-100°C et est attribué à la formation des zones GPB et/ou à la formation d'amas d'atomes de soluté. Dans les alliages binaires Al-Li, ce pic apparaît dans l'intervalle 170-200°C et est attribué à la précipitation de la phase δ' (Al₃Li).

Dans notre cas, pour l'alliage quaternaire Al-Li-Cu-Mg, cet effet exothermique est en fait le chevauchement de deux pics : le premier sera attribué à la formation des zones GPB précurseurs, de la phase Al_2CuMg , et le deuxième sera donc attribué à la formation de la phase δ' (Al_3Li). En conséquence, dans cette étude le premier pic est considéré comme un chevauchement de deux pics A et B attribués à la formation des zones GPB et à la précipitation de la phase δ' respectivement.

L'effet endothermique C (200-280°C) : dans le cas général, ce pic est attribué à la dissolution des zones GPB et de la phase δ' . Sur la figure IV.2, il semble être composé de trois pics dont deux sont endothermiques C1 et C3 et un pic exothermique C2.

***L'effet endothermique C1** (232,58°C) est attribué à la dissolution des précipités δ' ordonnée à courte distance et à la dissolution des précipités δ' de petites tailles [20].

***L'effet exothermique C2** (239,78°C) est attribué à la précipitation hétérogènes des phases S' et T_1 (surtout S') sur les dislocations et sur les défauts résultant de l'effet de trempe qui exige une faible énergie de formation [31], ce qui est confirmé par nos observations par MET (Voir figure V. 44e du chapitre suivant).

***Le pic endothermique C3** (250,69°C) : d'une part, selon les courbes de DSC concernant les alliages ternaires Al-Cu-Mg, le pic de dissolution des zones GPB est toujours situé juste avant le pic de précipitation de la phase S' ; d'autre part, dans les alliages binaire Al-Li et quaternaire AL-Li-Cu-Mg, ce pic est attribué à la dissolution des précipités δ' de grosses tailles et des précipités δ' entourant β' qui demande une énergie élevée pour leur dissolution. Par conséquent, le pic C3 est attribué ici à la dissolution des zones GPB, la dissolution de δ' de grosses tailles et des précipités δ' entourant β' , ce qui est en accord avec les interprétations données par Balmuth [31] et Ghosh *et al.* [151].

Le pic exothermique D (331,5°C) : selon les travaux précédents, ce pic est attribué à la formation des phases S'/S et δ [45,122,144], S'/S , δ et T_1 , [149], S'/S , δ , T_2 (I) [119,120]. La phase T_2 est observée avec des faibles quantités dans les alliages quaternaires [122].

Dans ce travail, nous considérons que ce pic D est surtout associé à la formation des phases S'/S et T_1 et que la phase S'/S est la plus dominante. La phase δ est en très petite quantité. Ce qui confirme l'observation réalisée par la microscopie électronique en transmission (voir le dernier chapitre).

Le pic endothermique E (428,2°C) ne peut correspondre qu'à la dissolution des phases précipitées précédemment S'/S , T_1 (et δ à la fin du pic).

Remarque : Le pic exothermique à 452,34°C correspondrait essentiellement à la précipitation intergranulaire T_2 et le pic endothermique qui vient juste après à 491°C serait attribué à la dissolution de cette dernière.

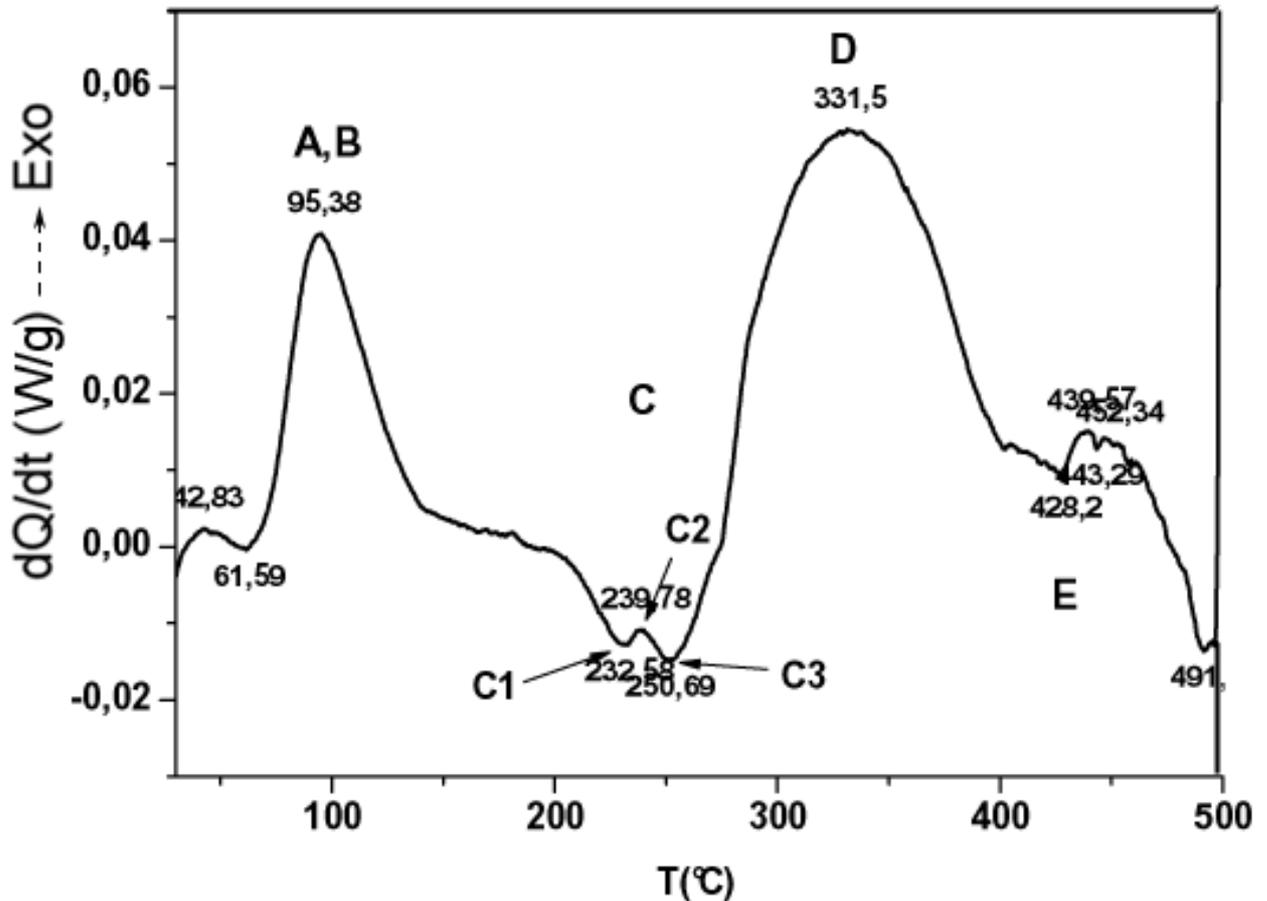


Fig. IV.2 : Courbe de DSC ($v_{\text{balayage}}=10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$) de l'alliage 8090 d'un échantillon homogénéisé 1 h à 500°C et trempé à l'eau.

IV.1.1.3 Cinétiques de précipitation

La détermination des paramètres cinétiques qui sont l'énergie d'activation et l'exposant de la réaction, s'appuie sur différentes méthodes expérimentales (voir annexe A1). Le calcul de ces paramètres exige une relation linéaire impliquant la température du maximum du pic (exothermique pour le calcul de l'énergie de formation des phases et endothermique pour le calcul de l'énergie de dissolution des phases), la vitesse de chauffage et la fraction de phase transformée. Pour cela, nous avons utilisé l'analyse calorimétrique différentielle avec des balayages en température effectués à différentes vitesses de chauffage (2, 5, 10 et 15 °C/min). Les thermogrammes globaux sont montrés sur la figure (IV.1).

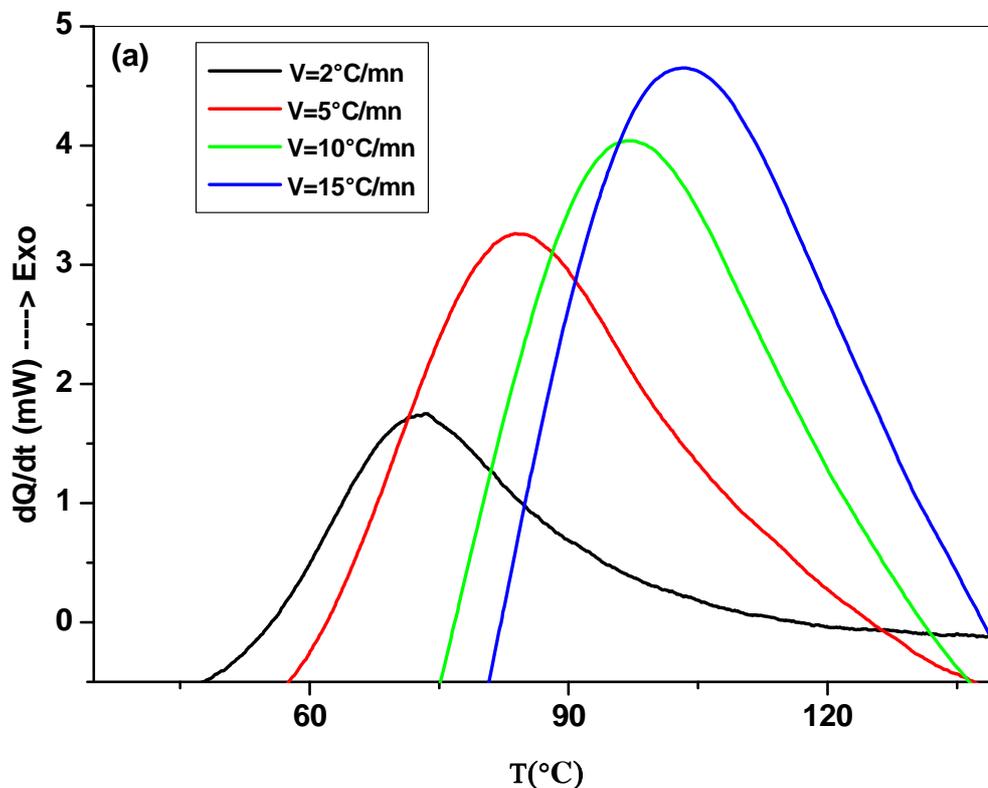
IV.1.1.3.1 Calcul de l'énergie d'activation

Dans ce travail, nous allons calculer les paramètres cinétiques de formation (pic A/B) et de dissolution (pic C) des zones GPB et δ' et les paramètres de précipitation des phases S'/S et T_1 (pic D). La figure (IV.3) montre les différents effets thermiques pris séparément : la formation des zones GPB et δ' , leur dissolution et la précipitation des S'/S et T_1 . Nous avons utilisé deux méthodes différentes pour calculer l'énergie d'activation pour ces trois cas.

Les expressions linéaires qui relient la vitesse de chauffage (V) à la température du maximum des pics (T_p) pour les méthodes d'Ozawa [176] et de Kissinger [177, 178] sont les suivantes :

$$\ln V = -1.0518 \frac{E_{act}}{RT_p} + C \quad [176]$$

$$\ln \frac{V}{T_p^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_{act}}{RT_p} + C \quad [177, 178]$$



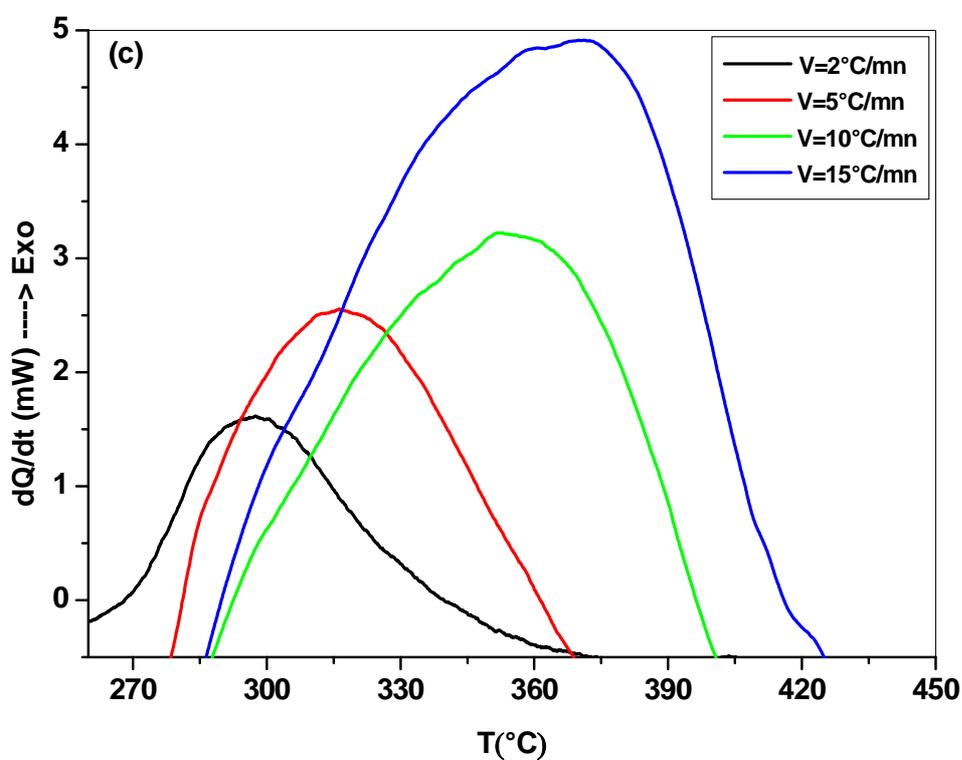
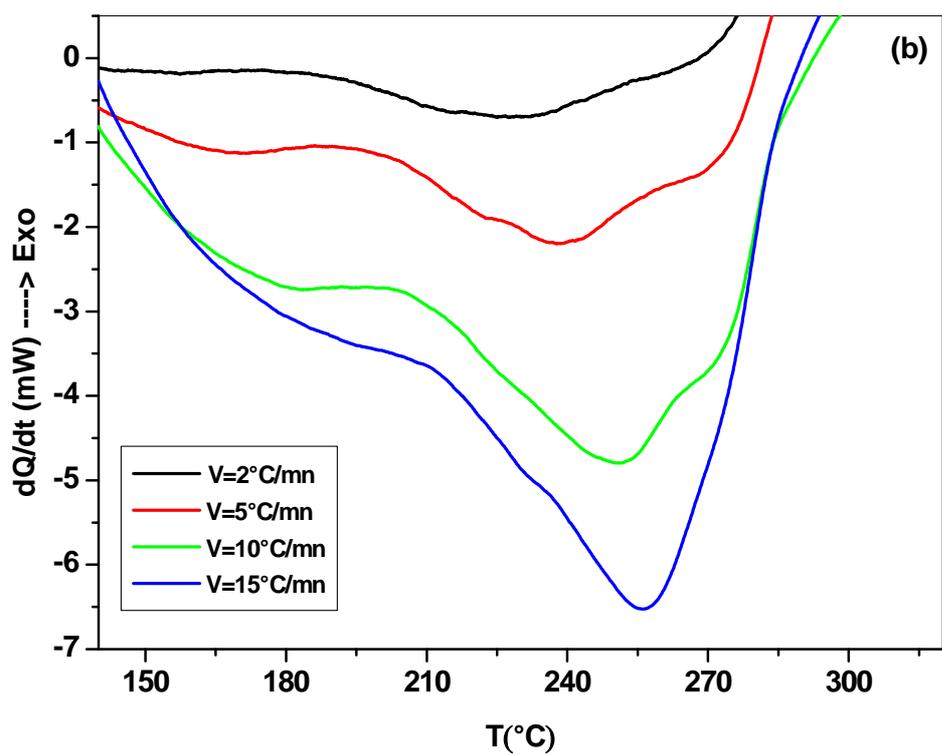


Fig. IV.3 : Pics les différentes réactions : a) formation des zones GPB et δ' , b) dissolution des zones GPB et δ' et c) précipitation de S'/S et T_1 .

A partir de ces courbes, nous pouvons calculer l'énergie d'activation des phases correspondant aux différentes réactions par les relations d'Ozawa [176] et de Kissinger [177, 178]. Les calculs des paramètres nécessaires pour l'évaluation de cette énergie sont présentés dans le tableau IV.1 :

Tab. IV.1 : Calculs des différents paramètres nécessaires pour l'évaluation de l'énergie d'activation.

Processus	V (K/min)	ln (V)	Tp (K)	$10^3 / T_p$ (K^{-1})	ln (V/Tp ^{1,92})
formation des zones GPB et δ'	2	0,963	344,70	2,901	-10,524
	5	1,609	356,50	2,805	-9,673
	10	2,302	368,45	2,714	-9,043
	15	2,708	375,23	2,665	-8,672
dissolution des zones GPB et δ'	2	0,963	503,27	1,987	-11,251
	5	1,609	510,72	1,958	-10,363
	10	2,302	524,93	1,905	-9,722
	15	2,708	529,38	1,889	-9,333
précipitation de S/S et T ₁	2	0,963	570,12	1,754	-11,49
	5	1,609	587,88	1,701	-10,633
	10	2,302	624,21	1,602	-10,055
	15	2,708	630,91	1,585	-9,67

A partir de ces résultats, nous pouvons donc tracer les courbes $\ln(V) = f(10^3/T_p)$ et $\ln(V/T_p^{1,92}) = f(10^3/T_p)$ pour le calcul de l'énergie d'activation par la méthode d'Ozawa et Kissinger [176,177,178] respectivement (Fig. IV.4 à 6).

Nous pouvons donc résumer toutes les valeurs des énergies d'activation obtenues par les deux méthodes isoconversionnelles dans le tableau IV.2 :

Tab. IV.2 : Valeurs des énergies d'activation des différentes phases.

Méthode	Energie d'activation ($E_a \pm \Delta E_a$ (KJ/mol))		
	Formation des zones GPB et précipitation de δ'	Dissolution des zones GPB et δ'	Précipitation de S/S et T ₁
Ozawa	66,885 ± 2,456	150,254 ± 19,788	84,780 ± 12,163
Kissinger	64,516 ± 2,610	149,610 ± 20,796	79,457 ± 12,809

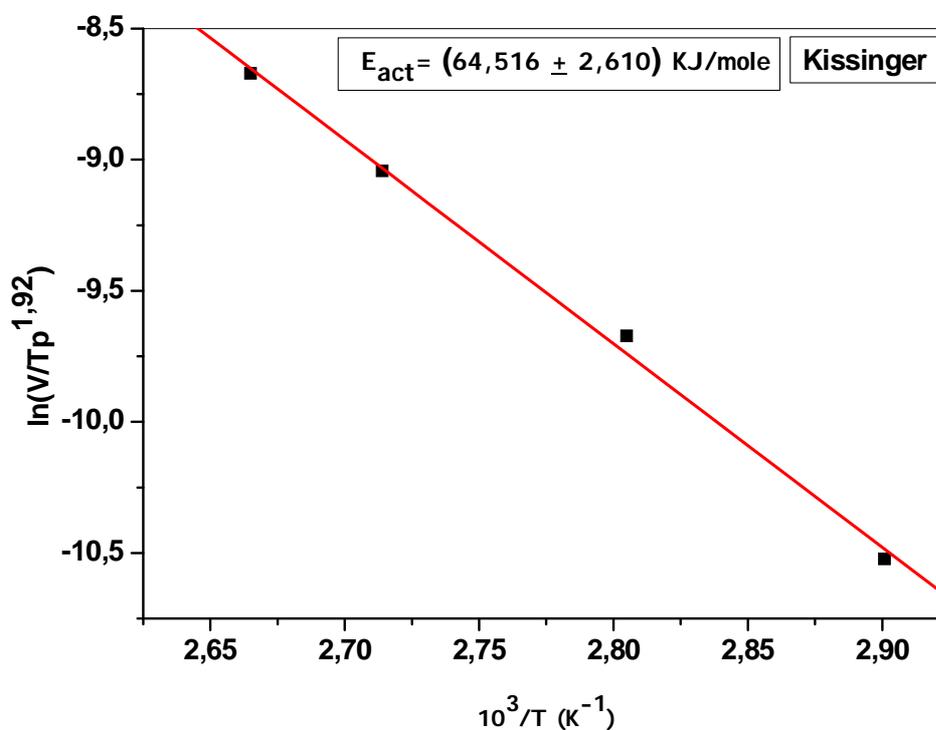
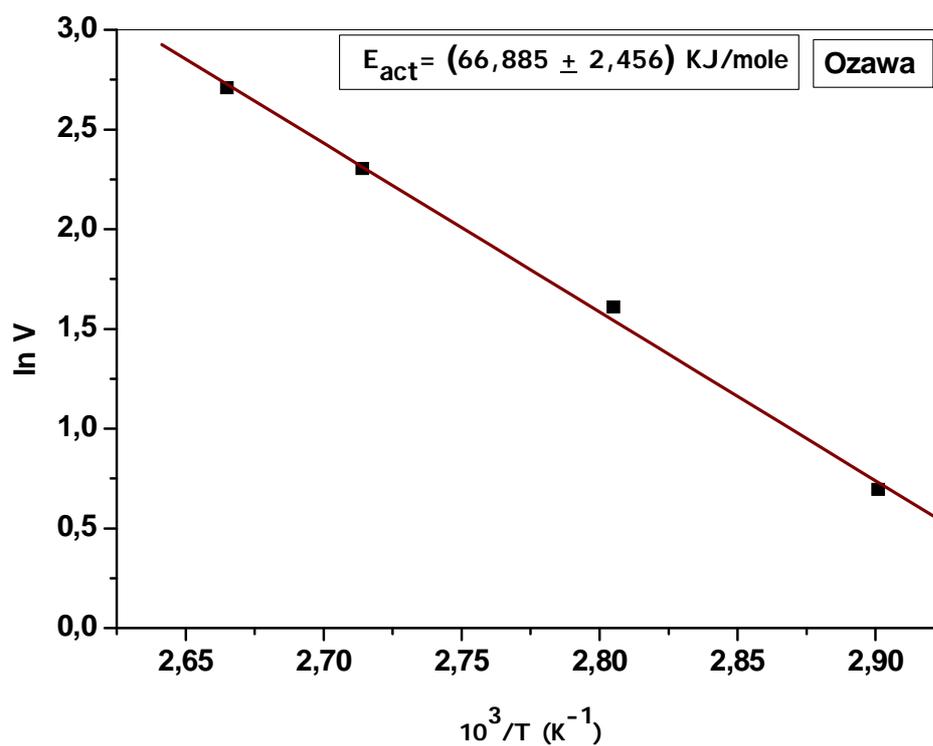


Fig. IV.4 : Détermination de l'énergie d'activation pour la formation des zones GPB et δ' par les méthodes d'Ozawa et de Kissinger [176,177,178].

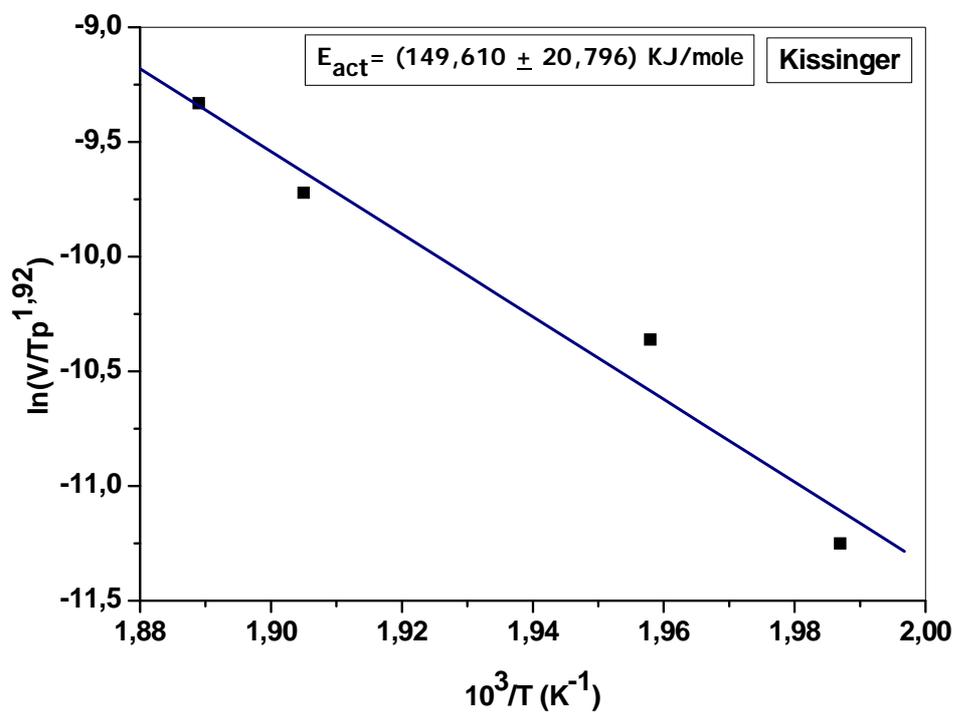
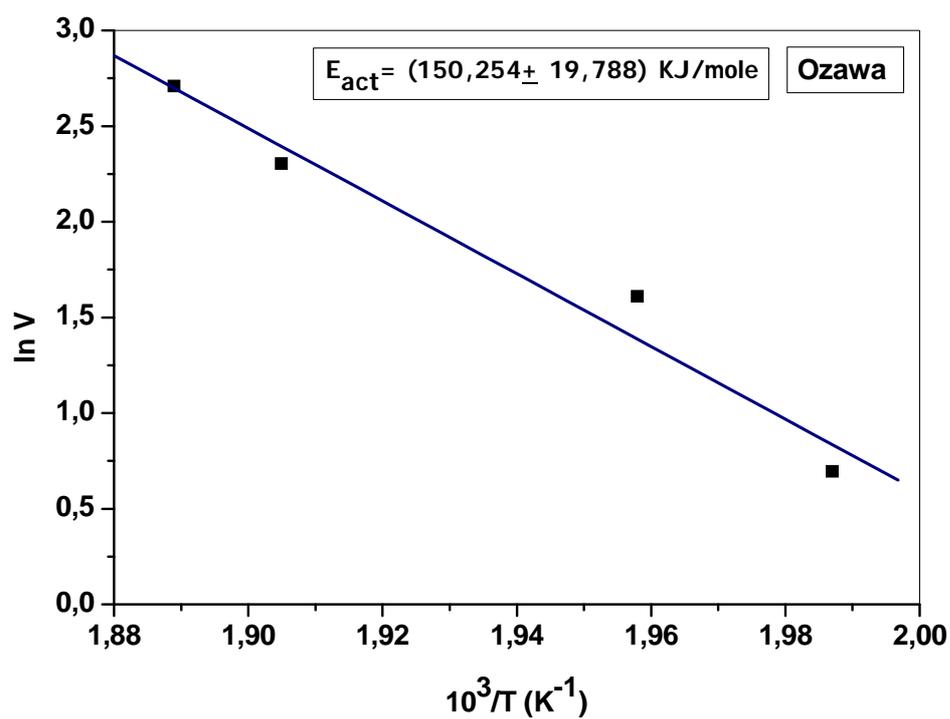


Fig. IV.5 : Détermination de l'énergie d'activation de dissolution des zones GPB et δ' par les méthodes d'Ozawa et de Kissinger [176, 177, 178].

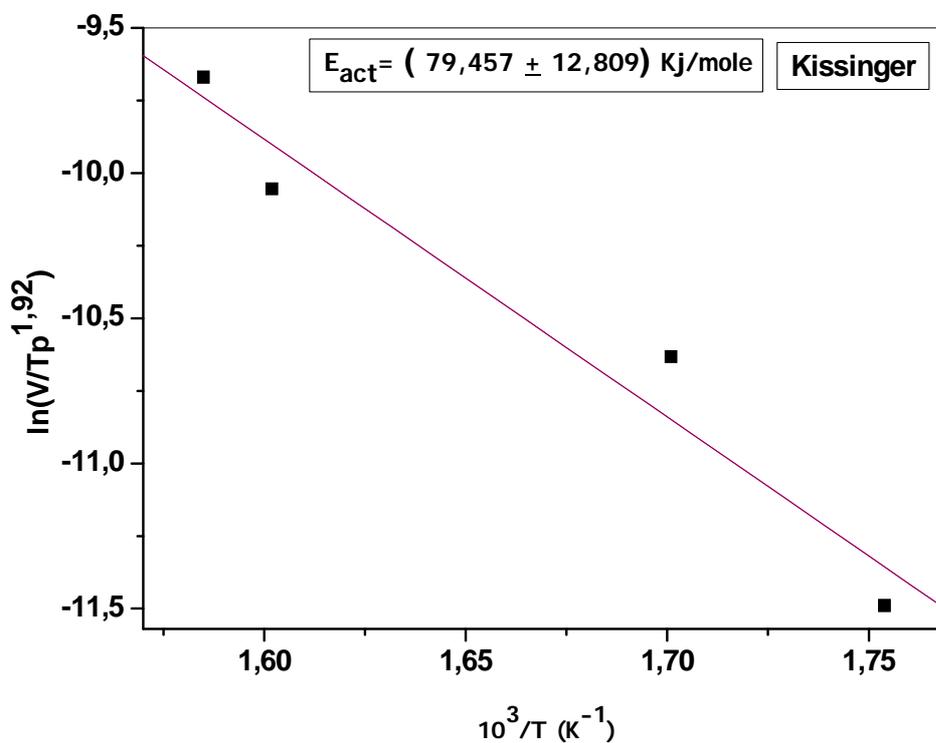
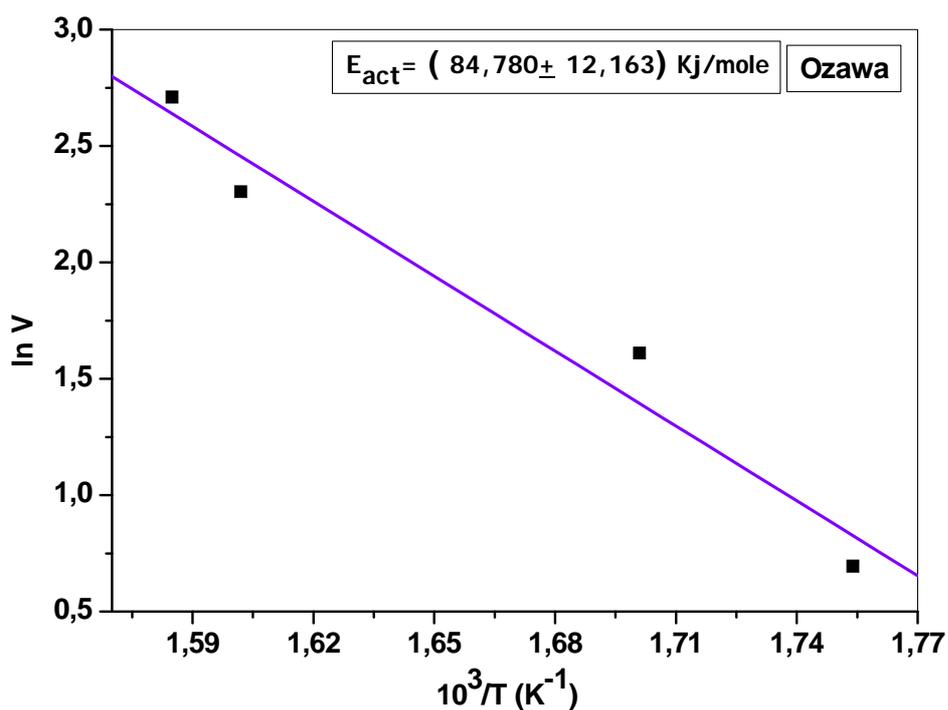


Fig. IV.6 : Détermination de l'énergie d'activation pour la précipitation de la phase S'/S, T_1 et δ par les méthodes d'Ozawa et de Kissinger [176, 177, 178].

Selon les résultats présentés dans le tableau IV.2, nous pouvons dire que le calcul des énergies d'activation par les deux méthodes donne des résultats relativement du même ordre de grandeur pour chaque phénomène.

Dans des études précédentes, l'énergie d'activation de formation des zones GPB et δ' a été estimée à $(61,00 \pm 2,2 \text{ KJ/mol})$ par Luo *et al.* [122] et à $(68,42 \pm 5,7 \text{ KJ/mol})$ par Ghosh *et al.* [142] dans des alliages type 8090. Dans les alliages Al-Cu-Mg, l'énergie d'activation de formation des zones GPB a été estimée à $55,6 \text{ KJ/mol}$ par Jena *et al.* [73], à 65 KJ/mol par Horiuchi [78], et à 67 KJ/mol par Charai [61]. D'autre part, dans les alliages binaires, l'énergie d'activation de précipitation de la phase δ' a été évaluée à $99,1 \pm 1,5 \text{ KJ/mol}$ par Balmuth [31] et à $82,2 \pm 0,4 \text{ KJ/mol}$ par Luo *et al.* [122]. Nous pouvons remarquer que l'énergie d'activation que nous avons obtenue pour le premier pic exothermique par les méthodes d'Ozawa et Kissinger [176,177,178] est égale à la moyenne des énergies d'activation de formation des zones GPB et de précipitation de la phase δ' dans les alliages ternaires et binaires, et que ces résultats sont proches de celles de Luo *et al.* [122] et Ghosh *et al.* [142].

Concernant la dissolution de ces deux phases, l'énergie d'activation a été évaluée à $128,50 \pm 3,5 \text{ KJ/mol}$ par Luo *et al.* [122] et à $143,58 \pm 9,31 \text{ KJ/mol}$ par Ghosh *et al.* [142]. Dans les alliages Al-Li, l'énergie de dissolution de δ' seule est égale à $131,5 \text{ KJ/mol}$ [31]. Pour les alliages Al-Cu-Mg, l'énergie de dissolution des zones GPB est égale à $123,9 \text{ KJ/mol}$ [73].

Dans le cas de notre alliage, ce pic de dissolution correspond aux deux phases GPB et δ' . Il nous permet donc de calculer l'énergie de dissolution de ces deux phases. Le calcul obtenu par les deux méthodes considérées donne une valeur assez proche de celle de Ghosh *et al.* [142].

L'énergie d'activation de formation de la phase S'/S et T_1 , dans les alliages 8090, est estimée à $104,4 \pm 2,0 \text{ KJ/mol}$ par Luo *et al.* [122], et à $87,78 \pm 4,5 \text{ KJ/mol}$ par Ghosh *et al.* [142]. Dans les alliages Al-Cu-Mg, cette énergie (qui correspond à la formation de S'/S seule) est estimée à $129,9 \text{ KJ/mol}$ par Jena *et al.* [73], $134 \pm 5 \text{ KJ/mol}$ par Charai *et al.* [61] et $129,49 \text{ KJ/mol}$ par Li *et al.* [80]. Dans les alliages Al-Li-Cu, l'énergie d'activation de formation de la phase T_1 est de l'ordre de $122,1 \text{ KJ/mol}$ par Ahmadi *et al.* [103].

Nous remarquons que nos résultats sont proches de ceux de Ghosh *et al.* [142] (travaux portant sur le 8090) et différents de ceux des auteurs ayant travaillé sur des alliages

ternaires. Ce qui prouve bien que le pic D que nous avons considéré correspond essentiellement à la précipitation simultanée de S'/S et T₁ (avec probablement peu de δ).

IV.1.1.3.2 Calcul de l'exposant n de réaction

Pour le calcul de l'exposant n de réaction, on utilise la relation qui relie la fraction transformée α à la vitesse de chauffage V :

$$\ln(\ln(1 - \alpha)^{-1}) = -n \cdot \ln(V) + \text{Const}$$

A partir des courbes de DSC, nous avons calculé $\ln(1 - \alpha)^{-1}$ et nous pouvons donc tracer la courbe $\ln(\ln(1 - \alpha)^{-1}) = f(\ln(V))$ et calculer la valeur de l'exposant n qui représente la valeur de la pente de cette courbe (Fig. IV.7). Les valeurs sont indiquées dans le tableau (IV.3).

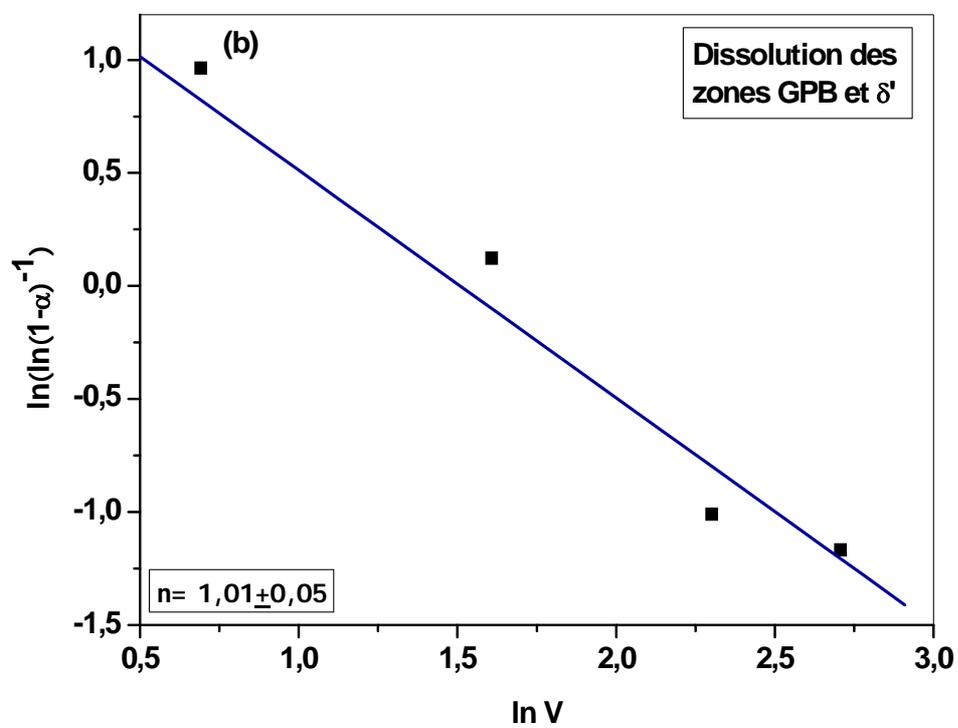
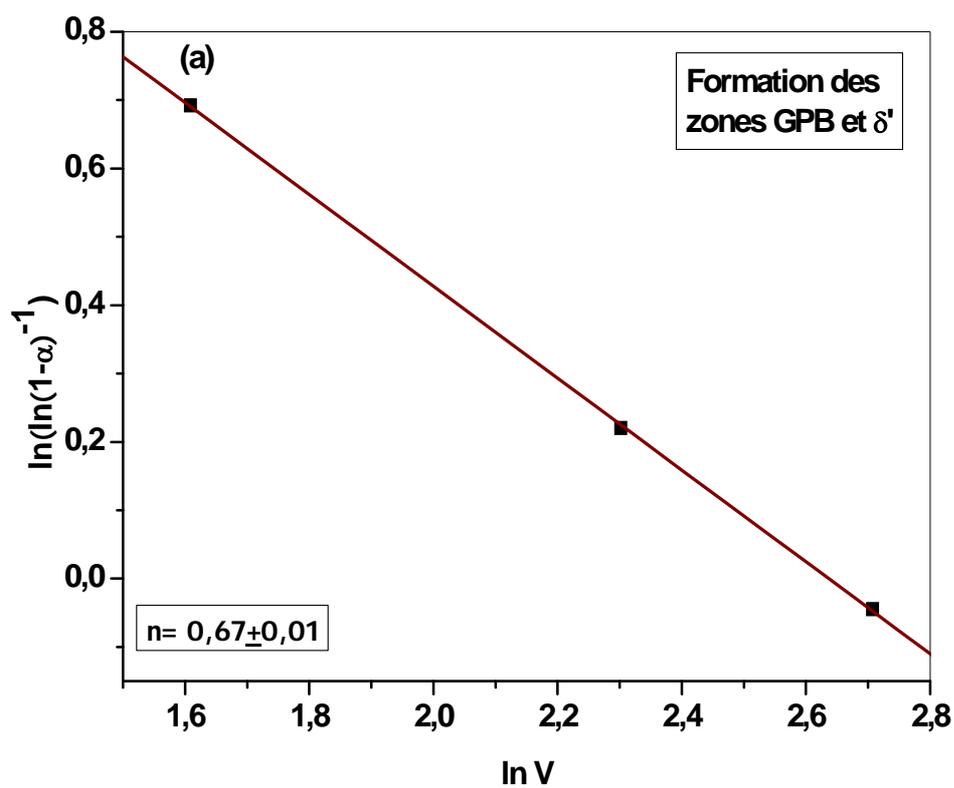
La valeur de l'exposant n est estimée à $1,00 \pm 0,12$ par Luo *et al.* [122] et à 1,21 par Boukus *et al.* [144] pour la réaction de formation des zones GPB et δ'. Pour la dissolution de ces phases, n est de l'ordre de $1,10 \pm 0,14$ et pour la formation de la phase S'/S, l'exposant n est de l'ordre de $1,28 \pm 0,02$ [122].

Dans notre travail, la valeur de l'exposant n obtenue pour la formation des zones GPB et δ' est égale à $0,67 \pm 0,10$ qui est un peu différente de celles de Luo *et al.* [122] et Boukus *et al.* [144]. Cette valeur montre que la croissance est contrôlée par la diffusion à courte distance des atomes de magnésium, de cuivre et de lithium dans la matrice d'aluminium. Pour la précipitation des phases (S'/S et T₁), $n = 1,27 \pm 0,68$; la valeur de n trouvée est proche de 1,5, ce qui indique que le mécanisme de précipitation se produit partout à travers l'alliage (précipitation homogène dans les grains). En outre, cette valeur de n suggère que ce type de précipitation croît sur les germes pré-existants [179].

D'après ces résultats, nous pouvons signaler que les valeurs des énergies d'activation et de l'exposant n correspondant aux précipitations et dissolution des différentes phases semblent en accord acceptable avec les valeurs rapportées dans la littérature.

Tab. IV.3 : Valeurs de l'exposant n des différentes phases.

Pic	Formation des zones GPB et précipitation de δ'	Dissolution des zones GPB et δ'	Précipitation de S'/S et T ₁
Valeur de l'exposant n	0,67 ± 0,01	1,01 ± 0,05	1,27 ± 0,68



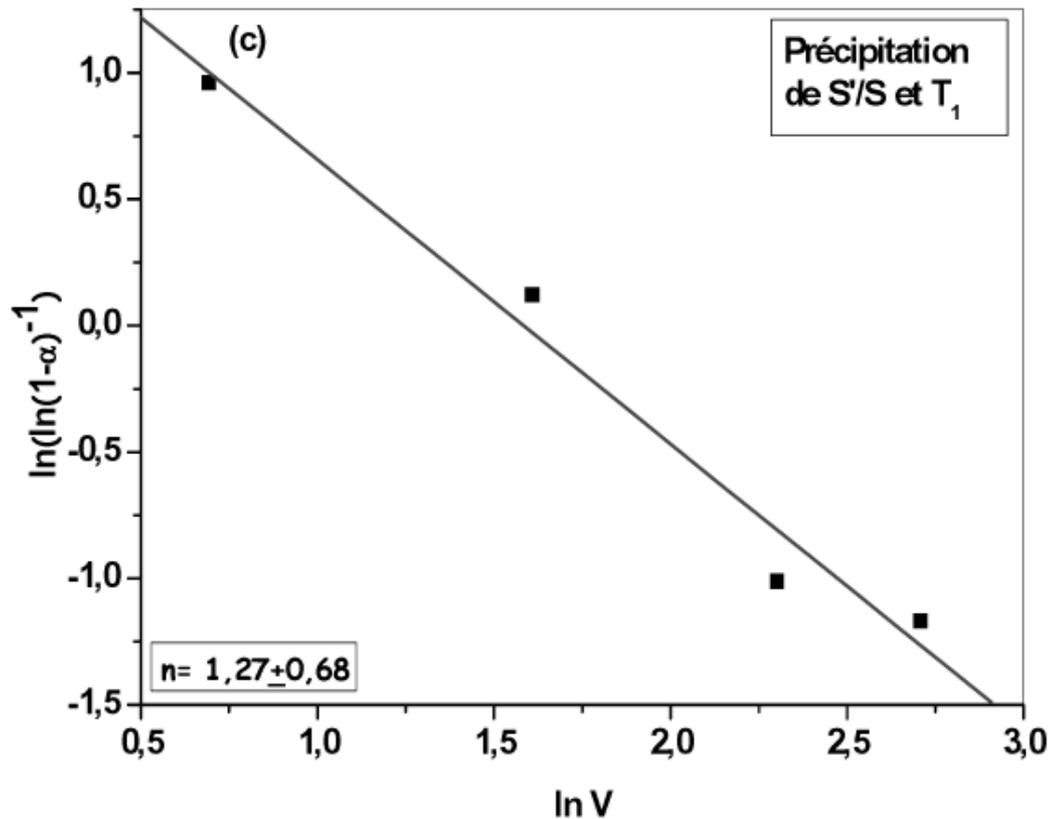


Fig. IV.7 : Détermination de l'exposant n de : a) formation des zones GPB et la précipitation de la phase δ' , b) dissolution des zones GPB et δ' et c) précipitation des phases S'/S et T_1 .

IV.1.2 Analyse par diffraction des rayons X

IV.1. 2.1 Texture du matériau

L'alliage étudié est un alliage texturé, ce qui entraîne des spectres de rayons X différents pour chaque face du lingot (larget parallélépipédique laminé). En effet, nous avons observé des pics présents sur une face qui peuvent, sur une autre face, diminuer d'intensité ou disparaître complètement. La figure IV.8 montre un schéma représentatif des faces du matériau où : DL est la direction de laminage, DN la direction normale à la direction de laminage et DT la direction transversale.

Nous allons réaliser des spectres de diffraction des rayons X sur la face DN/DT de l'alliage 8090 homogénéisé et trempé à l'eau. La figure IV.9 montre les spectres dans le domaine des angles 35° à 85° . Quatre pics (111), (200), (311) et (222) apparaissent aux angles $38,35^\circ$; $44,59^\circ$; $78,26^\circ$ et $82,48^\circ$ respectivement. Nous remarquons qu'au début, les pics (111) et (222) ont une intensité élevée et disparaissent presque complètement sur les

derniers spectres. Par contre, l'intensité des autres pics augmentent jusqu'au dernier spectre. Ce qui est visible sur la partie agrandie du pic (200) situé à environ 45°.

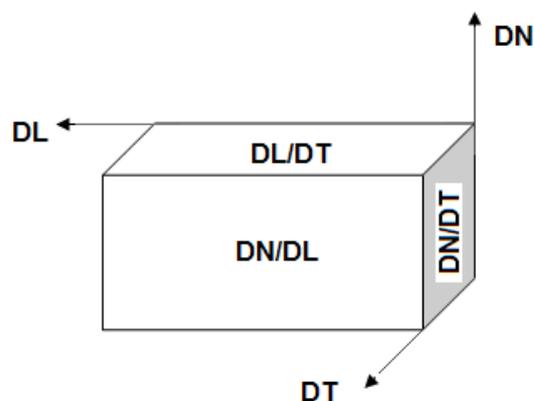


Fig. IV.8 : Schéma représentatif des trois faces du matériau.

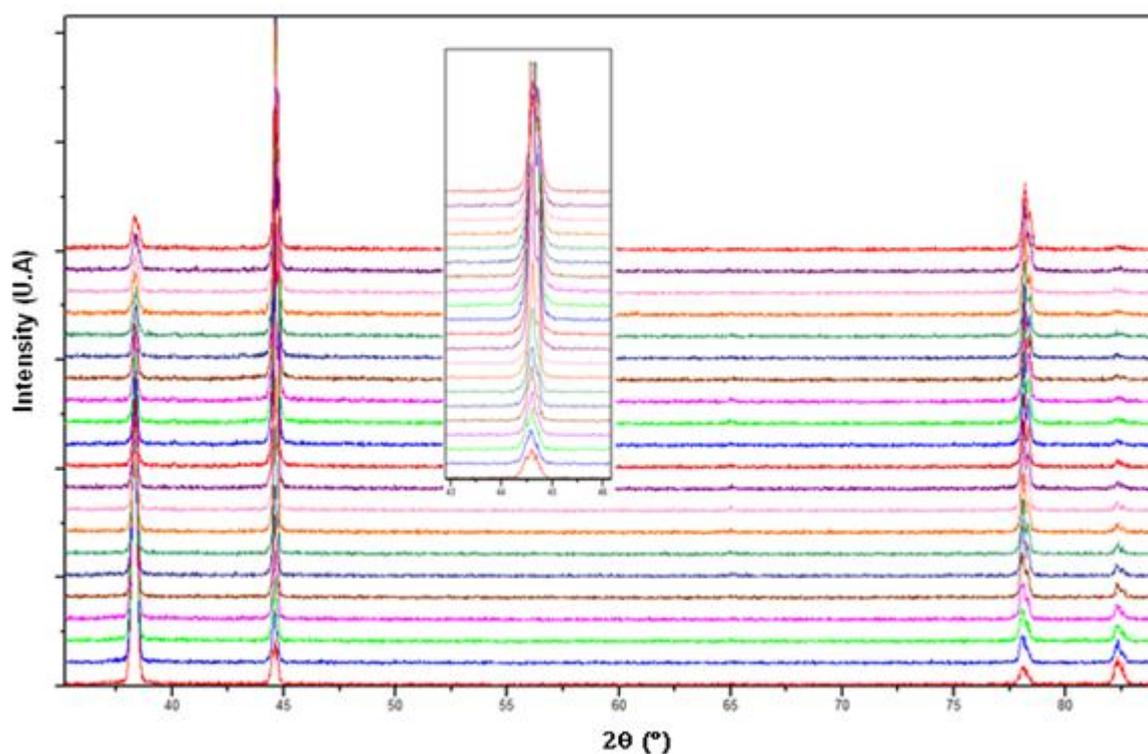


Fig. IV.9 : Texture, état de trempe face DN/DT.

IV.1.2.2 Diffraction sur les trois faces du matériau

La figure (IV.10) montre les spectres de diffraction des rayons X réalisés sur les trois faces de l'échantillon massif. Les plans qui diffractent sur la face DN/DT sont : (111) (200) (311) (222) (400) aux angles 38,53°; 44,79°; 78,31°; 82,48° et 99,22°. Les plans qui diffractent

sur la face DL/DT sont : (111) (200) (220) (311) (331) (420) aux angles $38,53^\circ$; $44,79^\circ$; $65,09^\circ$; $78,31^\circ$; $112,26^\circ$ et $116,75^\circ$. Enfin, les plans qui diffractent sur la face DN/DL sont : (111) (200) (220) (311) (222) (400) (331) aux angles $38,53^\circ$; $44,79^\circ$; $65,09^\circ$; $78,31^\circ$; $82,48^\circ$; $99,22^\circ$ et $112,26^\circ$ respectivement. Nous remarquons que la face DN/DL donne le plus grand nombre des pics de diffraction et par conséquent, nous choisirons cette face pour réaliser tous les autres spectres.

Notons que sur la face DL/DT les intensités des pics sont très réduites.

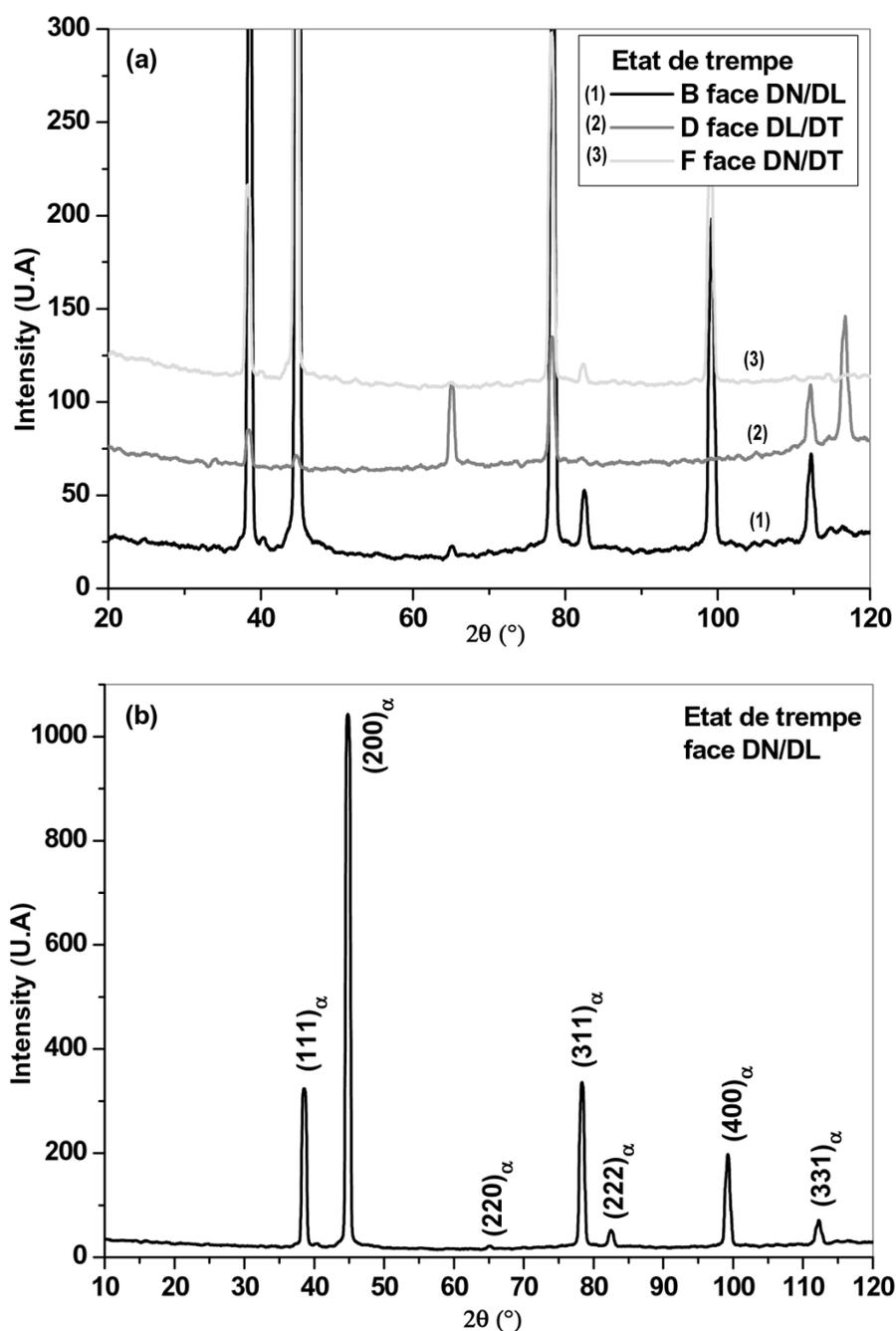


Fig. IV.10 : Spectre de diffraction des rayons X pour un échantillon homogénéisé et trempé : (a) superposition des spectres des trois faces, (b) Spectre sur la face DN/DL indexée.

IV.2 Influence du temps et de la température de vieillissement sur la précipitation des différentes phases

En plus de la description de la précipitation des différentes phases (GPB, δ' , S'/S, T_1 , δ et T_2) en fonction des traitements de vieillissement aux températures 160°C, 190°C et 210°C, nous nous intéresserons particulièrement à la détermination du temps "seuil" du début de formation des phases S'/S et T_1 , en les considérant majoritaires dans l'apparition du pic exothermique caractérisant la précipitation (S'/S, T_1 et δ).

Pour cela, nous utiliserons différentes techniques expérimentales à savoir : la DSC, la diffraction des rayons X et l'évolution des valeurs de microdureté.

IV.2.1 Cas du vieillissement à 160°C

IV.2.1.1 L'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les thermogrammes de DSC obtenus au cours du chauffage des échantillons vieillis 15 mn, 30 mn, 1 h, 1 h 30 mn, 2 h 30 mn, 3 h, 3 h 45 mn, 4 h, 6 h, 12 h et 96 h à 160°C sont montrés sur les figures IV.11 et IV.12. Comparativement à la courbe de DSC de l'état trempé, les courbes des états vieillis nous ont permis de dégager les remarques suivantes :

1/ L'allure des courbes des états vieillis est similaire à celle de l'état trempé avec une diminution des aires de certains pics, voire leur disparition.

2/ Après 15 min de vieillissement, le pic B, qui est attribué à la formation de la phase δ' , apparaît clairement, alors que le pic A, due à la formation des zones GPB, disparaît complètement. Ce qui indique que les zones GPB sont complètement formées lors du vieillissement précédant l'essai et c'est ce qui confirme que le pic (GPB, δ') de l'état de trempé – pic A/B - est bien composé de ces deux effets.

3/ Après 30 min de vieillissement, nous remarquons la disparition complète des pics A et B indiquant que la formation des zones GPB et la précipitation de la phase δ' ont eu lieu pendant le vieillissement artificiel préalable.

4/ L'aire du pic C de dissolution des zones GPB et de la phase δ' augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement alors que le pic de leur formation disparaît

complètement. Cela indique également qu'une grande quantité de ces phases a été formée avant l'essai de DSC, pendant le vieillissement.

Les fluctuations dans le pic de dissolution C (C1, C2 et C3) (montrées sur la courbe de l'état de trempe) apparaissent toujours clairement sur les courbes de DSC jusqu'à 3 h 45 mn de vieillissement où elles disparaissent.

La précipitation hétérogène de S' (et T₁) sur les dislocations provenant de la trempe de l'échantillon pendant son homogénéisation, nécessite moins d'énergie d'activation et se fait donc prématurément à plus basse température c'est-à-dire à la température du pic C2. C'est ce qui entraîne la fluctuation dans cette zone de dissolution des (GPB + δ').

Le pic C3 est généralement attribué à la dissolution des précipités δ' de grandes tailles et à celles qui précipitent sur les particules β'.

La disparition des fluctuations à partir de 3 h 45 mn peut s'expliquer comme suit : le traitement de vieillissement à 160°C pendant 3 h 45 mn, avant l'essai DSC, est suffisant pour que la précipitation hétérogène de ces phases s'effectue totalement sur les dislocations et l'absence du petit pic C2 (relatif à ce phénomène) entraîne la disparition des fluctuations [142].

5/ Rappelons que le pic (D) est en fait le chevauchement de trois pics de précipitation des phases S'/S, T₁ (et δ). Nous remarquons que pour l'état trempé et les états trempés et vieillis 15 mn et 30 mn (à 160°C), ce pic D s'étale relativement sur un vaste domaine de température (280°C à 420°C). La largeur de ce pic est réduite à partir des vieillissements supérieurs à 30 mn.

En fait, l'élargissement du pic pour les états (trempé et trempés et vieillis jusqu'à 30 mn) provient de la présence du pic de précipitation de la phase δ qui est situé dans le domaine de températures (350°C - 420°C). En effet, il semblerait d'après la littérature, que le pic exothermique relatif à la précipitation de la phase δ dans les alliages binaires Al-Li, se trouve à 335°C selon Noble et Trowsdale [17] et à 420°C selon Papazian *et al.* [21].

Par conséquent, la faible largeur du pic D pour les traitements de vieillissement pendant des durées supérieures à 30 mn, serait due à l'absence de la contribution de la formation de δ pendant le balayage calorimétrique. Cette phase se serait formée pendant le vieillissement suffisamment long (1 h et plus) à 160°C, effectué avant l'essai de DSC.

D'autre part, nous remarquons que la hauteur et l'aire de ce pic (D) diminuent à partir de 2h 30 mn de vieillissement. Cette réduction du pic s'explique par le fait que pour des vieillissements à 160°C pendant 2h 30 mn et plus, les phases S'/S et T₁ avec majoritairement S'/S, se forment

progressivement durant le vieillissement préalable à l'essai de DSC.

Pour un vieillissement de 96 h à 160°C, ce pic (D) disparaît complètement car la précipitation des phases correspondantes se fait totalement avant l'essai de DSC.

6/ Enfin, le pic (E) est associé à la dissolution de toutes les phases formées au cours du pic (D).

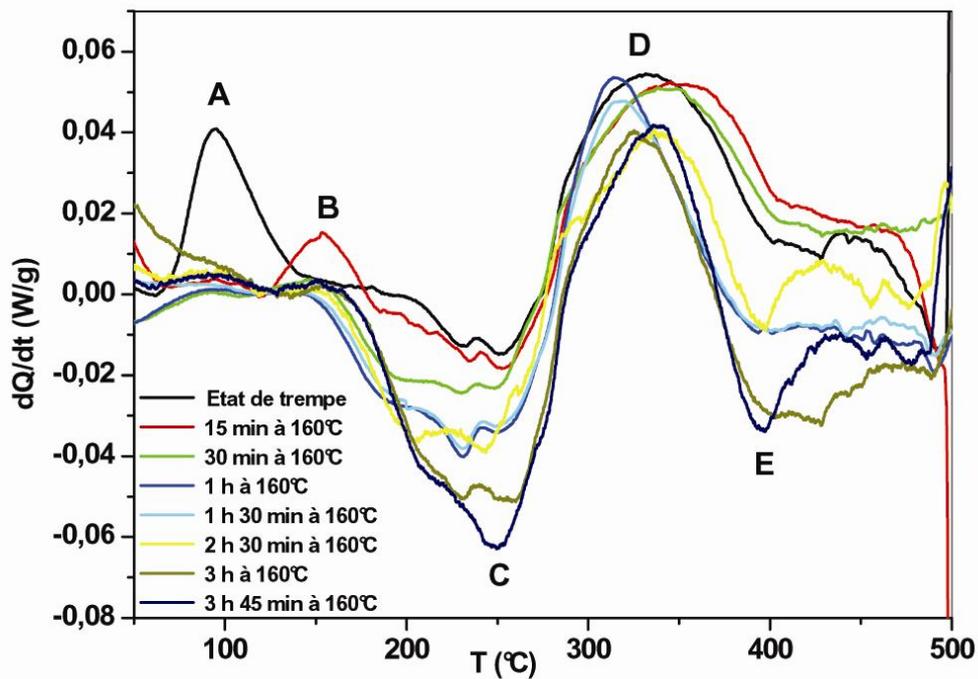


Fig. IV.11 : Courbes DSC de l'alliage 8090 enregistrées pour des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis 15mn, 30mn, 1h, 1h 30 mn, 2h 30 mn, 3h et 3h 45 mn à 160°C.

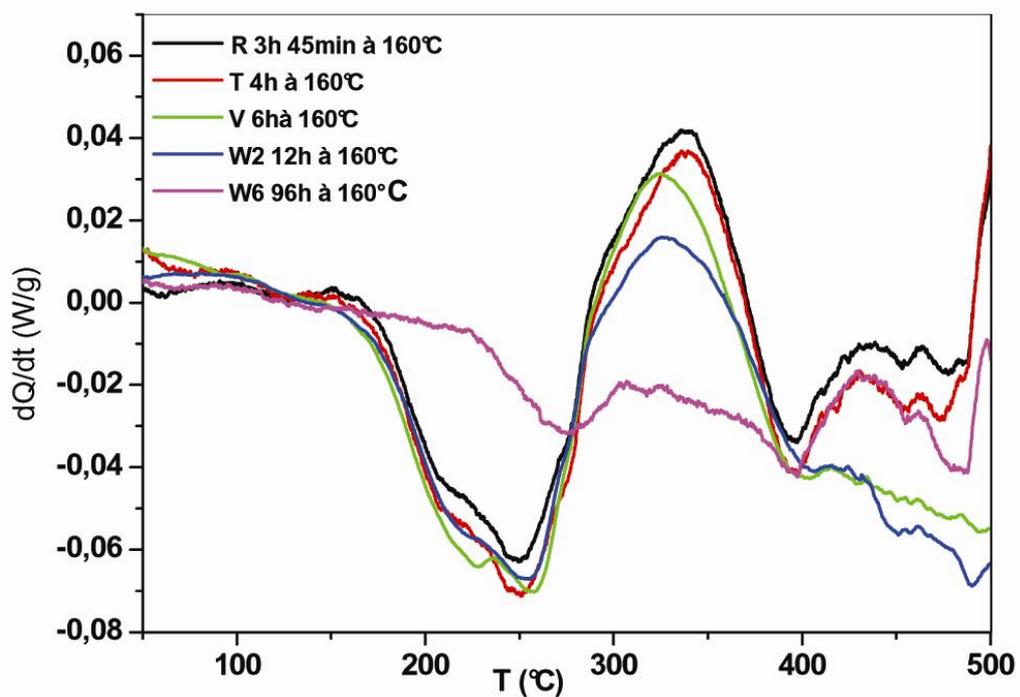


Fig. IV.12 : Courbes DSC de l'alliage 8090 enregistrées pour des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis 3h 45mn, 4h, 6h, 12h et 96h à 160°C.

IV.2.1.2 Analyse par diffraction des rayons X

Afin de pouvoir suivre l'effet du temps de vieillissement à 160°C sur la séquence de précipitation dans l'alliage étudié et de préciser le temps seuil de précipitation des phases S'/S et T₁ la diffraction des rayons X a été utilisée.

En plus de la diffraction par les plans de la matrice d'aluminium, les spectres de diffraction des échantillons ayant subi un traitement d'homogénéisation 1 h à 500°C, trempé à l'eau et vieillis 1 h, 1 h 30 mn, 2 h, 2 h 30 mn, 3 h, 4 h, 6 h, 12 h à 160°C sont montrés sur la figure IV.13. Les pics de diffraction relatifs aux différentes phases précipités dans la matrice sont observés. Nous pouvons, à l'aide des fiches ASTM, fournir les résultats dans le tableau (IV.4) :

Tab. IV.4 : Positions angulaires des pics de diffraction des différentes phases détectées dans l'alliage 8090 vieilli à 160°C.

1h	2θ (°)	22,14					
	phase	(001)δ'/β'					
1h 30 min	2θ (°)	21,92					
	phase	(001)δ'/β'					
2h	2θ (°)	21,89	39,96	34,76	55,72	69,86	
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(112)S'/(103)T ₁	(112)δ'/β'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁	
2h 30 min	2θ (°)	22,01	39,96	55,62	69,23		
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(112)δ'/β'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁		
3h	2θ (°)	21,99	39,96	55,57	69,33		
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(112)δ'/β'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁		
4h	2θ (°)	21,77	39,96	47,71	55,38	69,2	
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(311)δ	(112)δ'/β'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁	
6h	2θ (°)	21,89	39,96	47,65	48,47	55,55	69,33
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(311)δ	(005)T ₁	(112)δ'/β'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁
12h	2θ (°)	21,64	39,96	47,53		55,25	69,2
	phase	(001)δ'/β'	(220)δ	(311)δ		(112)δ'/(043)S'	(204)S'/(214)T ₁

Signalons les remarques suivantes :

- En plus des pics de la matrice et après 1 h de vieillissement, apparait le pic de surstructure avec une assez faible intensité, situé vers 2θ = 22,15°. Ce pic correspondant à la réflexion (001)_{δ'/β'} qui est défini selon les fiches ASTM par (l'angle 2θ = 22,15° et

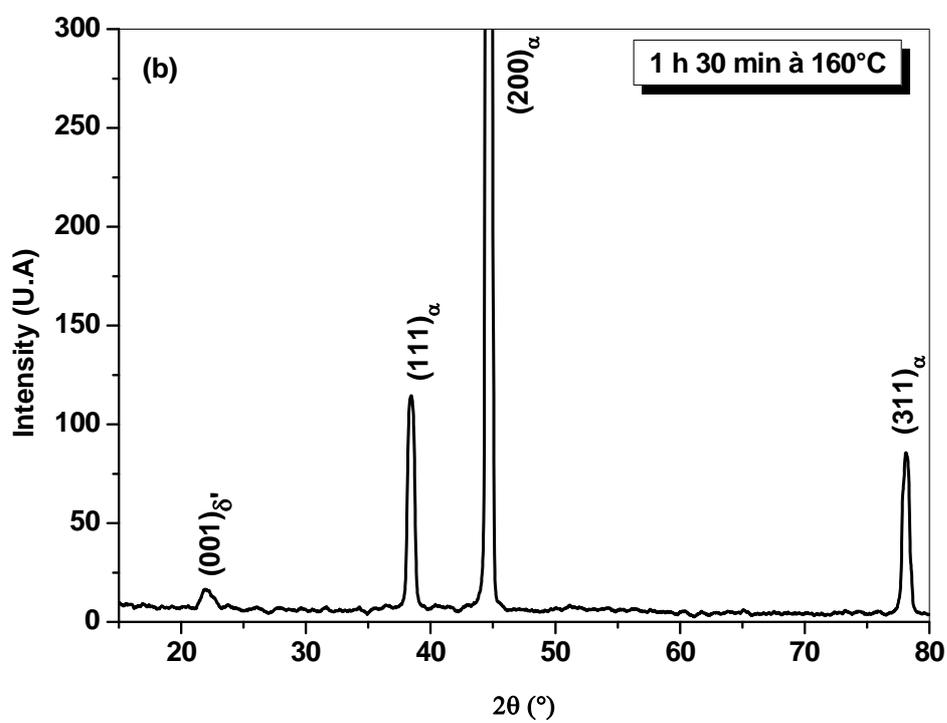
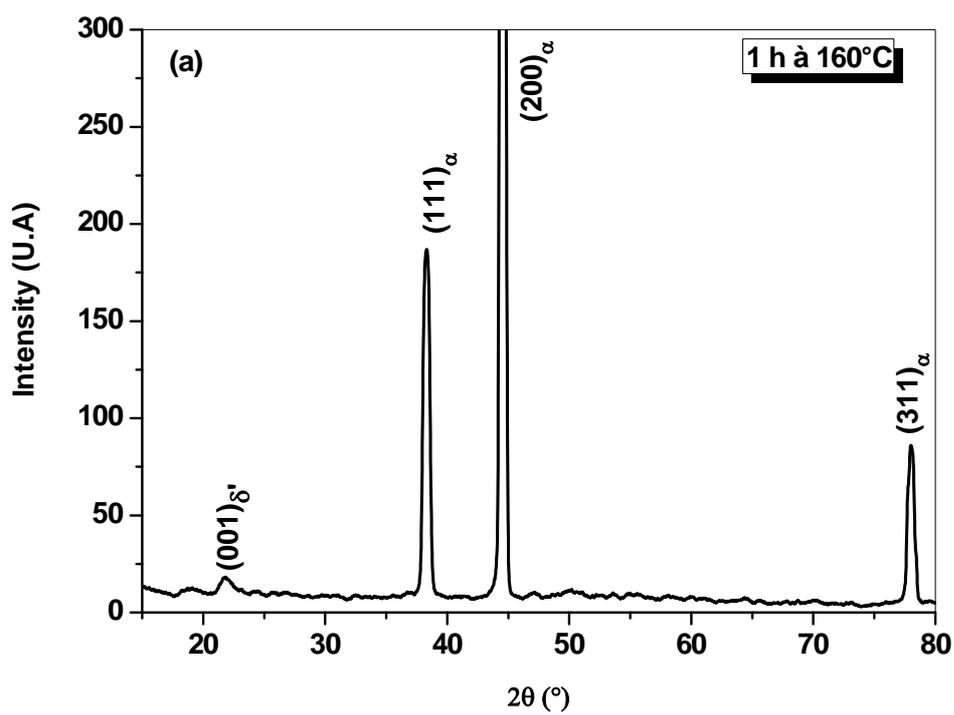
l'intensité $I = 27,5\%$). L'intensité de ce pic devient de plus en plus notable avec l'augmentation du temps de vieillissement.

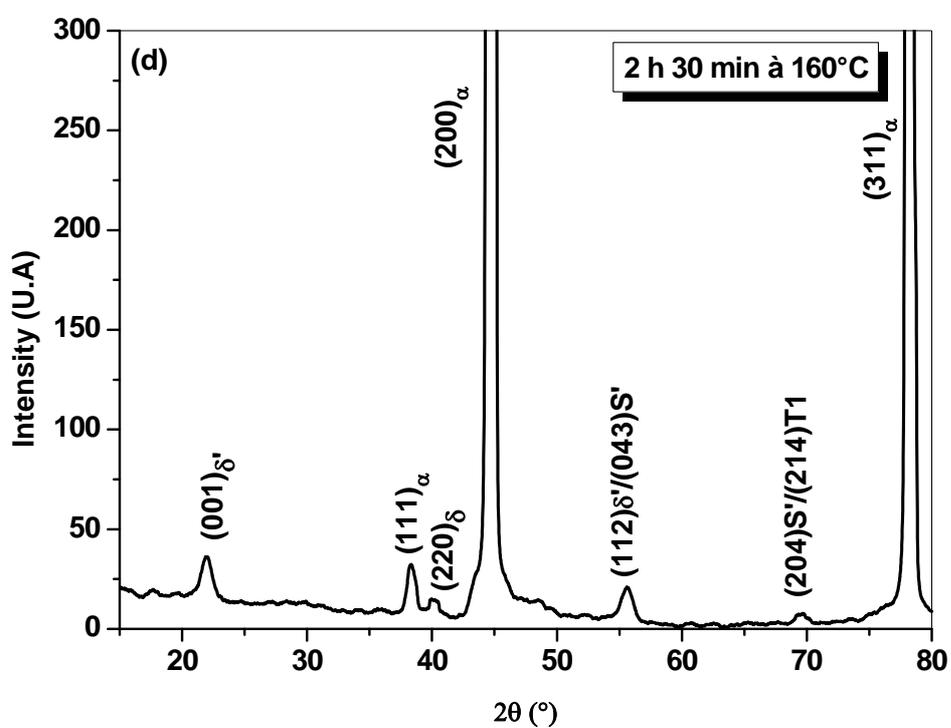
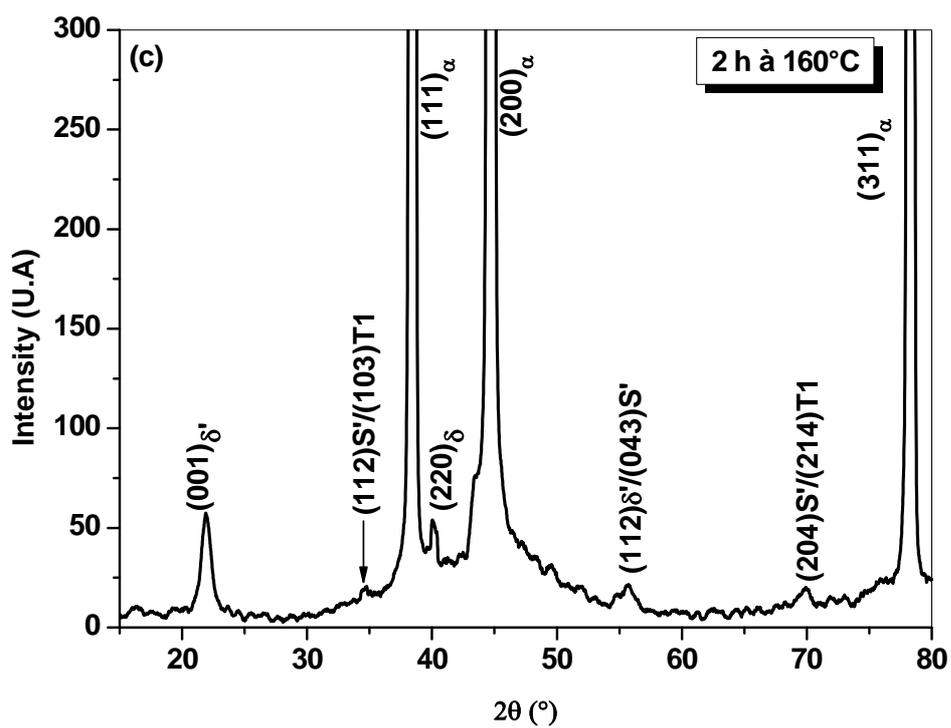
- Après 2 h de vieillissement, apparaissent trois pics de faibles intensités en plus du pic $(001)_{\delta/\beta'}$ et des pics de la matrice. Le premier pic est situé à $2\theta = 34,76^\circ$ qui est associé à $(112)_{S'}$ ($2\theta = 35,00^\circ$ et $I = 60\%$ - Fiches ASTM) et $(103)_{T1}$ ($2\theta = 35,45^\circ$ et $I = 20\%$ - Fiches ASTM). Le deuxième pic apparaît à $39,96^\circ$, ce pic est associé à $(220)_{\delta/\beta'}$ ($2\theta = 39,85^\circ$ et $I = 80\%$ - Fiches ASTM). Le troisième pic apparaît à $55,29^\circ$, qui est associé à $(112)_{\delta/\beta'}$ ($2\theta = 56,13^\circ$, $I = 4\%$ - Fiches ASTM) et à $(043)_{S'}$ ($2\theta = 55,29^\circ$, $I = 4\%$ - Fiches ASTM). Le quatrième pic situé à $69,23^\circ$, ce pic est associé à $(204)_{S'}$ ($2\theta = 70,6^\circ$ et $I = 6\%$ - Fiches ASTM) et à $(214)_{T1}$ ($2\theta = 70,6^\circ$ et $I = 30\%$ - Fiches ASTM). Nous remarquons que ces trois derniers pics apparaissent dans tous les autres cas de vieillissement et que l'intensité du pic situé vers $55,29^\circ$ augmente avec le temps jusqu'à 6 h de vieillissement puis elle diminue.

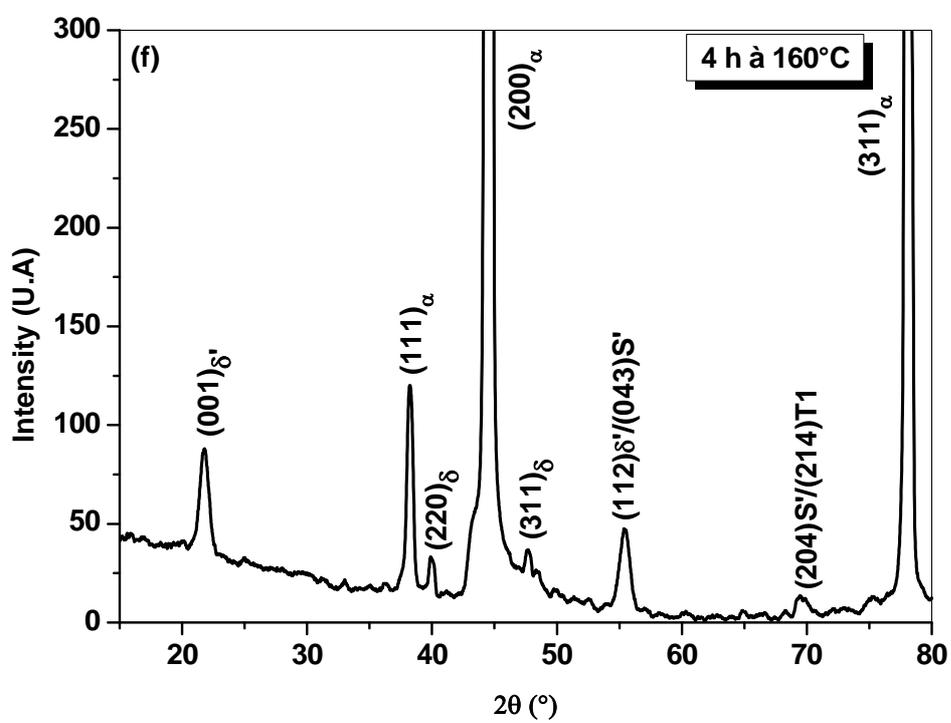
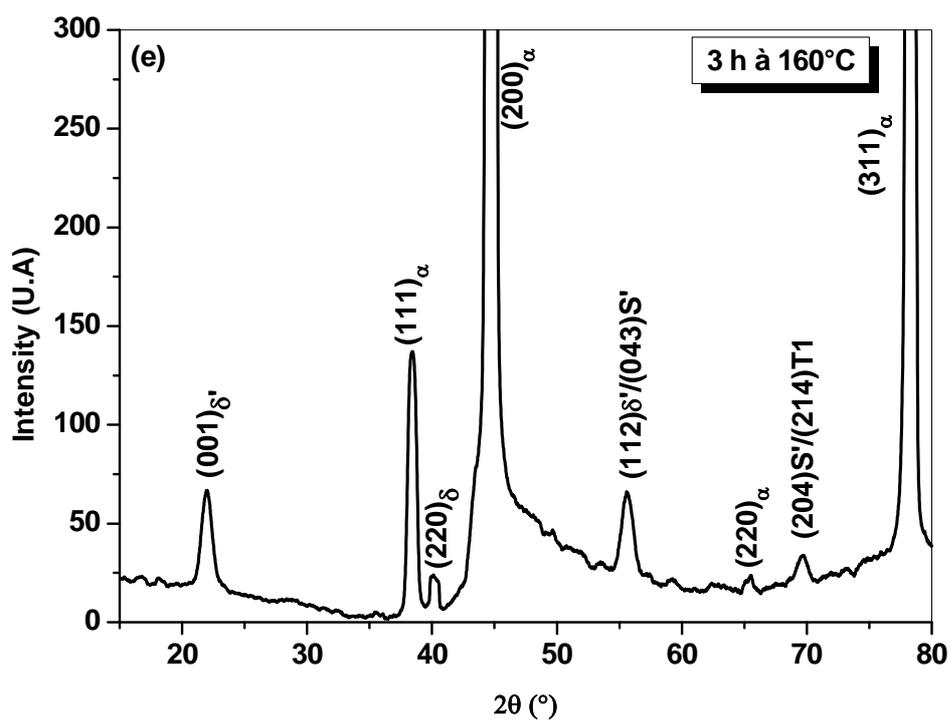
A partir de 2 h de vieillissement, nous pouvons dire que le pic situé à $38,36^\circ$ associé à $(111)_{\alpha}$, est associé aussi à $(111)_{\delta/\beta'}$ ($2\theta = 38,86^\circ$ et $I = 100\%$), à $(131)_{S'}$ ($2\theta = 38,94^\circ$ et $I = 100\%$) et à $(004)_{T1}$ ($2\theta = 38,55^\circ$ et $I = 60\%$). D'autre part, le pic situé à $44,88^\circ$ associé à $(200)_{\alpha}$ est associé également à $(200)_{\delta/\beta'}$ ($2\theta = 45,18^\circ$ et $I = 45,1\%$), à $(132)_{S'}$ ($2\theta = 44,92^\circ$ et $I = 30\%$) et à $(104)_{T1}$ ($2\theta = 44,21^\circ$ et $I = 30\%$). Le pic de la matrice (311) situé à $78,24^\circ$ peut également être associé à $(511)_{\delta}$ ($2\theta = 78,30^\circ$ et $I = 60\%$) et à $(311)_{\delta'}$ ($2\theta = 79,15^\circ$ et $I = 22,3\%$).

A partir de 4 h de vieillissement, apparaît un pic situé vers $47,71^\circ$, ce pic est associé à $(311)_{\delta}$ ($2\theta = 47,30^\circ$, $I = 60\%$).

Pour 6 h de vieillissement, apparaît un pic situé à $48,47^\circ$ qui est attribué $(005)_{T1}$ ($2\theta = 48,79^\circ$ et $I = 20\%$) alors que le pic situé à $29,32^\circ$ ne peut être associé à aucune phase.







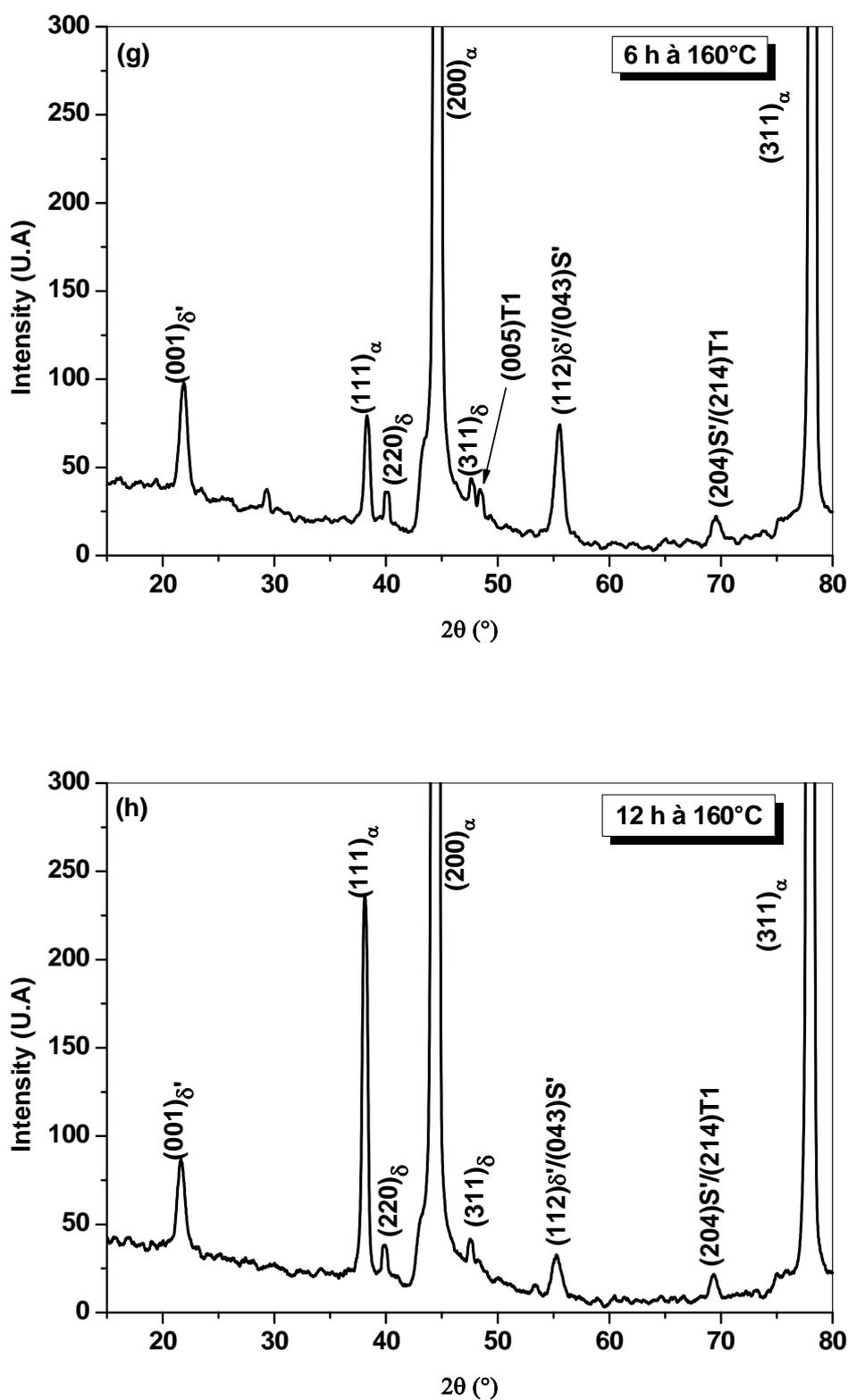


Fig. IV.13 : Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage 8090 homogénéisé 1 h à 500°C, trempé et vieilli à 160°C pendant : 1 h (a), 1 h 30 min (b), 2 h (c), 2 h 30 min (d), 3 h (e), 4 h (f), 6 h (g), 12 (h).

IV.2.1.3 Mesure de la microdureté

La figure (IV.14) montre la courbe de l'évolution de la microdureté en fonction du temps de l'alliage 8090 vieilli à 160°C. Cette courbe montre l'apparition de quatre stades différents :

- **Le premier stade (0 - 2h 30mn)** montre une augmentation rapide de la microdureté jusqu'à environ $Hv = 141$, augmentation due à la formation des zones GPB précurseurs de la phase S' et à la précipitation de la phase δ' .
- **Le deuxième stade (2h 30mn - 6h)** : dans ce stade apparaissent deux effets : une courte stabilisation à environ $Hv = 141$, suivie d'une augmentation lente de la microdureté jusqu'à environ $Hv = 153$. Cet effet est dû au chevauchement de deux processus opposés : la précipitation des phases S' et T_1 qui augmentent la microdureté et le grossissement de la phase δ' qui atteint des tailles sur critiques, atténuant l'augmentation de la microdureté.
- **Le troisième stade (6h - 70h)**, dans ce stade, apparaît un palier (à environ $Hv = 153$) qui est dû également au chevauchement de deux processus, la continuation de la précipitation des phases S' et T_1 qui augmente la dureté, et la transformation de S' et δ' en phases d'équilibre S et δ et de la phase T_2 qui a été observée pour des temps de vieillissement assez importants. En effet, la précipitation des phases δ et T_2 effectuée aux joints de grains, entraîne l'apparition des PFZ menant à une diminution de la microdureté.
- **Le quatrième stade (70 h - 100 h)** : dans ce stade, apparaît une diminution lente de la microdureté qui est due au grossissement des phases S' et T_1 en lattes, et à la précipitation des phases d'équilibre.

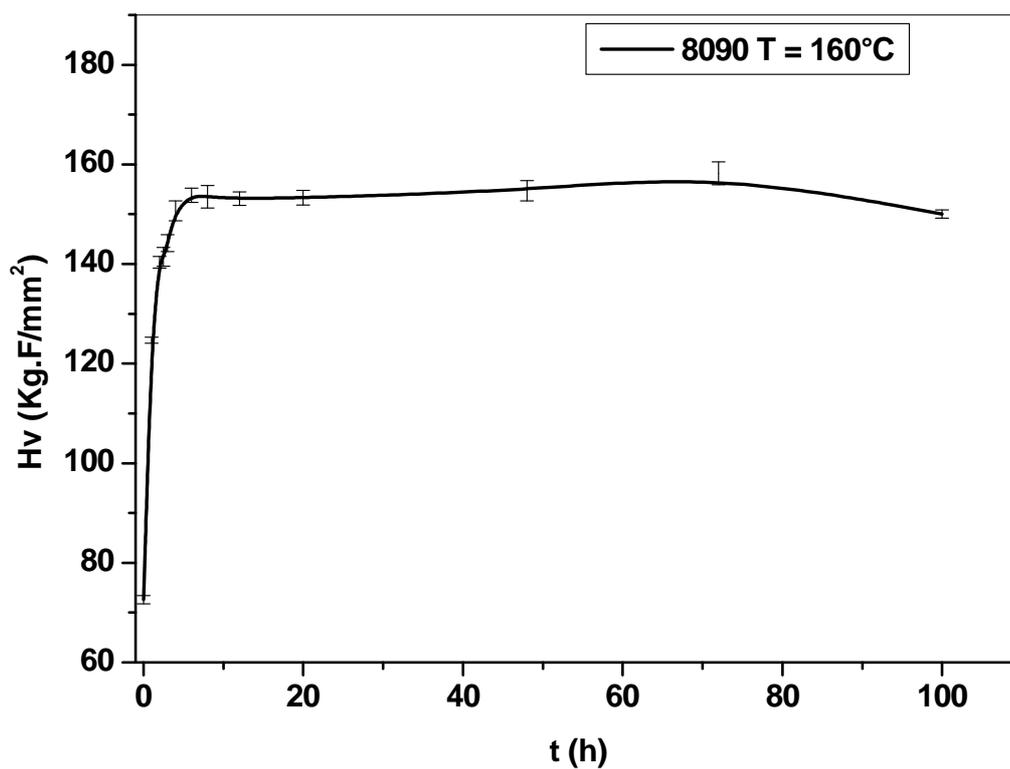
IV.2.2 Cas du vieillissement à 190°C

IV.2.2.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

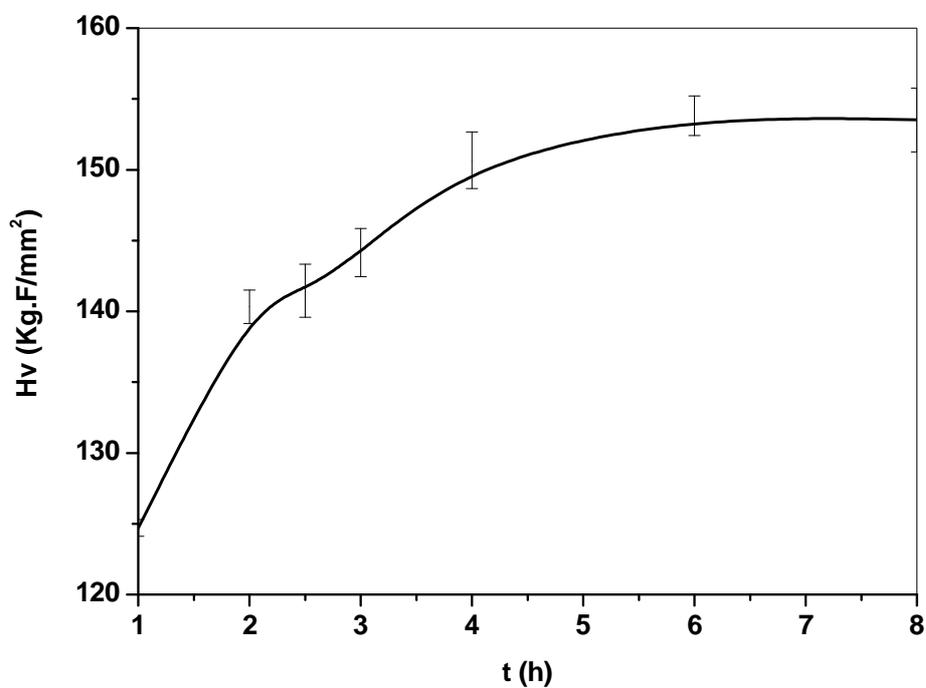
Pour l'alliage vieilli à 190°C, nous observons les mêmes effets que l'état de vieillissement à 160°C, avec les quelques remarques suivantes :

La disparition complète du pic associé à la précipitation de la phase δ' et aux GPB pour tous les états de vieillissement à 190°C considérés ici (Fig. IV.15).

Nous constatons également la disparition des fluctuations dans le pic (C) de dissolution des zones GPB et δ' après 1 h de vieillissement. Fluctuations que nous avons associées à la précipitation hétérogène de la phase S' . L'aire de ce pic de dissolution atteint son maximum après 6 h de vieillissement puis diminue.



(a)



(b)

Fig. IV.14 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 160°C . (a) courbe globale, (b) Echelle des x dilatée.

L'aire du pic de formation D des phases S'/S, T_1 et δ diminue après 1h 30mn de vieillissement ce qui montre que la formation de ces phases avait déjà commencé au cours du vieillissement précédant l'essai DSC.

Après 96 h de vieillissement, nous remarquons que l'aire du pic (D) se réduit notablement, ce qui indique qu'une grande quantité de ces phases avait été formée avant l'essai.

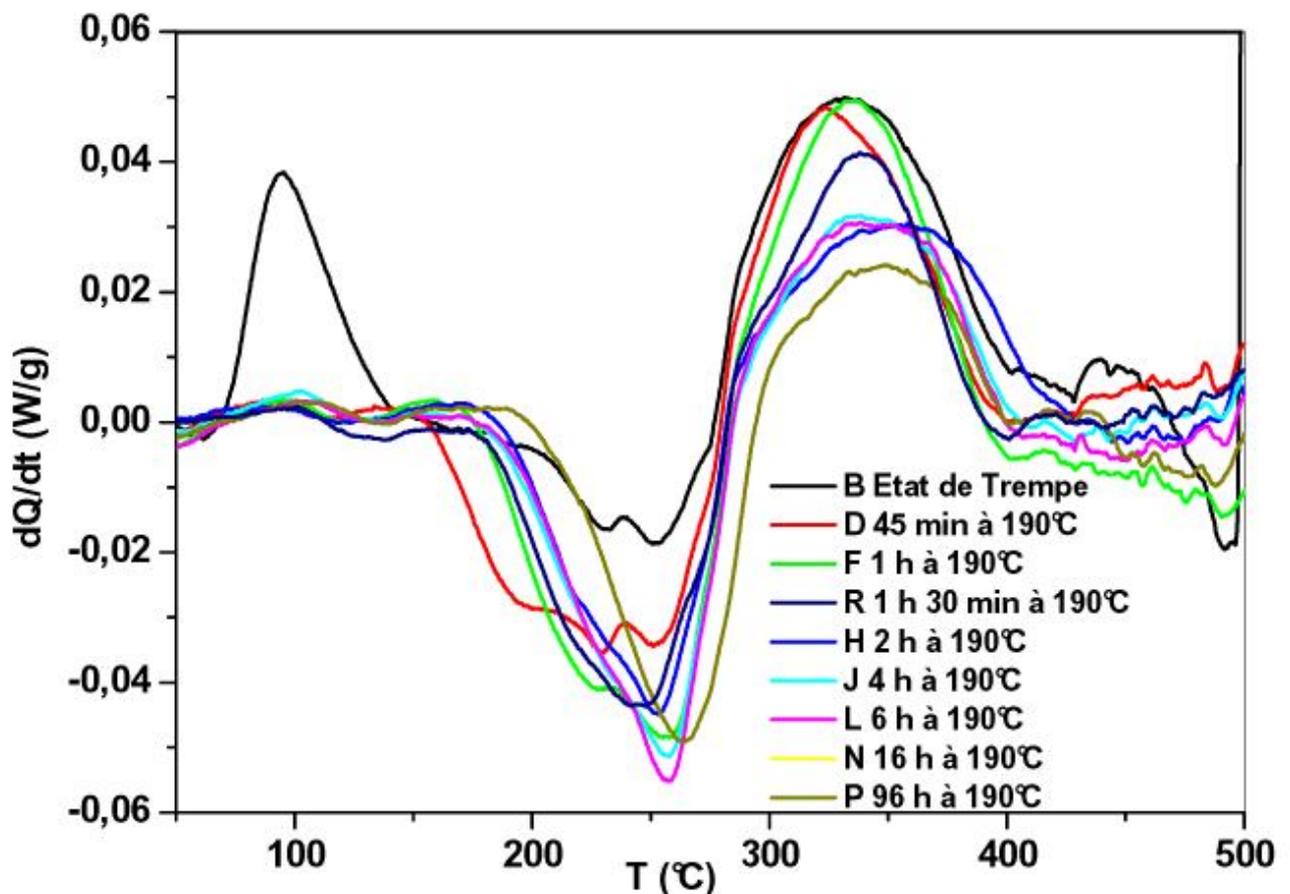
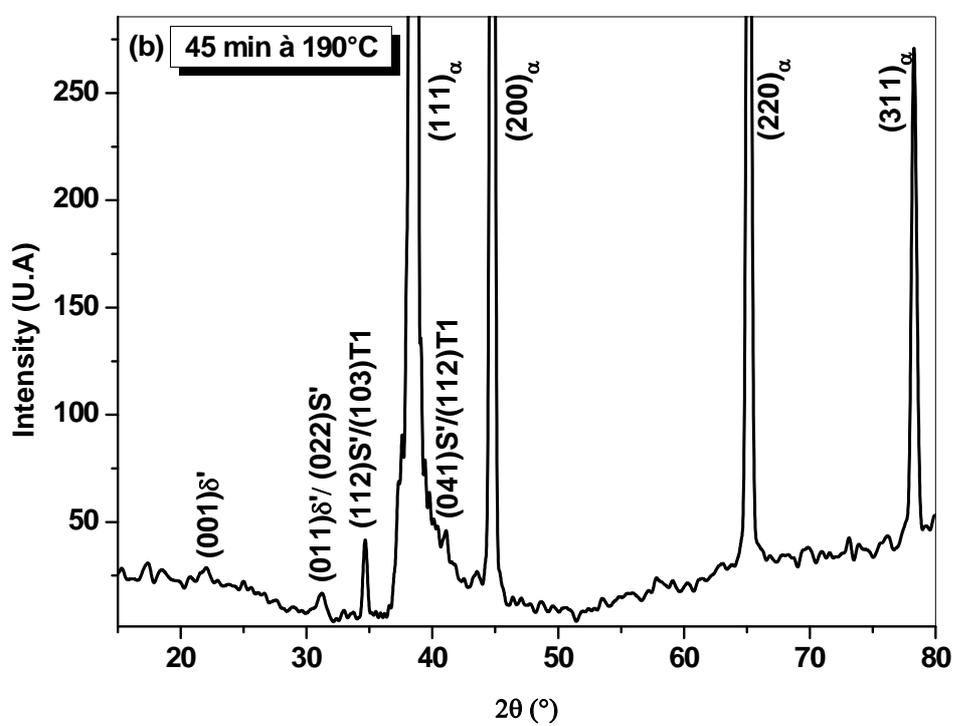
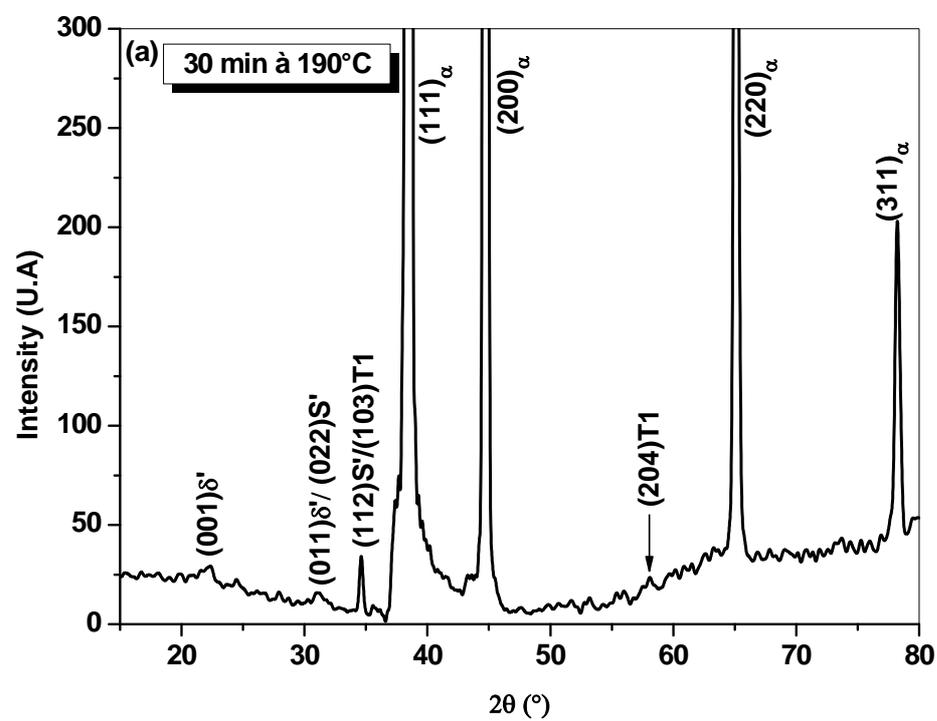


Fig. IV.15 : Courbes DSC de l'alliage 8090 enregistrées pour des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis 45 mn, 1h, 1h 30 mn, 2h, 3h, 4h, 6h, 16h et 96h à 190°C.

IV.2.2.2 Analyse par diffraction des rayons X

Les courbes de diffraction des rayons X des échantillons vieillis 30 min, 45 min, 2 h, 4 h à 190°C sont montrées sur la figure IV.16. Ces courbes présentent plusieurs pics associés à la matrice d'aluminium et aux phases précipitées après le traitement de vieillissement. Les résultats de l'indexation des pics de diffraction (via les fiches ASTM) sont rassemblés dans le tableau IV.5.



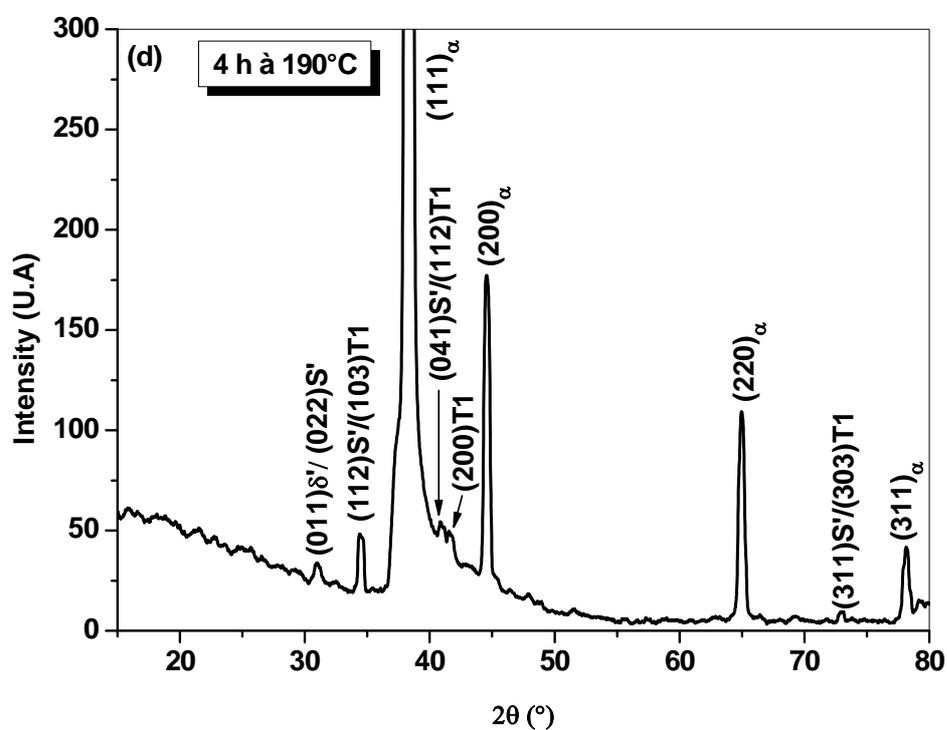
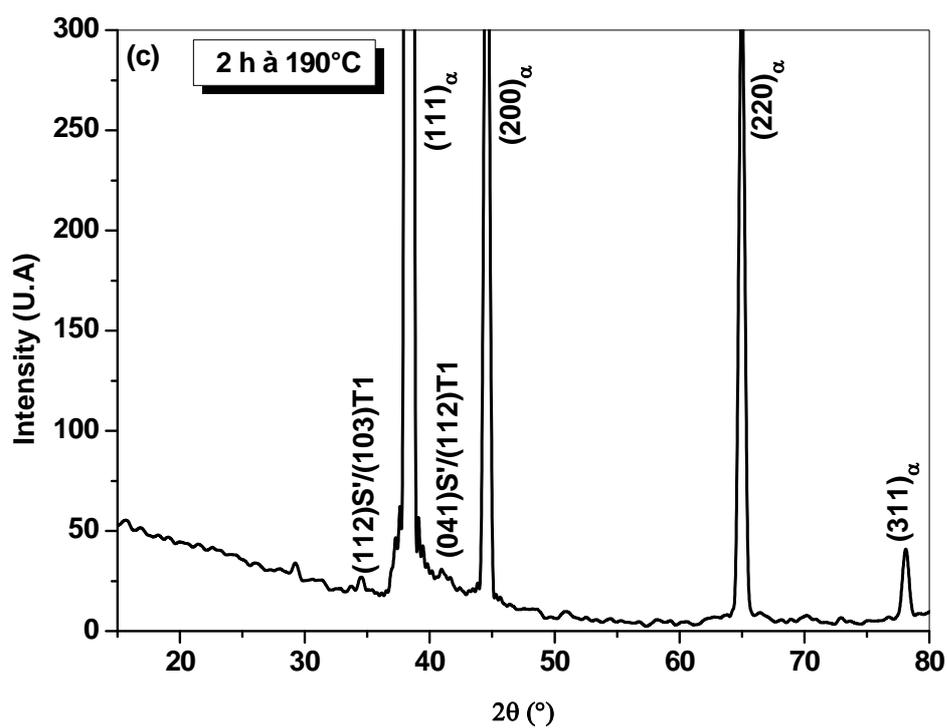


Fig. IV.16 : Spectres de diffraction des rayons X de l'alliage 8090 homogénéisé 1 h à 500°C, trempés et vieillis à 190°C pendant : 30 min (a), 45 min (b), 2 h (c), 4 h (d).

Tab. IV.5 : Position angulaires des pics de diffraction des différentes phases détectées dans l'alliage vieilli à 190°C.

30 mn	2 θ (°)	22,38	31,26	34,61	58,10	
	phase	(001) δ' / β'	(011) δ' / β' / (022) S'	(112) S' /(103) T_1	(204) T_1	
45 mn	2 θ (°)	22,01	31,21	34,66	41,02	
	phase	(001) δ' / β'	(011) δ' / β' / (022) S'	(112) S' /(103) T_1	(041) S' /(112) T_1	
2 h	2 θ (°)	29,27	34,59	40,96		
	phase	/	(112) S' /(103) T_1	(041) S' /(112) T_1		
4 h	2 θ (°)	31,00	34,39	40,86	41,67	72,98
	phase	(011) δ' / β' / (022) S'	(112) S' /(103) T_1	(041) S' /(112) T_1	(200) T_1	(311) S' /(303) T_1

Nous pouvons dire que le temps de vieillissement de 30 mn à 190°C est suffisant pour l'apparition des pics de diffraction associés aux phases δ' , S' et T_1 .

IV.2.2.3 Mesure de la microdureté

La mesure de la microdureté du même alliage vieilli à 190°C a été réalisée par Benaskeur [47].

IV.2.3 Cas du vieillissement à 210°C

IV.2.3.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La figure IV.17 montre les courbes DSC de l'alliage 8090 trempé suivi par des vieillissements de 15 mn jusqu'à 96 h à 210°C. Nous constatons que :

- Le pic A/B attribué à la formation des zones GPB et δ' a complètement disparu après seulement 15 mn de vieillissement à 210°C.
- Les fluctuations du pic (C), qui ont été attribuées à la dissolution des zones GPB, de la phase δ' et de la précipitation hétérogène de S' (et T_1) lorsque l'échantillon a été vieilli à 160°C, ont complètement disparu dans ce cas. On en déduit qu'à cette température de vieillissement la précipitation hétérogène de S' (et T_1) se fait avant l'essai.
- Concernant le pic (D), nous remarquons que l'aire commence à décroître à 30 mn de vieillissement et se réduit de plus en plus en fonction de l'augmentation de la durée de vieillissement. Ce qui indique que la précipitation des phases S' et T_1 commencent pour 15 à 30 mn de vieillissement avant l'essai.

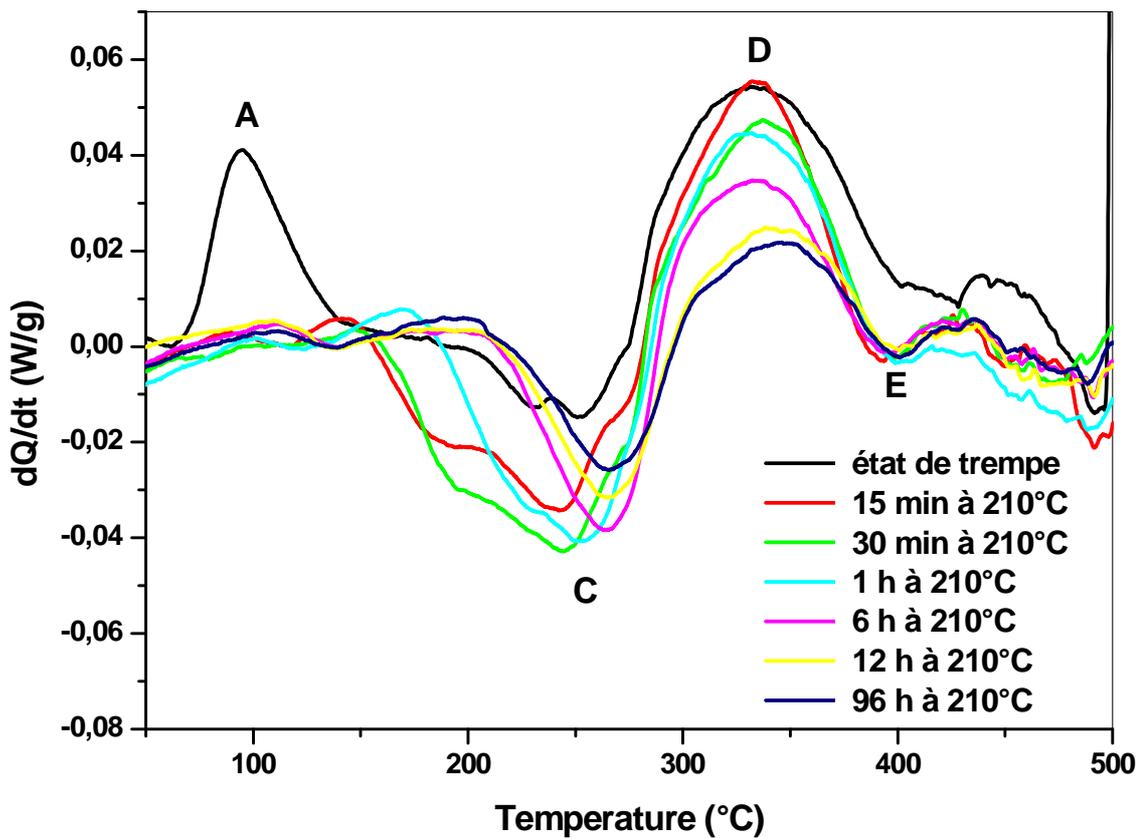
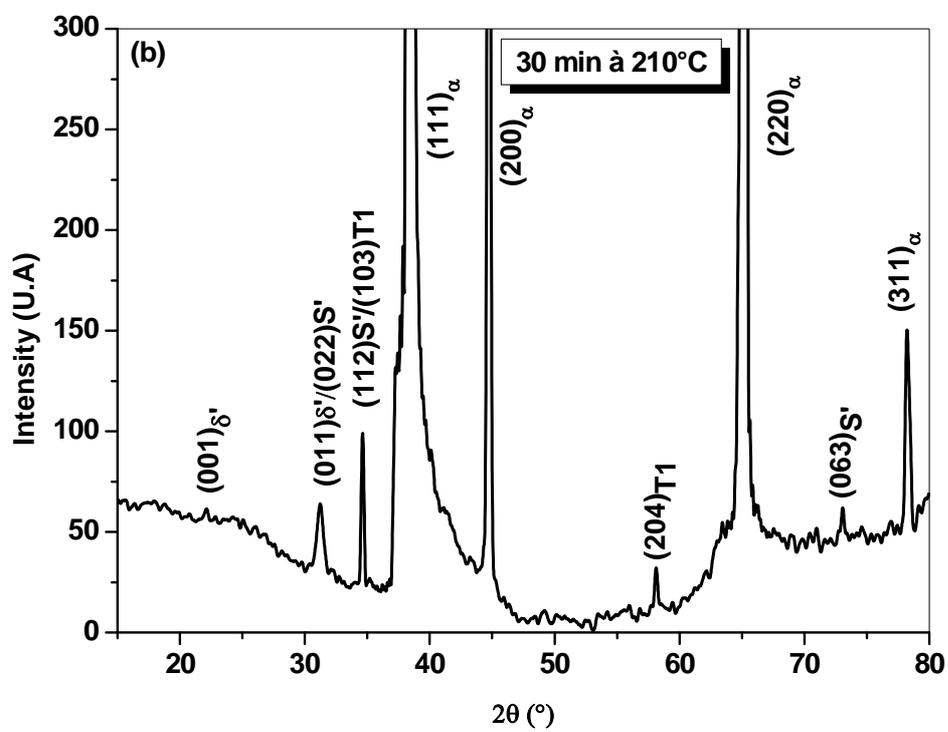
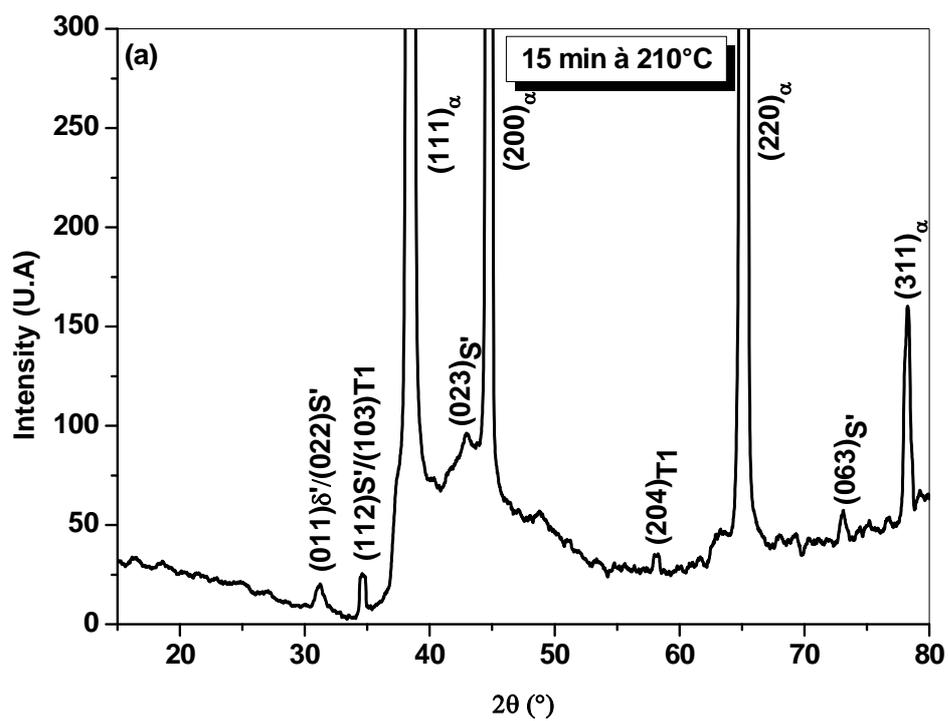
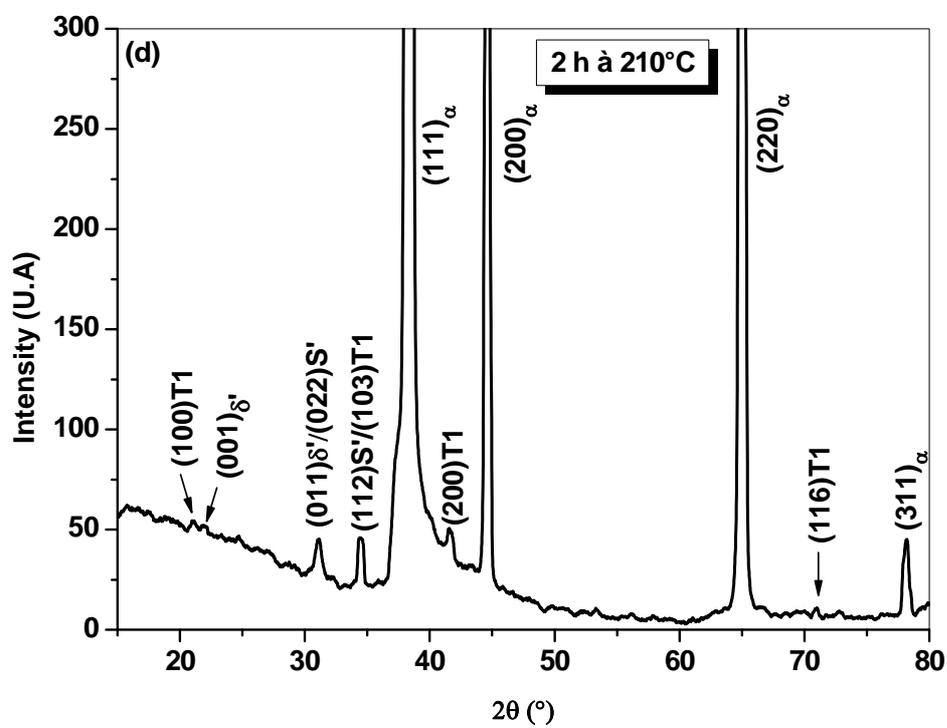
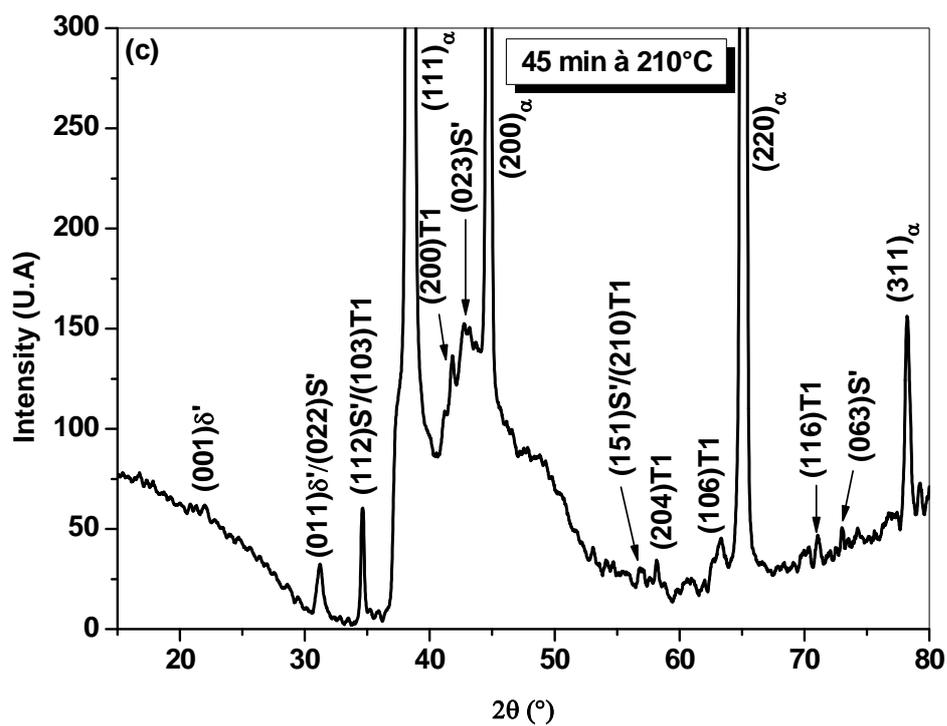


Fig. IV.17 : Courbes DSC de l'alliage 8090 enregistrées pour des échantillons homogénéisés, trempés et vieillis 15 min, 30 min, 1h, 6h, 12h et 96h à 210°C.

IV.2.3.2 Analyse par diffraction des rayons X

La figure IV.18 montre les spectres des rayons X de l'alliage 8090 homogénéisés 1 h à 500°C, trempés et vieillis à 210°C pendant 15 mn, 30 mn, 45 mn, 2 h, 6 h et 18 h. En plus des pics de diffraction de la matrice, il apparaît des pics correspondant aux différentes phases précipitées. Nous avons rassemblé les résultats dans le tableau IV.6, selon la fiche ASTM de chaque phase.





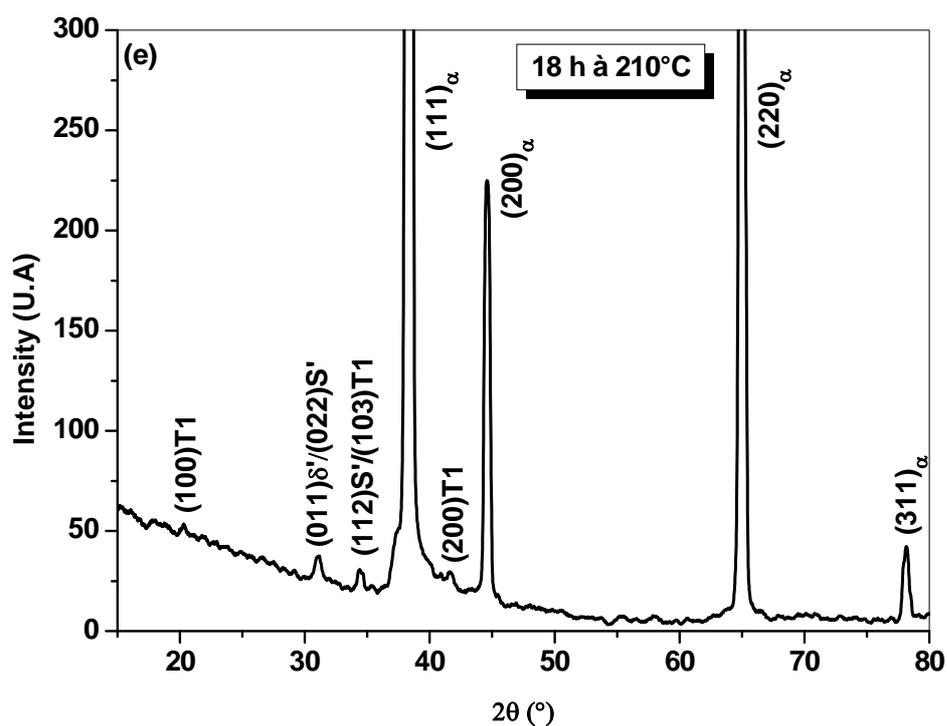


Fig. IV.18 : Spectre des rayons X de l'alliage 8090 homogénéisé 1 h à 500°C, trempé et vieilli à 210°C pendant : 15 min, 30 min, 45 min, 2 h et 18 h.

Tab. IV.6 : Positions angulaires des pics de diffraction des différentes phases détectées dans l'alliage vieilli à 210°C.

15mn	2θ (°)	31,22	34,59	42,94	58,27	73,11					
	ph	(011)δ'/β' / (022)S'	(112)S' / (103)T ₁	(023)S'	(204)T ₁	(063)S'					
30mn	2θ (°)	22,11	31,19	34,64	58,27	73,06					
	ph	(001)δ'/β'	(011)δ'/β' / (022)S'	(112)S' / (103)T ₁	(204)T ₁	(063)S'					
45mn	2θ (°)	22,11	31,21	34,62	41,81	42,75	57,06	58,27	63,34	70,95	72,94
	ph	(001)δ'/β'	(011)δ'/β' / (022)S'	(112)S' / (103)T ₁	(200)T ₁	(023)S'	(151)S' / (210)T ₁	(204)T ₁	(106)T ₁	(116)T ₁	(063)S'
2h	2θ (°)	20,02	22,02	31,14	34,40	71,00					
	ph	(100)T ₁	(001)δ'/β'	(011)δ'/β' / (022)S'	(112)S' / (103)T ₁	(116)T ₁					
18h	2θ (°)	31,11	34,35	41,69							
	ph	(011)δ'/β' / (022)S'	(112)S' / (103)T ₁	(200)T ₁							

IV.2.3.3 Mesure de la microdureté

La figure IV.19 montre la variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 210°C. La courbe de la microdureté se compose de quatre stades de durcissement :

Le premier stade (0 – 30mn) montre une augmentation rapide de la microdureté jusqu'à $H_v = 125$. Cette augmentation est due à la formation des zones GPB et à la précipitation de la phase δ' .

Le deuxième stade (30mn – 2h) montre une augmentation plus lente de la microdureté jusqu'à $H_v = 148$. Ce processus est dû aux effets de la croissance des précipités δ' qui a tendance à décroître la microdureté et à la précipitation des phases S' , T_1 qui augmente la microdureté du matériau.

Le troisième stade (2h – 7h) : nous observons une stabilisation relative de la microdureté. Cet effet est dû au chevauchement de deux processus opposés : la continuation de la précipitation des phases S' et T_1 qui augmente la dureté d'une part, et, d'autre part, leur grossissement et/ou leur transformation en phase d'équilibre (surtout pour la contribution S') qui diminue cette microdureté.

Le quatrième stade (7h – 15h). Il apparait une diminution lente de la microdureté. Cet effet est associé surtout à la transformation de S' en phase d'équilibre et l'apparition des phases δ et T_2 aux joints de grains induisant la formation de zones PFZ le long de ces joints de grains.

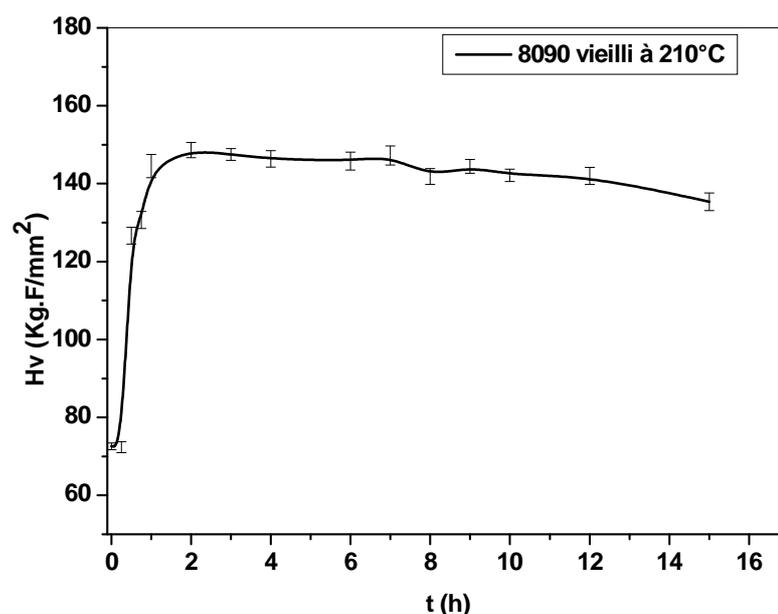


Fig. IV.19 : Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement à 210°C.

CHAPITRE V

Etude par MET de la diffraction des différentes phases de l'alliage 8090

V.1 Introduction

Sur un diagramme de diffraction obtenu par MET réalisé, en sélection d'aire, sur notre alliage du type 8090, les réflexions relatives aux phases α (CFC), δ'/β' ($L1_2$), S'/S (orthorhombique) et T_1 (hexagonale) sont observées. Pour identifier les différentes taches de diffraction, la coupe théorique de la matrice α correspondant à ce diagramme expérimental est tracée en premier lieu. Concernant les phases cohérentes et ordonnées δ'/β' , les taches de forte intensité coïncident avec celles de la matrice α et les taches de faibles intensité représentent les taches de surstructure. Ensuite, les relations d'orientations entre S'/S orthorhombique et la phase α sont prises en compte pour établir des matrices de transfert entre plans parallèles dans les réseaux réciproques des deux phases. Par ailleurs, la superposition des projections stéréographiques des deux phases est utilisée pour conforter les résultats de calcul. Concernant la phase semi-cohérente de structure hexagonale, nous allons utiliser la superposition des projections stéréographiques (cubique et hexagonale pour $c/a = 1,882$) afin de déterminer les réflexions de T_1 sur le diagramme considéré. Cette étude tient compte des relations d'orientation entre les deux phases. Ici, le calcul de la matrice de transfert d'une phase à l'autre n'est pas effectué car nous avons jugé que la superposition des projections stéréographiques fournissait des résultats plus complets (voir résultats obtenus pour l'étude de la phase S'/S).

Deux diagrammes de diffraction électronique en transmission seront étudiés : $(100)^*_\alpha$ et $(112)^*_\alpha$, sur lesquels nous ferons apparaître les réflexions des différentes phases α , δ'/β' , S'/S et T_1 .

V.2 Etude du diagramme $(100)^*_\alpha$

La figure V.1 montre les coupes $(100)^*_\alpha$, $(100)^*_\delta$, et $(100)^*_\beta$, où les taches de la matrice α (CFC) et des phases $\delta'(L1_2)$ et $\beta'(L1_2)$ sont indexées :

- pour h,k,l de même parité, les réflexions de α sont aussi celles de δ' et β' ,
- pour h,k,l de parité mixte, les réflexions proviennent uniquement des phases δ' et β' : ce sont les réflexions de surstructure.

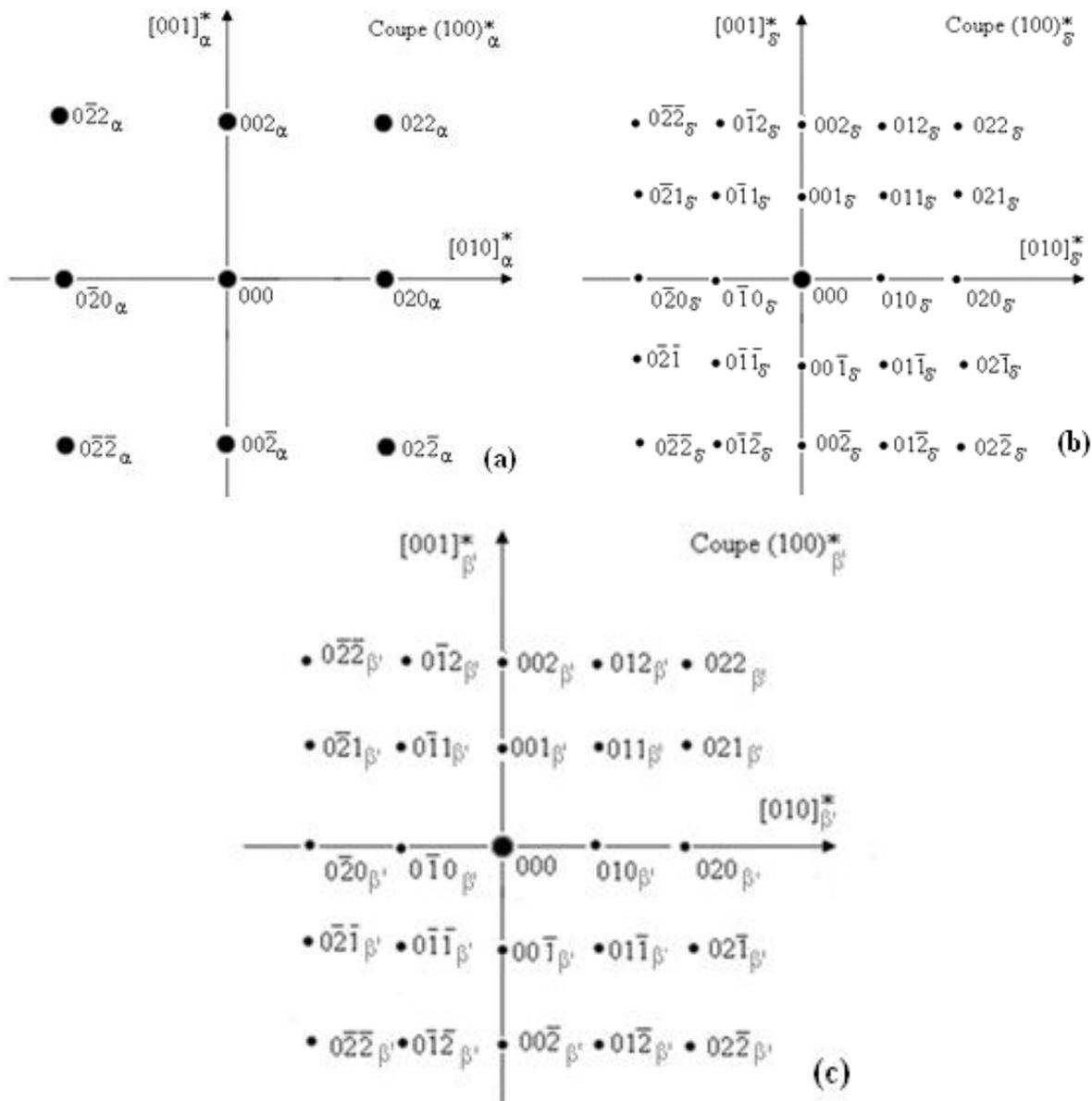


Fig. V.1 : Diagrammes calculés : (a) $(100)_{\alpha}^*$, (b) $(100)_{\delta'}^*$, et (c) $(100)_{\beta'}^*$.

V.2.1 Identification théorique des taches de S'/S sur $(100)_{\alpha}^*$

Afin d'établir des matrices de transformation permettant de passer d'un plan (ou direction) du réseau réciproque d'une phase vers un plan (ou direction) parallèle du réseau réciproque de l'autre phase, les relations d'orientation utilisées sont celles fournies dans la littérature [54] :

$$[100]_{S'/S} // [100]_{\alpha}$$

$$[010]_{S'/S} // [012]_{\alpha}$$

Ces relations montrent l'existence de douze systèmes de S'/S orientés différemment dans la phase α (Tab. V.1).

Tab. V.1 : Relations d'orientation entre les axes principaux de S'/S et la matrice α : définition des différents systèmes.

Système	$[100]_{S'/S}^*$	$[010]_{S'/S}^*$	$[001]_{S'/S}^*$
S1	$[100]_{\alpha}^*$	$[021]_{\alpha}^*$	$[0\bar{1}2]_{\alpha}^*$
S2		$[012]_{\alpha}^*$	$[0\bar{2}1]_{\alpha}^*$
S3		$[0\bar{1}2]_{\alpha}^*$	$[02\bar{1}]_{\alpha}^*$
S4		$[0\bar{2}1]_{\alpha}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{\alpha}^*$
S5	$[010]_{\alpha}^*$	$[\bar{1}02]_{\alpha}^*$	$[201]_{\alpha}^*$
S6		$[\bar{2}01]_{\alpha}^*$	$[102]_{\alpha}^*$
S7		$[\bar{2}0\bar{1}]_{\alpha}^*$	$[\bar{1}02]_{\alpha}^*$
S8		$[\bar{1}0\bar{2}]_{\alpha}^*$	$[\bar{2}01]_{\alpha}^*$
S9	$[001]_{\alpha}^*$	$[210]_{\alpha}^*$	$[\bar{1}20]_{\alpha}^*$
S10		$[120]_{\alpha}^*$	$[\bar{2}10]_{\alpha}^*$
S11		$[\bar{1}20]_{\alpha}^*$	$[\bar{2}\bar{1}0]_{\alpha}^*$
S12		$[\bar{2}10]_{\alpha}^*$	$[\bar{1}\bar{2}0]_{\alpha}^*$

Les mêmes relations d'orientation permettent d'établir douze matrices de transfert différentes, chacune associée à un système donné. Chaque matrice permet de calculer le plan du réseau réciproque de la phase S'/S parallèle à un plan donné de la phase α .

A l'aide de ces matrices, les directions parallèles à $[100]_{\alpha}^*$, à $[010]_{\alpha}^*$ et à $[001]_{\alpha}^*$ peuvent être aisément calculées pour tous les systèmes de la phase S'/S (Tab. V.2). Par ailleurs, la superposition de la projection stéréographique $(100)_{S'/S}$ aux projections $(100)_{\alpha}$, $(010)_{\alpha}$, $(001)_{\alpha}$, en respectant les relations d'orientation pour chacun des systèmes de S'/S selon le tableau V.1, est montrée sur la figure V.2.

Cette superposition permet également de déterminer des relations d'orientation entre la phase α et les différents variants S'/S. Pour certains variants, les relations d'orientation avec la matrice α sont légèrement différentes de celles obtenues par calcul (Tab. V.3). D'après ce tableau, le diagramme $(100)_{\alpha}^*$ est parallèle au diagramme $(100)_{S'/S}^*$ pour les systèmes S1, S2, S3 et S4. Pour les systèmes de S5 à S12, le diagramme de S'/S, parallèle à $(100)_{\alpha}^*$, sera choisi en fonction de l'existence des réflexions permises par la fiche ASTM.

Tab. V.2 : Matrices de transferts : calcul des directions $[hkl]$ de S'/S parallèles à $[100]_{\alpha}$, $[010]_{\alpha}$ et $[001]_{\alpha}$.

	MATRICE S1			MATRICE S2			MATRICE S3			MATRICE S4		
	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0
	0	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,021
	0	-0,790	1,579	0	-1,579	0,788	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0
	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1
h	0,988	0	0	0,9878	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0
k	0	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,021
l	0	-0,790	1,579	0	-1,579	0,788	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579
	MATRICE S5			MATRICE S6			MATRICE S7			MATRICE S8		
	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,9878	0	0	0,9878	0
	1,021	0	2,043	2,043	0	1,022	2,043	0	-1,022	1,021	0	-2,043
	1,579	0	-0,790	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-1,579	-1,579	0	-0,790
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0
	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1
h	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0
k	1,021	0	2,043	2,043	0	1,022	2,043	0	-1,022	1,021	0	-2,043
l	1,579	0	-0,790	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-1,579	-1,579	0	-0,790
	MATRICE S9			MATRICE S10			MATRICE S11			MATRICE S12		
	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988
	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,022	0
	-0,790	1,579	0	-1,579	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579	0
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0
	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1
h	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988
k	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,022	0
l	-0,790	1,579	0	-1,579	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579	0

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau V.3 où les angles indiqués sont définis comme suit: $\theta_1 = ([100]_{\alpha}^*, [uvw]_{S'/S}^*)$, $\theta_2 = ([010]_{\alpha}^*, [hkl]_{S'/S}^*)$ et $\theta_3 = ([001]_{\alpha}^*, [hkl]_{S'/S}^*)$.

Comme les directions $[100]_{\alpha}^*$, $[010]_{\alpha}^*$ et $[001]_{\alpha}^*$ sont perpendiculaires deux à deux, les directions correspondantes, calculées dans le réseau réciproque de la phase S'/S, doivent également vérifier la relation d'orthogonalité deux à deux.

Les résultats des angles entre les différentes directions du réseau réciproque de l'orthorhombique et pour les douze systèmes S'/S sont donnés dans le tableau V.4. Nous remarquons que les directions équivalentes à $[100]_{\alpha}^*$, $[010]_{\alpha}^*$ et $[001]_{\alpha}^*$ dans S'/S sont bien perpendiculaires deux à deux (Tab. V.4).

Tab. V.3 : Directions principales de $(100)_\alpha^*$ et directions correspondantes dans les systèmes de la phase S/S obtenues par calcul et par superposition des projections stéréographiques [180].

System	$[100]_\alpha^*$		$[010]_\alpha^*$		$[001]_\alpha^*$	
	Calculation	Projection ($\theta 1^\circ$)	Calculation	Projection ($\theta 2^\circ$)	Calculation	Projection ($\theta 3^\circ$)
S1	$[100]_{S1}^*$	$[100]_{S1}^*$	$[02\bar{1}]_{S1}^*$	$[02\bar{1}]_{S1}^*$ 6° $[03\bar{1}]_{S1}^*$ 3°	$[012]_{S1}^*$	$[012]_{S1}^*$ 5° $[013]_{S1}^*$ 12°
S2	$[100]_{S2}^*$	$[100]_{S2}^*$	$[01\bar{2}]_{S2}^*$	$[01\bar{2}]_{S2}^*$ 4° $[01\bar{3}]_{S2}^*$ 11°	$[021]_{S2}^*$	$[021]_{S2}^*$ 5° $[031]_{S2}^*$ 4°
S3	$[100]_{S3}^*$	$[100]_{S3}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S3}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S3}^*$ 5° $[0\bar{1}\bar{3}]_{S3}^*$ 12°	$[02\bar{1}]_{S3}^*$	$[02\bar{1}]_{S3}^*$ 6° $[03\bar{1}]_{S3}^*$ 3°
S4	$[100]_{S4}^*$	$[100]_{S4}^*$	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S4}^*$	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S4}^*$ 6° $[0\bar{3}\bar{1}]_{S4}^*$ 3°	$[01\bar{2}]_{S4}^*$	$[01\bar{2}]_{S4}^*$ 5° $[01\bar{3}]_{S4}^*$ 8°
S5	$[012]_{S5}^*$	$[012]_{S5}^*$ 5° $[013]_{S5}^*$ 12°	$[100]_{S5}^*$	$[100]_{S5}^*$	$[02\bar{1}]_{S5}^*$	$[02\bar{1}]_{S5}^*$ 6° $[03\bar{1}]_{S5}^*$ 5°
S6	$[021]_{S6}^*$	$[021]_{S6}^*$ 6° $[031]_{S6}^*$ 3°	$[100]_{S6}^*$	$[100]_{S6}^*$	$[01\bar{2}]_{S6}^*$	$[01\bar{2}]_{S6}^*$ 6° $[01\bar{3}]_{S6}^*$ 11°
S7	$[02\bar{1}]_{S7}^*$	$[02\bar{1}]_{S7}^*$ 6° $[03\bar{1}]_{S7}^*$ 7°	$[100]_{S7}^*$	$[100]_{S7}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S7}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S7}^*$ 5° $[0\bar{1}\bar{3}]_{S7}^*$ 12°
S8	$[01\bar{2}]_{S8}^*$	$[01\bar{2}]_{S8}^*$ 5° $[01\bar{3}]_{S8}^*$ 12°	$[100]_{S8}^*$	$[100]_{S8}^*$	$[02\bar{1}]_{S8}^*$	$[02\bar{1}]_{S8}^*$ 6° $[03\bar{1}]_{S8}^*$ 3°
S9	$[02\bar{1}]_{S9}^*$	$[02\bar{1}]_{S9}^*$ 5° $[03\bar{1}]_{S9}^*$ 3°	$[012]_{S9}^*$	$[012]_{S9}^*$ 5° $[013]_{S9}^*$ 12°	$[100]_{S9}^*$	$[100]_{S9}^*$
S10	$[01\bar{2}]_{S10}^*$	$[01\bar{2}]_{S10}^*$ 3° $[01\bar{3}]_{S10}^*$ 4°	$[021]_{S10}^*$	$[021]_{S10}^*$ 14° $[031]_{S10}^*$ 5°	$[100]_{S10}^*$	$[100]_{S10}^*$
S11	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S11}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S11}^*$ 5° $[0\bar{1}\bar{3}]_{S11}^*$ 13°	$[02\bar{1}]_{S11}^*$	$[02\bar{1}]_{S11}^*$ 3° $[03\bar{1}]_{S11}^*$ 5°	$[100]_{S11}^*$	$[100]_{S11}^*$
S12	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S12}^*$	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S12}^*$ 5° $[0\bar{3}\bar{1}]_{S12}^*$ 3°	$[01\bar{2}]_{S12}^*$	$[01\bar{2}]_{S12}^*$ 5° $[01\bar{3}]_{S12}^*$ 3°	$[100]_{S12}^*$	$[100]_{S12}^*$

Tab. V.4 : Vérification de l'orthogonalité des directions réciproques de S/S , équivalentes à $[100]_a$, $[010]_a$ et $[001]_a$.

Systèmes S	hkl	$[100]_a^*$			$[010]_a^*$			$[001]_a^*$			$\varphi_{2\theta}^{\text{th}}(h_1k_1l_1, h_2k_2l_2)$	$\varphi_{2\theta}^{\text{th}}(h_1k_1l_1, h_3k_3l_3)$	$\varphi_{2\theta}^{\text{th}}(h_2k_2l_2, h_3k_3l_3)$
		h_1	k_1	l_1	h_2	k_2	l_2	h_3	k_3	l_3			
S1	hkl calculés hkl entiers	0,988	0	0	0	2,043	-0,790	0	1,021	1,579	90,000	90,000	90,004
S2	hkl calculés hkl entiers	0,988	0	0	0	1,021	-1,579	0	2,043	0,788	90,000	90,000	89,947
S3	hkl calculés hkl entiers	0,988	0	0	0	-1,021	-1,579	0	2,043	-0,790	90,000	90,000	89,996
S4	hkl calculés hkl entiers	0,988	0	0	0	-2,043	-0,790	0	1,021	-1,579	90,000	90,000	89,996
S5	hkl calculés hkl arrondis	0	1,021	1,579	0,988	0	0	0	2,043	-0,790	90,000	90,004	90,000
S6	hkl calculés hkl entiers	0	2,043	0,790	0,988	0	0	0	1,022	-1,579	90,000	89,998	90,000
S7	hkl calculés hkl entiers	0	2,043	-0,790	0,988	0	0	0	-1,022	-1,579	90,000	90,002	90,000
S8	hkl calculés hkl entiers	0	1,021	-1,579	0,988	0	0	0	-2,043	-0,790	90,000	89,996	90,000
S9	hkl calculés hkl entiers	0	2,043	-0,790	0	1,021	1,579	0,988	0	0	90,011	90,000	90,000
S10	hkl calculés hkl entiers	0	1,021	-1,579	0	2,043	0,790	0,988	0	0	90,006	90,000	90,000
S11	hkl calculés hkl entiers	0	-1,021	-1,579	0	2,043	-0,790	0,988	0	0	89,994	90,000	90,000
S12	hkl calculés hkl entiers	0	-2,043	-0,790	0	1,022	-1,579	0,988	0	0	90,002	90,000	90,000
		0	-2	-1	0	1	-2	1	0	0	78,234	90,000	90,000

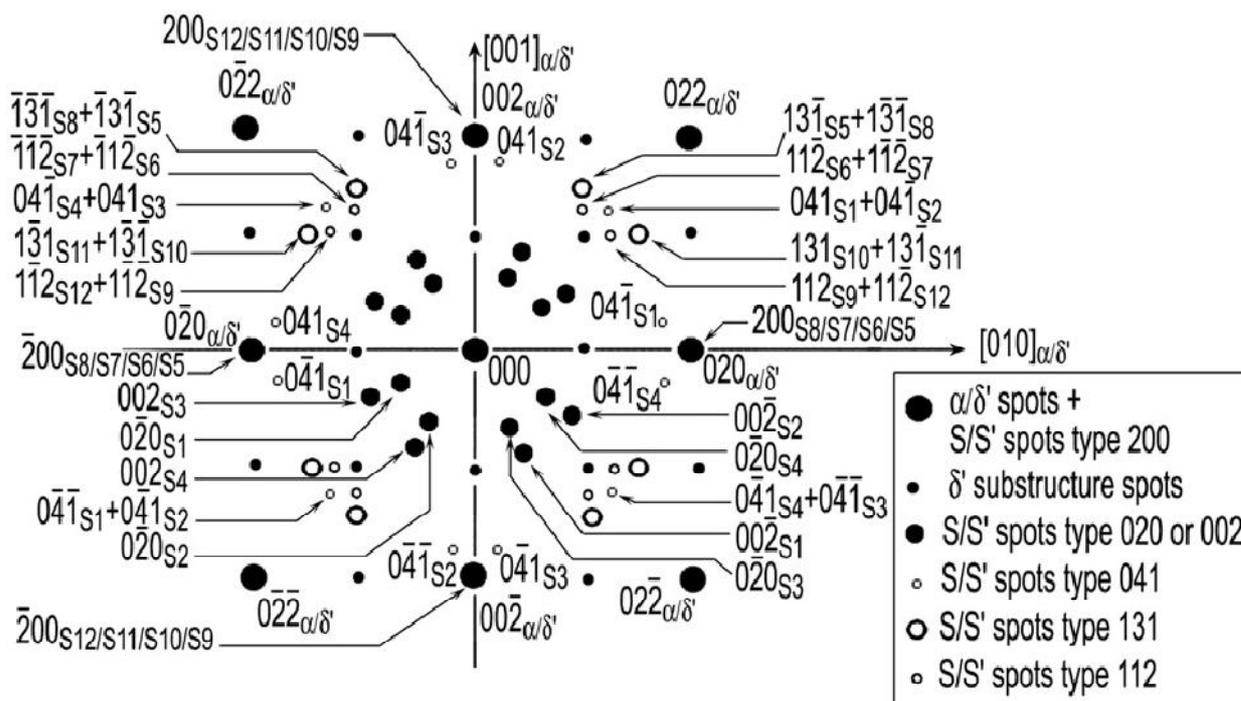


Fig. V.4 : Coupe $(100)_{\alpha/\delta'}$ superposée aux douze coupes des différents systèmes S'/S. Seules les taches permises les plus intenses sont représentées.

V.2.2 Identification théorique des taches de T_1 sur $(100)_{\alpha}$

Pour l'identification des taches de diffraction de la phase $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ de structure hexagonal ($a = 4,965 \text{ \AA}$, $c = 9,345 \text{ \AA}$) [92], nous avons utilisé les relations d'orientation de cette phase avec la matrice d'aluminium, proposées par Noble et Thompson [94] :

$$(0001)_{T_1} // \{111\}_{\alpha} ; (10\bar{1}0)_{T_1} // (\bar{1}10)_{\alpha} ; (11\bar{2}0)_{T_1} // (2\bar{1}\bar{1})_{\alpha}$$

Comme tous les plans du système hexagonal indiqués dans ces relations ont pour axe de zone (0001) , chacun d'eux aura les mêmes indices que sa normale. Le plan basal (0001) porte également les mêmes indices que sa normale. De ce fait, les relations précédentes peuvent s'écrire avec les directions portant les mêmes indices. Pour tous les autres plans de l'hexagonal, les normales à ces plans ne porteront pas les mêmes indices. Ils ne les auront que dans le plan réciproque.

Par conséquent, la direction $[0001]_{T_1}$ peut être parallèle à l'une des quatre directions équivalentes $[111]_{\alpha}$, $[\bar{1}11]_{\alpha}$, $[1\bar{1}1]_{\alpha}$ et $[11\bar{1}]_{\alpha}$. D'autre part, la direction $[10\bar{1}0]_{T_1}$ peut être parallèle à l'une des trois directions équivalentes $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ contenues dans chacun des plans $\{111\}$.

A l'aide de ces relations et de la superposition des projections stéréographiques des plans (111) des systèmes cubique et (0001) du système hexagonal S' ($c/a = 1,88$) (Fig. V.5 et

V.6 respectivement), nous pouvons signaler les résultats suivants : la direction $[0001]_{T_1}$ peut être parallèle à l'un des quatre directions équivalentes $[111]_{\alpha}$, $[\bar{1}11]_{\alpha}$, $[1\bar{1}1]_{\alpha}$ et $[11\bar{1}]_{\alpha}$, que la direction $[10\bar{1}0]_{T_1}$ peut être parallèle à l'une des directions de la famille $\langle 110 \rangle$ et que les directions de type $[\bar{1}2\bar{1}0]_{T_1}$ seront parallèle à l'un des directions de la famille $[112]$, ce qui permet de compléter les deux dernières colonnes du tableau V.5.

On obtient donc douze relations d'orientation définissant les différents variants V1 à V12 de la phase T_1 (présentés dans le tableau V.5).

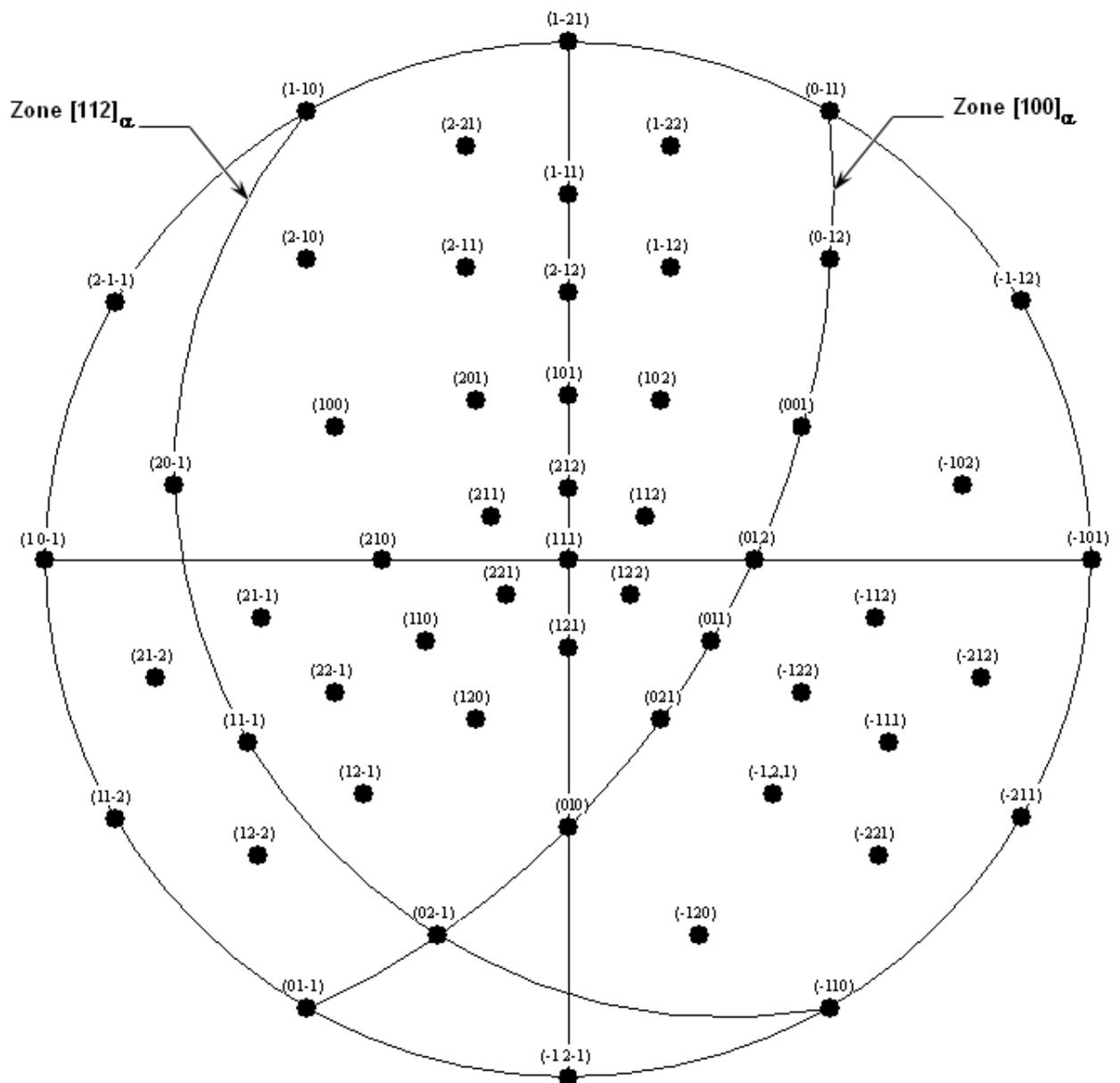


Fig. V.5 : Projection stéréographique standard du système cubique (111).

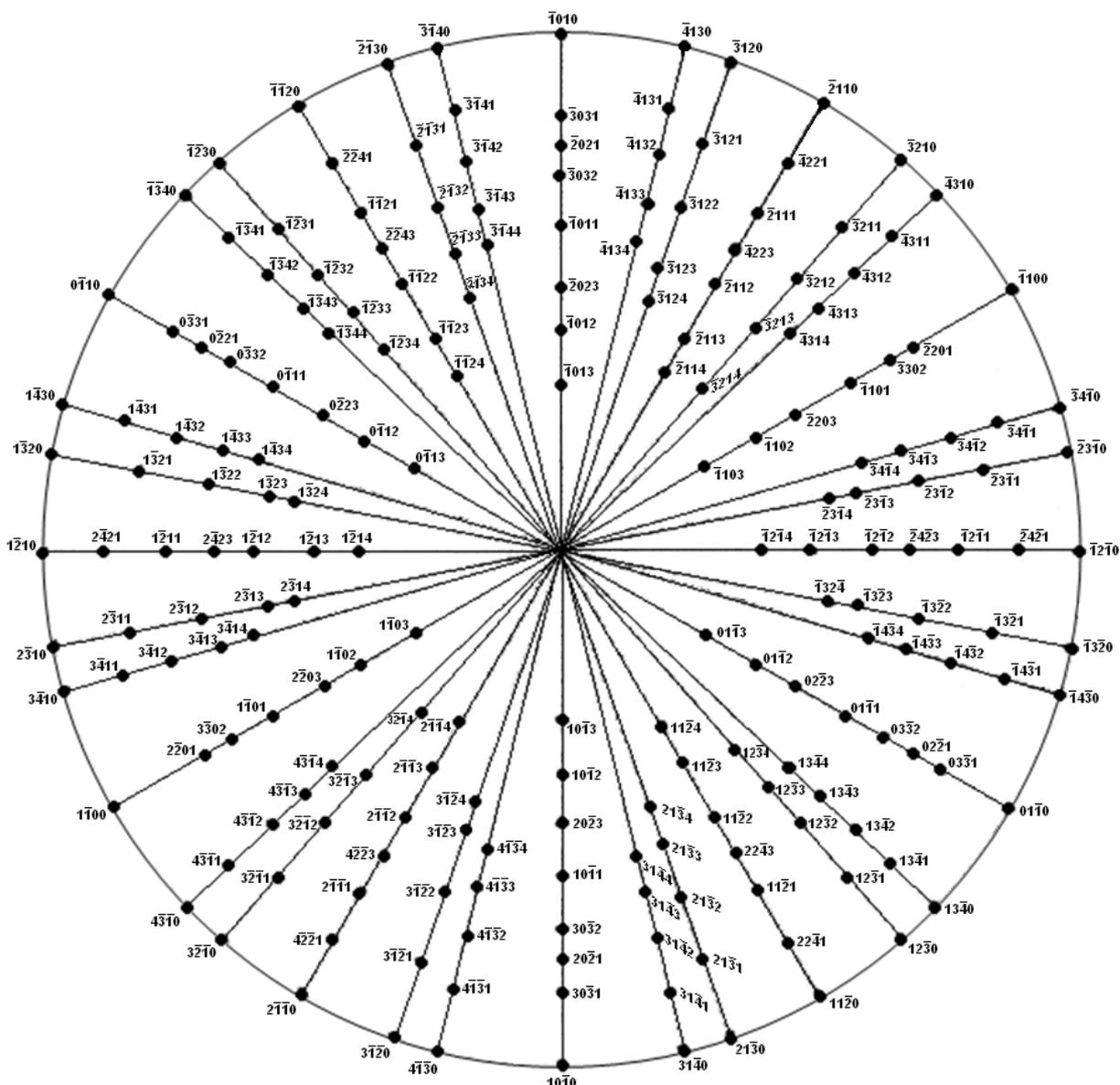


Fig. V.6 : Projections stéréographique (0001) des plans de T_1 ($c/a=1,88$).

Afin d'indexer les taches de diffraction de la phase T_1 sur le diagramme $(100)_\alpha^*$, nous avons procédé comme suit :

-nous avons tracé la projection stéréographique (0001) des plans de la phase hexagonale T_1 ($c/a = 1,88$). Pour calculer l'angle entre deux directions $[h_1k_1l_1]^*$ et $[h_2k_2l_2]^*$ du réseau réciproque de la structure hexagonale, il faut utiliser l'expression écrite dans la base $(\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$:

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1) + k_1 k_2 + \frac{3 a^2}{4 c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + h_1 k_1 + k_1^2 + \frac{3 a^2}{4 c^2} l_1^2 \right) \left(h_2^2 + h_2 k_2 + k_2^2 + \frac{3 a^2}{4 c^2} l_2^2 \right)}}$$

Tab. V.5 : Définition des douze variants T_1 via les relations d'orientation et projections stéréographiques.

Systeme	$[0001]_{T_1} //$	$[10\bar{1}0]_{T_1} //$	$[01\bar{1}0]_{T_1} //$	$[11\bar{2}0]_{T_1} //$
V1	[111]	$[\bar{1}01]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}\bar{1}2]$
V2		$[0\bar{1}1]$	$[1\bar{1}0]$	$[1\bar{2}1]$
V3		$[1\bar{1}0]$	$[10\bar{1}]$	$[2\bar{1}\bar{1}]$
V4	$[\bar{1}11]$	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[1\bar{1}2]$
V5		$[101]$	$[110]$	$[211]$
V6		$[110]$	$[01\bar{1}]$	$[12\bar{1}]$
V7	$[11\bar{1}]$	$[\bar{1}10]$	$[011]$	$[\bar{1}21]$
V8		$[011]$	$[101]$	$[112]$
V9		$[101]$	$[1\bar{1}0]$	$[2\bar{1}1]$
V10	$[1\bar{1}1]$	$[10\bar{1}]$	$[110]$	$[21\bar{1}]$
V11		$[110]$	$[011]$	$[121]$
V12		$[011]$	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}21]$

Cet angle, ainsi calculé, est aussi l'angle entre les deux plans diffractant $(h_1k_1l_1)$ et $(h_2k_2l_2)$ du réseau direct de l'hexagonal.

-nous avons tracé les projections stéréographiques du système cubique $[111]$, $[\bar{1}11]$, $[11\bar{1}]$ et $[1\bar{1}1]$,

-nous avons, ensuite, pour chacun des variants T_1 , superposé la projection (0001) avec l'une des projections $\{111\}$ correspondantes,

-toujours pour chaque variant, nous avons cherché les directions du réseau réciproque de T_1 qui peuvent être parallèle à $[100]_\alpha$, ce qui revient à chercher la zone d'un variant de T_1 , parallèle à la zone $[100]_\alpha$ (Fig. V.7a),

-pour tracer la zone parallèle à $[100]_\alpha$, de chaque variant, il faut calculer les distances R_{hkl} des premières réflexions situées sur les directions de ce variant parallèles aux directions principales $[010]_\alpha$ et $[001]_\alpha$ de la zone $[100]_\alpha$. Nous utilisons les relations suivantes :

$$R_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} \quad \text{avec, pour l'hexagonal :}$$

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + l^2\left(\frac{a}{c}\right)^2}}$$

Les résultats sont rassemblés dans le tableau V.6.

Tab. V.6 : Distances R_{hkl} utilisées dans l'indexation des taches de T_1 sur la coupe $(100)_\alpha^*$.

$R_{hkl} (\text{Å}^{-1})$	0,23	0,39	0,46
Réflexions	$10\bar{1}0_{V2}, 10\bar{1}0_{V4},$ $10\bar{1}0_{V8}, 10\bar{1}0_{V12}$	$10\bar{1}3_{V1}, 10\bar{1}3_{V3},$ $10\bar{1}3_{V5}, 10\bar{1}3_{V6},$ $10\bar{1}3_{V7}, 10\bar{1}\bar{3}_{V9},$ $10\bar{1}\bar{3}_{V10}, 10\bar{1}\bar{3}_{V11}$	$20\bar{2}0_{V2}, 2\bar{2}00_{V3},$ $20\bar{2}0_{V4}, 2\bar{2}00_{V5},$ $20\bar{2}0_{V8}, 2\bar{2}00_{V9},$ $10\bar{1}\bar{3}_{V10}, 20\bar{2}0_{V12}$

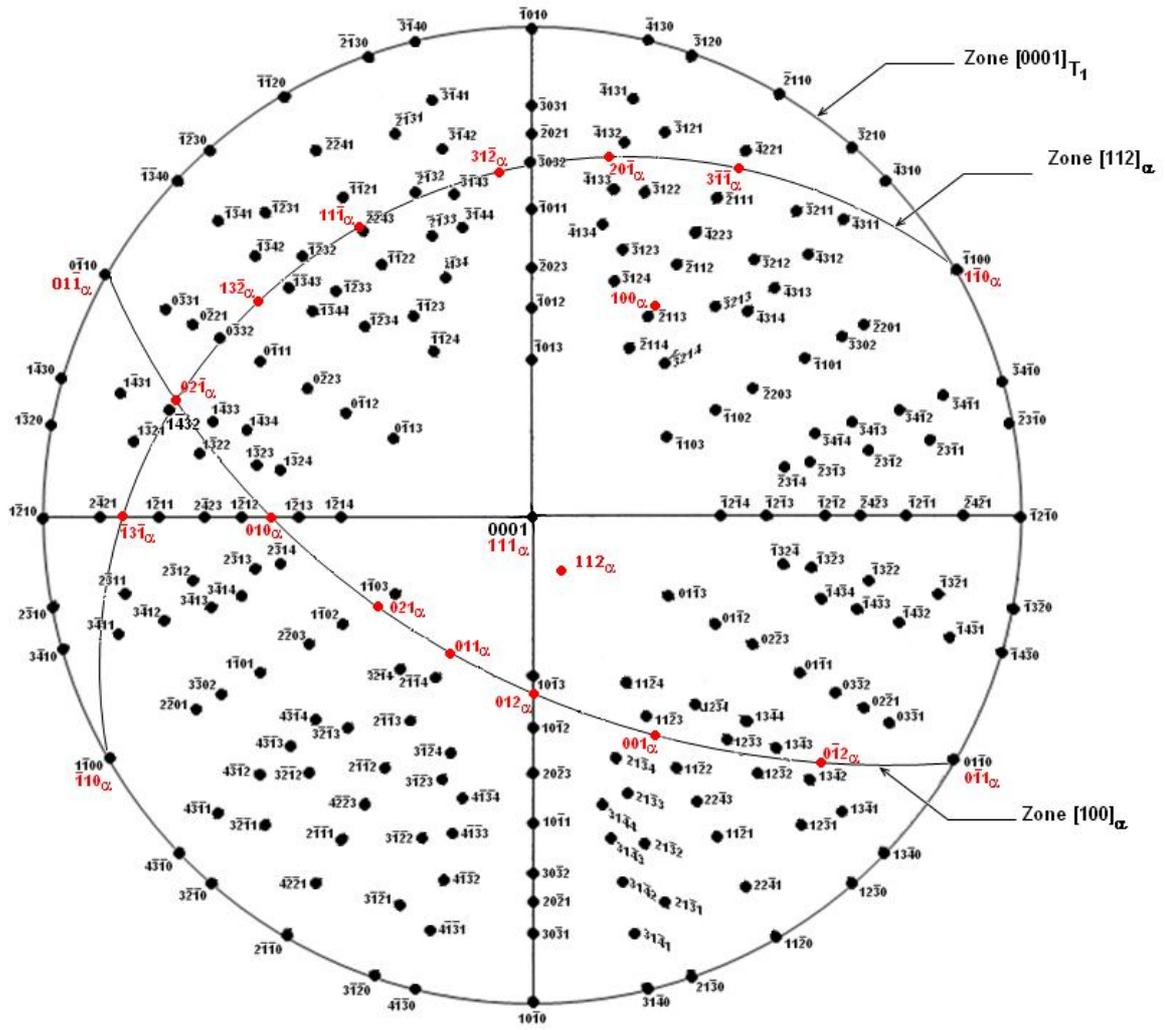
1/ Diffraction du variant V1 sur $(100)_\alpha^*$

Le système V1 est défini par les relations d'orientations suivantes, valables dans les réseaux directs et réciproques :

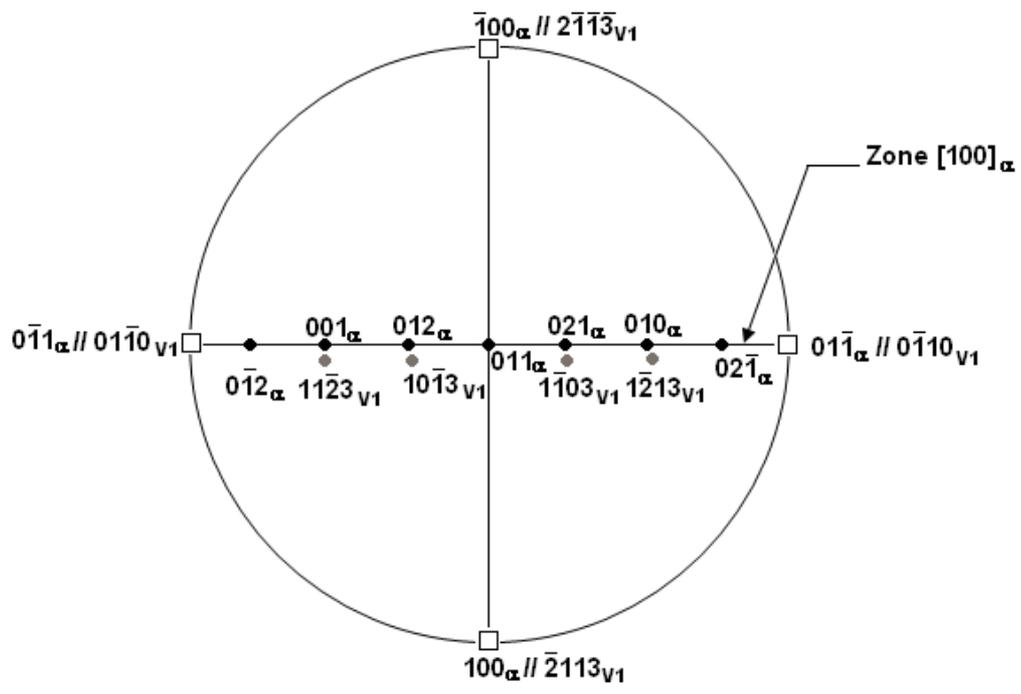
$$[0001]_{T1} // [111]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [0\bar{1}1]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [\bar{1}\bar{1}2]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques des deux phases pour le système V1 $(0001)//(111)$ sur laquelle nous cherchons la zone $[100]_\alpha$ (Fig. V.7a et b).

La figure V.7c montre la coupe $(100)_\alpha^*$ avec l'indexation des taches de la phase T_1 , permises (P) et interdites (I). A titre de vérification, nous avons calculé l'angle entre les directions du réseau réciproque de l'hexagonal (il faut utiliser la relation du $\cos\varphi$ entre plans ou directions du réseau réciproque) $[10\bar{1}3]_{V1}^*$ et $[01\bar{1}0]_{V1}^*$ (Fig.V.7c) : il est égal à $107,06^\circ$. Il est très proche de l'angle entre les directions $[012]_\alpha$ et $[0\bar{1}1]_\alpha$ ($\approx 108,43^\circ$). Nous remarquons que la tache interdite $11\bar{2}3_{T1}$, pour ce système, située sur la direction 001_α , est le résultat de la sommation des taches $10\bar{1}3_{T1}$ et $01\bar{1}0_{T1}$, ce qui confirme la superposition des deux projections stéréographiques. Cette vérification est appliquée pour tous les autres systèmes.



(a)



V1

(b)

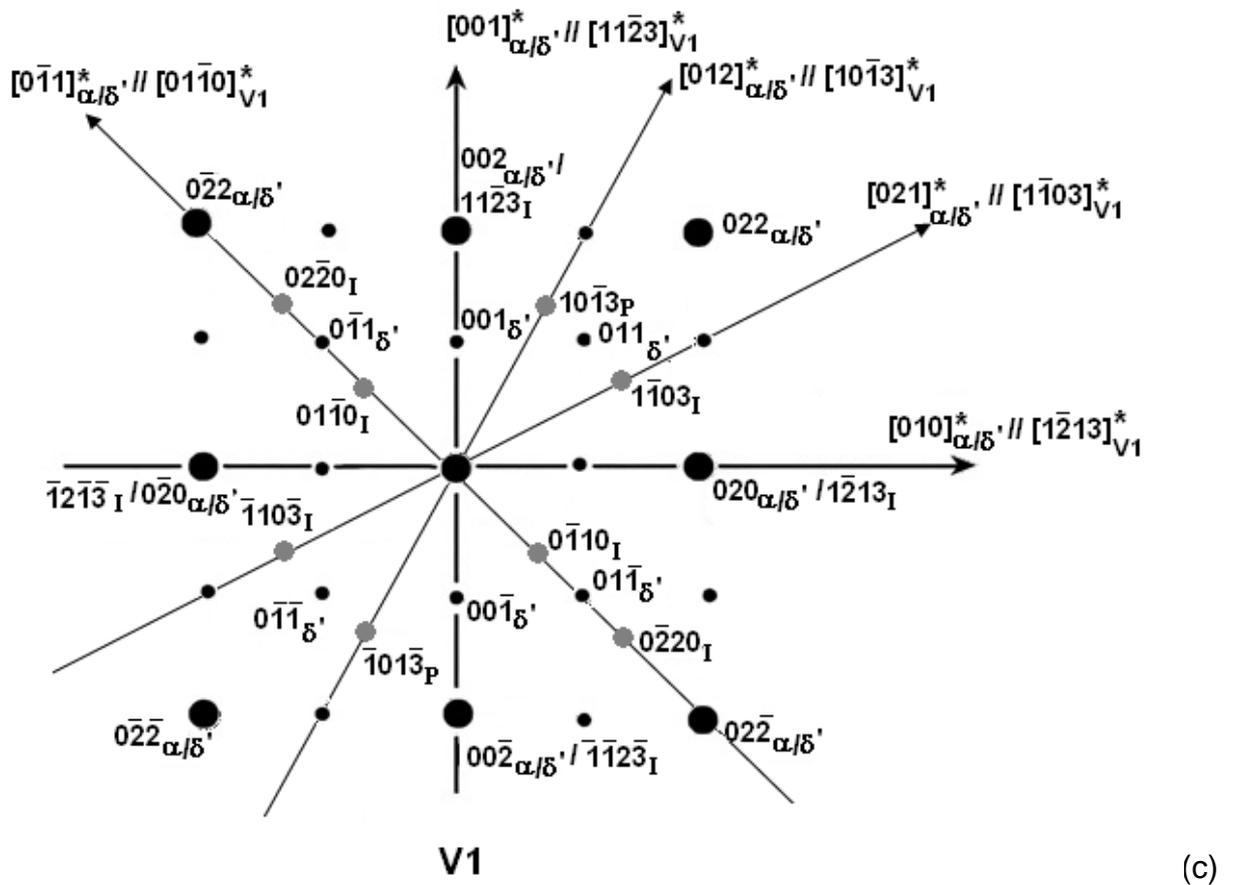


Fig. V.7 : a) Projection stéréographique (0001) superposée à la projection (111) du système cubique, pour le variant 1, b) Zone $[100]_{\alpha}$ et zone correspondante de T_1 , c) Coupe $(100)_{\alpha}^* + (100)_{\delta}^*$ superposée à la coupe correspondant au variant $V1$ avec les taches permises (P) et interdites (I).

La figure V.8 montre la coupe $(100)_{\alpha}^*$ sur laquelle nous n'avons indexé que les taches permises de la phase T_1 , ce qui sera, par la suite, appliqué à tous les autres variants.

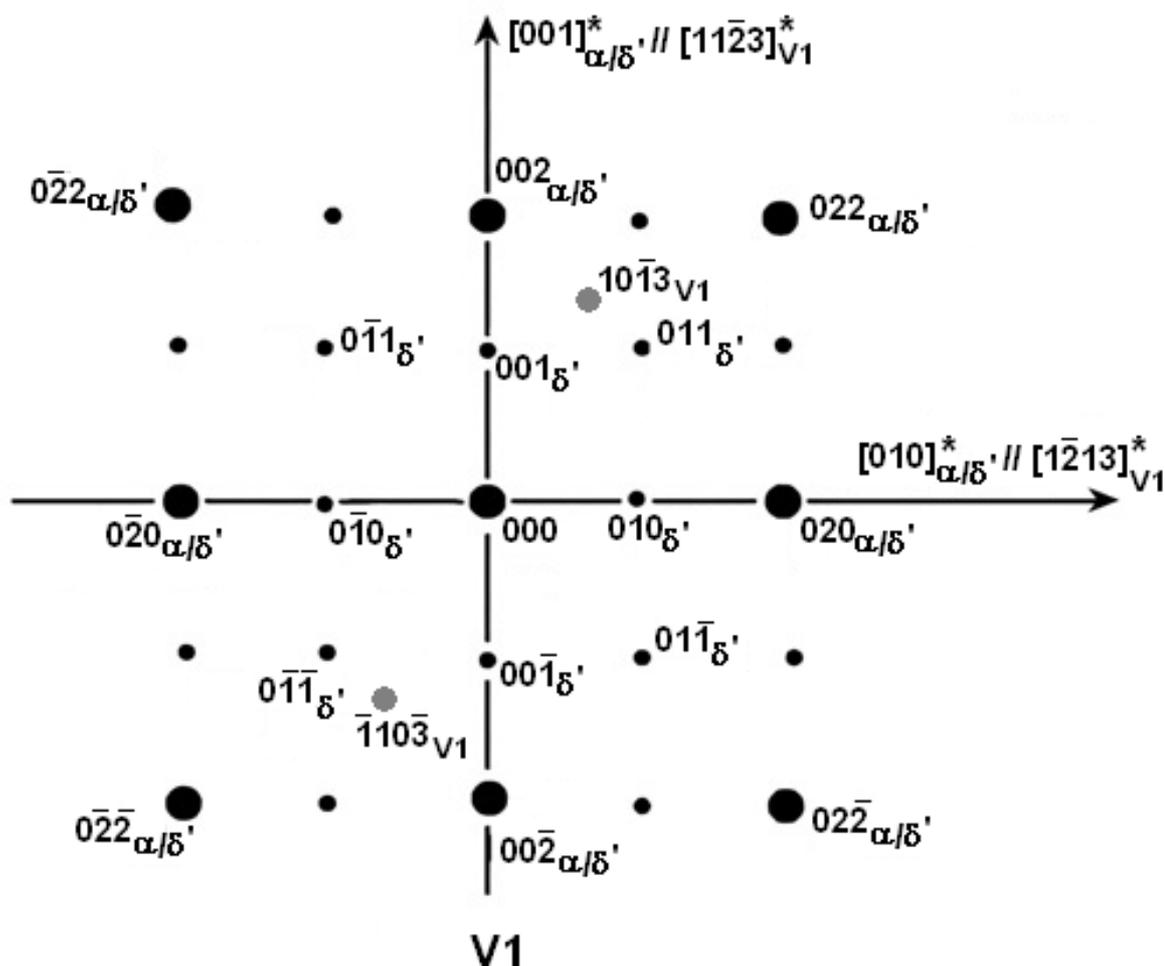


Fig. V.8 : Coupes $(100)^*_\alpha + (100)^*_{\delta'}$ superposées à la coupe correspondant à V1 avec uniquement les taches permises (via fiche ASTM).

2/ Diffraction du variant V2 sur $(100)^*_\alpha$

Ce système est défini par les relations d'orientation suivantes:

$$[0001]_{T1} // [111]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [0\bar{1}1]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [1\bar{1}0]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [1\bar{2}1]_\alpha$$

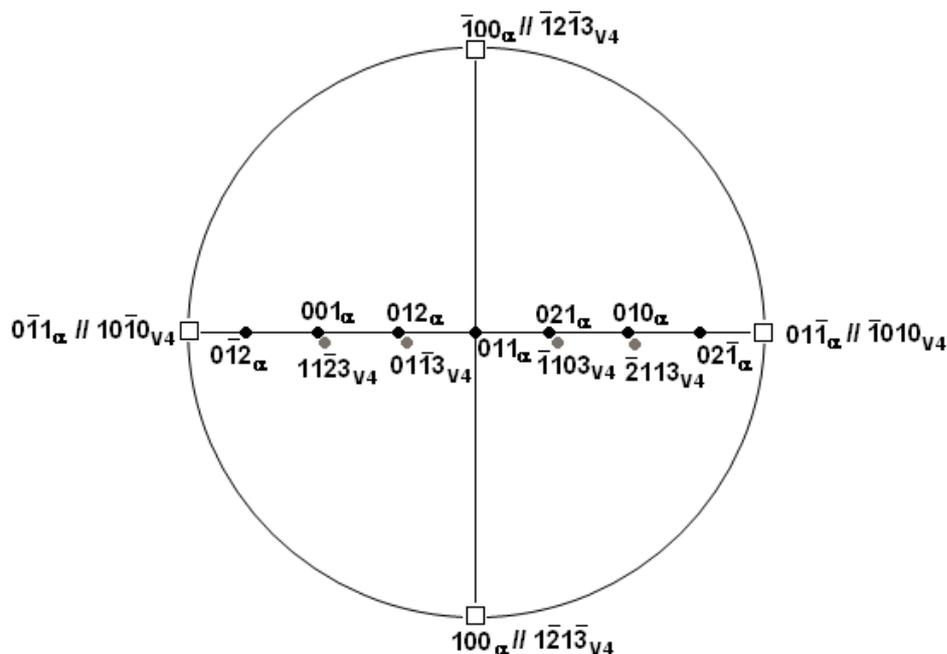
Nous avons procédé exactement comme pour le variant V1 : la superposition des projections stéréographiques permet de déterminer la zone de V2 parallèle à $[100]_\alpha$, ensuite la coupe $(100)^*_\alpha$ est tracée avec l'indexation des réflexions permises de V2 (Fig. V.9).

4/ Diffraction du variant V4 sur $(100)_\alpha^*$

Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

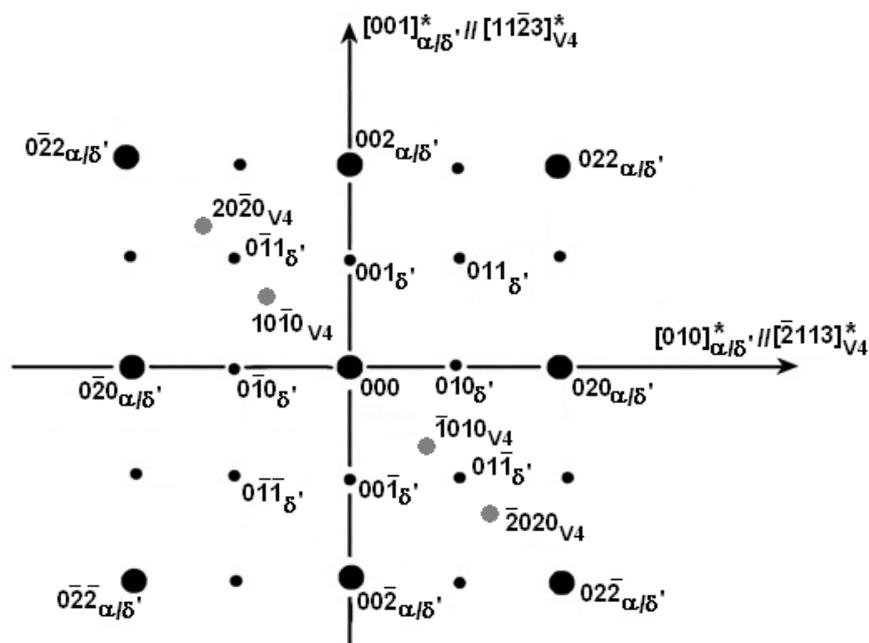
$$[0001]_{T1} // [\bar{1}11]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [0\bar{1}1]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [101]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [1\bar{1}2]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V4 sont montrées sur la figure V.11.



V4

(a)



V4

(b)

Fig. V.11 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V4.

5/ Diffraction du variant V5 sur $(100)_\alpha^*$

Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [\bar{1}11]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [101]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [110]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [211]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V5 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.12.

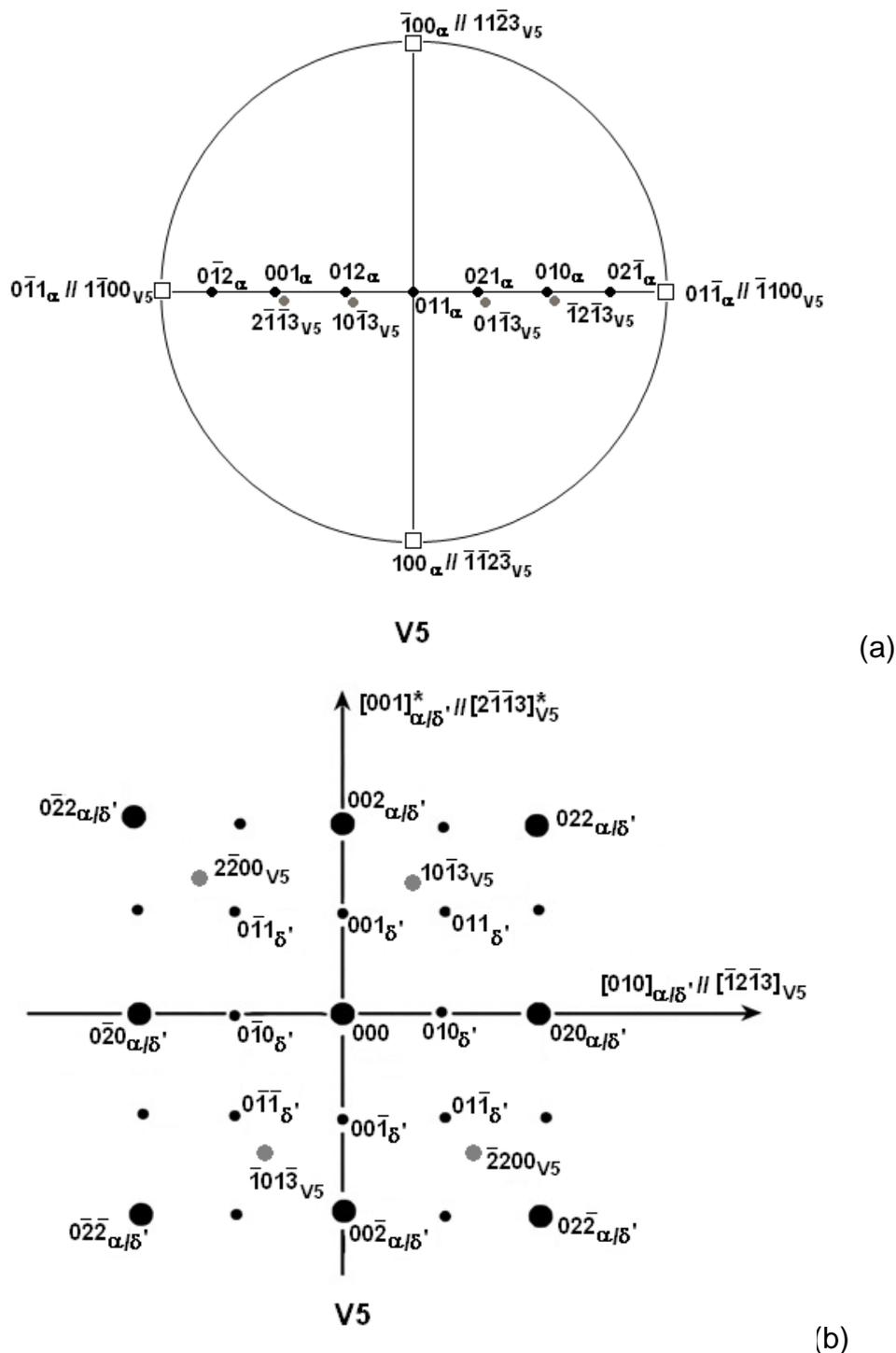


Fig. V.12 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V5.

6/ Diffraction du variant V6 sur $(100)_\alpha^*$

Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [\bar{1}11]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [110]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [01\bar{1}]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [12\bar{1}]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V6 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.13.

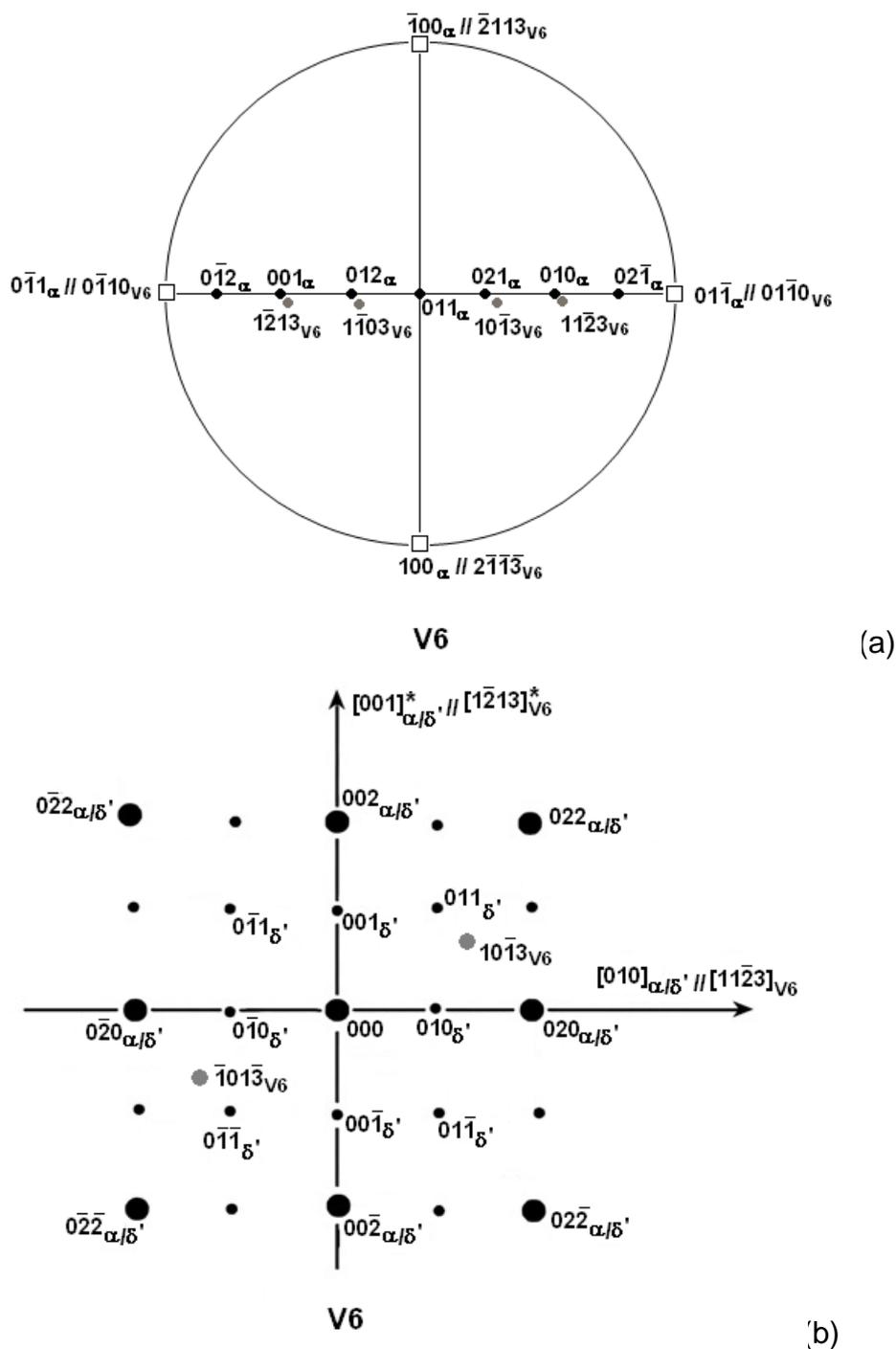


Fig. V.13 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V6.

7/ Diffraction du variant V7 sur $(100)_\alpha^*$

Ce système est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [11\bar{1}]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [\bar{1}10]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [011]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [\bar{1}21]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V7 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.14.

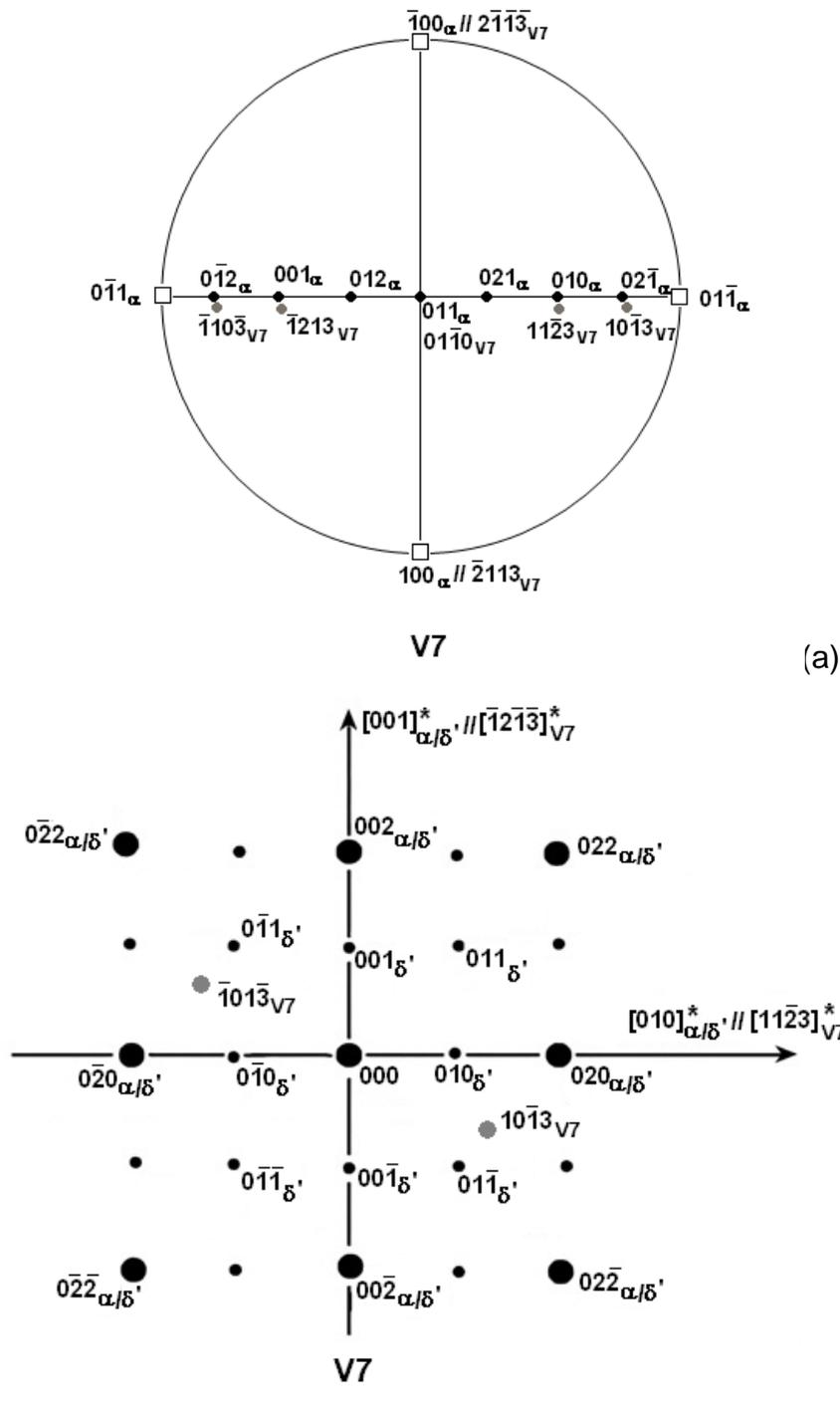


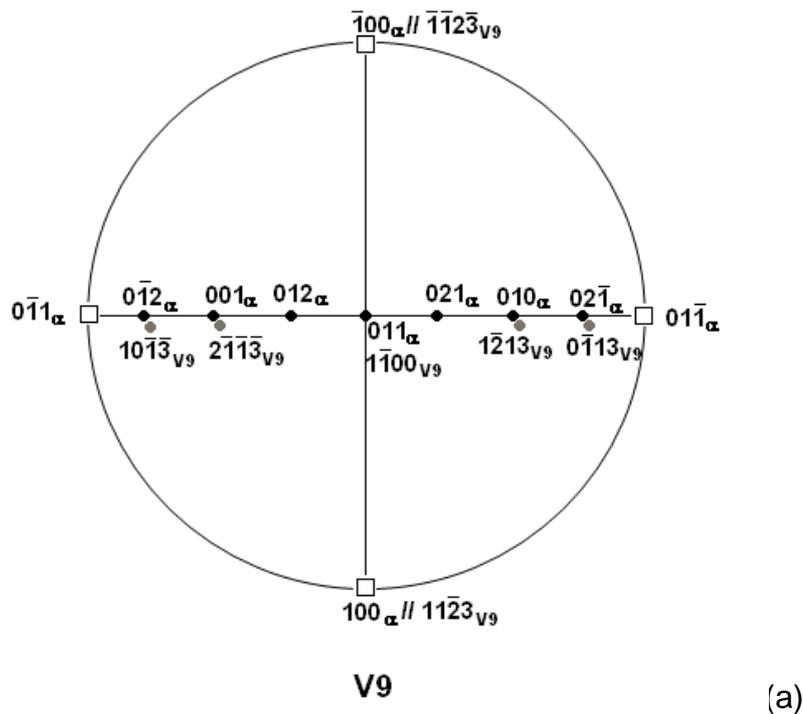
Fig. V.14 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V7.

9/ Diffraction du variant V9 sur $(100)_\alpha^*$

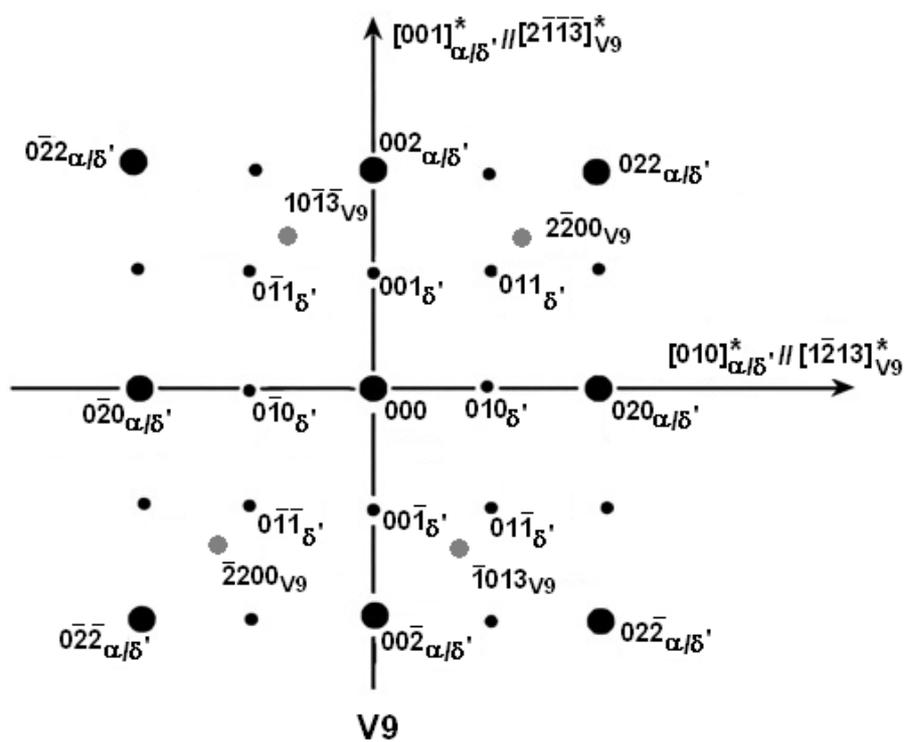
Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [11\bar{1}]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [101]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [1\bar{1}0]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [2\bar{1}1]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V9 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.16.



(a)



(b)

Fig. V.16 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V9.

11/ Diffraction du variant V11 sur $(100)_\alpha^*$

Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [1\bar{1}1]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [110]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [011]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [121]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V11 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.18.

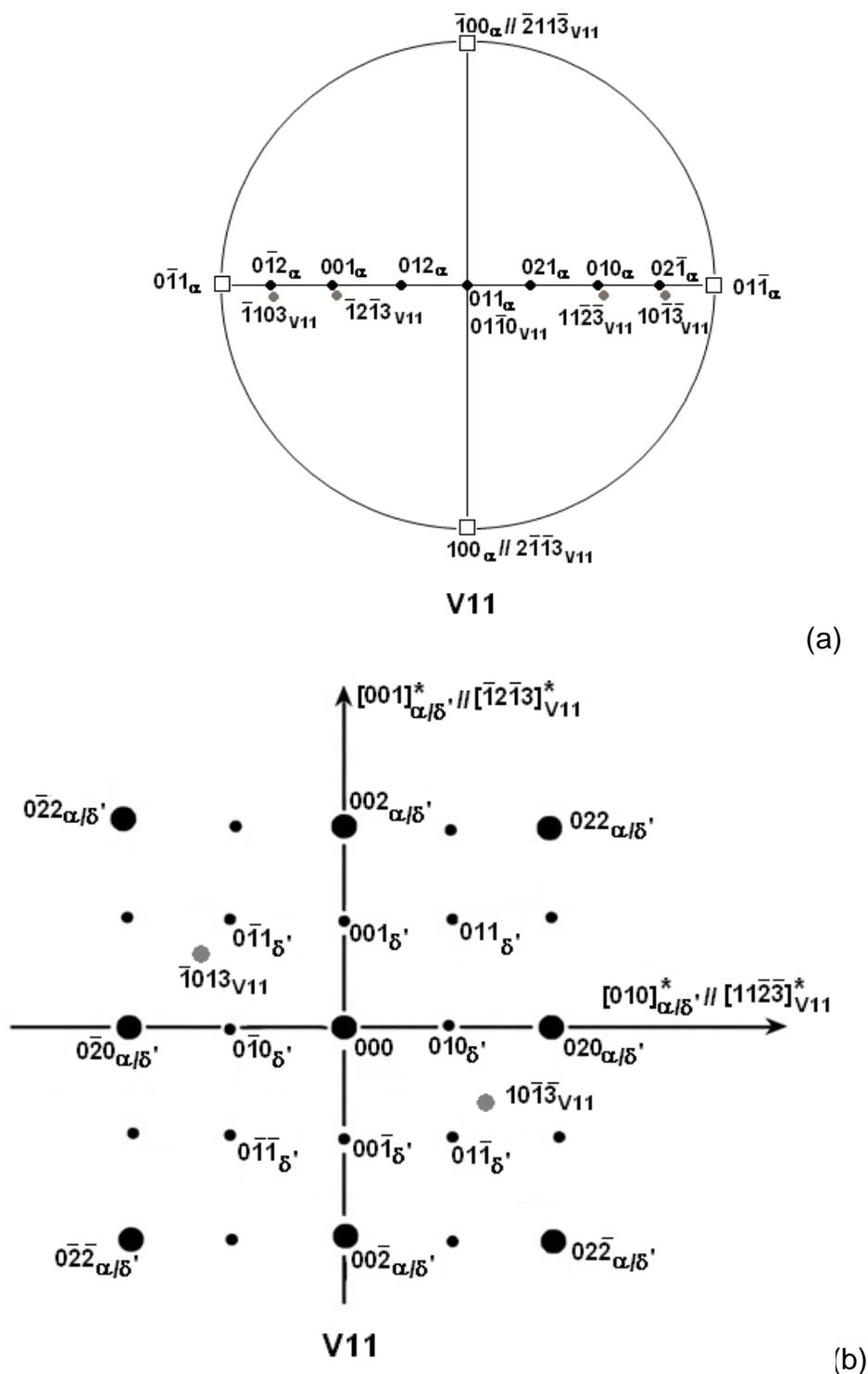


Fig. V.18 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_{\delta'}^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V11.

12/ Diffraction du variant V12 sur $(100)_\alpha^*$

Ce variant est défini par les relations d'orientation suivantes :

$$[0001]_{T1} // [1\bar{1}1]_\alpha, [10\bar{1}0]_{T1} // [011]_\alpha, [01\bar{1}0]_{T1} // [\bar{1}01]_\alpha, [11\bar{2}0]_{T1} // [\bar{1}12]_\alpha$$

La superposition des projections stéréographiques et l'indexation des taches permises du variant V12 sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont montrées sur la figure V.19.

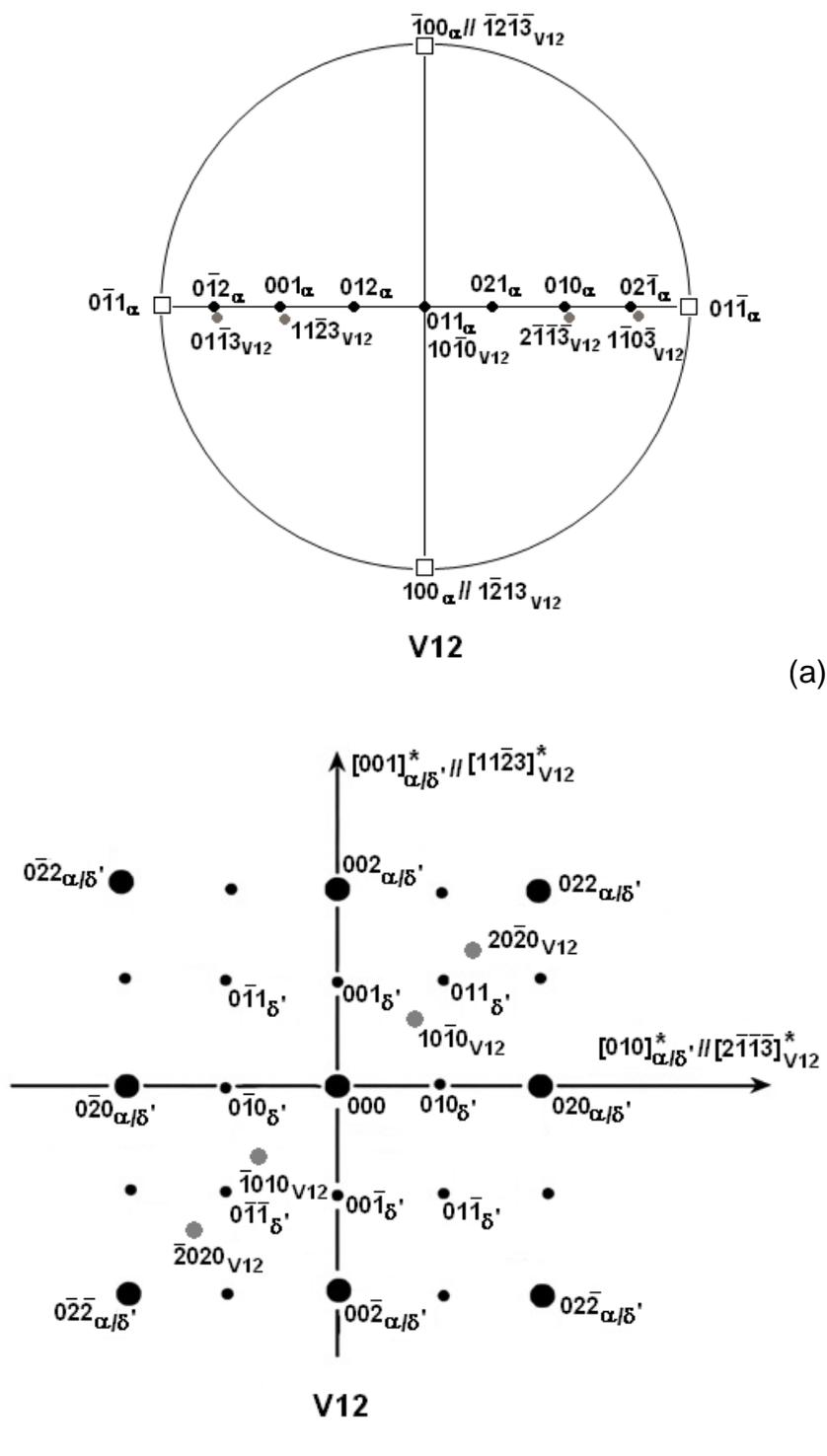


Fig. V.19 : a) Superposition des projections stéréographiques, b) coupes $(100)_\alpha^* + (100)_{\delta'}^*$ superposées à la coupe correspondant au variant V12.

A partir de ces indexations, nous pouvons signaler que les taches permises de la phase T_1 pour les douze variants diffractant sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont : $10\bar{1}3_{V1}$, $10\bar{1}0_{V2}$, $20\bar{2}0_{V2}$, $2\bar{2}00_{V3}$, $\bar{1}013_{V3}$, $20\bar{2}0_{V4}$, $10\bar{1}0_{V4}$, $10\bar{1}3_{V5}$, $2\bar{2}00_{V5}$, $10\bar{1}3_{V6}$, $10\bar{1}3_{V7}$, $10\bar{1}0_{V8}$, $20\bar{2}0_{V8}$, $2\bar{2}00_{V9}$, $10\bar{1}\bar{3}_{V9}$, $2\bar{2}00_{V10}$, $10\bar{1}\bar{3}_{V10}$, $10\bar{1}\bar{3}_{V11}$, $10\bar{1}0_{V12}$, $20\bar{2}0_{V12}$.

La superposition du diagramme $(100)_\alpha^*$ et ceux des systèmes V1 à V12 met en évidence diverses réflexions permises de la phase T_1 . La figure V.20 représente la coupe théorique globale $[(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*]$ accompagnée par l'indexation des taches de la phase T_1 pour tous les variants.

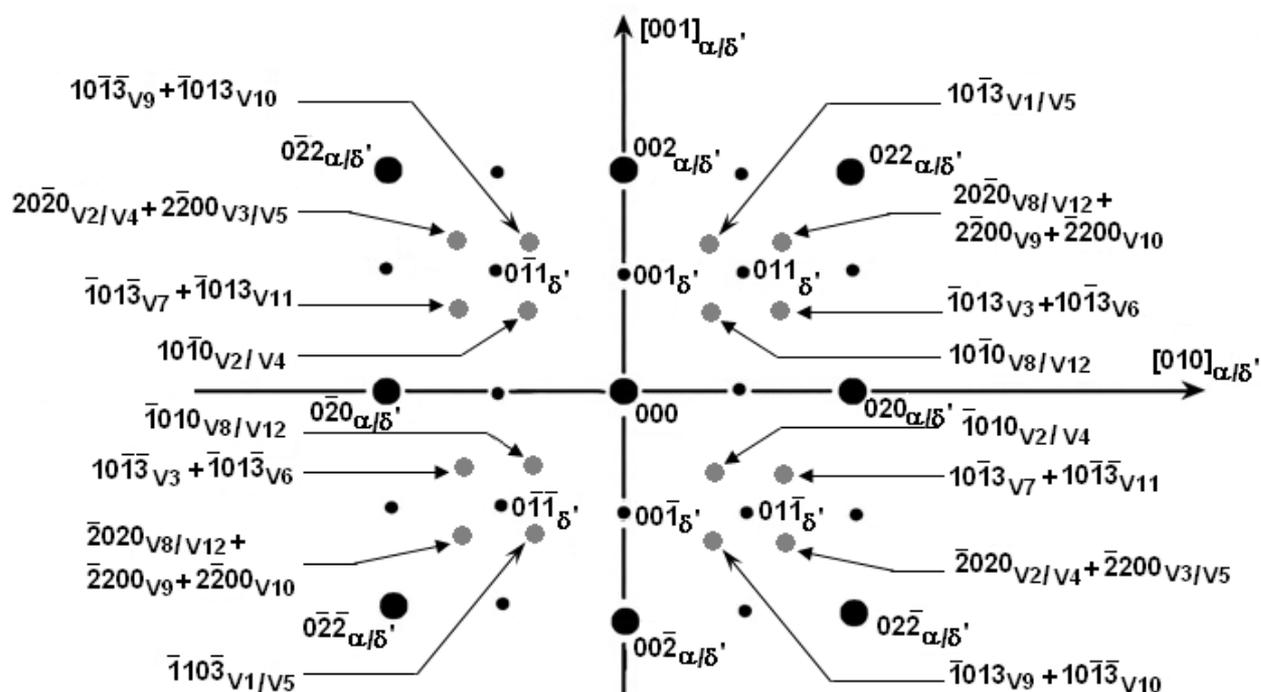


Fig. V.20 : Coupe $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$, superposées aux douze coupes des différents variants T_1 .

Nous allons maintenant indexer les taches de diffraction théoriques permises de toutes les phases précipitées dans le matériau (α , δ'/β' , S'/S et T_1). L'indexation est représentée sur la figure V.21.

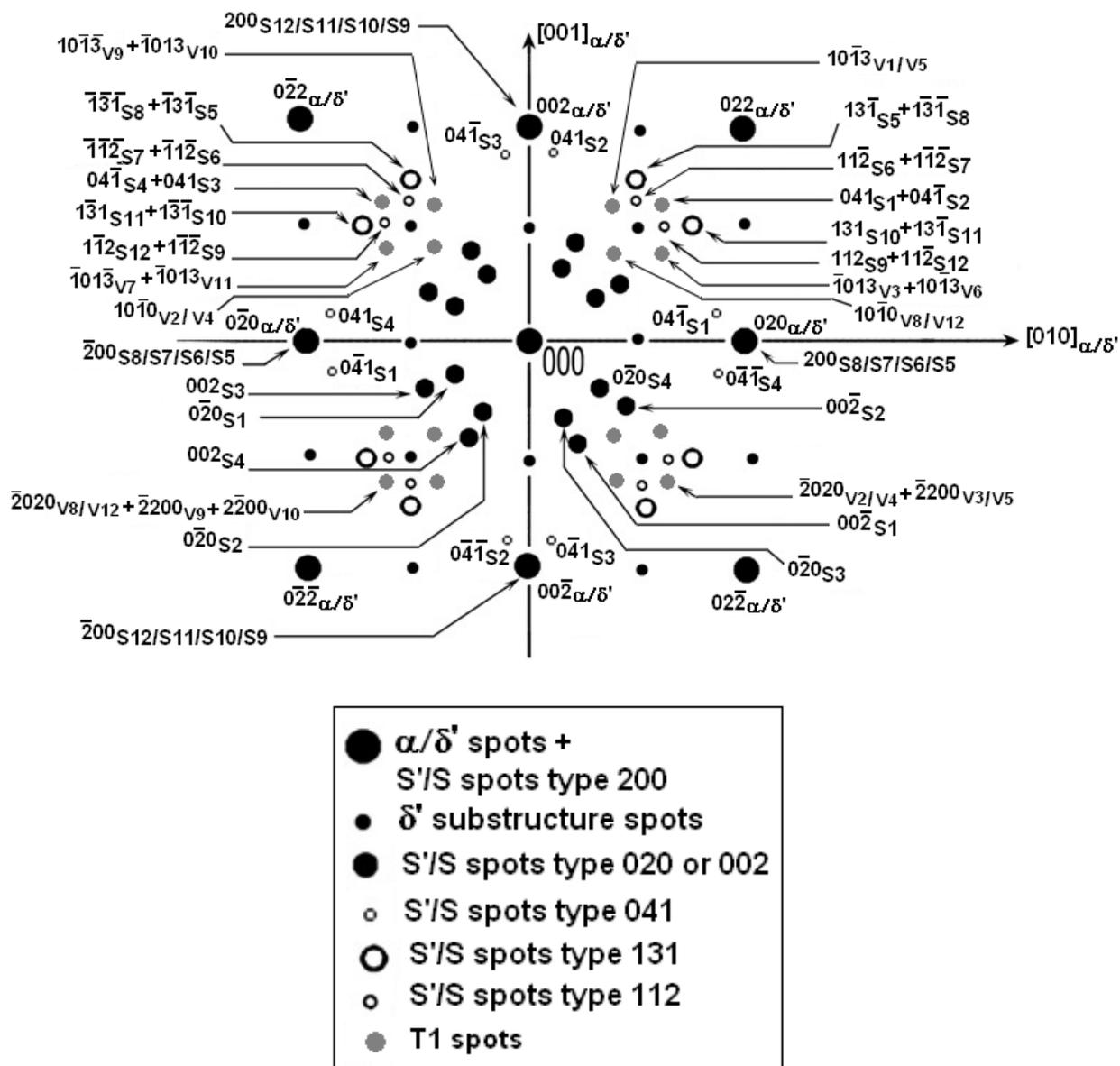


Fig. V.21 : Coupe $(100)_{\alpha}^* + (100)_{\delta'}^*$ avec l'indexation des taches des différentes phases pouvant exister dans le 8090.

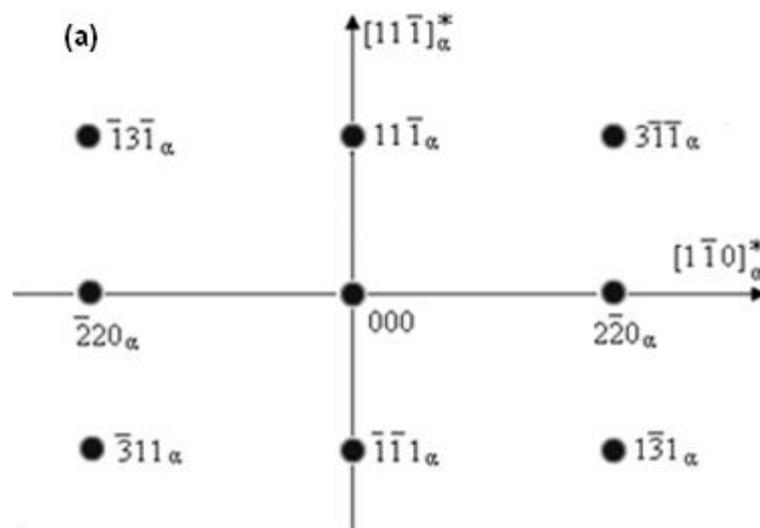
L'étude de la coupe $(100)_{\alpha}^*$ et de la diffraction de T_1 nous permet d'établir le tableau suivant sur lequel sont indiquées les directions réciproques de l'hexagonal parallèles aux directions principales de la matrice cubique (Tab. V.7).

Tab. V.7 : Correspondance entre directions principales du cubique et de l'hexagonal (dans le réseau réciproque).

$T_1 \backslash \alpha$	$[100]_{\alpha}^*$	$[010]_{\alpha}^*$	$[001]_{\alpha}^*$
V1	$[\bar{2}113]_{T_1}^*$	$[1\bar{2}13]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$
V2	$[\bar{1}2\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[\bar{1}\bar{1}23]_{T_1}^*$	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$
V3	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[\bar{2}113]_{T_1}^*$	$[1\bar{2}13]_{T_1}^*$
V4	$[1\bar{2}\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[\bar{2}113]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$
V5	$[\bar{1}\bar{1}2\bar{3}]_{T_1}^*$	$[\bar{1}2\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$
V6	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[1\bar{2}13]_{T_1}^*$
V7	$[\bar{2}113]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[\bar{1}213]_{T_1}^*$
V8	$[\bar{1}2\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$
V9	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[1\bar{2}13]_{T_1}^*$	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$
V10	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[\bar{1}2\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[\bar{2}113]_{T_1}^*$
V11	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$	$[\bar{1}2\bar{1}3]_{T_1}^*$
V12	$[1\bar{2}13]_{T_1}^*$	$[2\bar{1}\bar{1}3]_{T_1}^*$	$[11\bar{2}3]_{T_1}^*$

V.3 Etude théorique du diagramme $(112)_{\alpha}^*$

La figure V.22 montre la coupe $(112)_{\alpha\delta'}$ sur laquelle les taches de la matrice (CFC), de la phase δ' (L_{12}) et de la phase β' (L_{12}) sont indexées.



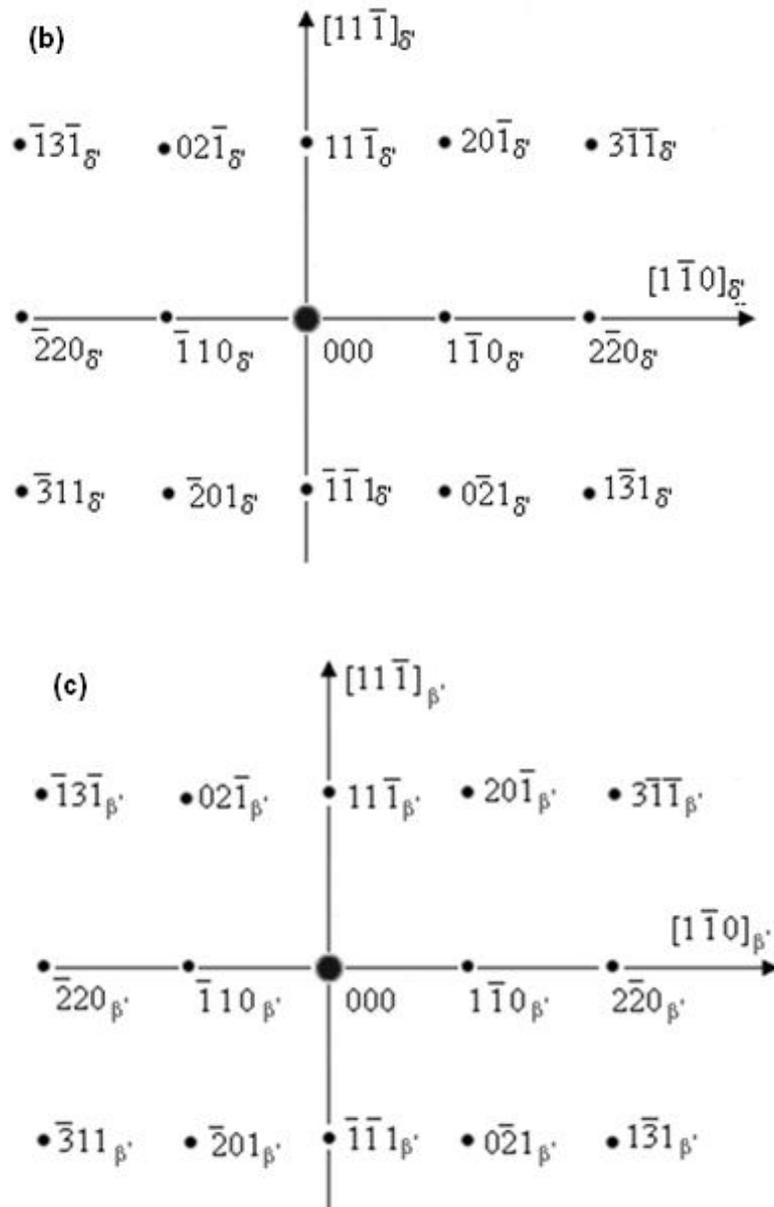


Fig. V.22: Coupes (a) $(112)^*_\alpha$, (b) $(112)^*_\delta$ et (c) $(112)^*_{\beta'}$ indexées.

V.3.1 Identification des taches de la phase S'/S sur $(112)^*_\alpha$

Pour l'indexation des taches de la phase S'/S, il faut procéder de la même manière que pour l'indexation de la coupe $(100)^*_\alpha$. A l'aide des matrices de transfert d'une phase à l'autre, les plans du réseau réciproque de la phase S'/S qui se superposent au plan $(112)^*_\alpha$ de la phase α sont calculés.

Le plan réciproque $(112)^*_\alpha$ contient deux directions principales perpendiculaires entre elles: $[1\bar{1}0]^*_\alpha$ et $[11\bar{1}]^*_\alpha$. Il suffit de calculer successivement les directions des différents

systèmes de S/S qui sont parallèles à $[112]_{\alpha}^*$ (la normale au plan $(112)_{\alpha}^*$), à $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$ et à $[11\bar{1}]_{\alpha}^*$ (Tab. V.8).

Tab. V.8 : Calcul des directions réciproques de S/S équivalentes à $[112]_{\alpha}^*$, $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$ et à $[11\bar{1}]_{\alpha}^*$.

	MATRICE S1			MATRICE S2			MATRICE S3			MATRICE S4		
	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0
	0	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,021
	0	-0,790	1,579	0	-1,579	0,788	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1
	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1
h	0,988	0,988	0,988	0,9878	0,9878	0,9878	0,988	0,9878	0,9878	0,988	0,9878	0,988
k	4,086	-2,043	1,022	5,1078	-1,021	-1,022	3,06504	1,021	-3,065	0,000	2,043	-3,065
l	2,369	0,790	-2,369	-0,00401	1,579	-2,367	-3,15861	1,579	-0,790	-3,948	0,790	0,790
	MATRICE S5			MATRICE S6			MATRICE S7			MATRICE S8		
	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,9878	0	0	0,9878	0
	1,021	0	2,043	2,043	0	1,022	2,043	0	-1,022	1,021	0	-2,043
	1,579	0	-0,790	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-1,579	-1,579	0	-0,790
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1
	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1
h	0,9878	-0,988	0,9878	0,9878	-0,988	0,9878	0,9878	-0,988	0,9878	0,9878	-0,988	0,9878
k	5,108	1,02138	-1,022	4,087	2,04303	1,021	0,000	2,04303	3,065	-3,065	1,02138	3,065
l	0,000	1,57935	2,369	-2,369	0,78963	2,369	-3,948	-0,78963	0,790	-3,159	-1,57935	-0,790
	MATRICE S9			MATRICE S10			MATRICE S11			MATRICE S12		
	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988	0	0	0,988
	2,043	1,021	0	1,021	2,043	0	-1,021	2,043	0	-2,043	1,022	0
	-0,790	1,579	0	-1,579	0,790	0	-1,579	-0,790	0	-0,790	-1,579	0
	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)	Matrice (1)	Matrice (2)	Matrice (3)
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1
	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1	2	0	-1
h	1,9756	0	-0,988	1,9756	0	-0,988	1,9756	0	-0,988	1,9756	0	-0,988
k	3,064	1,022	3,064203	3,064	-1,022	3,06441	1,022	-3,064	1,02165	-1,021	-3,065	-1,0213
l	0,790	-2,369	0,78972	-0,790	-2,369	-0,78972	-2,369	-0,790	-2,36898	-2,369	0,790	-2,36898

A titre complémentaire et comparatif, la superposition des projections stéréographiques (100) du système cubique et (001) du système orthorhombique, est utilisée afin d'établir un tableau de correspondance entre les directions parallèles des deux phases (Fig. V.23). Pour faciliter l'indexation, Il est plus commode de chercher sur cette superposition la zone $[112]_{\alpha}$ et la ou les zones les plus proches du système S/S.

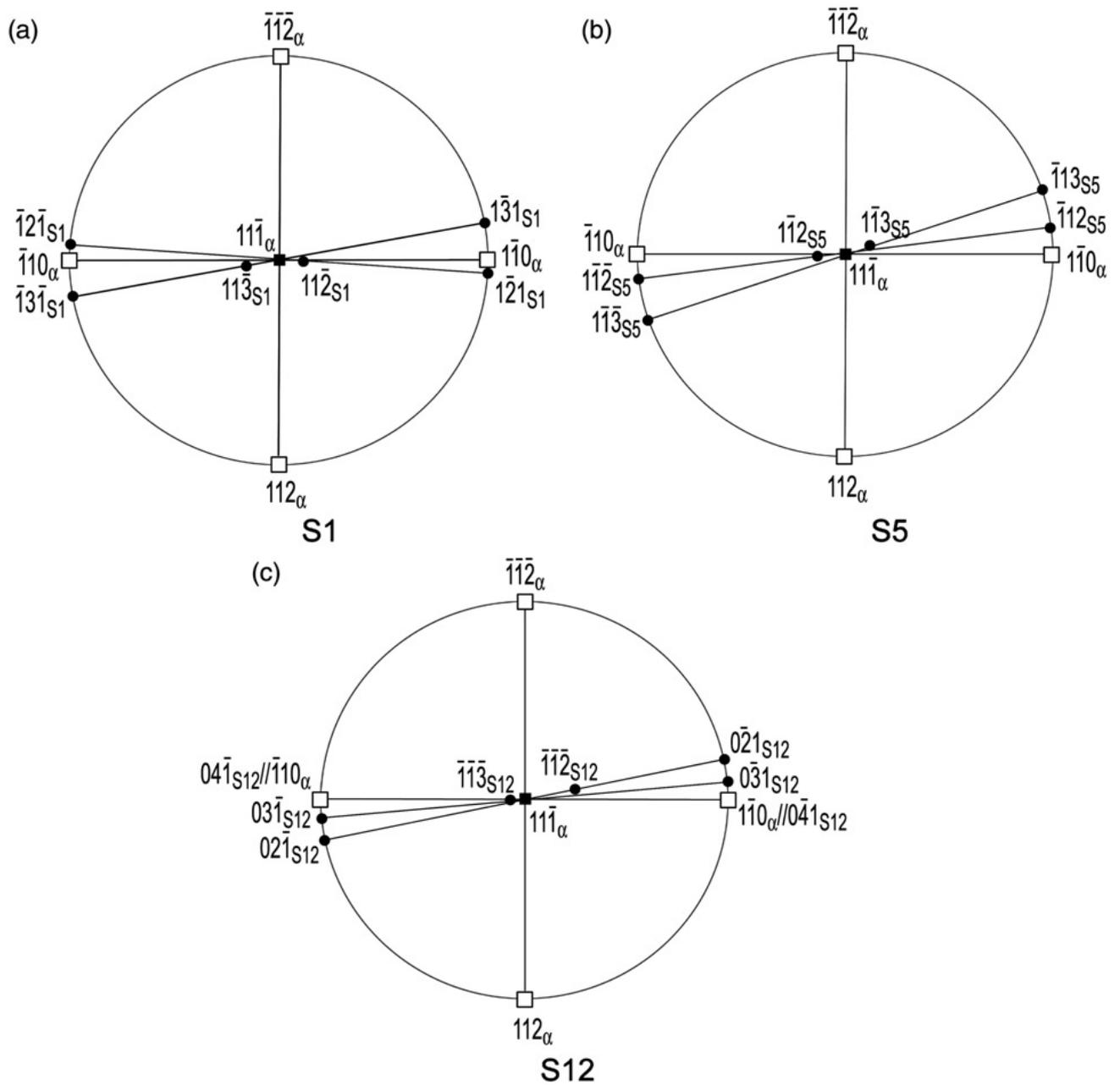


Fig. V.23 : Superposition des projections stéréographiques montrant la zone $[112]_\alpha$ et les zones correspondantes dans les systèmes S_1 , S_5 et S_{12} .

Les résultats obtenus pour tous les systèmes de S'/S sont rassemblés dans le tableau V.9 où les angles indiqués sont définis comme suit :

$$\theta_1 = ([112]^*_\alpha, [uvw]^*_{S'/S}), \quad \theta_2 = ([\bar{1}\bar{1}0]^*_\alpha, [hkl]^*_{S'/S}) \quad \text{et} \quad \theta_3 = ([11\bar{1}]^*_\alpha, [hkl]^*_{S'/S}).$$

Tab. V.9 : Correspondance entre les directions principales de la zone $[112]_{\alpha}^*$ et les directions équivalentes des différents systèmes de la phase S/S [180].

System	$[112]_{\alpha}^*$		$[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$		$[11\bar{1}]_{\alpha}^*$	
	Calculation	Projection ($\theta 1^{\circ}$)	Calculation	Projection ($\theta 2^{\circ}$)	Calculation	Projection ($\theta 3^{\circ}$)
S1	$[142]_{S1}^*$	$[132]_{S1}^*$ 7°	$[1\bar{2}1]_{S1}^*$	$[1\bar{2}1]_{S1}^*$ 4° $[1\bar{3}1]_{S1}^*$ 10°	$[11\bar{2}]_{S1}^*$	$[11\bar{2}]_{S1}^*$ 5° $[11\bar{3}]_{S1}^*$ 7°
S2	$[150]_{S2}^*$	$[140]_{S2}^*$ 3°	$[1\bar{1}2]_{S2}^*$	$[1\bar{1}2]_{S2}^*$ 6° $[1\bar{1}3]_{S2}^*$ 17°	$[1\bar{1}\bar{2}]_{S2}^*$	$[1\bar{1}\bar{2}]_{S2}^*$ 5° $[1\bar{1}\bar{3}]_{S2}^*$ 7°
S3	$[13\bar{3}]_{S3}^*$	$[13\bar{3}]_{S3}^*$ 2°	$[112]_{S3}^*$	$[112]_{S3}^*$ 6° $[113]_{S3}^*$ 17°	$[1\bar{3}\bar{1}]_{S3}^*$	$[1\bar{2}\bar{1}]_{S3}^*$ 4° $[1\bar{3}\bar{1}]_{S3}^*$ 15°
S4	$[10\bar{4}]_{S4}^*$	$[10\bar{3}]_{S4}^*$ 6°	$[121]_{S4}^*$	$[121]_{S4}^*$ 7° $[131]_{S4}^*$ 9°	$[1\bar{3}1]_{S4}^*$	$[1\bar{2}1]_{S4}^*$ 14° $[1\bar{3}1]_{S4}^*$ 4°
S5	$[150]_{S5}^*$	$[140]_{S5}^*$ 4°	$[\bar{1}12]_{S5}^*$	$[\bar{1}12]_{S5}^*$ 6° $[\bar{1}13]_{S5}^*$ 17°	$[1\bar{1}\bar{2}]_{S5}^*$	$[1\bar{1}\bar{2}]_{S5}^*$ 6° $[1\bar{1}\bar{3}]_{S5}^*$ 5°
S6	$[14\bar{2}]_{S6}^*$	$[13\bar{2}]_{S6}^*$ 7°	$[\bar{1}21]_{S6}^*$	$[\bar{1}21]_{S6}^*$ 6° $[\bar{1}31]_{S6}^*$ 10°	$[112]_{S6}^*$	$[112]_{S6}^*$ 5° $[113]_{S6}^*$ 6°
S7	$[10\bar{4}]_{S7}^*$	$[10\bar{4}]_{S7}^*$ 4°	$[\bar{1}2\bar{1}]_{S7}^*$	$[\bar{1}2\bar{1}]_{S7}^*$ 5° $[\bar{1}3\bar{1}]_{S7}^*$ 10°	$[131]_{S7}^*$	$[121]_{S7}^*$ 15° $[131]_{S7}^*$ 4°
S8	$[1\bar{3}\bar{3}]_{S8}^*$	$[1\bar{3}\bar{3}]_{S8}^*$ 2°	$[\bar{1}\bar{1}2]_{S8}^*$	$[\bar{1}\bar{1}2]_{S8}^*$ 6° $[\bar{1}\bar{1}3]_{S8}^*$ 17°	$[13\bar{1}]_{S8}^*$	$[12\bar{1}]_{S8}^*$ 13° $[13\bar{1}]_{S8}^*$ 4°
S9	$[231]_{S9}^*$	$[231]_{S9}^*$ 3°	$[01\bar{2}]_{S9}^*$	$[01\bar{2}]_{S9}^*$ 3° $[01\bar{3}]_{S9}^*$ 4°	$[\bar{1}31]_{S9}^*$	$[\bar{1}21]_{S9}^*$ 15° $[\bar{1}31]_{S9}^*$ 5°
S10	$[23\bar{1}]_{S10}^*$	$[23\bar{1}]_{S10}^*$ 3°	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S10}^*$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{S10}^*$ 3° $[0\bar{1}\bar{3}]_{S10}^*$ 4°	$[\bar{1}31]_{S10}^*$	$[\bar{1}2\bar{1}]_{S10}^*$ 14° $[\bar{1}3\bar{1}]_{S10}^*$ 3°
S11	$[21\bar{2}]_{S11}^*$	$[21\bar{2}]_{S11}^*$ 4°	$[0\bar{3}\bar{1}]_{S11}^*$	$[0\bar{4}\bar{1}]_{S11}^*$ 0° $[0\bar{3}\bar{1}]_{S11}^*$ 5° $[0\bar{2}\bar{1}]_{S11}^*$ 15°	$[1\bar{1}2]_{S11}^*$	$[\bar{1}\bar{1}2]_{S11}^*$ 5° $[\bar{1}\bar{1}3]_{S11}^*$ 6°
S12	$[2\bar{1}\bar{2}]_{S12}^*$	$[2\bar{1}\bar{2}]_{S12}^*$ 3°	$[0\bar{3}1]_{S12}^*$	$[0\bar{4}1]_{S12}^*$ 0° $[0\bar{3}1]_{S12}^*$ 5° $[0\bar{2}1]_{S12}^*$ 14°	$[112]_{S12}^*$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{S12}^*$ 14° $[\bar{1}\bar{1}\bar{3}]_{S12}^*$ 3°

La figure V.24 présente les taches de diffraction électronique des systèmes S1, S5 et S12 pouvant apparaître sur le diagramme théorique $(112)_{\alpha}^*$. Comme les directions $[112]_{\alpha}^*$, $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$ et $[11\bar{1}]_{\alpha}^*$ sont perpendiculaires deux à deux, il faut que les directions équivalentes dans S/S soient également perpendiculaires deux à deux. La vérification de cette orthogonalité est montrée sur le tableau V.10.

Tab. V.10 : Orthogonalité entre les directions de S/S équivalentes à $[112]_{\alpha}^*$, $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$ et $[11\bar{1}]_{\alpha}^*$.

Systemes s	hkl	$[112]_{\alpha}^*$			$[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$			$[11\bar{1}]_{\alpha}^*$			$\Phi_{\alpha}^{\perp}(h_1k_1l_1, h_2k_2l_2)$	$\Phi_{\alpha}^{\perp}(h_1k_1l_1, h_3k_3l_3)$	$\Phi_{\alpha}^{\perp}(h_2k_2l_2, h_3k_3l_3)$
		h_1	k_1	l_1	h_2	k_2	l_2	h_3	k_3	l_3			
S1	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	4,086 4	2,369 2	0,988 1	-2,043 -2	0,790 1	0,988 1	1,022 1	-2,369 -2	89,9985 87,7343	90,0001 82,0261	90,0030 89,9985
S2	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	5,108 5	-0,004 0	0,988 1	-1,021 -1	1,579 2	0,988 1	-1,022 -1	-2,367 -2	90,0305 88,9987	89,9623 88,9987	89,9782 91,5248
S3	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	3,065 3	-3,159 -3	0,988 1	1,021 1	1,579 2	0,988 1	-3,065 -3	-0,790 -1	90,0021 94,9631	90,0007 86,3850	89,9983 93,9656
S4	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	-5E-04 0	-3,948 -4	0,988 1	2,043 2	0,790 1	0,988 1	-3,065 -3	0,790 1	90,0032 94,1051	89,9982 93,4039	89,9998 85,5919
S5	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	5,108 5	0,000 0	-0,988 -1	1,021 1	1,579 2	0,988 1	-1,022 -1	2,369 2	90,0031 91,0013	90,0035 88,9987	89,9985 88,4752
S6	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	4,087 4	-2,369 -2	-0,988 -1	2,043 2	0,79 1	0,988 1	1,021 1	2,369 2	90,0001 92,2657	90,0043 82,0261	90,0028 90,0015
S7	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	0,000 0	-3,948 -4	-0,988 -1	2,043 2	-0,79 -1	0,988 1	3,065 3	0,790 1	90,0026 85,8949	90,0053 93,4039	90,0011 94,4081
S8	hkl calculés hkl entiers	0,988 1	-3,065 -3	-3,159 -3	-0,988 -1	1,021 1	-1,579 -2	0,988 1	3,065 3	-0,790 -1	89,9979 85,0369	90,0007 86,3850	90,0017 86,0344
S9	hkl calculés hkl entiers	1,976 2	3,064 3	0,790 1	0 0	1,022 1	-2,369 -2	-0,988 -1	3,064 3	0,79 1	90,0000 91,2671	90,0072 90,0547	89,9999 91,7927
S10	hkl calculés hkl entiers	1,976 2	3,064 3	-0,790 -1	0 0	-1,022 -1	-2,369 -2	-0,988 -1	3,064 3	-0,79 -1	89,9987 88,7329	90,0040 90,0547	89,9982 88,2073
S11	hkl calculés hkl entiers	1,976 2	1,022 1	-2,369 -2	0 0	-3,064 -3	-0,790 -1	-0,988 -1	1,022 -1	-2,369 2	89,9987 88,8704	89,9984 81,1376	89,9982 91,6870
S12	hkl calculés hkl entiers	1,976 2	-1,021 -1	-2,369 -2	0 0	-3,065 -3	0,790 1	-0,988 -1	-1,021 1	-2,369 2	90,0036 91,1296	90,0003 81,1376	90,0050 88,3130

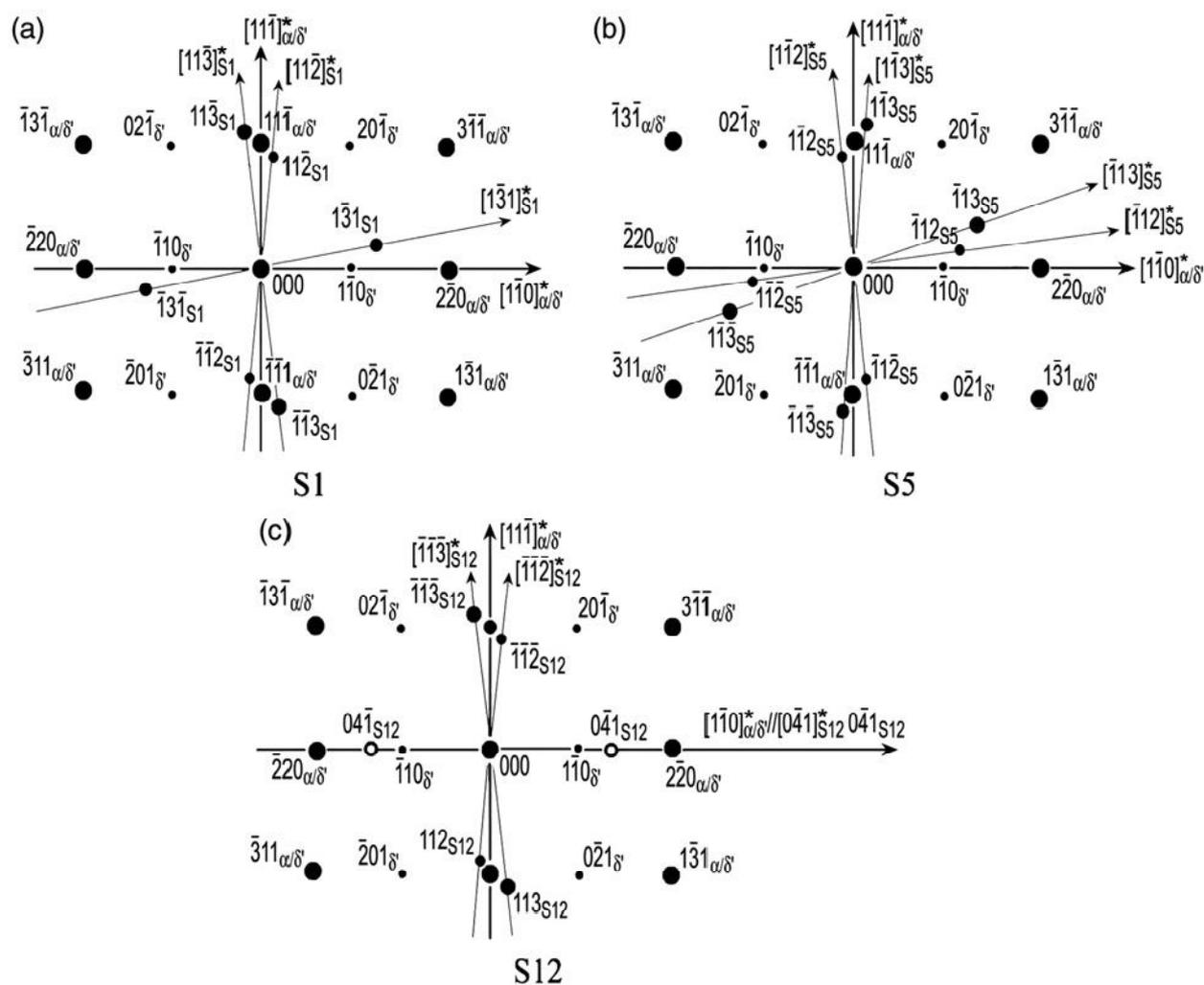


Fig. V.24 : Diagramme théorique $(112)_{\alpha/\delta}^*$ superposé à chacun des diagrammes des systèmes S'/S : (a) S1, (b) S5 et (c) S12.

La superposition des réflexions des différents systèmes (de S1 à S12) de la phase S'/S sur la coupe $(112)_{\alpha}^*$ met en évidence différents types de taches visibles : 112, 113, 131, 041 de la phase S'/S. La figure V.25 représente la coupe théorique $(112)_{\alpha/\delta}^*$ superposée aux douze coupes des différents systèmes de la phase S'/S.

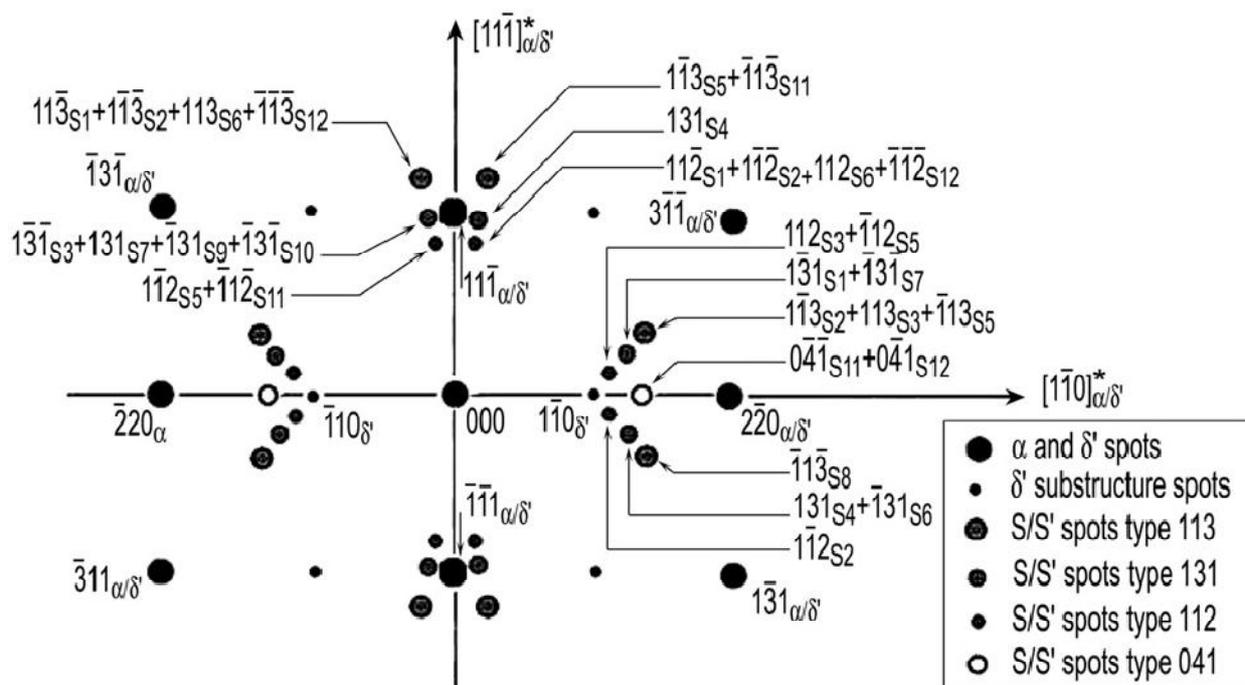


Fig. V.25 : Diagramme théorique $(112)_{\alpha/\delta'}^*$ superposé aux douze systèmes S'/S.

Il faut noter que, théoriquement, les réflexions permises des différents systèmes de S'/S, au voisinage de la tache $1\bar{1}0_{\delta'}$, sont du même type que les réflexions visibles sur la coupe $(100)_{\alpha}^*$ autour de la tache $011_{\delta'}$ et il faut noter, également, la présence de la réflexion $0\bar{4}\bar{1}_{S11}$ et $0\bar{4}1_{S12}$ sur la direction $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$ de la coupe $(112)_{\alpha}^*$. Ces réflexions n'ont souvent pas été mentionnées dans la littérature.

V.3.2 Identification des taches de T_1 sur $(112)_{\alpha}^*$

Pareillement que pour le diagramme $(100)_{\alpha}^*$, nous allons réaliser l'indexation des taches de la phase T_1 sur la coupe $(112)_{\alpha}^*$.

Après la superposition des projections stéréographiques du système hexagonal T_1 et cubique, en vérifiant à chaque fois les relations d'orientation définie pour chaque variant, nous avons remarqué que quelques variants ne montrent aucune tache permise. Pour cela, nous allons tracer les superpositions des projections stéréographiques pour tous les variants et seulement les coupes montrant des taches permises. Les figures V.26 à V.31 montrent les superpositions des projections stéréographiques des douze variants V1 à V12.

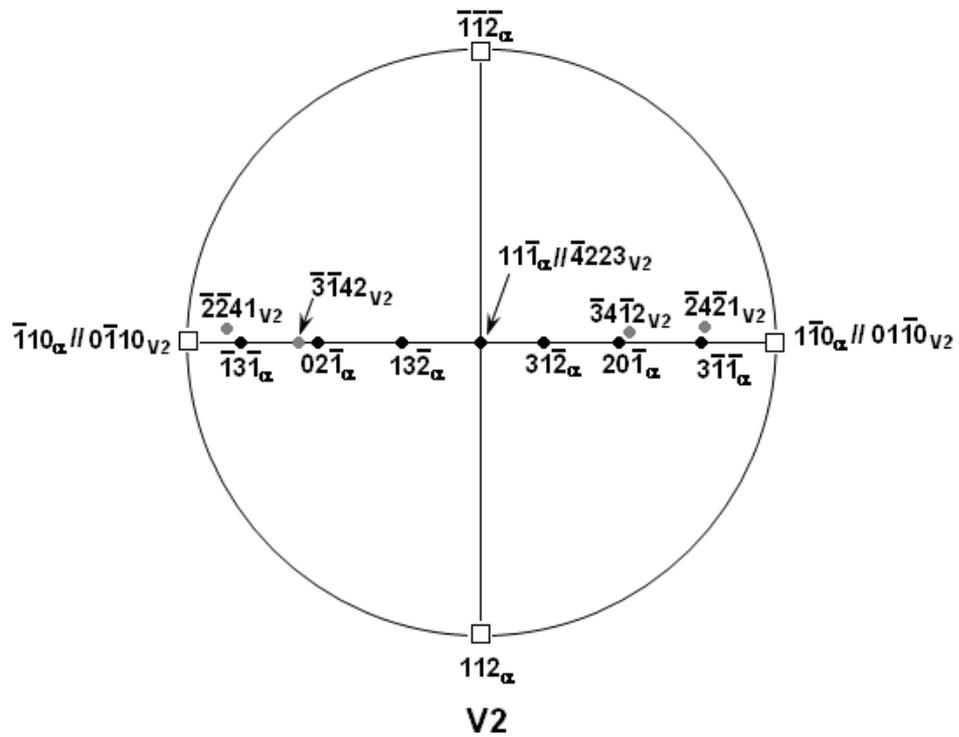
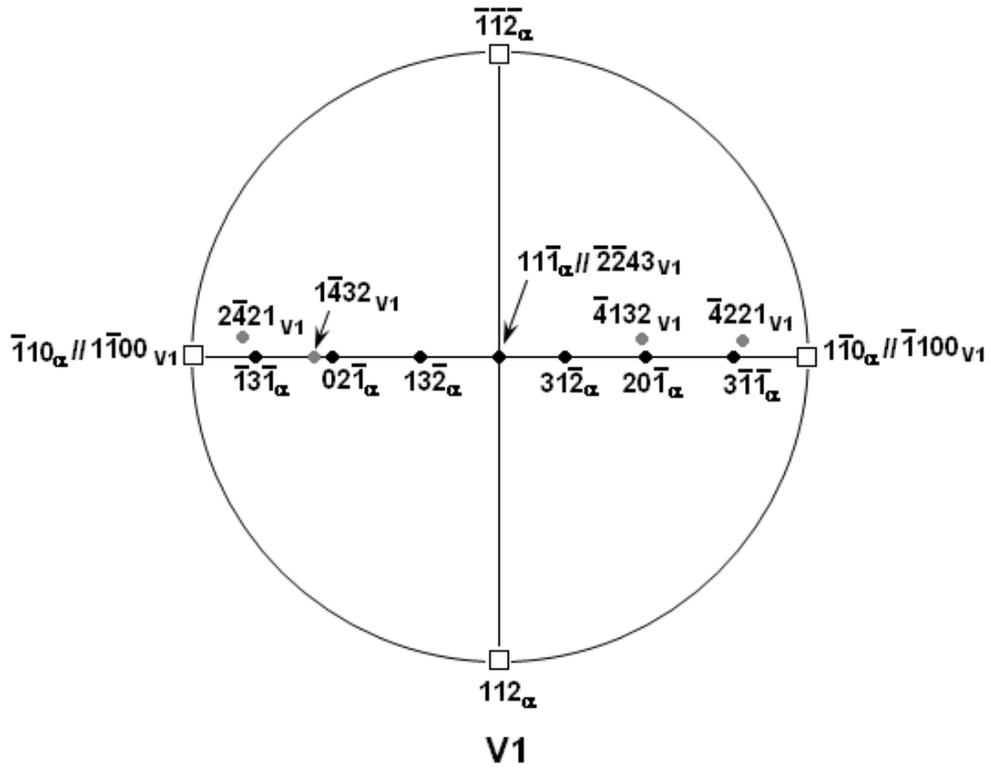


Fig. V.26 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V1 et V2 : recherche de la zone $[112]_{\alpha}$.

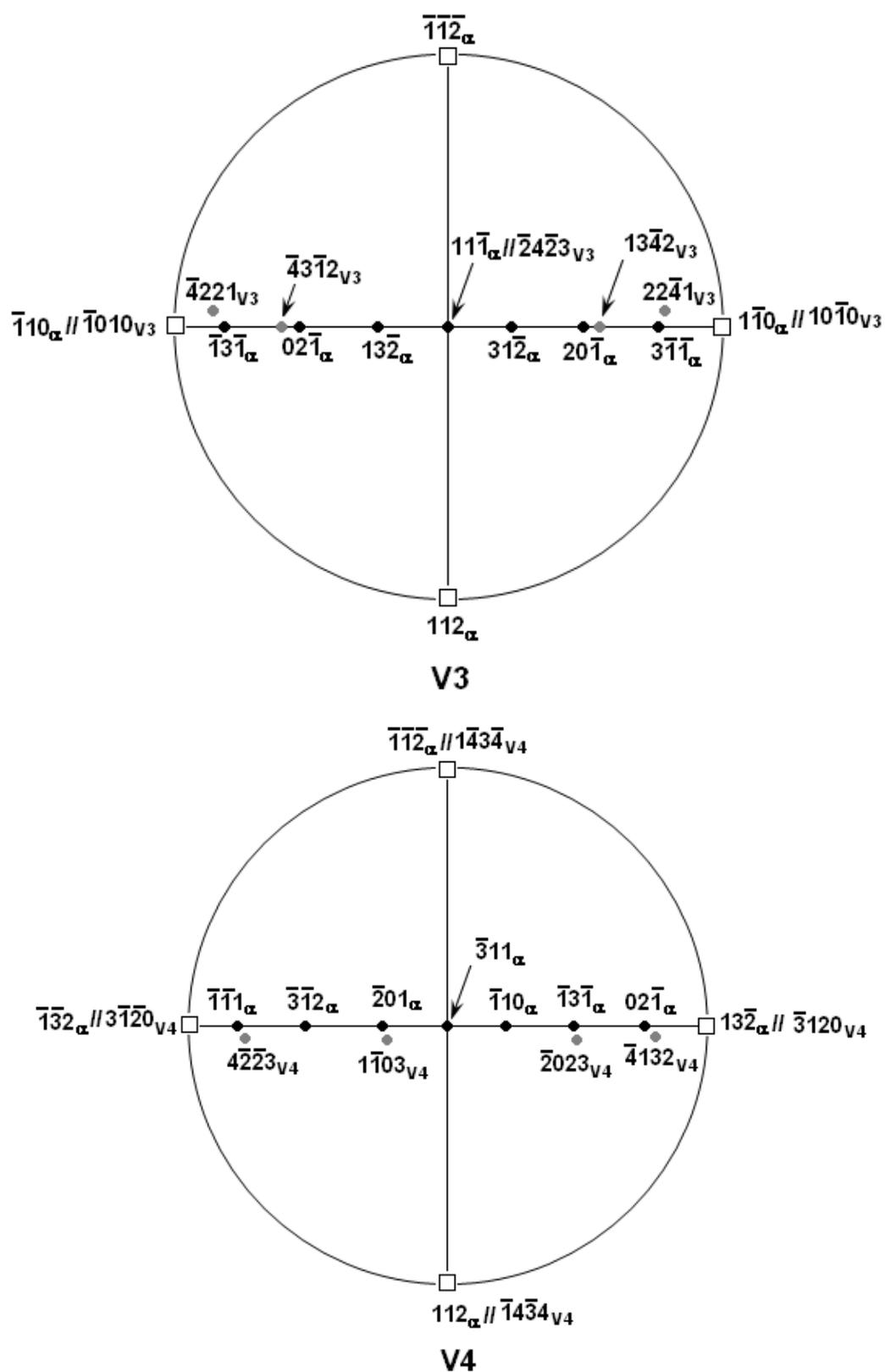


Fig. V.27 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V3 et V4.

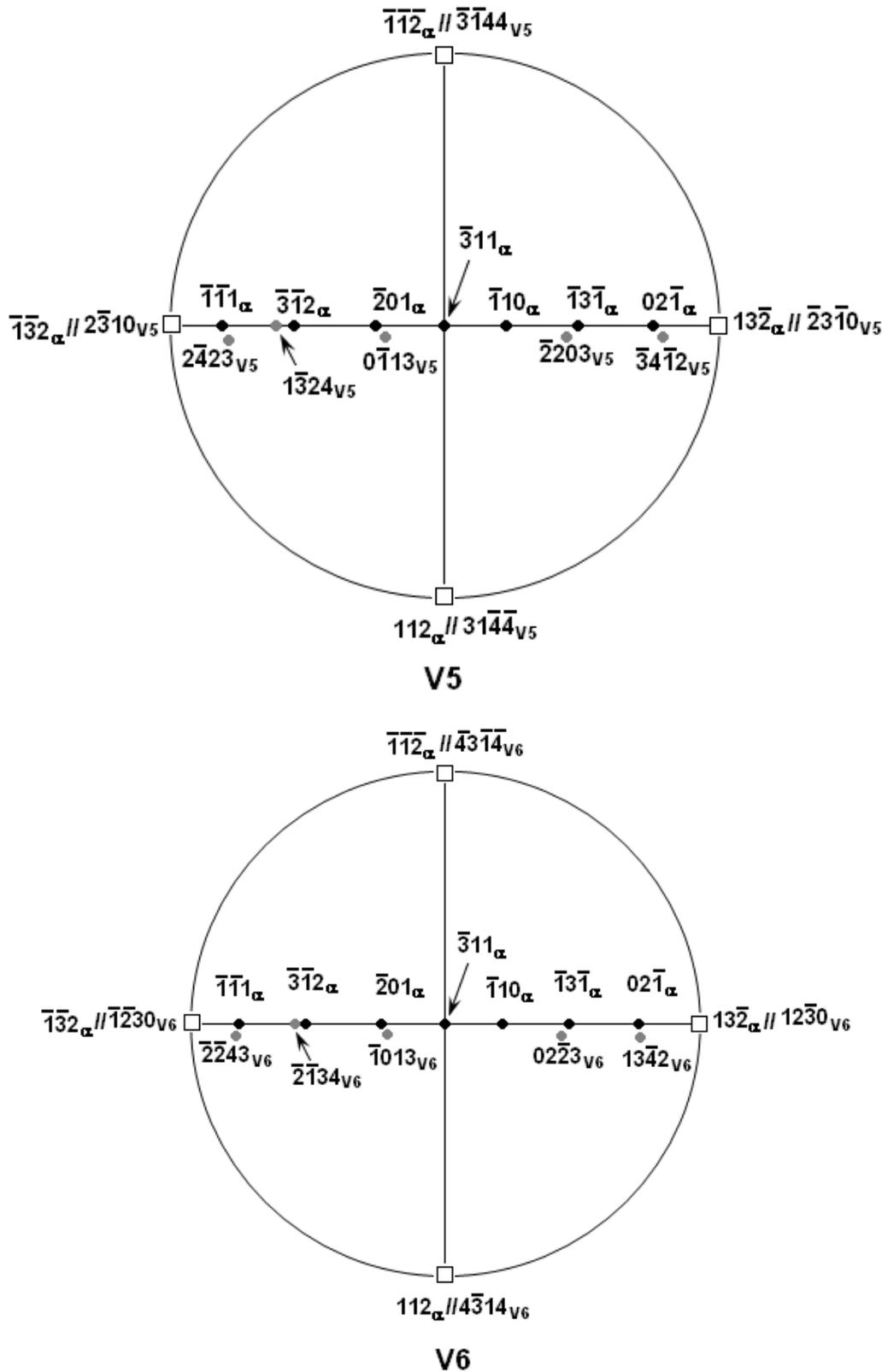


Fig. V.28 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V5 et V6.

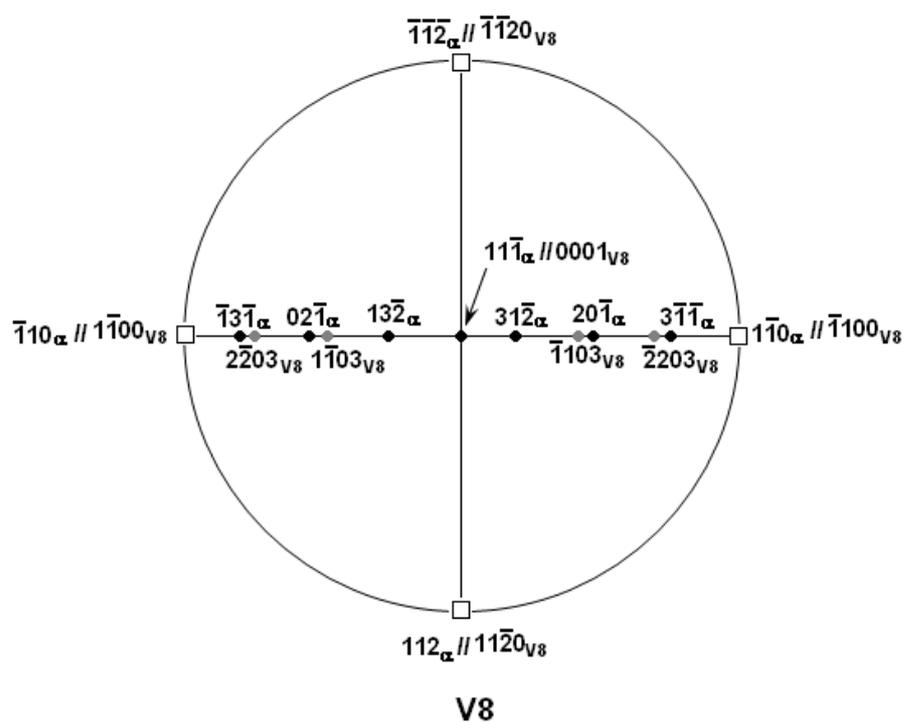
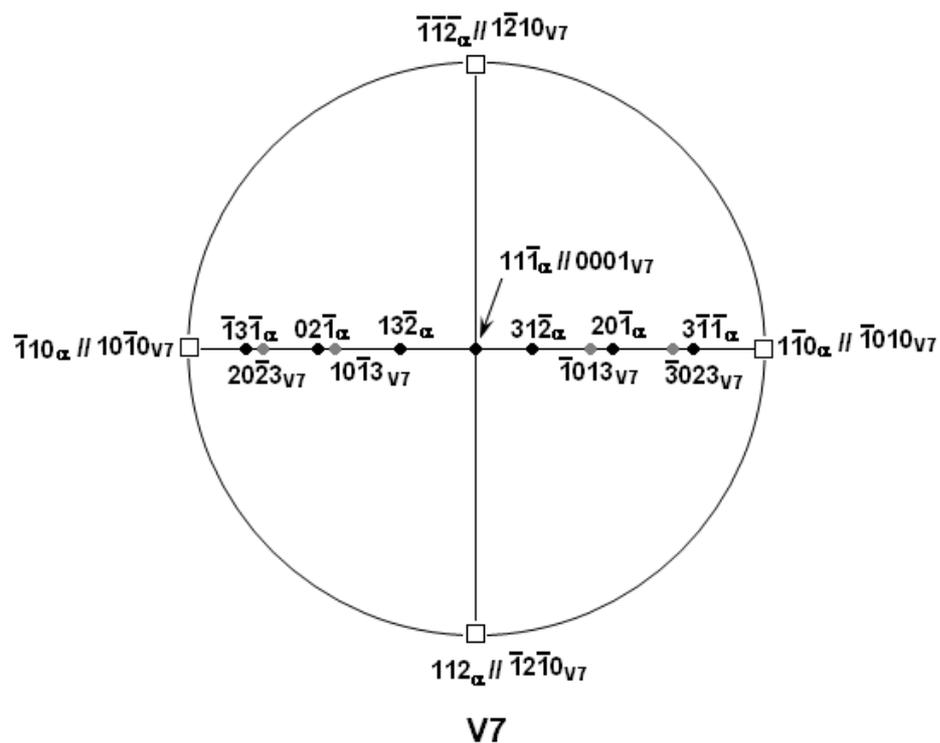


Fig. V.29 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V7 et V8.

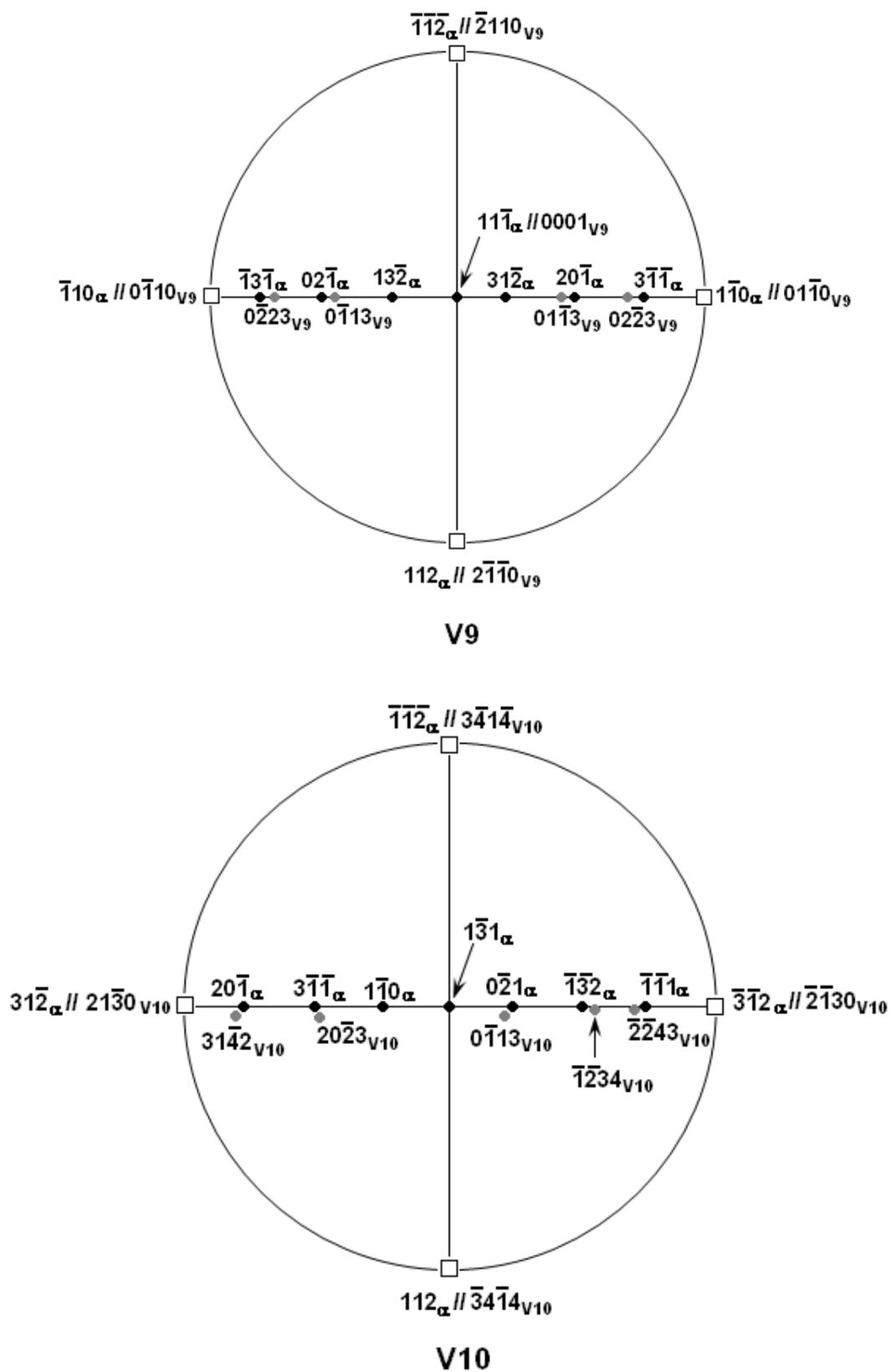
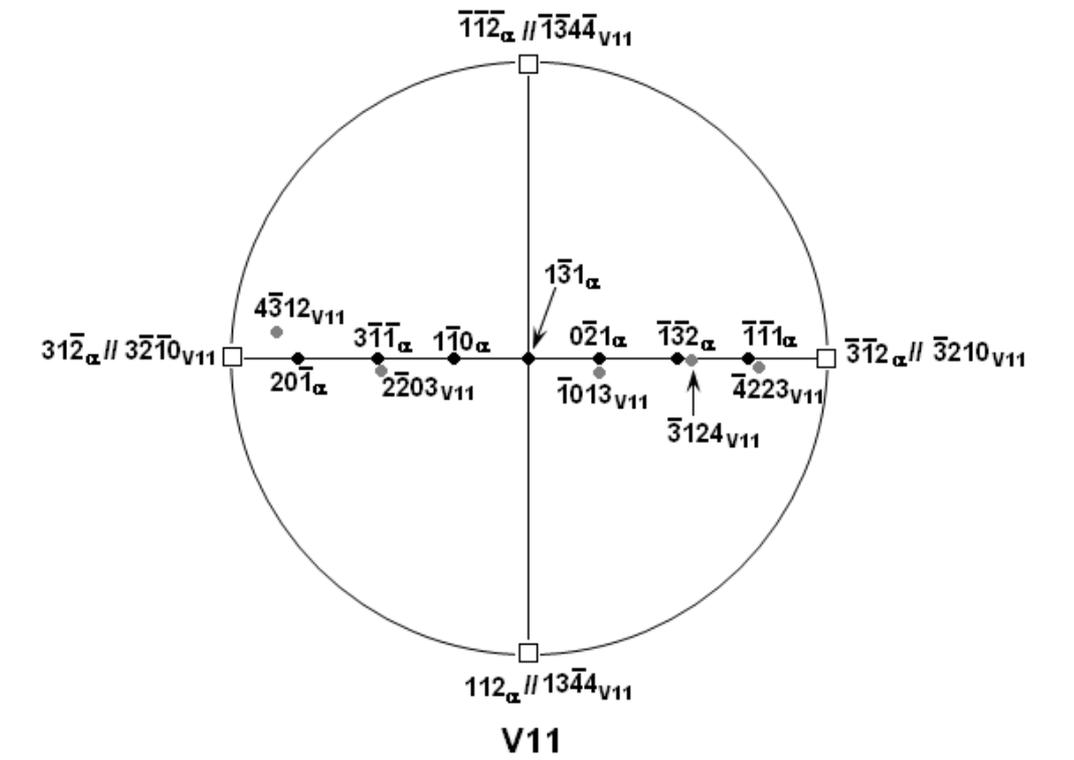
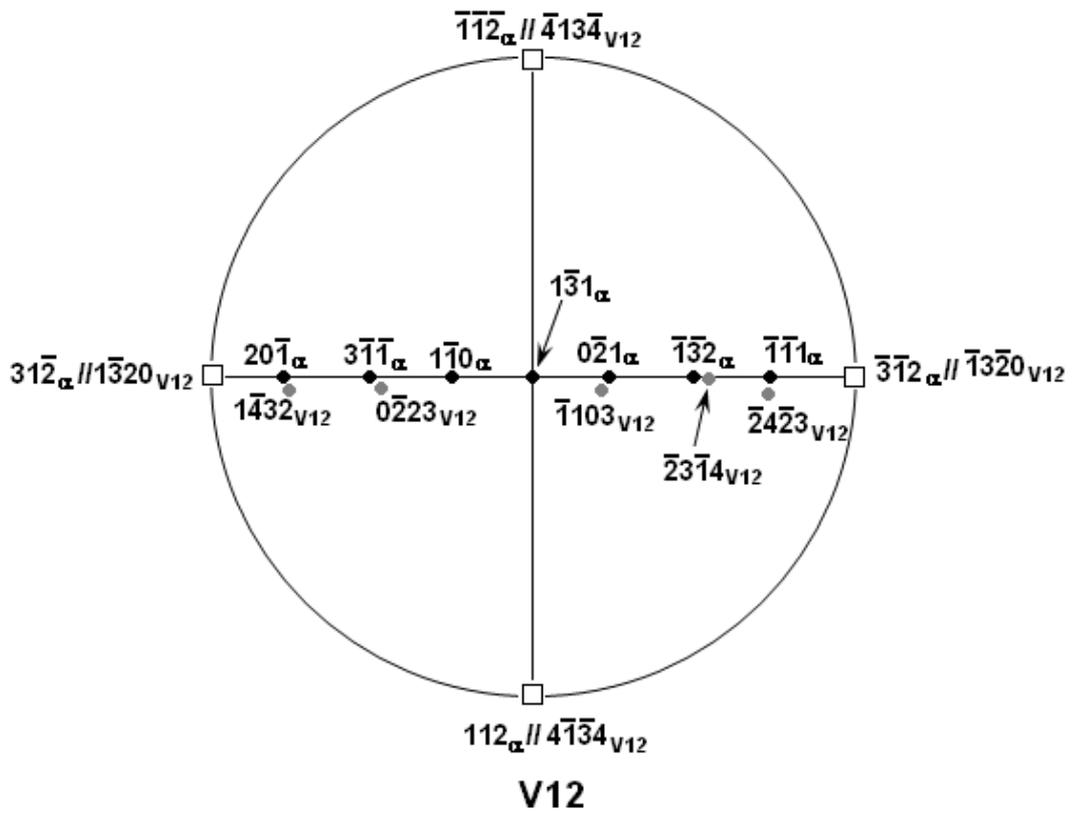


Fig. V.30 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V9 et V10.



(a)



(b)

Fig. V.31 : Superpositions des projections stéréographiques de l'hexagonal et du cubique pour V11 et V12.

La figure V.32 montre la coupe $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ avec l'indexation des taches permises (P) et interdites (I) pour le système V1. Nous remarquons que la tache $\bar{2}\bar{2}43$ se trouve à $R(\bar{2}\bar{2}43_{T_1}) = 0,12 \text{ \AA}^{-1}$ qui est très proche du centre par rapport à la tache $11\bar{1}_{\alpha}$ ($R_{11\bar{1}} = 0,34 \text{ \AA}^{-1}$), selon la fiche ASTM de la phase T_1 les taches $\bar{2}\bar{2}43$ et $\bar{1}100$ sont des taches interdites alors que la tache $\bar{2}200$ est une tache permise. La figure V.33 montre la coupe $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ avec l'indexation des taches permises uniquement. De même, pour les variants V3, V6, V7, V8, V9 et V11, qui donnent tous des taches permises (Fig. V.33-V.36). Soulignons que les variants V2, V4, V5, V10 et V12 ne donnent aucune réflexions permises sur $(112)_{\alpha}^*$.

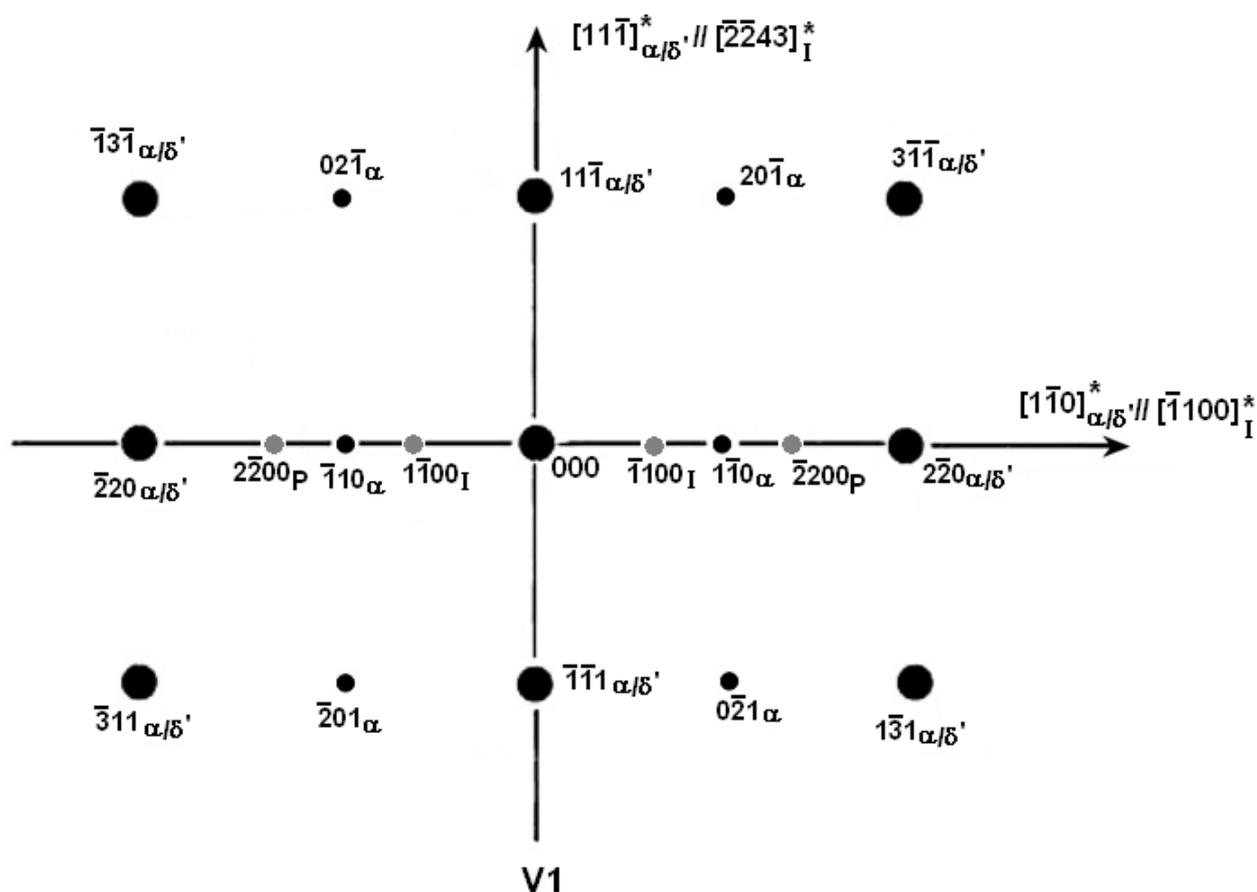
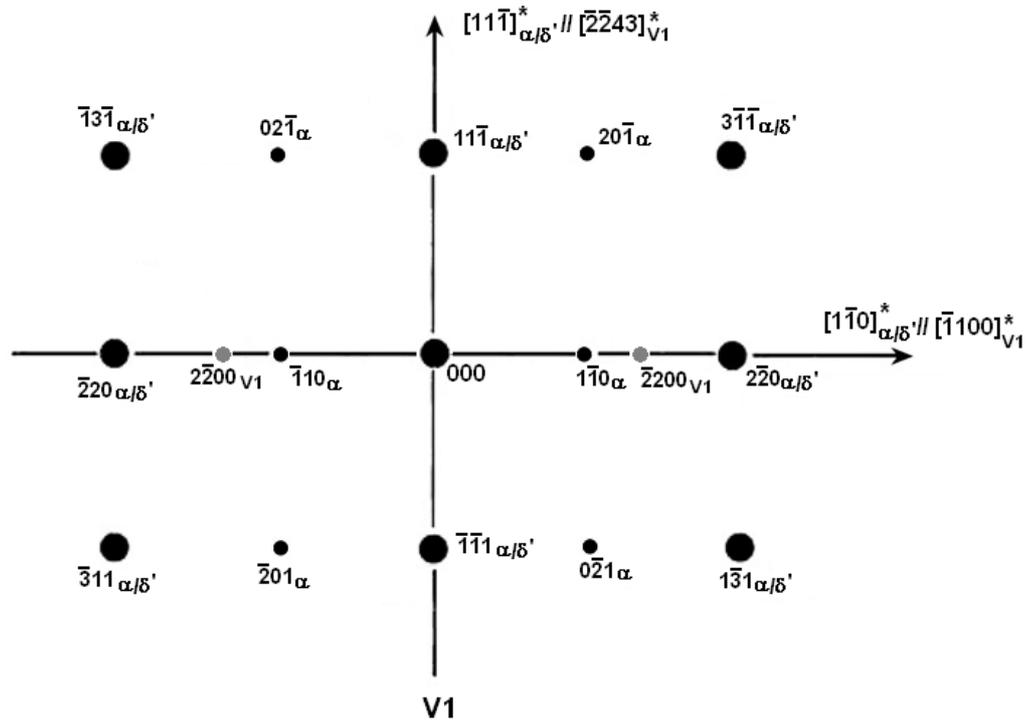
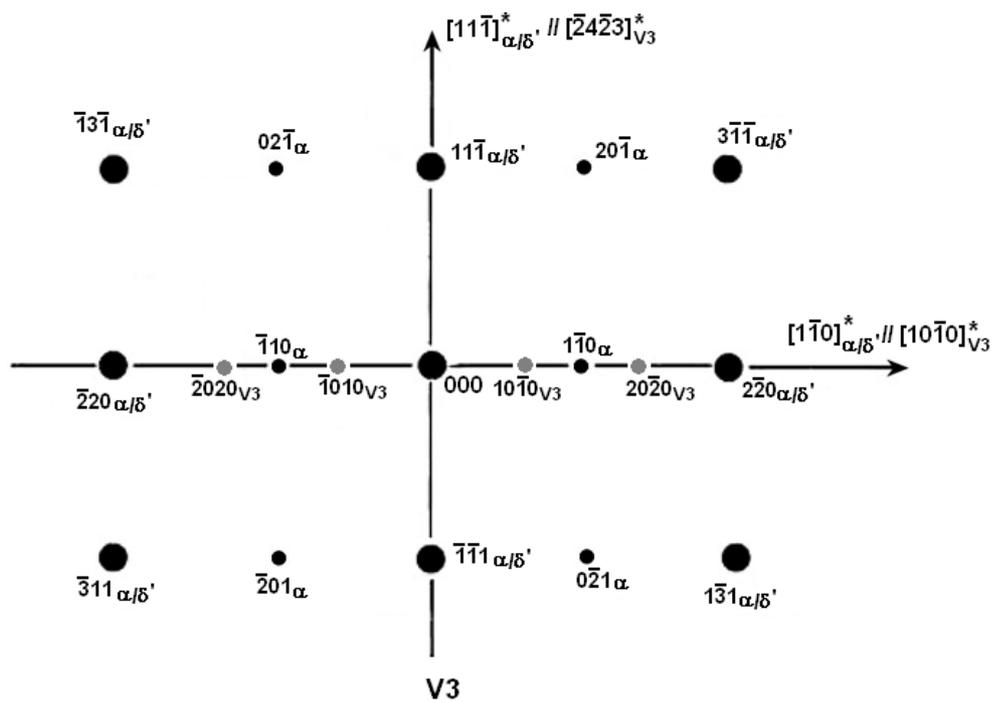


Fig. V.32 : Coupes $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*$, superposées à la coupe correspondant au variant V1 avec les taches permises (P) et Interdites (I).

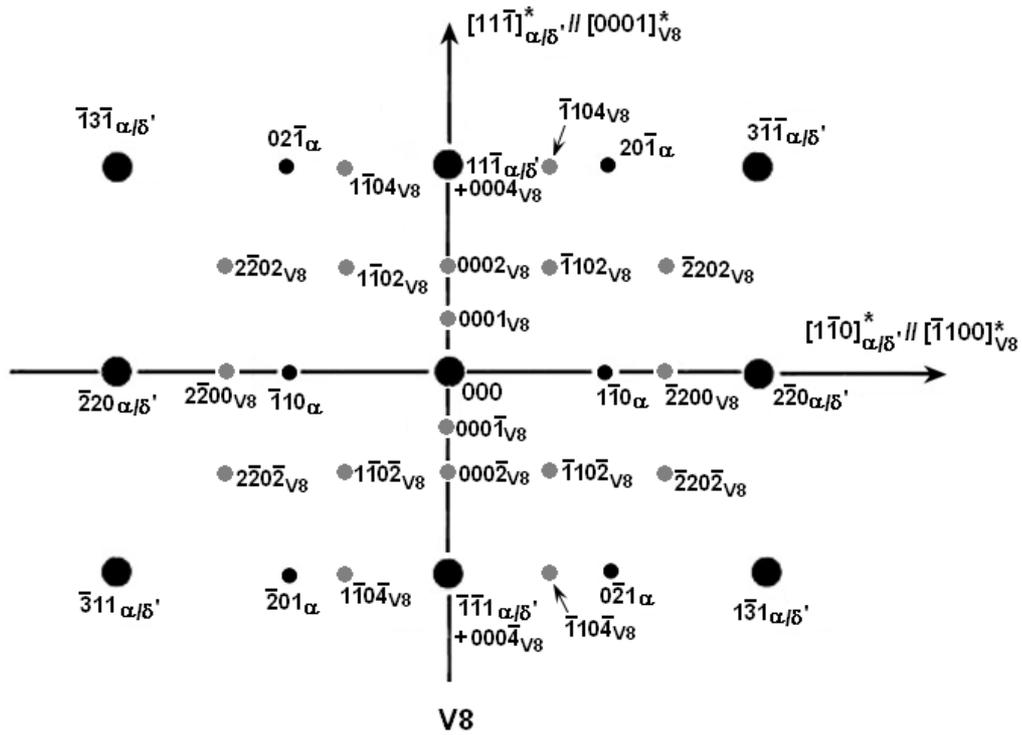


(a)

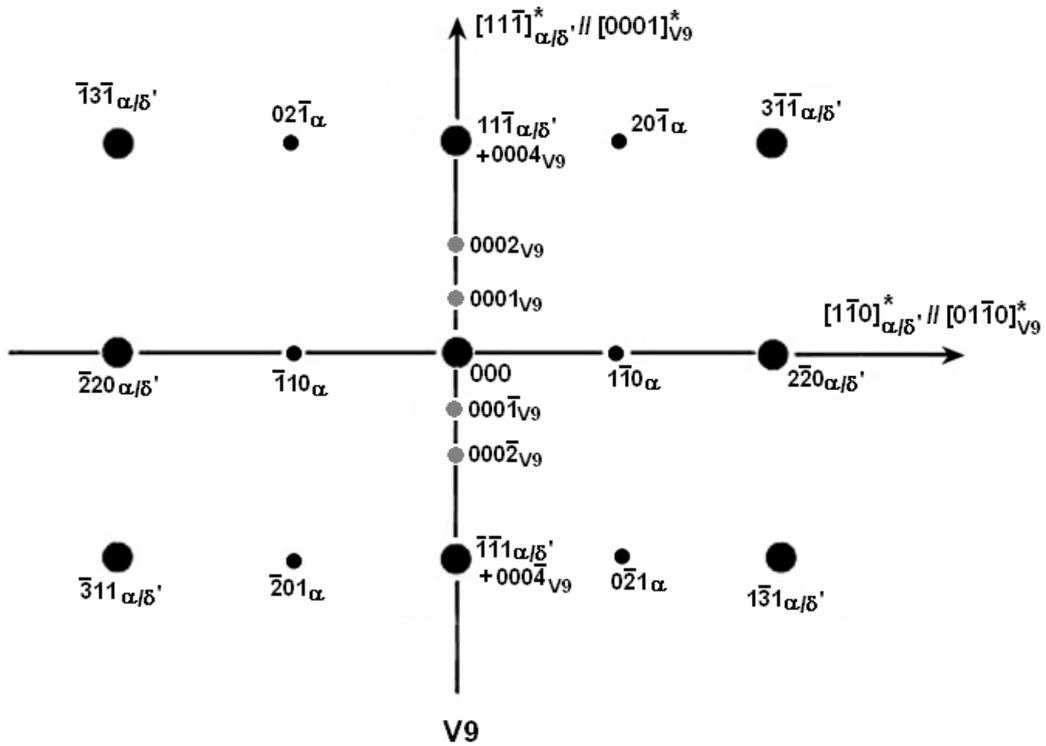


(b)

Fig. V.33 : Coupes $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta}^*$, superposées à la coupe correspondant au variant a) V1, b) V3.



(a)



(b)

Fig. V.35 : Coupes $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta}^*$, superposées à la coupe correspondant au variant a) V8, b) V9.

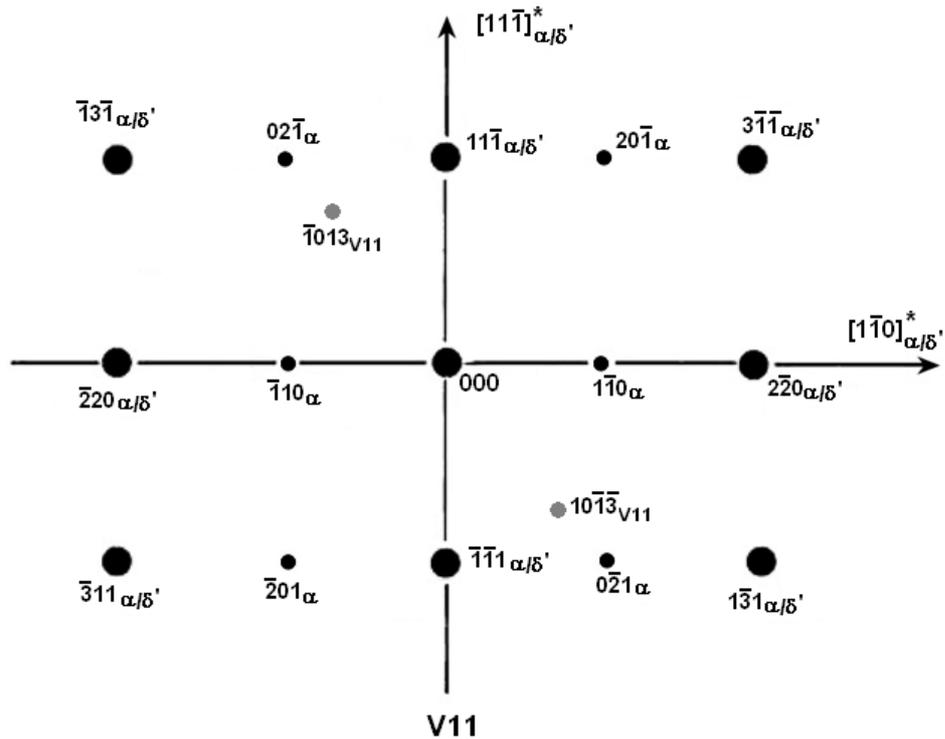


Fig. V.36 : Coupes $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*$, superposées à la coupe correspondant au variant V11.

La superposition des coupes des variants (V1, V3, V6, V7, V8, V9 et V11) sur la coupe $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ met en évidence différents types de taches visibles de la phase T_1 correspondant aux différents systèmes : $\bar{2}200_{V1}$, $10\bar{1}0_{V3}$, $20\bar{2}0_{V3}$, $10\bar{1}\bar{3}_{V6}$, 0001_{V7} , 0002_{V7} , 0004_{V7} , $\bar{1}010_{V7}$, $\bar{2}020_{V7}$, $\bar{1}011_{V7}$, $\bar{1}012_{V7}$, $\bar{1}013_{V7}$, $\bar{1}014_{V7}$, $\bar{2}022_{V7}$, $\bar{2}024_{V7}$, $\bar{3}032_{V7}$, $\bar{3}033_{V7}$, $\bar{1}01\bar{1}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{2}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{3}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{4}_{V7}$, $\bar{2}02\bar{2}_{V7}$, $\bar{2}02\bar{3}_{V7}$, $\bar{2}02\bar{4}_{V7}$, $\bar{3}03\bar{2}_{V7}$, $\bar{3}03\bar{3}_{V7}$, 0001_{V8} , 0002_{V8} , 0004_{V8} , $\bar{2}200_{V8}$, $\bar{1}102_{V8}$, $\bar{1}104_{V8}$, $\bar{2}202_{V8}$, $\bar{1}10\bar{2}_{V8}$, $\bar{1}10\bar{4}_{V8}$, $\bar{2}20\bar{2}_{V8}$, 0001_{V9} , 0002_{V9} , 0004_{V9} , $\bar{1}013_{V11}$.

La figure V.37 montre la superposition des différents variants sur la coupe $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ où on a montré la position de toutes les taches permises citées précédemment.

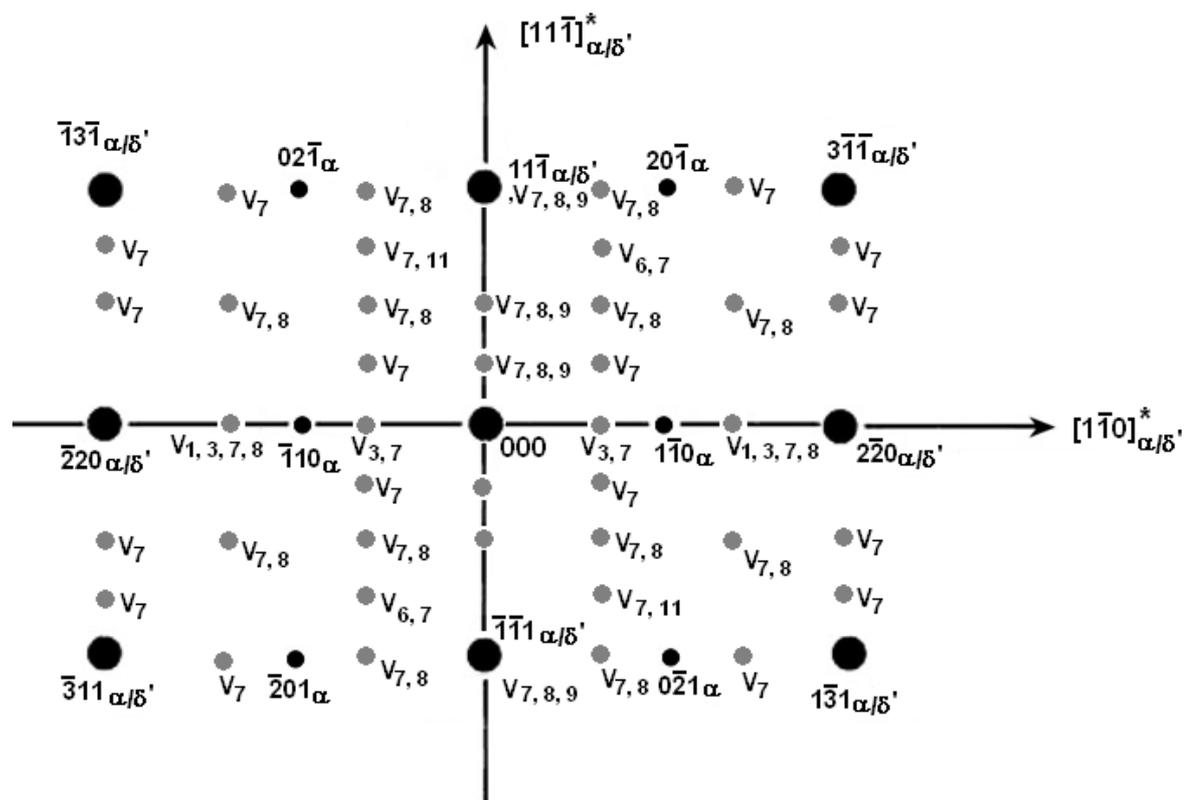


Fig. V.37 : Coupes $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*$ superposées aux coupes des variants V_1 , V_3 , V_6 , V_7 , V_8 , V_9 et V_{11} .

La superposition des réflexions des différents systèmes des phases S'/S et T_1 sur la coupe $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ met en évidence plusieurs types de taches visibles. La figure V.38 représente la coupe théorique globale $[(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*]$ superposée aux différentes coupes de tous les systèmes des phases S'/S et T_1 .

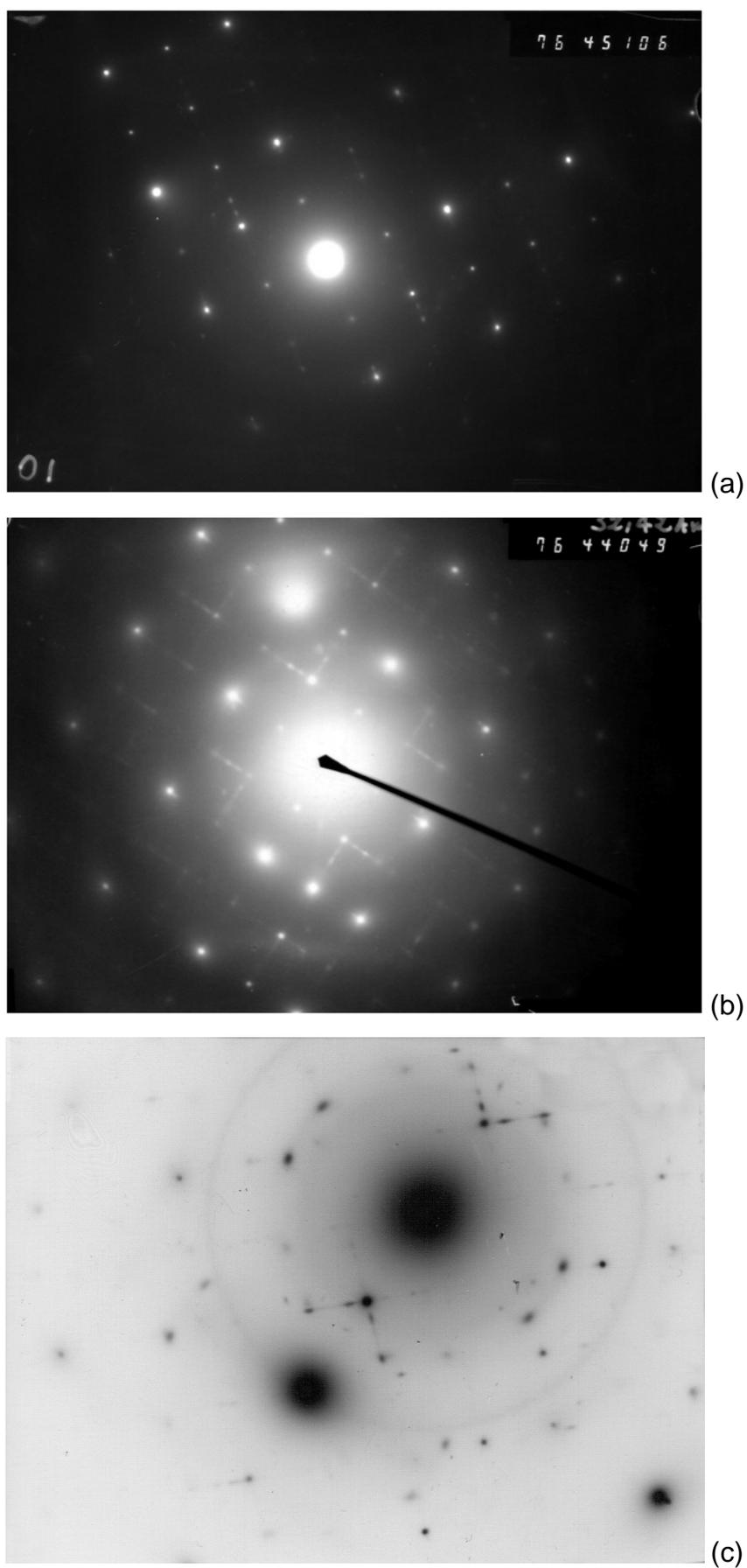
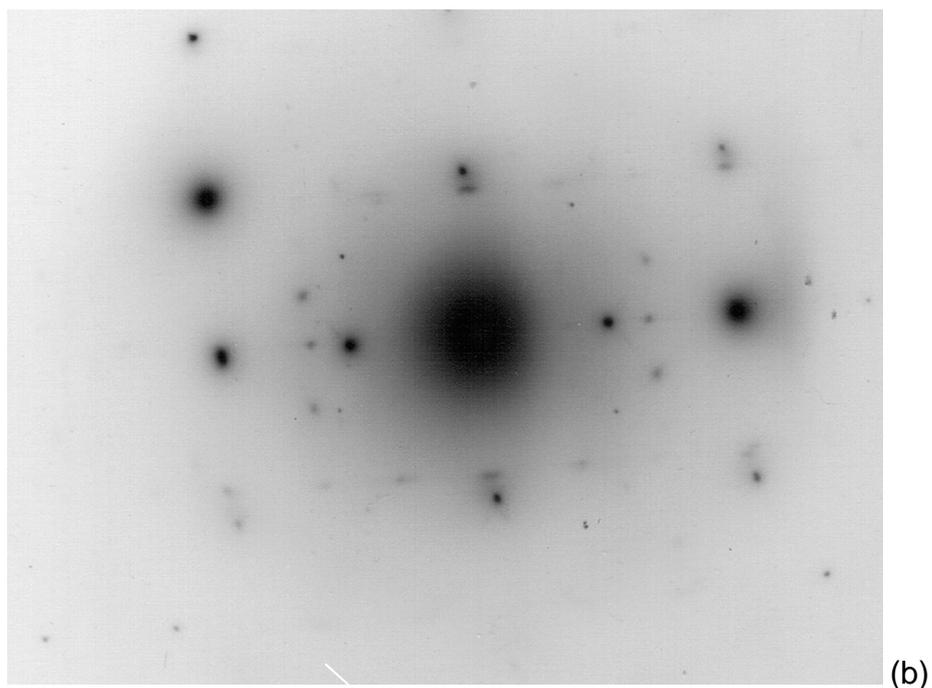
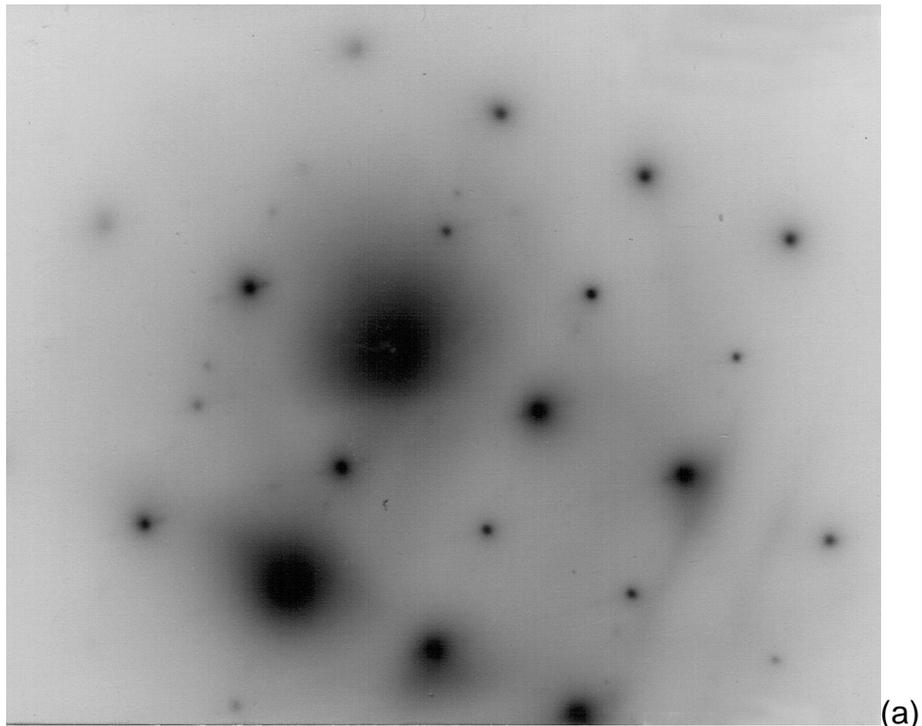
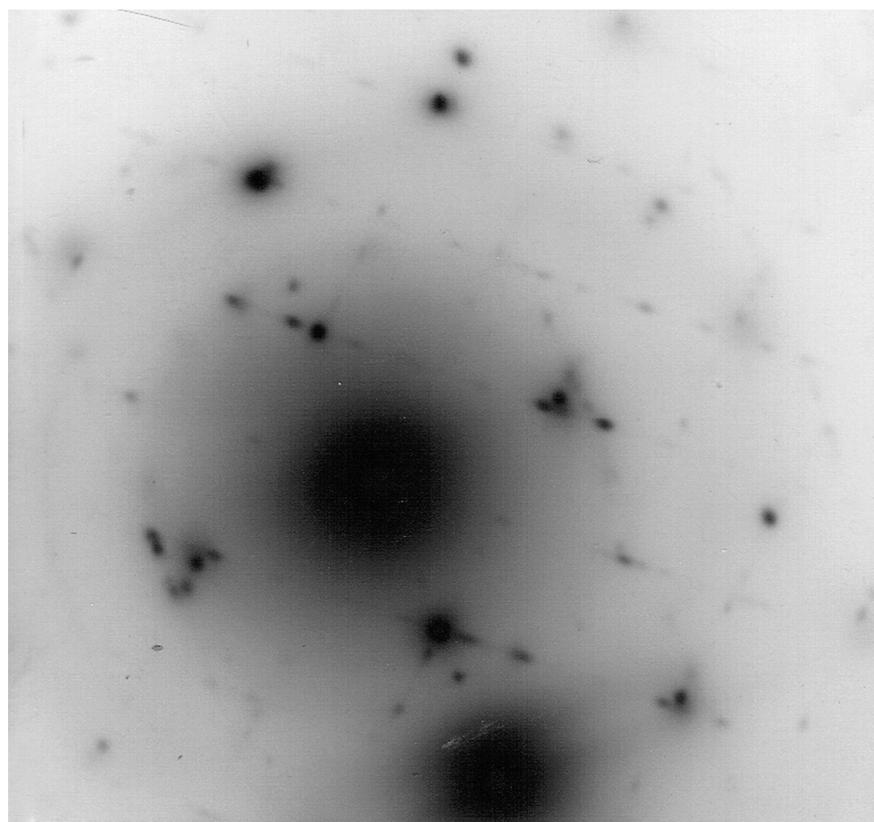


Fig. V.39 : Diagrammes de diffraction électronique $(100)_{\alpha}^*$ de l'alliage 8090 vieilli : (a) 2h 30mn à 160°C, (b) 12h à 190°C et (c) 18h à 210°C.

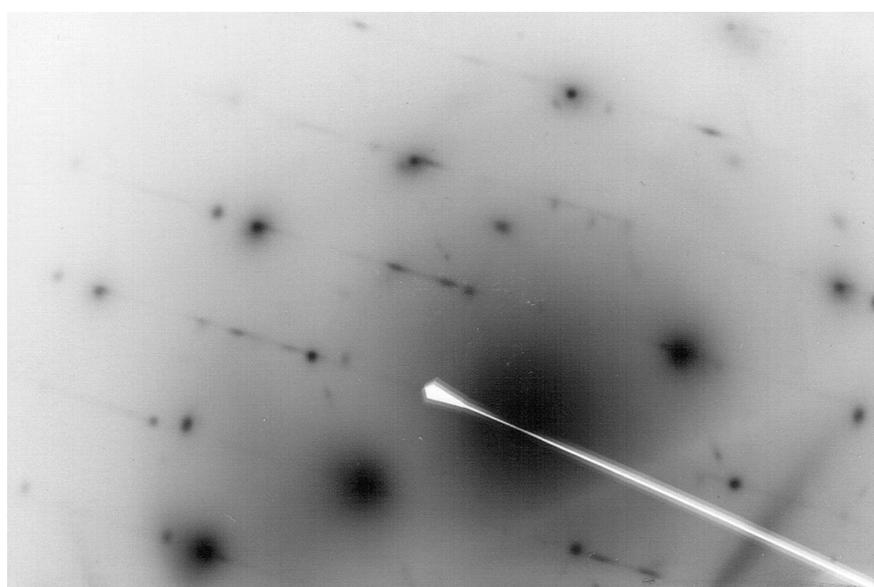
Image du diagramme $(112)_\alpha^*$

Les figures V.40(a-e) montrent des diagrammes de diffraction électronique $(112)_\alpha^*$ réalisés pour différents traitements de vieillissement. Nous observons la présence des taches appartenant aux phases S'/S et T_1 autour de la réflexion $110_{\delta'}$ et de la phase S'/S autour de la réflexion $111_{\alpha\delta'}$. Il apparaît clairement sur la figure V.40e l'existence des traînées et taches de diffusion provenant de la phase T_1 autour des réflexions de δ' et α .





(c)



(d)

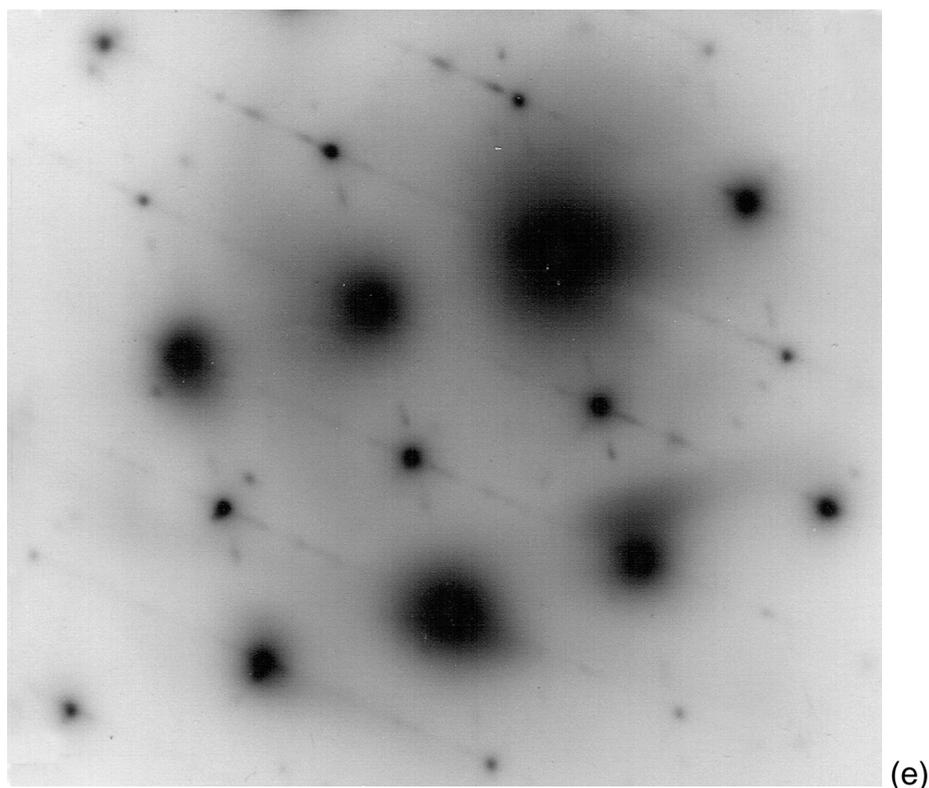


Fig. V.40 : Diagrammes de diffraction électronique $(112)_{\alpha}^*$ de l'alliage 8090 vieilli : (a) 2h 30mn à 160°C, (b) 12h à 190°C et (c,d,e) 18 h à 210°C.

V.4.2 Comparaison entre diagrammes théoriques et expérimentaux

Nous allons maintenant comparer les diagrammes théoriques $(100)_{\alpha}^*$ et $(112)_{\alpha}^*$ aux diagrammes expérimentaux obtenus. Sur ces derniers, nous remarquons que toutes les réflexions intenses des différents systèmes des phases S'/S et T₁ sont présentes. Nous pouvons donc procéder à leur reconnaissance et indexation sur les diagrammes expérimentaux en se référant aux diagrammes théoriques.

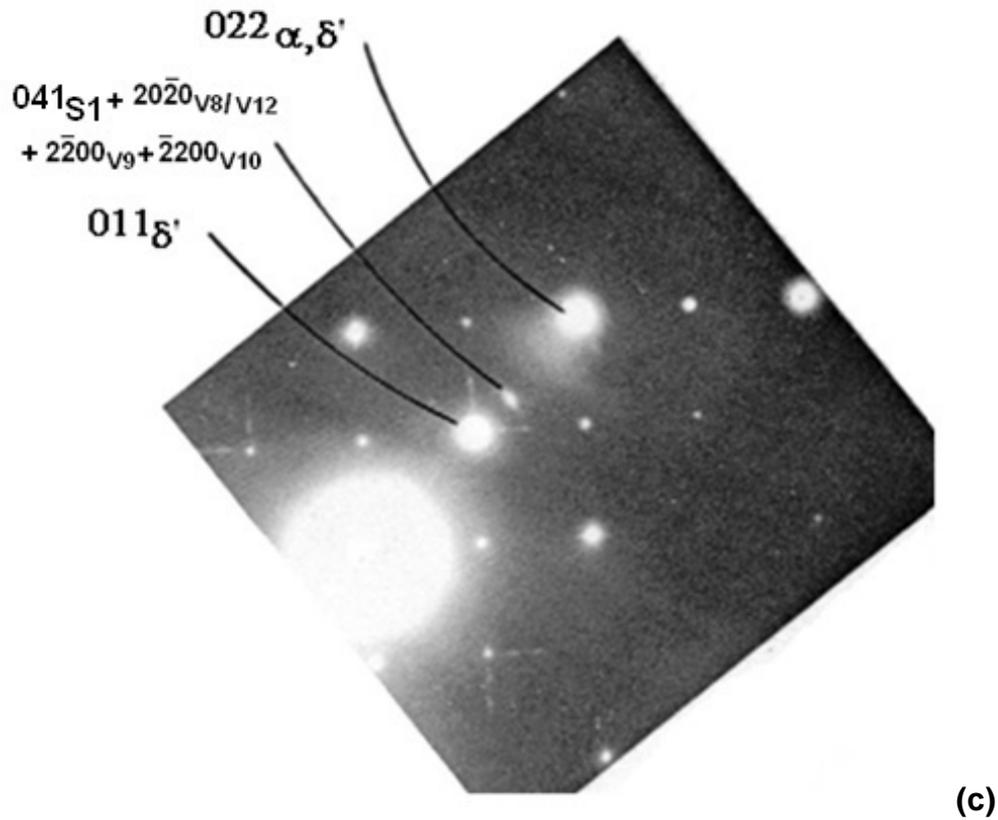
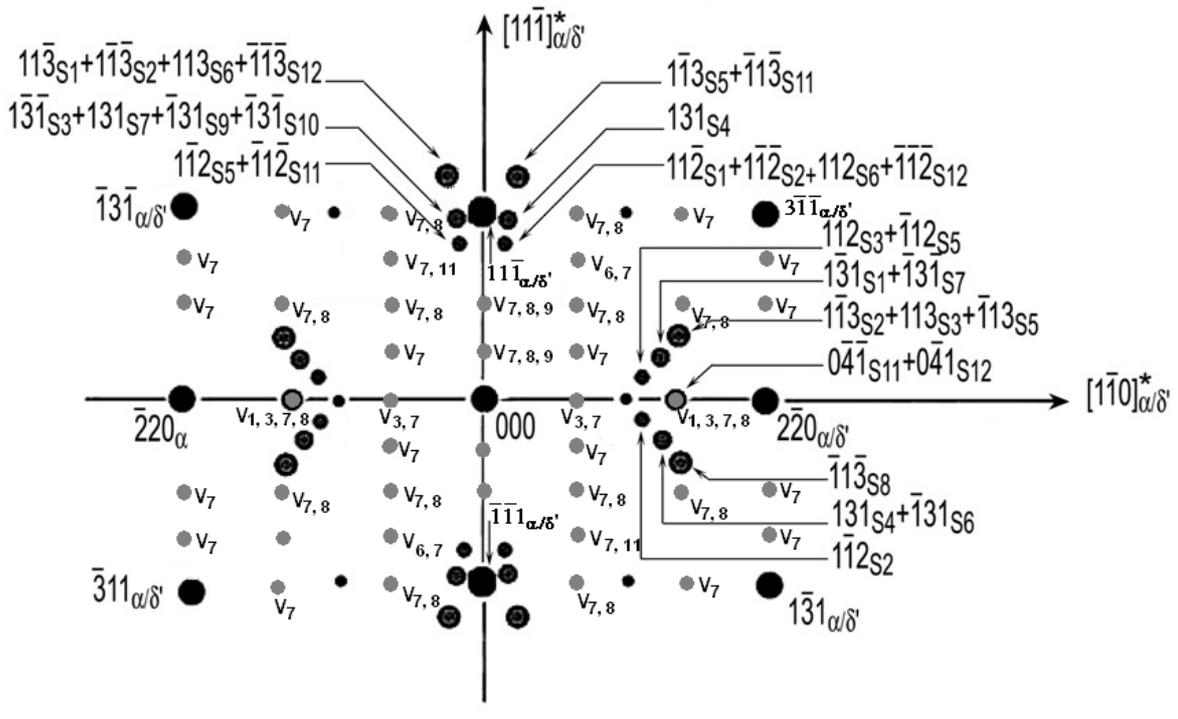
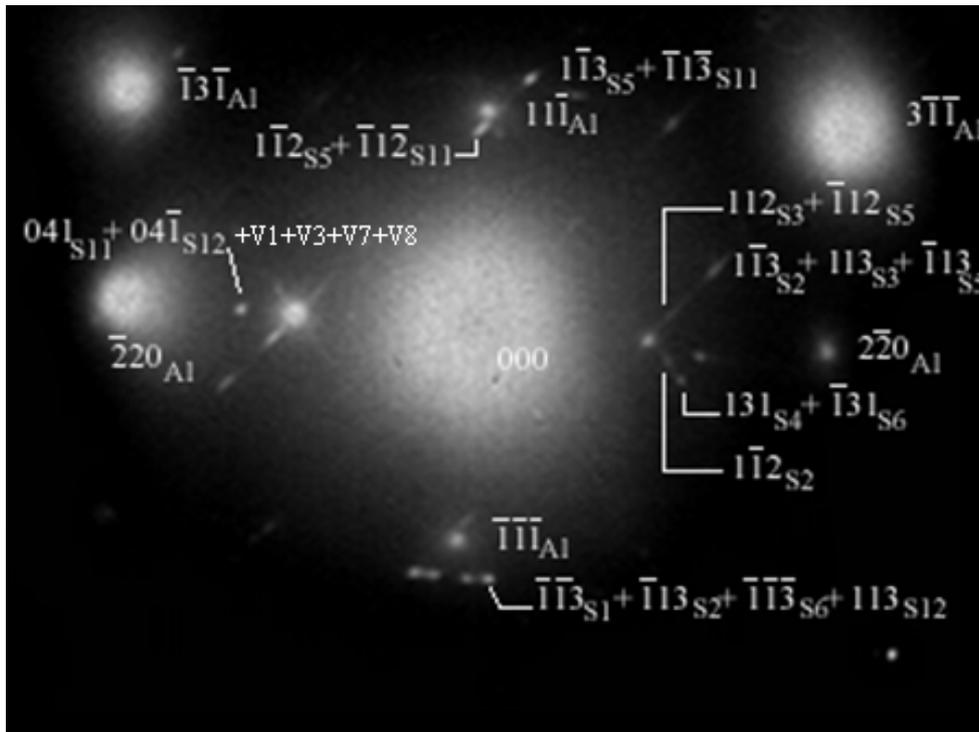


Fig. V.41 : Comparaison des diagrammes théorique et expérimental $(100)_{\alpha}^*$, indexation des taches des phases S/S et T_1 les plus intenses de l'alliage 8090 vieilli 16h à 190°C : (a) diagramme théorique, (b) diagramme expérimental indexé, (c) diagramme expérimental sur une autre zone de l'échantillon et avec d'autres conditions de tilt.

b/ Comparaison entre les diagrammes $(112)_\alpha^*$ théorique et expérimental (Fig. V.42)



(a)



(b)

V.4.3 Images en champ sombre des différentes phases du 8090

Nous avons réalisé des images en champ sombre sur des lames prélevées des échantillons vieillis à 160°C, 190°C et 210°C. Ces images sont réalisées avec les taches des phases précipitées observées.

A 2h 30mn de vieillissement à 160°C, la figure V.43 montre des précipités sphériques très fins de la phase δ' distribués d'une façon homogène dans les grains.

Les phases S'/S et T₁ ne sont pas mises en évidence par champ sombre pour le traitement de vieillissement de 2h 30mn à 160°C. Pourtant, sur quelques clichés de diffraction, on observe des taches très peu intenses qui pourraient provenir de ces phases (Fig. V.39a).

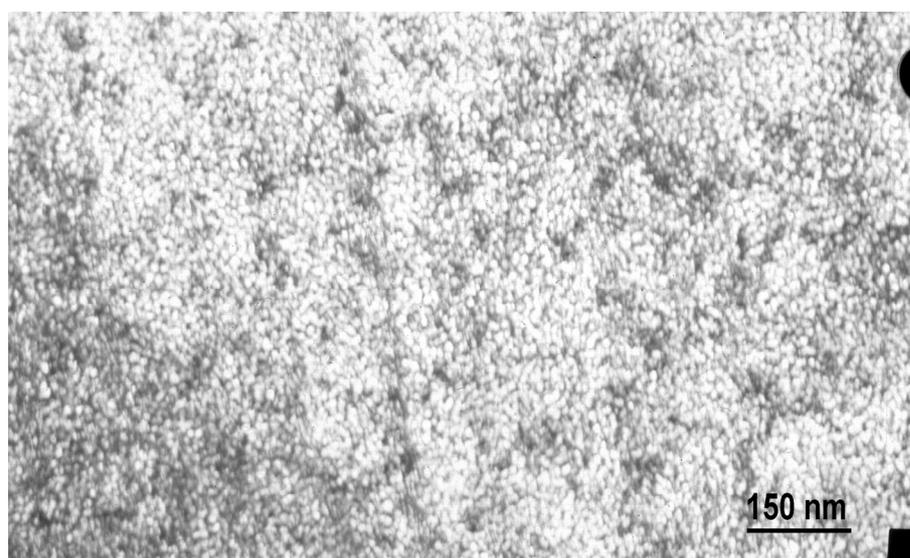
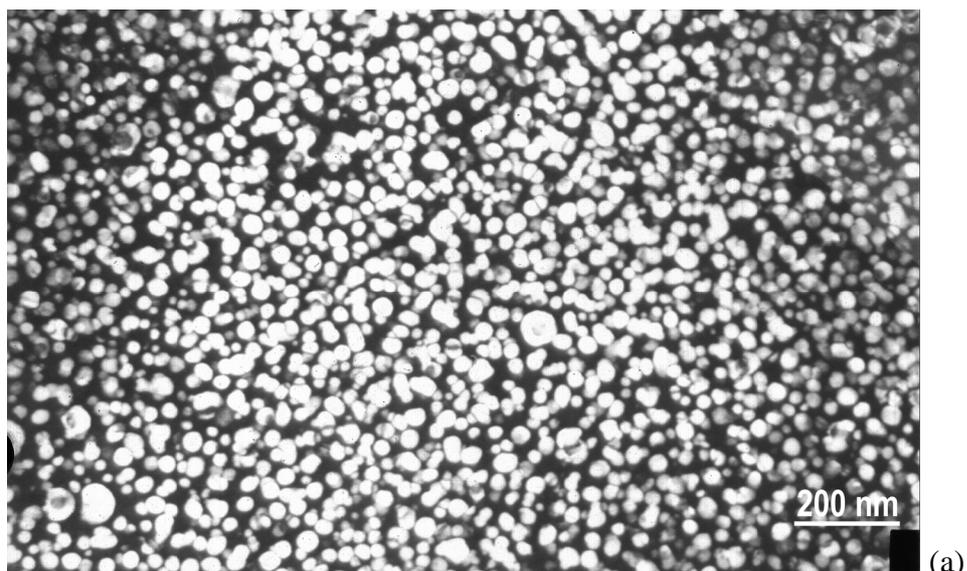
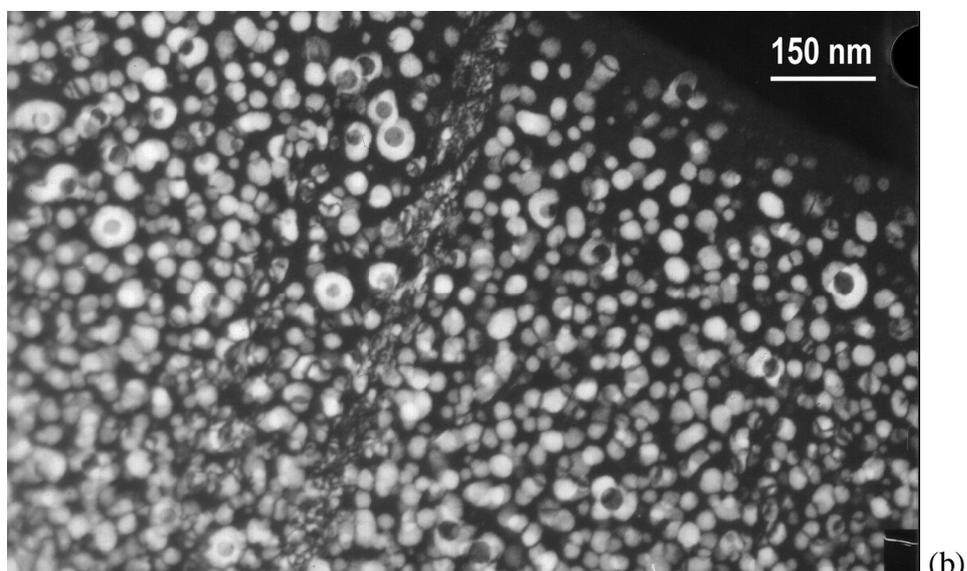


Fig. V.43 : Image électronique à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 2h 30mn à 160°C montrant la phase δ' .

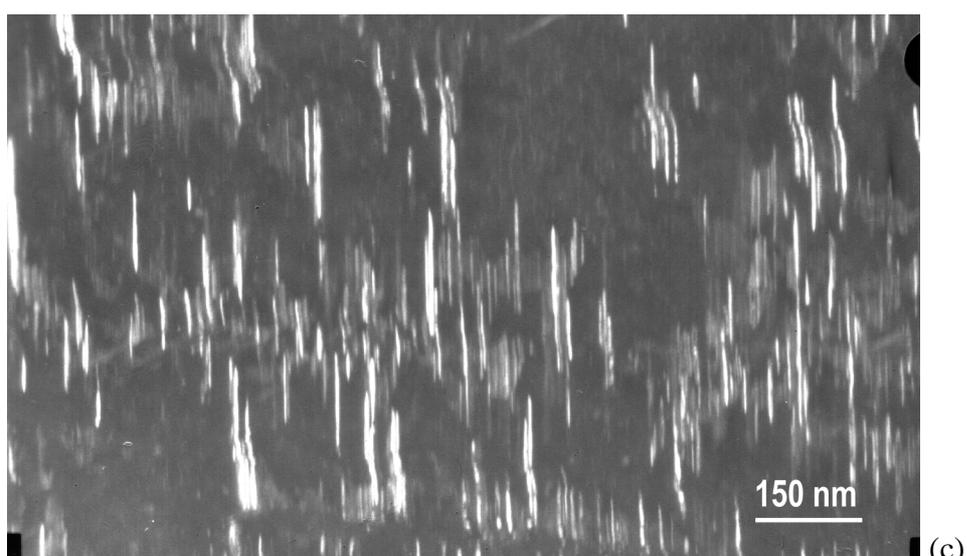
Pour le traitement de vieillissement de 12 h à 190°C, la figure V.44 montre des champs sombres réalisés avec des taches de la phase δ' (Fig. 44a). Sur la figure V.44b, nous observons les précipités « composites » δ' entourant β' , β' étant plus foncés aux centres des sphères blanches δ' (en champ sombre). La figure V.44c montre la présence des phases S'/S ou T₁ sous forme de bâtonnets. La figure V.44d montre un joint de grain triple avec des précipités intergranulaires, probablement δ . Enfin, la dernière figure V.44e montre que le phénomène de précipitation de S'/S (et T₁) sur les dislocations existe bien dans ce matériau.



(a)



(b)



(c)

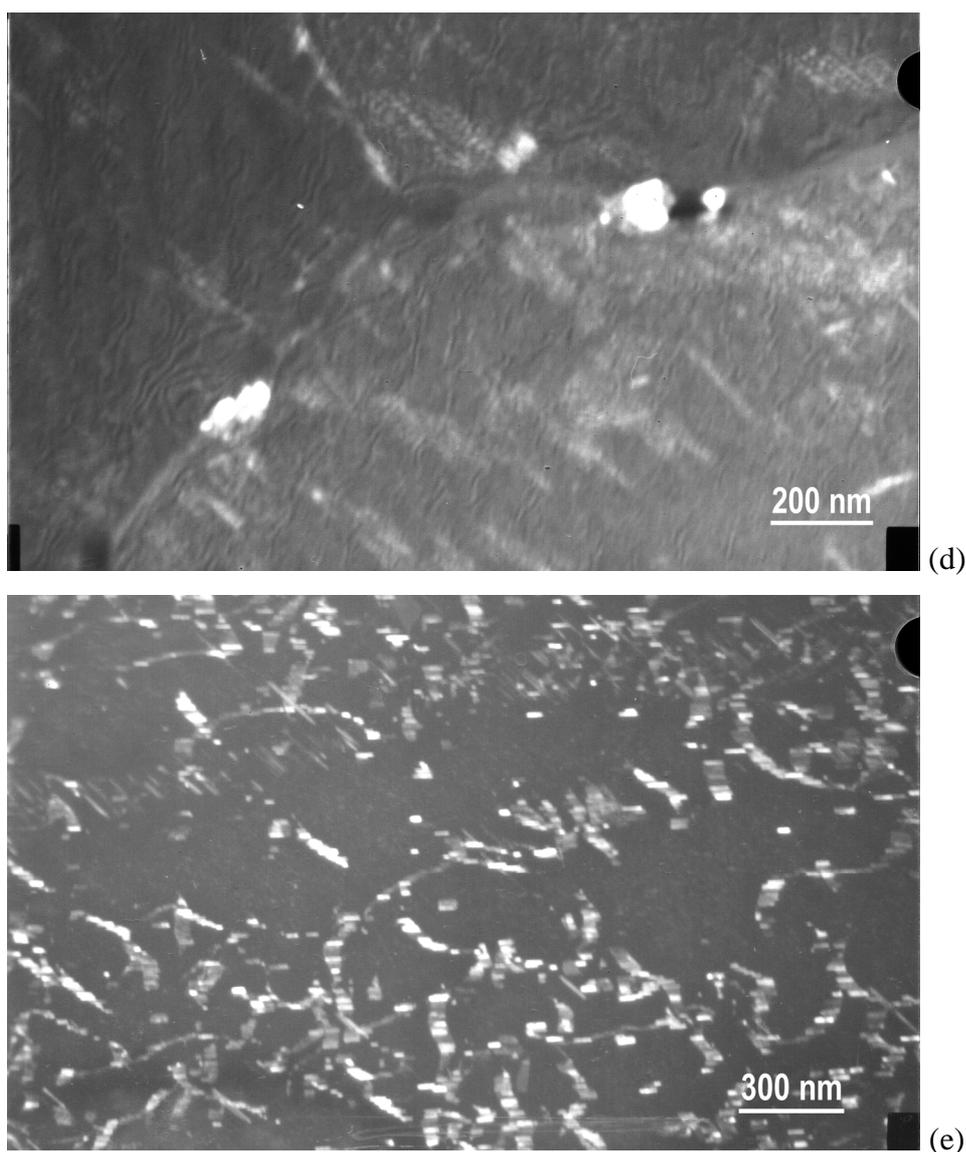


Fig. V.44 : Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 12 h à 190°C : (a) précipités δ' , (b) précipités δ' entourant β' , (c) précipités S'/S (ou T_1), (d) précipités intergranulaires (δ) et (e) précipitation de S'/S (et T_1) sur les dislocations.

Pour le traitement de vieillissement de 18h à 210°C, les résultats des observations sont représentés sur la figure V.45. Nous observons les précipités δ' sur l'image V.45a et les précipités δ' « coupés » par T_1 sur l'image V.45b car, d'après la littérature, la phase T_1 germe souvent aux interfaces δ' /matrice. La figure V.45c montre la phase S'/S (et/ou T_1) dont l'image est réalisée avec l'une des trainées de diffusion pouvant être associée aux deux phases.

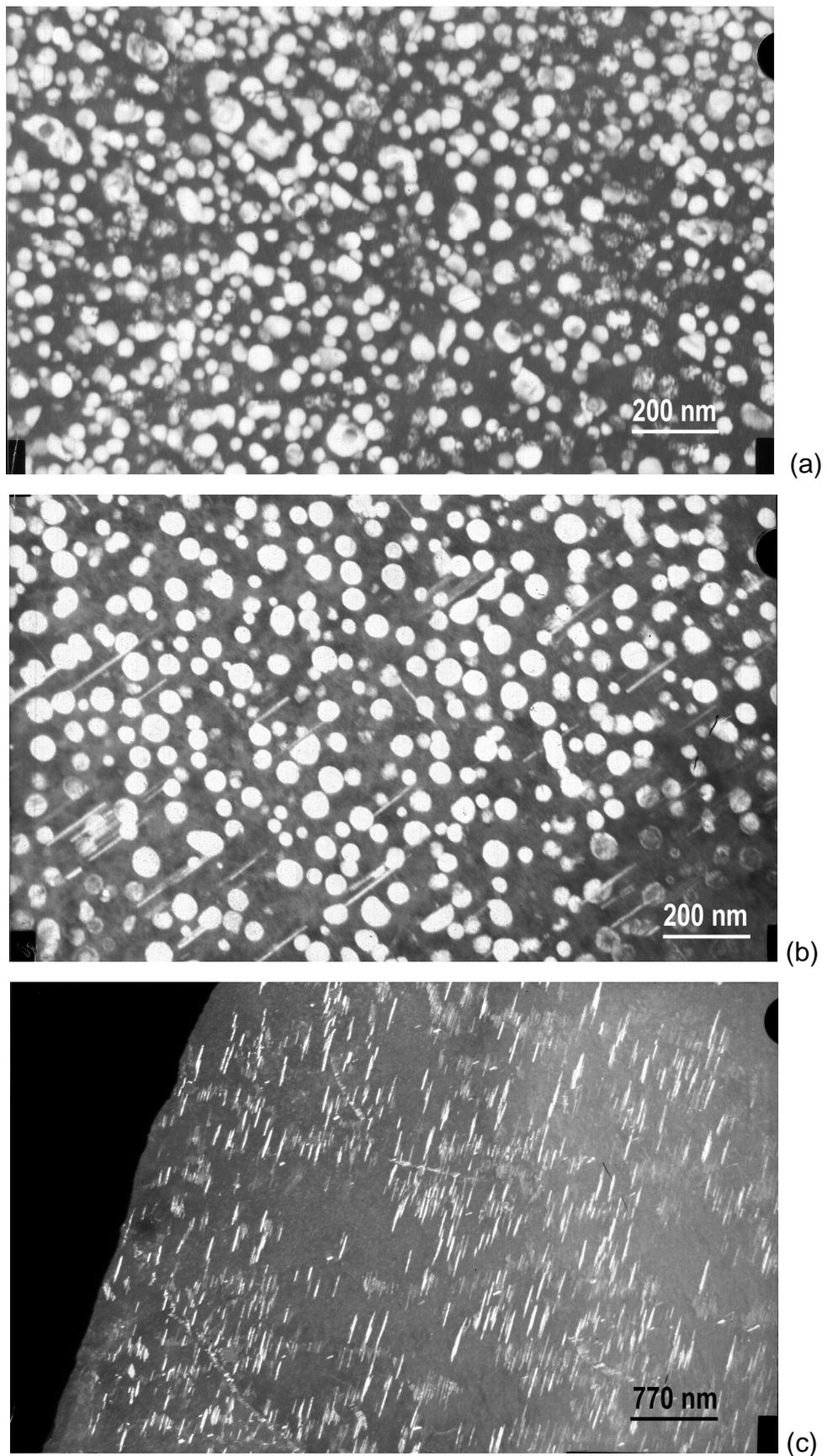


Fig. V.45 : Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 18 h à 210°C : (a) δ' , (b) $\delta' + T_1$ et (c) S'/S et/ou T_1 .

CONCLUSION

L'objectif visé dans le cadre de cette thèse est d'étudier l'effet des traitements thermiques sur la précipitation des phases durcissantes dans l'alliage quaternaire à base d'aluminium Al-2,7%Li-1,4%Cu-1%Mg (wt.%) (type 8090). Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales parfois complémentaires. On citera particulièrement l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à transmission (MET).

Les résultats obtenus sont de façon générale d'une grande importance pour l'étude de la transformation de phase dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.

L'étude par DSC, DRX et par l'évolution de la microdureté nous a permis de bien suivre l'évolution de la séquence de précipitation pendant le vieillissement, et ce à trois températures : 160°C, 190°C et 210°C en fonction de la durée de vieillissement. Les principaux résultats obtenus peuvent se résumer de la manière suivante :

- L'alliage 8090 étudié est durci principalement par la précipitation des phases δ' (Al₃Li), S'/S(Al₂CuMg) et T₁(Al₂CuLi).
- Les temps seuils de précipitation des phases S' et T₁ dans les échantillons vieillis aux trois températures : 160°C, 190°C et 210°C sont : 2 h, 30 mn et 15 mn respectivement.
- Les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle de l'alliage étudié ont permis, également, de calculer l'énergie d'activation de formation et de dissolution des phases principales par les méthodes d'Ozawa et de Kissinger. Nous pouvons dire que les deux méthodes donnent des résultats analogues et que ces résultats sont proches de ceux obtenus dans la littérature.
- La diffraction des rayons X a permis de confirmer les résultats de DSC, surtout concernant la détermination du temps-seuil de début de précipitation des phases (S', T₁).
- Les résultats de microdureté de l'alliage, vieilli aux trois températures 160°C, 190°C et 210°C, montrent l'effet notable du temps de vieillissement sur la dureté de l'alliage.

En ce qui concerne les résultats de la microscopie électronique à transmission, nous pouvons citer les résultats suivants :

- Cette technique nous a permis d'observer nettement les taches de diffraction des phases δ' , S'/S et T₁ sur les deux diagrammes expérimentaux (100)_α^{*} et (112)_α^{*}.

- Les taches de diffraction de la phase S'/S ont été indexées et sont de type : 020, 002, 041, 131 et 112 sur le diagramme $(100)_\alpha^*$ et de type 041, 113, 112 et 131 sur le diagramme $(112)_\alpha^*$.
- Les taches de diffraction de la phase T_1 , sur la coupe $(100)_\alpha^*$ sont : : $10\bar{1}3_{V1}$, $10\bar{1}0_{V2}$, $20\bar{2}0_{V2}$, $2\bar{2}00_{V3}$, $\bar{1}013_{V3}$, $20\bar{2}0_{V4}$, $10\bar{1}0_{V4}$, $10\bar{1}3_{V5}$, $2\bar{2}00_{V5}$, $10\bar{1}3_{V6}$, $10\bar{1}3_{V7}$, $10\bar{1}0_{V8}$, $20\bar{2}0_{V8}$, $2\bar{2}00_{V9}$, $10\bar{1}3_{V9}$, $2\bar{2}00_{V10}$, $10\bar{1}3_{V10}$, $10\bar{1}3_{V11}$, $10\bar{1}0_{V12}$, $20\bar{2}0_{V12}$.
- Les taches de diffraction de la phase T_1 sur la coupe $(112)_\alpha^*$ sont : $2\bar{2}00_{V1}$, $10\bar{1}0_{V3}$, $20\bar{2}0_{V3}$, $10\bar{1}3_{V6}$, 0001_{V7} , 0002_{V7} , 0004_{V7} , $\bar{1}010_{V7}$, $2\bar{2}00_{V7}$, $\bar{1}011_{V7}$, $\bar{1}012_{V7}$, $\bar{1}013_{V7}$, $\bar{1}014_{V7}$, $2\bar{2}22_{V7}$, $2\bar{2}24_{V7}$, $3\bar{0}32_{V7}$, $3\bar{0}33_{V7}$, $\bar{1}01\bar{1}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{2}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{3}_{V7}$, $\bar{1}01\bar{4}_{V7}$, $2\bar{2}2\bar{2}_{V7}$, $2\bar{2}2\bar{3}_{V7}$, $2\bar{2}2\bar{4}_{V7}$, $3\bar{0}3\bar{2}_{V7}$, $3\bar{0}3\bar{3}_{V7}$, 0001_{V8} , 0002_{V8} , 0004_{V8} , $2\bar{2}00_{V8}$, $\bar{1}102_{V8}$, $\bar{1}104_{V8}$, $2\bar{2}02_{V8}$, $\bar{1}10\bar{2}_{V8}$, $\bar{1}10\bar{4}_{V8}$, $2\bar{2}0\bar{2}_{V8}$, 0001_{V9} , 0002_{V9} , 0004_{V9} , $\bar{1}013_{V11}$.
- Nous pouvons signaler que les variants V2, V4, V5, V10 et V12 ne donnent aucune taches de diffraction sur la coupe $(112)_\alpha^*$.
- Enfin, Nous avons obtenu de nouvelles relations d'orientation entre les phases S'/S et T_1 et la matrice d'aluminium en utilisant la superposition des projections stéréographiques de ces phases.

ANNEXE A

Généralité sur le durcissement structural et la cinétique de transformations de phases dans les alliages d'aluminium

A.1 Introduction

Le durcissement de l'alliage est contrôlé principalement par la phase précipité, sa taille, sa cohérence et la densité numérique des particules de cette phase. Ce durcissement est effectué essentiellement par le traitement d'homogénéisation et de vieillissement. Ce chapitre s'intéresse en particulier à la répartition des séries alliages à base d'aluminium, au durcissement et à la précipitation dans ces alliages et s'intéresse également aux effets du temps et de la température de vieillissement sur la séquence de précipitation afin de fournir un aperçu global de l'état actuel de la métallurgie de ces alliages.

A.2 L'aluminium et ses alliages

L'art des métallurgistes est de créer des alliages spécifiés par des propriétés optimales d'un matériau de base donnée (Aluminium, Fer, Cuivre,...), ce qui est réalisé par l'addition contrôlée des éléments d'alliages ou des éléments d'addition. Dès la découverte du phénomène de durcissement structural dans un alliage à base d'aluminium par l'Allemand Alfred Wilm [181], ce matériau devient le premier métal utilisé dans la métallurgie des matériaux non ferreux. Il est caractérisé par sa très bonne tenue en corrosion et fait partie des matériaux les plus légers avec une masse volumique égale à 2700 kg.dm^{-3} . En fait, la recherche et le développement des compositions des alliages à base d'aluminium et leurs applications ont été suffisamment étudiés dès les années cinquante (Fig. A.1). Ils sont distingués par des propriétés adéquates comme la conductivité thermique et électrique, la convenance au recyclage et les vastes domaines d'applications tels que le transport (l'aéronautique, l'automobile, la marine,...) et également dans le bâtiment, l'emballage, l'électricité, etc.

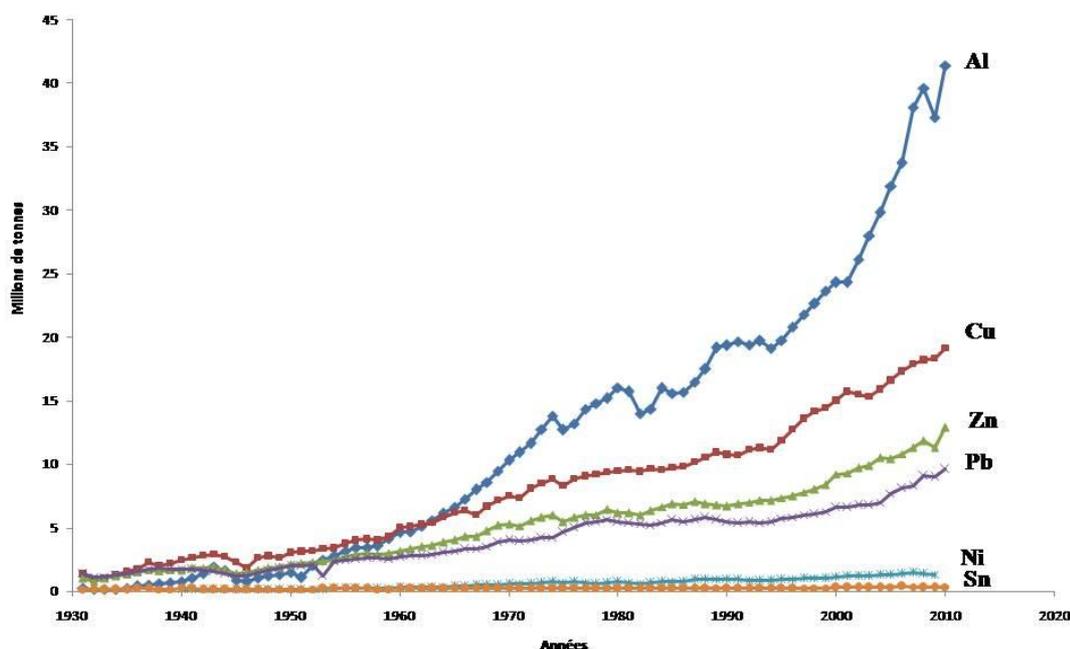


Fig. A.1: La production mondiale de l'aluminium [182].

Selon la composition chimique, la séquence de transformation et les traitements thermiques subis, les alliages d'aluminium se répartissent en huit séries désignées de 1000 à 8000 où le premier chiffre indique l'élément d'alliage (1-7%) qui attribue les propriétés générales et communes de chaque famille, les trois autres chiffres indiquent les éléments d'addition en teneurs moindres permettant d'améliorer certaines propriétés ou de créer certaines autres. Le tableau A.1 résume les différentes séries d'alliages d'aluminium et leurs résistances mécaniques :

Tab. A.1 : Désignation des séries d'alliages d'aluminium [183].

Famille	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000
Éléments d'alliage	Aucun	Cu	Mn	Si	Mg	Si+Mg	Zn+Mg	Si, Fe, Li,...
Etendue de la teneur (%mass.)	-	2-6	0,5-1,5	0,8-1,7	0,5-5	Mg:0,5-1,5 Si: 0,5-1,5	Zn: 5-7 Mg: 1-2	Si: 0,3-1 Fe:0,6-2
Éléments d'addition	Cu	Si, Mg	Mg, Cu		Mn, Cu	Cu, Cr	Cu	Divers
Résistance mécanique Rm (MPa)	50-160	300-480	100-240	150-400	100-340	200-320	310-600	130-190

A.3 Durcissement structural des alliages d'aluminium

La composition chimique de l'alliage n'est pas suffisante à elle-seule pour conférer au matériau les propriétés mécaniques requises pour des applications industrielles. Pour cela, on distingue plusieurs types de durcissement des alliages; citons principalement : le durcissement structural et le durcissement par écrouissage. Selon le type de durcissement, se produisent des changements de comportement du matériau vis-à-vis de la traction, de la fatigue, du fluage, de la dureté, etc. Dans cette partie, nous détaillerons le durcissement structural.

Le durcissement structural ou durcissement par précipitation est l'une des méthodes les plus utilisées dans la métallurgie moderne. Ce type de durcissement a été découvert au début du 20^{ème} siècle quand les chercheurs ont observé une augmentation de la dureté des alliages qui subissent des traitements de vieillissement.

Les propriétés mécaniques du matériau qui subit un traitement de durcissement dépendent de ce traitement appliqué. Les étapes d'un traitement de durcissement sont les suivantes:

L'homogénéisation permettant de dissoudre les phases métalliques et l'obtention d'une solution solide uniforme et homogène. Ceci est toujours réalisé à une température inférieure à la température de fusion de l'eutectique. Si la température est choisie supérieure à celle-ci, des défauts appelés brûlures apparaissent. Cette mise en solution solide est réalisée à une température telle que tous les atomes de soluté se trouvent en solution solide. Cette étape permet d'obtenir une solution solide sursaturée après la trempe.

La trempe consiste en un refroidissement assez rapide du matériau qui permet de figer la solution solide sursaturée notée SSSS.

Le revenu est réalisé à une température inférieure à la température de mise en solution. Le but du revenu est de produire une relaxation des contraintes résiduelles dues au choc thermique de la trempe et l'accélération de la décomposition de la solution solide sursaturée, ce qui permettra la formation des phases durcissant par précipitation. Dans certains cas, le traitement de revenu est remplacé par la maturation ou le vieillissement à la température ambiante ; ce traitement ralentit la décomposition de la solution solide.

Les traitements thermiques les plus utilisés pour les alliages d'aluminium sont désignés par la lettre T suivie par des chiffres indiquant la nature du traitement thermomécanique

appliqué. La figure A.2 montre la désignation de la température utilisée pour certaines séries d'alliages à durcissement structural.

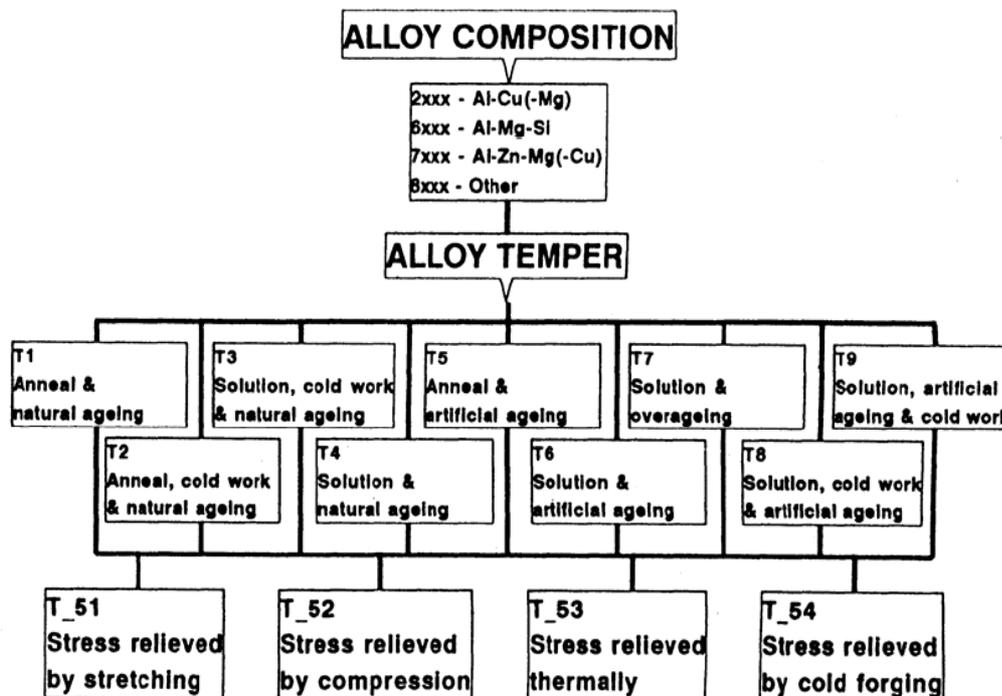


Fig. A.2 : Alliages et températures : désignation des alliages à durcissement structural [184].

A.3.1 Séquence de précipitation

Dans le cas général, la séquence de décomposition, après un refroidissement rapide, dans les alliages durcis par précipitation à partir d'une solution solide sursaturée, particulièrement instable, donne naissance à la formation d'amas ou de zones de Guinier-Preston (GP). Ceux sont des agrégats riches en solutés et cohérents avec la matrice. La maturation ou le revenu permettent de former des phases intermédiaires durcissantes, métastables et parfois semicohérentes avec la matrice. Enfin, si la décomposition est suffisamment poussée, on obtiendra les phases stables complètement incohérentes avec la matrice. Ces phases sont moins durcissantes que les phases métastables. Cet effet est toujours remarqué sur les courbes d'évolution de la dureté en fonction du temps du vieillissement sur lesquelles on observe souvent, après le pic de durcissement, une diminution de la dureté qui est due à la formation des phases stables (Fig. A.3). On résume ces transformations par la séquence suivante :

SSSS → Amas et/ou zones GP → phases métastables → phases d'équilibre (stables).

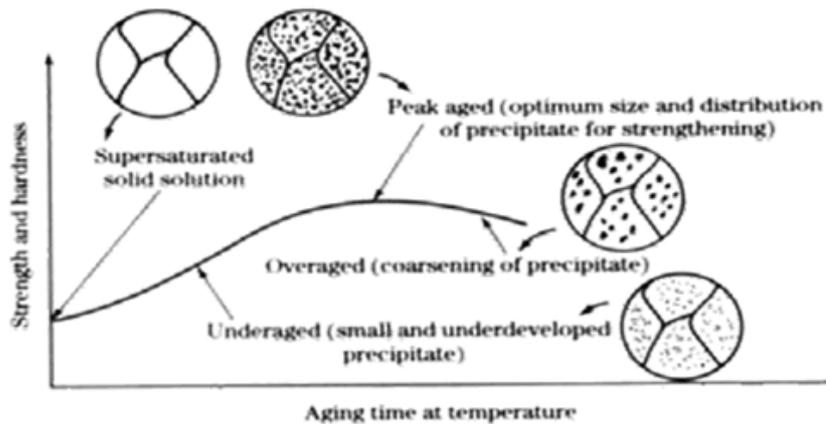


Fig. A.3 : Evolution schématique de la dureté et de la résistance mécanique d'un alliage à durcissement structural pendant le vieillissement [183].

A.3.2 Principe du durcissement par précipitation

L'observation expérimentale des phénomènes de durcissement dus au mouvement des dislocations et aux modifications de leur structure d'empilement a fait l'objet de nombreuses études. Le durcissement par précipitation résulte de la formation de fines particules faisant obstacles au mouvement des dislocations. La déformation plastique, qui donne au matériau une dureté optimale, ne peut être générée que si ces particules sont franchies par les dislocations. En effet, suivant la cohérence ou l'incohérence des précipités avec la matrice, il existe deux types de franchissement des précipités par les dislocations :

1/ *Franchissement par cisaillement* : Si les précipités sont cohérents ou semi-cohérents avec la matrice, les dislocations cisailent les précipités et glissent de manière continue et suivent le réseau (existence des plans d'épitaxie) (Fig. A.4). Ce type de durcissement est dû à :

- la semi-incohérence de l'interface,
- ou à la différence d'énergie de faute d'empilement,
- ou à l'effet d'ordre.

2/ *Franchissement par contournement* : Si les précipités sont incohérents avec la matrice, les dislocations vont les contourner et alors le durcissement est moindre (Fig. A.5). On distingue:

- le durcissement par contournement d'Orowan par glissement primaire,

- et le durcissement par contournement par glissement dévié.

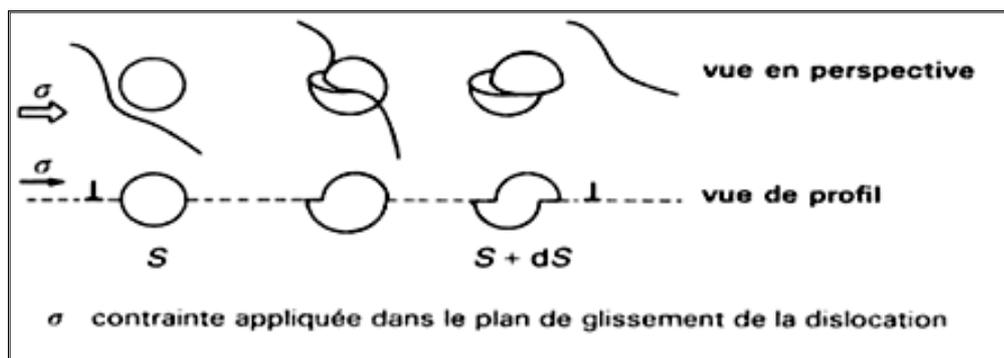


Fig. A.4 : Cisaillement d'un précipité sphérique dans le plan de glissement d'une dislocation [34].

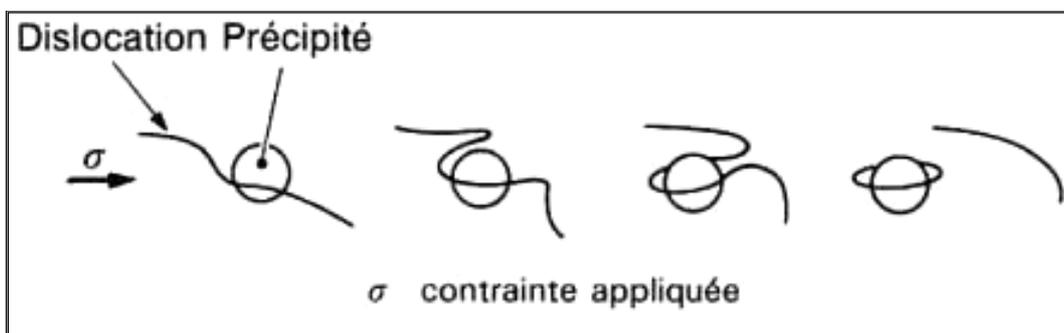


Fig. A.5 : Contournement d'un précipité par une dislocation [34].

A.4 Cinétique de transformation anisotherme

Nous allons déterminer les paramètres cinétiques par le biais de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) en utilisant différentes vitesses de chauffage. Pour cela, l'étude bibliographique sera axée sur les méthodes utilisées pour les transformations anisothermes.

L'importance de cette méthode est liée à la fois à sa commodité de sa mise en œuvre, à la faible masse de l'échantillon, et à la très grande variété des phénomènes enthalpiques qui peuvent être étudiés. Cette technique a été usuellement utilisée pour étudier la cinétique de transformation des phases du point de vue comportement temps-température ou, plus précisément, pour décrire le mode de germination et de croissance des phases au cours d'un traitement thermique isotherme ou non-isotherme.

En effet, la cinétique des transformations de phases est toujours liée aux concepts des énergies d'activation et de l'ordre de la réaction. Le calcul de ces deux paramètres est basé sur la fraction transformée α de phase étudiée.

Le degré de transformation f est défini en fonction de la fraction transformée α ($0 \leq f \leq 1$) :

$$f = f(\alpha) \dots\dots\dots (1)$$

Cette fraction transformée α est déterminée par la relation :

$$\alpha = \int f(\alpha).K(T)dt \dots\dots\dots (2)$$

où $f(\alpha)$ est une fonction qui dépend de la fraction transformée et $K(T)$ est une fonction qui ne dépend que de la température et qui est donnée par la loi d'Arrhenius :

$$K(T) = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \dots\dots\dots (3)$$

où : k_0 : facteur pré exponentiel,

E : énergie d'activation,

R : constante des gaz.

Le produit des deux fonctions $f(\alpha)$ et $K(T)$ donne aussi le taux de transformation $\frac{d\alpha}{dt}$:

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha).K(T) \dots\dots\dots (4)$$

La combinaison entre les équations (3) et (4) décrit les types de cinétique de réaction qui nous donne l'équation de $f(\alpha)$. Plusieurs modèles ont été proposés : par exemple, le formalisme de cinétique de Johnson-Mehl-Avrami-Kolomogorov (JMAK) [185-187] est défini par l'équation :

$$f(\alpha) = n[-\ln(1 - \alpha)]^{\frac{n-1}{n}}(1 - \alpha) \dots\dots\dots (5)$$

Ce modèle a été vérifié par plusieurs auteurs [188-193] dans les études des réactions thermiques dans les alliages à base d'aluminium. Il permet de bien cerner les mécanismes mis en jeu. A partir de cette relation, il est possible de d'écrire l'équation de la fraction transformée $\alpha(t)$:

$$\alpha(t) = 1 - \exp(-kt)^n \dots\dots\dots (6)$$

α : fraction transformée,

t : temps de maintien,

k : constante de vitesse dépendant essentiellement de la température,

n : coefficient de JMAK,

$\alpha(t)$: varie entre 1 et 0 suivant une forme dite sigmoïdale. Le développement de cette équation mène à l'équation (7) qui permet de calculer les coefficients n et k :

$$\ln(\ln(1/(1-\alpha))) = n \ln(k) + n \ln(t) \dots\dots\dots (7)$$

A partir des pics exothermiques ou endothermiques des courbes de DSC, la fraction transformée d'une phase peut être calculée avec la relation suivante [142] :

$$\alpha(T) = \frac{A(T)}{A(T_f)} \dots\dots\dots (8)$$

avec $A(T)$ et $A(T_f)$ représentant la surface du pic entre deux températures T initiale (T_i) et une température T et entre T initial (T_i) et T finale (T_f) respectivement (Fig. A.6). Cette surface peut être calculée à partir de la courbe qui représente la variation du flux de chaleur ∂q en fonction de la température en utilisant la relation :

$$A(T) = \int_{T_i}^T (\partial q) dT \dots\dots\dots (9)$$

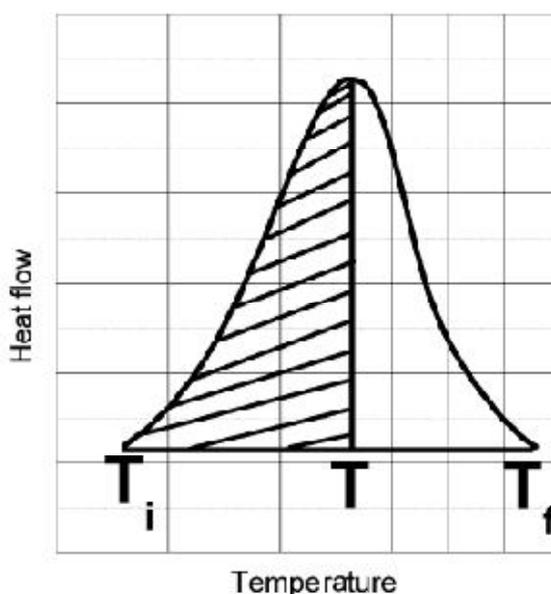


Fig. A.6 : Schéma représentatif de l'aire du pic entre T_i et T [142].

A.4.1 Détermination de l'énergie d'activation

Plusieurs méthodes de calcul de l'énergie d'activation de formation ou de dissolution d'une phase à partir des courbes d'analyse calorimétriques différentielles ont été proposées dans la littérature en se basant sur la méthode isoconversionnelle. Cette dernière peut décrire le degré de conversion $\partial\alpha/\partial t$ de manière empirique par un modèle de la forme :

$$\frac{\partial\alpha}{\partial t} = A_\alpha \exp\left(-\frac{E_\alpha}{RT}\right) \cdot f(\alpha) \dots\dots\dots (10)$$

$f(\alpha)$: la fonction cinétique,

E_a : énergie d'activation,

A_α : paramètre d'Arrhenius qui varie avec le degré de conversion.

A partir du principe de la méthode d'isoconversion, deux méthodes ont été développées afin de déterminer les paramètres cinétiques : méthode de Friedman [194] et les méthodes intégrales [176].

Les méthodes intégrales prennent directement le logarithme de l'équation (10) et pour chaque degré de conversion, on peut calculer l'énergie d'activation E_a :

$$\ln\left(\frac{\partial\alpha}{\partial t}\right) = \ln A_\alpha \cdot f(\alpha) - \frac{E_a}{RT} \dots\dots\dots (11)$$

Les méthodes intégrales utilisent l'intégrale de l'équation (10), ce qui donne la formule générale suivante :

$$\ln \frac{V}{T_f^s} = -A \frac{E_a}{RT_f} + Cont \dots\dots\dots (12)$$

A partir de cette relation, plusieurs équations ont été développées pour le calcul de l'énergie d'activation. La différence entre ces équations réside dans les valeurs attribuées aux constantes s et A et à l'approximation des erreurs de calcul. Parmi ces méthodes, citons celles d'Ozawa [176], de Kissinger [177,178], de Boswell [195], etc.

Dans ce travail, nous utiliserons les méthodes les plus employées dans la littérature, à savoir celles d'Ozawa et de Kissinger [176-178], de type 1,92.

La méthode d'Ozawa prend les valeurs $s = 2$ et $A = 1$ et donc l'équation (12) devient :

$$\ln \frac{V}{T_f^2} = -\frac{E_a}{RT_f} + C_1 \dots\dots\dots (13)$$

Pour la méthode de Kissinger $s = 1,92$ et $A = 1,0008$ et donc l'équation (12) devient :

$$\ln \frac{V}{T_f^{1,92}} = -1,0008 \frac{E_a}{RT_f} + C_2 \dots\dots\dots (14)$$

Dans les deux méthodes ci-dessus, la représentation de $\ln\left(\frac{V}{T_f^2}\right)$ et $\ln\left(\frac{V}{T_f^{1,92}}\right)$ en fonction de $\left(\frac{1}{T_f}\right)$ donne une droite dont la pente dépend de la valeur de l'énergie d'activation E_a .

Starink [192] a réalisé une étude comparative sur le calcul de la précision des méthodes isoconversionnelles. Après le classement des méthodes en deux types, notés type A et type B, l'auteur a trouvé que la méthode de Kissinger [177,178] de type 1,92 est la seule méthode qui donne une approximation parfaite. La figure A.7 montre les courbes des erreurs correspondant à chaque méthode en fonction de $\left(y = \frac{E}{RT}\right)$.

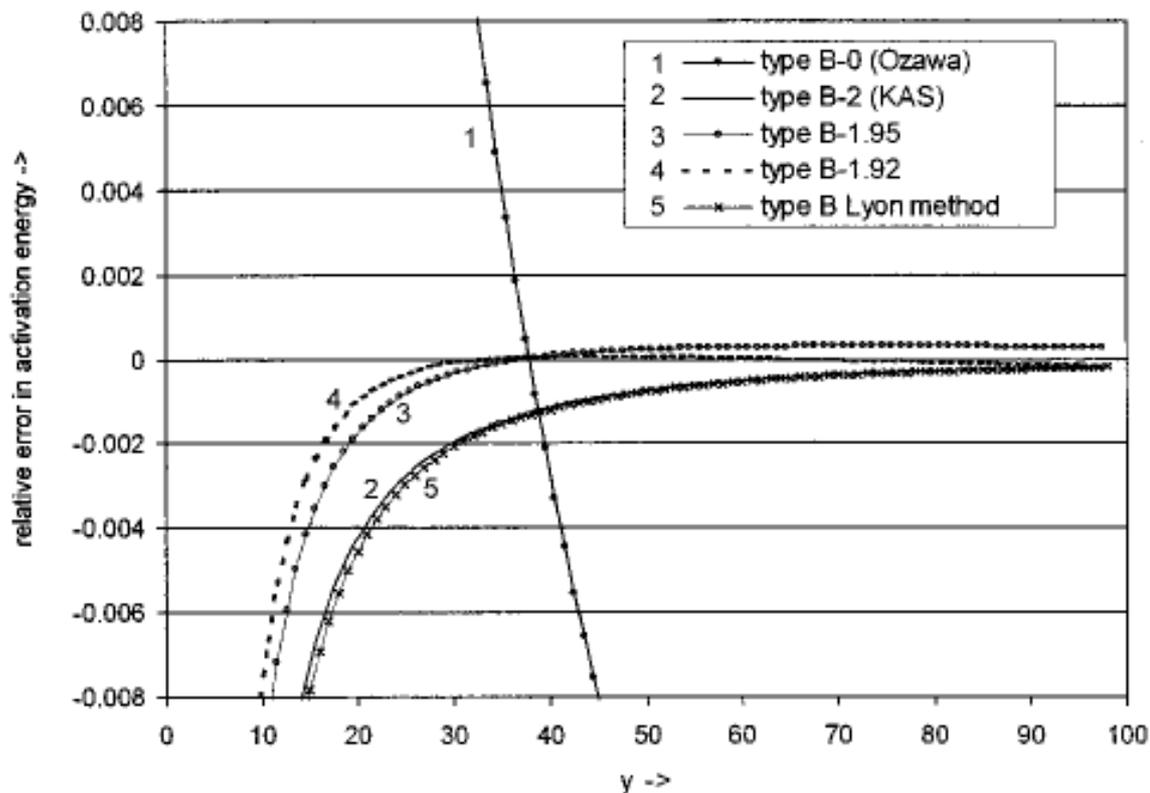


Fig. A.7 : Erreur relative en fonction de $(y = \frac{E}{RT})$ correspondant aux cinq méthodes [192].

A.4.2 Détermination de l'exposant n de réaction

La fraction transformée α à une température constante T a été donnée par Matusita et Sakka [196] par la dérivation de l'équation classique de Johnson-Mehl-Avrami-Kolomogorov (JMAK) [185-187] :

$$\ln(1 - \alpha)^{-1} = \frac{C}{V^n} \left[\frac{-n.E_a}{RT} \right] \dots\dots\dots (15)$$

Pour une température fixe et pour la valeur de α indépendante de la vitesse de chauffage V à cette température, le logarithme de l'équation (15) nous donne :

$$\ln(\ln(1 - \alpha)^{-1}) = -n \cdot \ln V + Const \dots\dots\dots (16)$$

A partir de cette équation, nous remarquons que la représentation de $\ln(\ln(1 - \alpha)^{-1})$ en fonction de $\ln V$ est une droite avec une valeur de la pente négative égale à la valeur (-n). Ce coefficient n est en fait caractéristique du mécanisme de transformation qui contrôle la réaction de précipitation.

La réaction de précipitation est gouvernée par le mécanisme de germination sur les joints de grains. Si celle-ci est assez rapide, les sites de nucléation sur la surface du joint sont

saturés bien avant que le volume du grain ne soit rempli de précipités. L'exposant n est alors caractéristique de la croissance et conduit généralement à un coefficient de JMAK autour de 1.

La croissance est le processus dominant dans la transformation. Cette croissance d'un précipité peut être gouvernée soit par une réaction d'interface, soit par la diffusion. On observe généralement que pour des petits germes, la diffusion se produit plus vite que la traversée de l'interface (que peu d'atomes de soluté peuvent traverser simultanément); lorsque la taille des précipités devient assez grande, l'inverse peut alors se produire.

Si la réaction est contrôlée par une réaction d'interface, la fraction volumique transformée augmente proportionnellement à $(t)^{1/3}$. Compte tenu d'une interaction faible entre précipités, un coefficient de JMAK autour de $n=3$ est généralement trouvé. Les réactions contrôlées par la diffusion présentent quant à elles des coefficients variant de 1 à 2 en fonction de la morphologie des précipités développés [192].

ANNEXE B

Fiches ASTM des différentes phases étudiées et projections stéréographiques

B.1 Fiches ASTM des différentes phases étudiées

B.1.1 La matrice d'aluminium

Name and formula

Reference code: 00-001-1176
 PDF index name: Aluminum
 Empirical formula: Al
 Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fm3m
 Space group number: 225

a (Å): 4,0406
 b (Å): 4,0406
 c (Å): 4,0406
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000

Measured density (g/cm³): 2,69
 Volume of cell (10⁶ pm³): 65,97
 Z: 4,00
 RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
 Color: White
 Melting point: 660

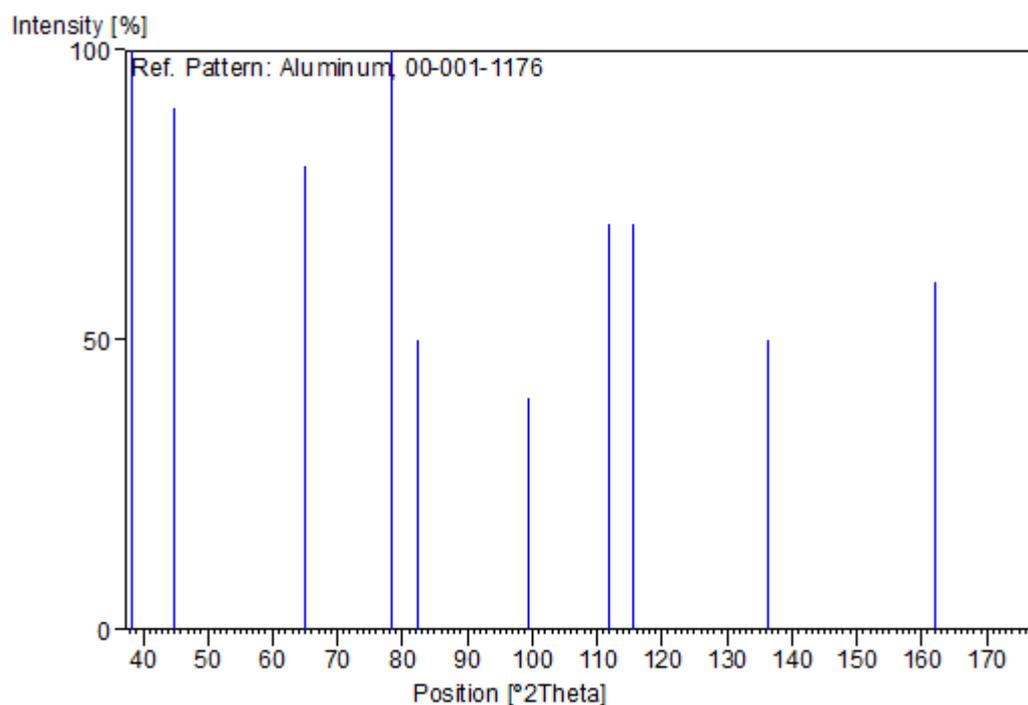
References

Primary reference: Davey., *Phys. Rev.*, **25**, 753, (1925)
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*
 Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,34000	38,439	100,0
2	2	0	0	2,02000	44,833	90,0
3	2	2	0	1,43000	65,186	80,0
4	3	1	1	1,22000	78,306	100,0
5	2	2	2	1,17000	82,352	50,0
6	4	0	0	1,01000	99,401	40,0
7	3	3	1	0,93000	111,845	70,0
8	4	2	0	0,91000	115,662	70,0
9	4	2	2	0,83000	136,273	50,0
10	5	1	1	0,78000	161,909	60,0
11				0,72000		20,0

Stick Pattern



B.1.2 La phase δ (AlLi)

Name and formula

Reference code: 00-003-1215
 PDF index name: Aluminum Lithium
 Empirical formula: AlLi
 Chemical formula: AlLi

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fd3m
 Space group number: 227
 a (Å): 6,3730

b (Å): 6,3730
 c (Å): 6,3730
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 1,74
 Measured density (g/cm³): 1,73
 Volume of cell (10⁶ pm³): 258,84
 Z: 8,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Common Phase
 Quality: Doubtful (O)

Comments

Reason "O" quality: O assigned because of inadequate range of intensities. (Ed.)

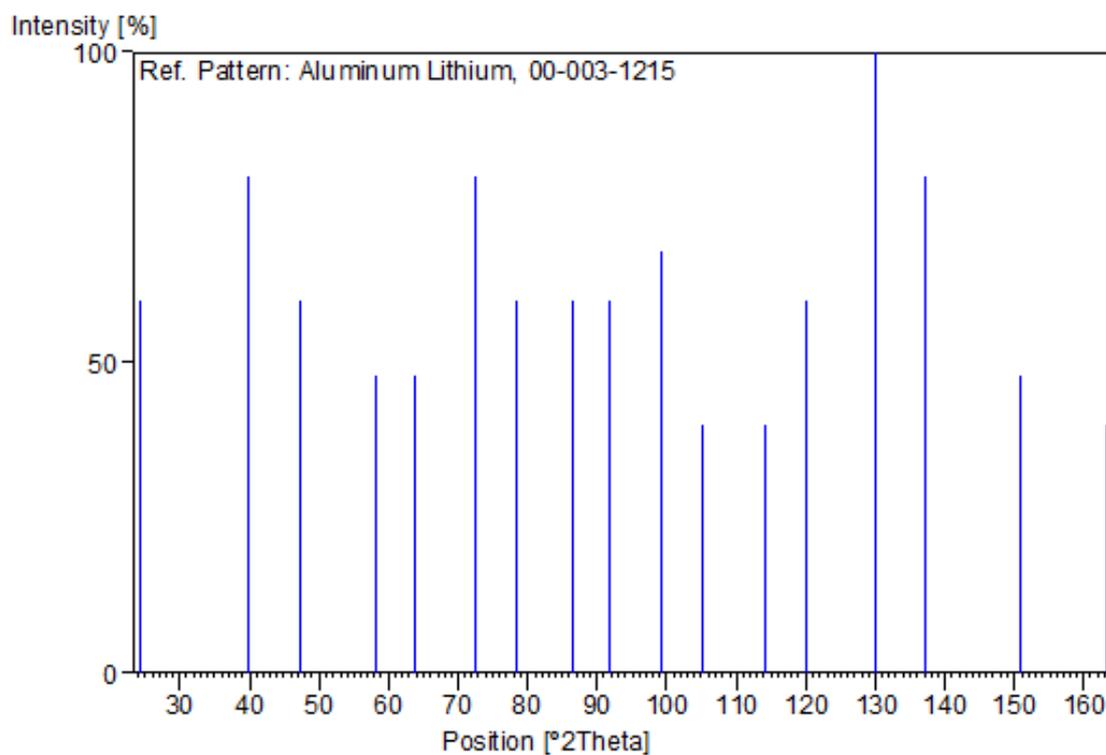
References

Primary reference: Komovsky, Maximow., *Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem.*, **92**, 282, (1935)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3,65000	24,367	60,0
2	2	2	0	2,26000	39,856	80,0
3	3	1	1	1,92000	47,306	60,0
4	4	0	0	1,58500	58,155	48,0
5	3	3	1	1,46000	63,687	48,0
6	4	2	2	1,30000	72,675	80,0
7	5	1	1	1,22000	78,306	60,0
8	4	4	0	1,12500	86,426	60,0
9	5	3	1	1,07400	91,652	60,0
10	6	2	0	1,01000	99,401	68,0
11	5	3	3	0,96900	105,300	40,0
12	4	4	4	0,91800	114,092	40,0
13				0,88950	119,992	60,0
14	6	4	2	0,84990	130,009	100,0
15				0,82790	137,003	80,0
16	8	0	0	0,79600	150,802	48,0
17	7	3	3	0,77850	163,353	40,0

Stick Pattern



B.1.3 La phase δ' (Al_3Li)

Name and formula

Reference code:	03-065-6151
PDF index name:	Aluminum Lithium
Empirical formula:	Al_3Li
Chemical formula:	LiAl_3

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Pm-3m
Space group number:	221
a (Å):	4,0100
b (Å):	4,0100
c (Å):	4,0100
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	2,26
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	64,48
Z:	1,00
RIR:	3,19

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
NIST Pattern
Quality: Calculated (C)

Comments

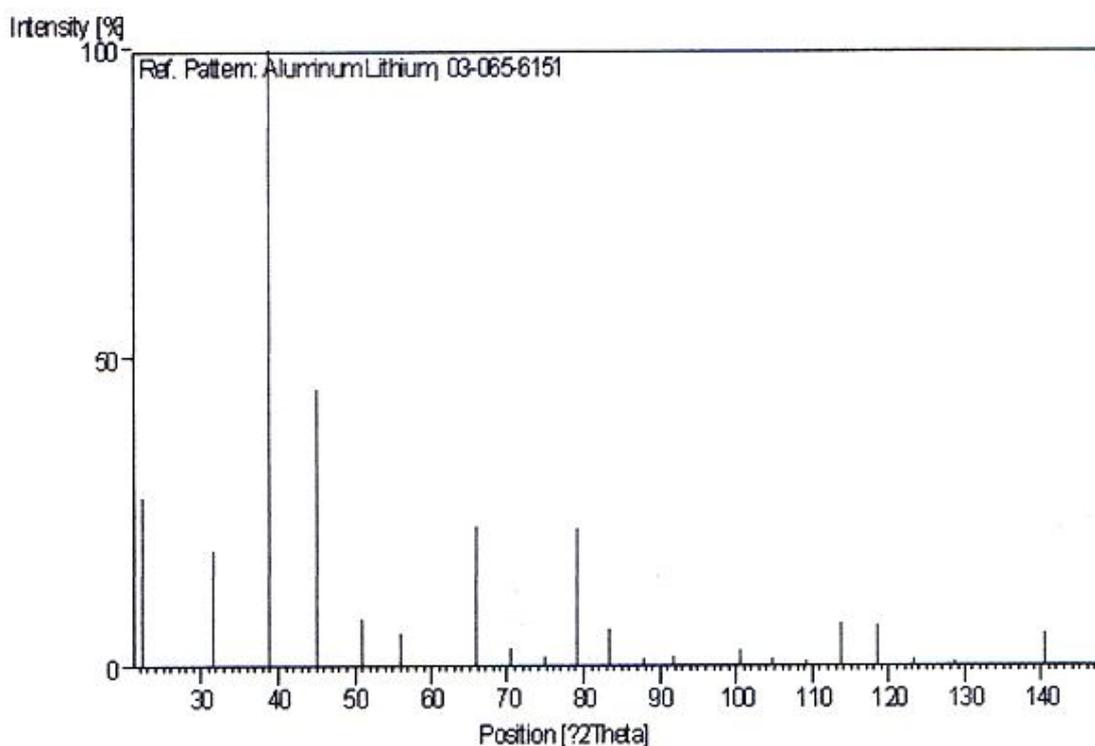
Samples preparation The alloy was prepared by heat treatment and then quenched in water.

References

Primary reference: Calculated from NIST using POWD-12 ++
Structure : Yoshi-yama, T., Hasebe, K., Michi-hiko Mannami,, J. Phys. Soc. Jpn (1968), 908, 25,.

Peak list

I	2 θ (°)	d (Å)	h	k	l	%
27,5	22,150	4,01000	0	0	1	1
19,0	31,526	2,83550	0	1	1	2
100,0	38,868	2,31517	1	1	1	3
45,1	45,187	2,00500	0	0	2	4
7,7	50,876	1,79333	0	1	2	5
5,4	56,138	1,63708	1	1	2	6
22,8	65,821	1,41775	0	2	2	7
2,9	70,379	1,33667	1	2	2	8
1,8	74,812	1,26807	0	1	3	9
22,3	79,153	1,20906	1	1	3	10
6,1	83,431	1,15759	2	2	2	11
1,0	87,674	1,11217	0	2	3	12
1,7	91,903	1,07172	1	2	3	13
2,5	100,417	1,00250	0	0	4	14
1,2	104,751	0,97257	0	1	4	15
0,8	109,173	0,94517	1	1	4	16
7,3	113,717	0,91996	1	3	3	17
6,8	118,426	0,89666	0	2	4	18
0,9	123,354	0,87505	1	2	4	19
0,4	128,581	0,85493	2	3	3	20
5,4	140,463	0,81854	2	2	4	21
0,5	147,674	0,80200	0	3	4	22

Stick Pattern**B.1.4 La phase S' (Al₂CuMg)****Name and formula**

Reference code:	00-028-0014
PDF index name:	Aluminum Copper Magnesium
Empirical formula:	Al ₂ CuMg
Chemical formula:	Al ₂ CuMg

Crystallographic parameters

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Cmcm
Space group number:	63
a (Å):	4,0000
b (Å):	9,2500
c (Å):	7,1500
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	3,56
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	264,55
Z:	4,00
RIR:	-

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic
Alloy, metal or intermetallic	
Quality:	Calculated (C)

Comments

References

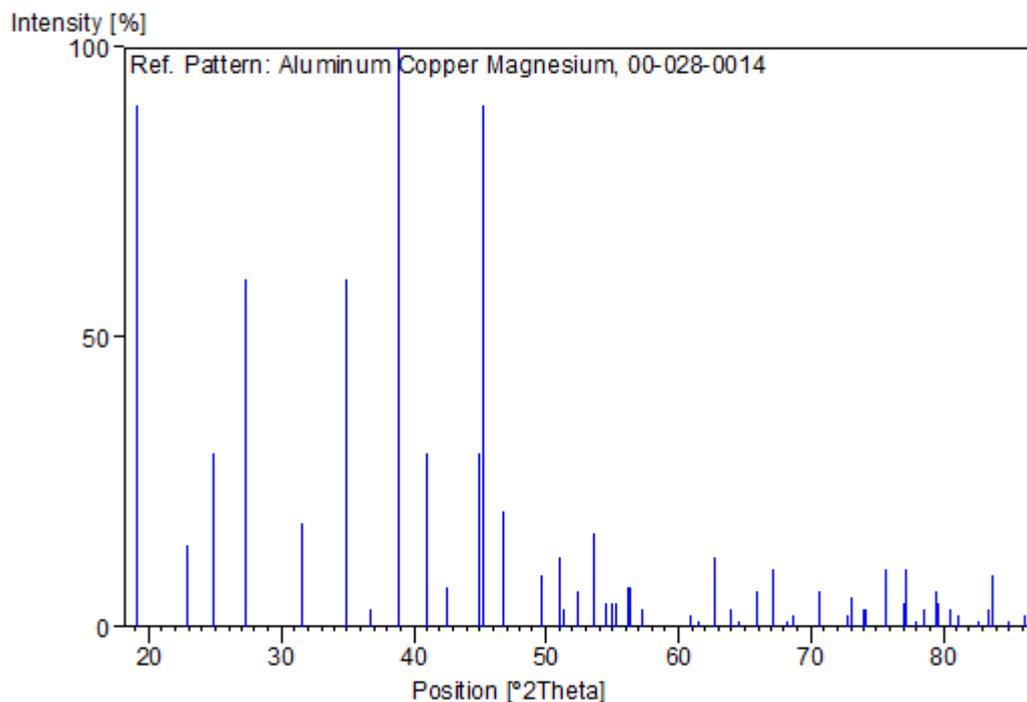
Primary reference: Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands., *ICDD Grant-in-Aid*, (1975)

Unit cell: Perlitz, Westgren., *Ark. Kemi, Mineral. Geol.*, **16B**, 13, (1943)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	2	0	4,62000	19,196	90,0
2	0	2	1	3,88000	22,902	14,0
3	0	0	2	3,57000	24,921	30,0
4	1	1	1	3,27000	27,250	60,0
5	0	2	2	2,82900	31,601	18,0
6	1	1	2	2,56100	35,009	60,0
7	1	3	0	2,44200	36,775	3,0
8	1	3	1	2,31100	38,941	100,0
9	0	4	1	2,20000	40,991	30,0
10	0	2	3	2,11900	42,633	7,0
11	1	3	2	2,01600	44,927	30,0
12	1	1	3	1,99900	45,330	90,0
13	0	4	2	1,94200	46,738	20,0
14	2	2	0	1,83600	49,613	9,0
15	0	0	4	1,78700	51,069	12,0
16	2	2	1	1,77800	51,347	3,0
17	2	0	2	1,74500	52,391	6,0
18	1	3	3	1,70600	53,683	16,0
19	1	5	0	1,67900	54,617	4,0
20	0	2	4	1,66700	55,044	4,0
21	0	4	3	1,66000	55,296	4,0
22	1	5	1	1,63500	56,216	7,0
23	2	2	2	1,63300	56,291	7,0
24	1	1	4	1,60700	57,285	3,0
25	1	5	2	1,52000	60,899	2,0
26	0	6	1	1,50700	61,481	1,0
27	2	4	1	1,48000	62,728	12,0
28	2	2	3	1,45400	63,981	3,0
29	1	3	4	1,44200	64,578	1,0
30	0	6	2	1,41600	65,912	6,0
31	2	4	2	1,39300	67,143	10,0
32	1	5	3	1,37300	68,255	1,0
33	0	2	5	1,36600	68,653	2,0
34	2	0	4	1,33300	70,602	6,0
35	3	1	1	1,29800	72,805	2,0
36	0	6	3	1,29400	73,066	5,0
37	2	2	4	1,28100	73,930	3,0
38	2	4	3	1,27700	74,200	3,0
39	1	7	0	1,25500	75,727	10,0
40	3	1	2	1,23800	76,956	4,0
41	1	3	5	1,23400	77,251	10,0
42	1	5	4	1,22400	78,001	1,0
43	0	4	5	1,21600	78,613	3,0
44	3	3	1	1,20600	79,393	6,0
45	2	6	1	1,20400	79,551	4,0
46	0	0	6	1,19200	80,515	3,0
47	1	7	2	1,18400	81,172	2,0
48	0	6	4	1,16700	82,610	1,0
49	3	3	2	1,15800	83,395	3,0
50	0	2	6	1,15400	83,749	9,0
51	0	8	1	1,14100	84,925	1,0
52	2	2	5	1,12800	86,140	2,0

Stick Pattern



B.1.5 La phase T₁(Al₂CuLi)

Name and formula

Reference code: 00-028-0011
 PDF index name: Aluminum Copper Lithium
 Empirical formula: Al₂CuLi
 Chemical formula: Al₂CuLi

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
 Space group: P6/mmm
 Space group number: 191
 a (Å): 4,9600
 b (Å): 4,9600
 c (Å): 9,3500
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 120,0000
 Calculated density (g/cm³): 3,11
 Volume of cell (10⁶ pm³): 199,21
 Z: 3,00
 RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Common Phase
 Quality: Blank (B)

Comments

General comments:

Space group single-crystal work with rotation photographs. No extinctions observed. Space group `P622` (177), `P6mm` (183) or `P-6m2` (187) also possible.

Analysis:

Chemical analysis (wt.%): Cu 50.5, Li 5.5.

Unit cell:

Refined cell: a=4.958, c=9.344, C=1.885.

References

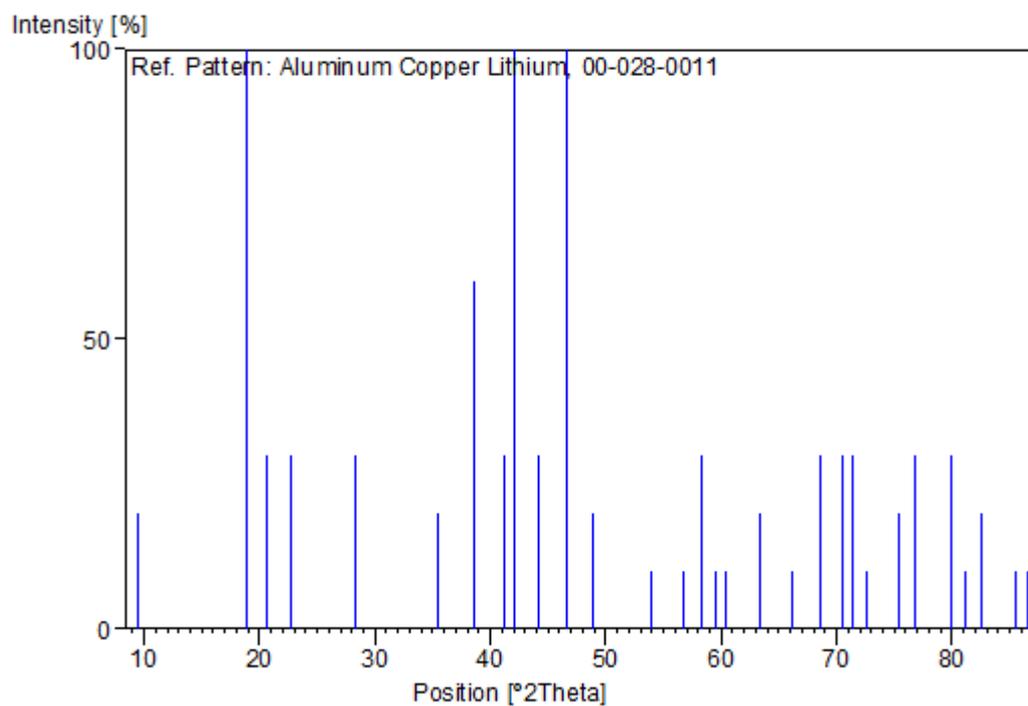
Primary reference:

Hardy, Silcock., *J. Inst. Met.*, **84**, 423, (1955)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	1	9,39000	9,411	20,0
2	0	0	2	4,69000	18,907	100,0
3	1	0	0	4,31000	20,591	30,0
4	1	0	1	3,90000	22,783	30,0
5	1	0	2	3,15000	28,309	30,0
6	1	0	3	2,53000	35,452	20,0
7	0	0	4	2,33300	38,559	60,0
8	1	1	2	2,18700	41,246	30,0
9	2	0	0	2,14500	42,092	100,0
10	1	0	4	2,04700	44,210	30,0
11	2	0	2	1,94900	46,560	100,0
12	0	0	5	1,86500	48,791	20,0
13	1	1	4	1,70000	53,888	10,0
14	2	1	0	1,62000	56,783	10,0
15	2	0	4	1,57900	58,397	30,0
16	0	0	6	1,55400	59,430	10,0
17	2	1	2	1,53000	60,459	10,0
18	1	0	6	1,46800	63,300	20,0
19	2	0	5	1,41000	66,229	10,0
20	3	0	2	1,36700	68,596	30,0
21	2	1	4	1,33300	70,602	30,0
22	1	1	6	1,32000	71,403	30,0
23	3	0	3	1,30000	72,675	10,0
24	2	0	6	1,26100	75,304	20,0
25	2	2	0	1,24000	76,809	30,0
26	2	2	2	1,19900	79,950	30,0
27	3	1	1	1,18300	81,255	10,0
28	0	0	8	1,16900	82,438	20,0
29	2	0	7	1,13400	85,574	10,0
30	2	1	6	1,12400	86,522	10,0

Stick Pattern



B.2 Projections stéréographiques

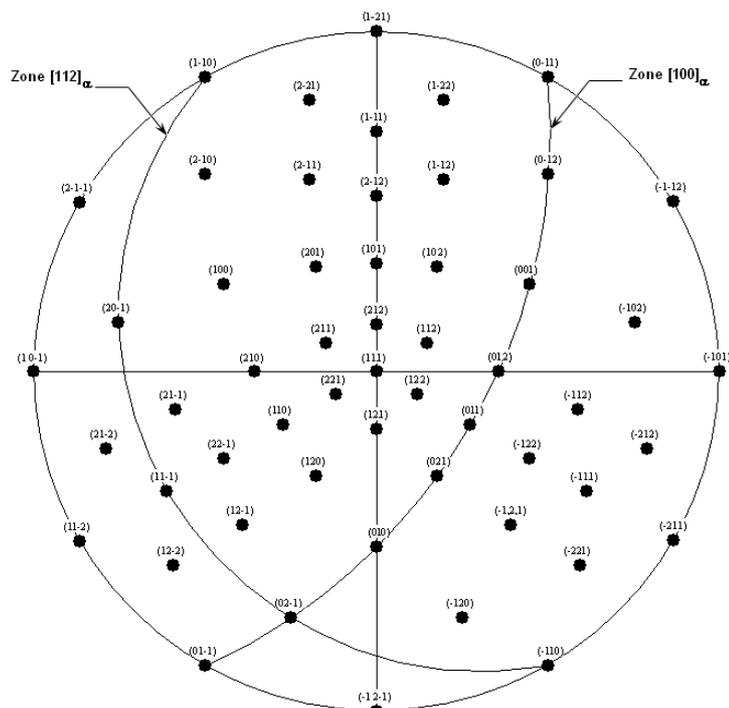


Fig. B.1 : Projection stéréographique (111) utilisée pour les variants V1, V2 et V3. Les zones [100] et [112] sont indiquées.

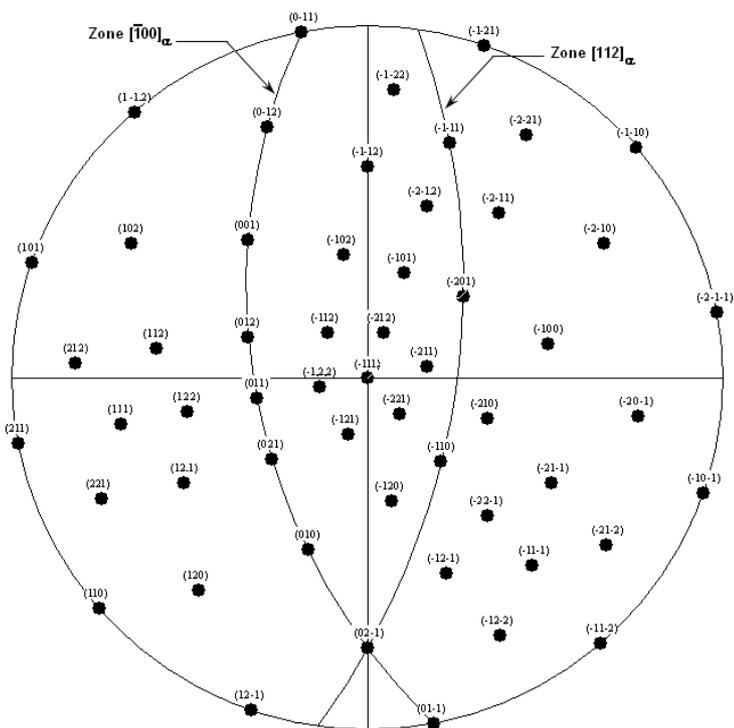


Fig. B.2 : Projection stéréographique ($\bar{1}11$) utilisée pour les variants V4, V5 et V6. Les zones [100] et [112] sont indiquées.

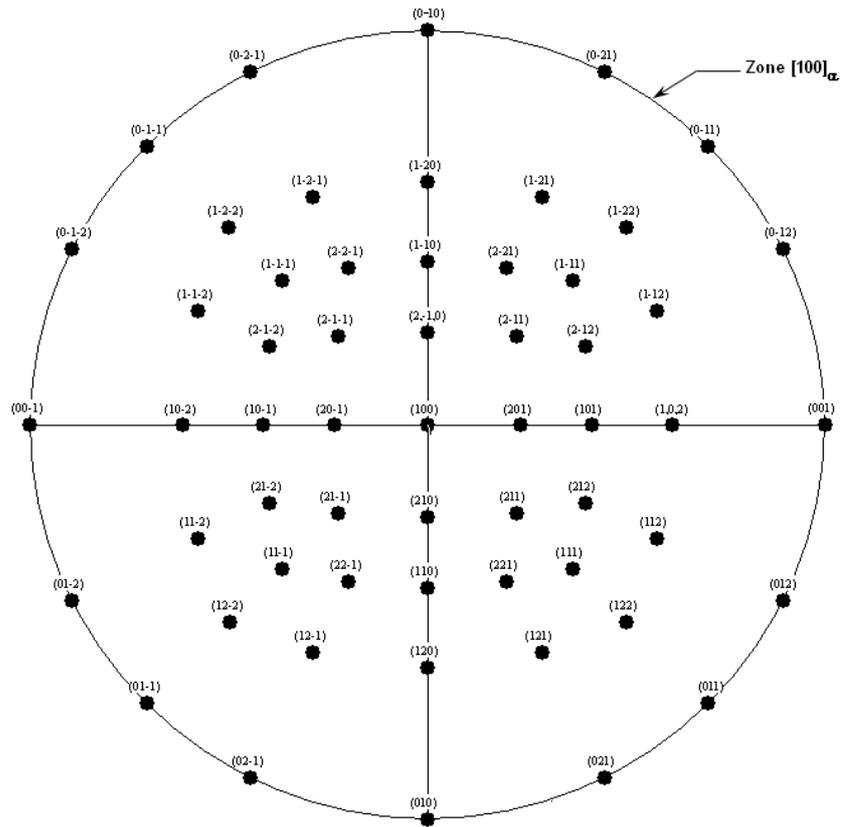


Fig. B.5 : Projection stéréographique 100 du système cubique.

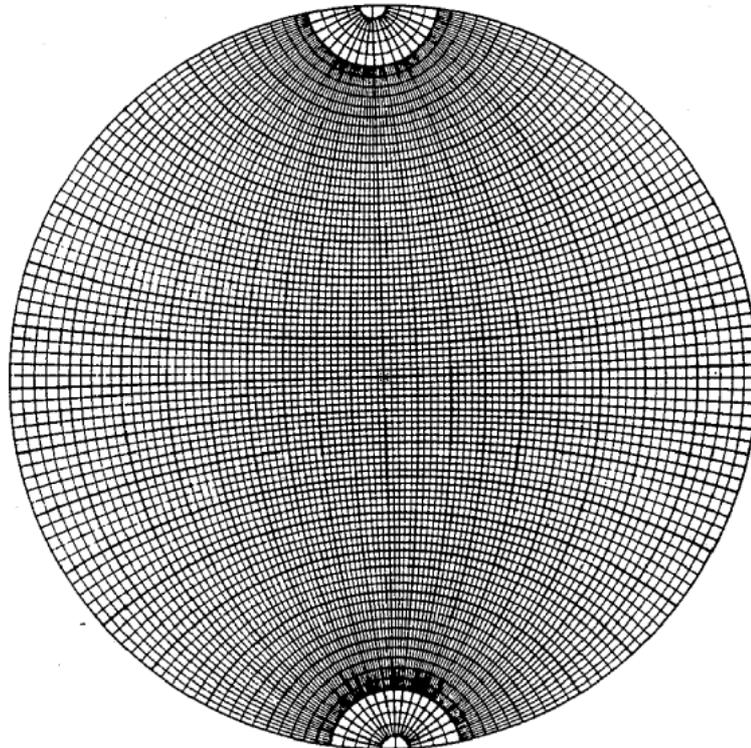


Fig. B.6 : L'abaque de Wulff.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] T.H. Sanders, Jr. and E.A. Starke, Jr.: in Aluminum-Lithium Alloys II, T.H. Sanders, Jr. and E.A. Starke, Jr., eds., AIME, New York, NY 1983, p. 1.
- [2] E. J. Lavernia and N. J. Grant : Mater. Sci., 1987, 22, 1521.
- [3] H. Shin, H. Young, C. Maeng : Scripta Metall. Mater., 1992, 26, 117.
- [4] Dinsdale K., Harris S.J. and Noble B., Proc. 1st Int. Al-Li Conf., New York. TMS-AIME, Ed. T.H. Sanders Jr. and Sarke Jr, p.461, (1981).
- [5] M. Furukawa, Y. Miura and M. Nemoto : J. Phys. Colloque C3, 1987, supplément 09, T 48.
- [6] S. C. Wang and M. J. Starink: Int. Mater. Rev., 2005, 50, 193-215.
- [7] K. S. Vecchio and D. B. Williams : Acta Metall. Vol. 35, No. 12, pp. 2959-2970, 1987
- [8] D. B. Williams and J. W. Edington : Metal Sci., 1975, 9, 529-532.
- [9] F. W. Gayle, J. B. Vander Sande : *Scr. Metall.*, 1984, **18**, 473-478.
- [10] G. Cocco, S. Fagherazzi, and L. Schiffrini : J. Appl. Cryst., 1977, 10, 325.
- [11] C. Sigli and J. M. Sanchez : Acta Metall., 1986, 34, 1021.
- [12] R. J. Rioja and D. E. Laughlin : Metall. Trans. A, 1977, A8, 1257.
- [13] A. G. Khachaturyan, T. E. Lindsey, and J. W. Morris, Jr; Metall. Trans. A, 1988, 19A, 249.
- [14] C. Q. Chen and H. X. Li: Crack path profiles of Al–Li single crystals under monotonic and cyclic loading. In Aluminium–lithium alloys (eds) T. H. Sanders, E. A. Starke (Birmingham, UK: Mater. Components Eng. Publ.), 1989, 2, 973.
- [15] C.M. Sung, H.M. Chart, D. B. Williams: Proc., Third International Conference on Aluminum-Lithium Alloys, C. Baker, P.J. Gregson, S.J. Harris, and C.J. Peel, eds., The Institute of Metals, London, 1986, 337-46.
- [16] J. M. Silcock : J. Inst. Metals., 1959-60, 88, 357.
- [17] B. Noble and A.J. Trowsdale : Scripta Metall. Mater., 1995, 33, 33.
- [18] I. Gutiérrez-Urrutia : J. Mater. Sci., 2011, 46, 3144.
- [19] H. Suzuki, M. Kanno, N. Hayashi : Aluminium 58, 1982, p 120-122.
- [20] R. Nazato and G. Nakai; Trans. J.I.M., 1977, 18, 679.
- [21] J. M. Papazian, C. Sigli, J. M. Sanchez: Scripta Metall., 1986, 20, 20.-2061.
- [22] T. Sato, A. Kamio: Mater. Trans. JIM., 1990, 31, 25.
- [23] J. Lendvai, W. Wunderlich, H.J. Gudladt : Phil. Mag. A, 1993, 67, 99.
- [24] V. Radmilovic, A.G. Fox, G. Thomas : Acta Metall. Mater., 1989, 37, 2385.
- [25] J. Garland, J. Sanchez In: Chen H, Vasudevan V, editors. Kinetics of ordering transformations in metals. Warrendale (PA): Minerals, Metals and Materials Society, 1992, p. 207–16.
- [26] Y. H. Wei and S. T. Wang : Mater. Lett. 1996, 28, 123.
- [27] J. I. Perez-Landazabal, M. L. Nó, J. San Juan: Scripta Metal. Mater., 1995, 32, 1307.
- [28] B. J. Shaiu, H. T. Li, H. Y. Lee, H. Chen : Metall. Trans. A., 1990, 21A, 1133.
- [29] K. Hono, S. S. Babu, K. Hiraga, R. Okano, T. Sakurai : Acta Metall. Mater., 1992, 40, 3027.
- [30] G. Schmitz, K. Hono, P. Haasen : Acta Metall. Mater., 1994, 42, 201.
- [31] E. S. Balmuth : Scripta Met., 1984, V18, 301.
- [32] A. C. Spowage and S. Bray : Metall. Mater. Trans. A, 2011, 42A, 227.
- [33] P. J. Gregson, H. M. Flower: J. Mater. Sci. Lett., 1984, 3, 829.

- [34] B. Dubost and P. Sainfort: "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium", traités Matériaux métallique M240, édité par les Techniques de l'ingénieur, 1991.
- [35] B. Noble and G. E. Thompson: *Met. Sci. J.*, 1971, 5, 114.
- [36] D. B. Williams and J. W. Edington : *Philos. Mag. A*, 1974, 30, 1147.
- [37] M. Tamura, T. Mori, T. Nakamura : *J. Jap. Inst. Met.*, 1970, 34, 919.
- [38] L. M. Rylands, D. M. J. Wilkes, W. M. Rainforth, H. Jones : *J. Mater. Sci.*, 1994, 29, 1895.
- [39] I. M. Lifshitz and V. V. Slyozov : *J. Phys. Chem. Solids*, 1961, 19, 35.
- [40] C. Wagner : *Z. Elektrochem*, 1961, 65, 581.
- [41] Z. M. Wang and G. J. Shiflet : *Metall. Trans. A*, 1998, 29A, 2073.
- [42] J. I. Perez-Landazàbal, M. L. Nó, G. Madariaga, V. Recarte, J. San Juan : *Acta Mater.*, 2000, 48, 1283.
- [43] A. K. Vasudevan and R. D. Doherty : *Acta Metall.*, 1987, 35, 1193 .
- [44] B. Noble and A.J. Trowsdale : *Philos. Mag. A*, 1995, 71, 1345.
- [45] A.K. Mukhopadhyay, C.N.J. Tite, H.M. Flower, P.J. Gregson, and F. Sale : Aluminium-Lithium Alloys, Proc. 4th Int. Al-Li Conf., G. Champier, B. Dubost, D. Miannay, and L. Sabetay, eds., *J. Phys.*, 1987, 48, C3:439.
- [46] P. L. Makin and B. Ralph : *J. Mater. Sci.*, 1984, 19, 3835.
- [47] N. Benaskeur Mémoire de Magistère, Université Mentouri, Constantine, 2002.
- [48] N. Aklouche., Mémoire de Magistère, Université Mentouri, Constantine, 1999.
- [49] P. Sainfort, Thèse de Docteur ingénieur, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1985.
- [50] T. S. Parel , S. C. Wang and M. J. Starink : *Mater. Des.*, 2010, 31, S2–S5.
- [51] J. R. Davis, Ed., *Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM Specialty Handbook, ASM Inter., Materials Park, OH, USA, (1993).
- [52] G. J. Kulkarni, D. Banerjee and T. R. Ramachandran : *Bull. Mater. Sci.*, 1989, 12, 325.
- [53] G. B. Brook : *Precipitation in Metals*, Spec. Rep. No. 3, Fulmer Res. Inst., UK (1963).
- [54] Y. A. Bagaryatsky: *Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R.*, 1952, 87, 559.
- [55] S. P. Ringer, K. Hono, I. J. Polmear and T. Sakurai : *Appl. Surf. Sci.*, 1996, 94-95, 253-260.
- [56] S. P. Ringer and K. Hono : *Mater. Charact.*, 2000, 44, 101.
- [57] L. Reich, S. P. Ringer and K. Hono : *Philos. Mag. Lett.*, 1999, 79, 639.
- [58] S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao : *Scripta Mater.*, 2006, 54, 287-291.
- [59] S. C. Wang, M. J. Starink : *Acta Mater.*, 2007, 55, 933-941.
- [60] I. N. Khan, M. J. Starink, J. L. Yan : *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 472A, 66–74.
- [61] A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A. M. Zahra and C.Y. Zahra : *Acta Mater.*, 2000, 48, 2751.
- [62] S. P. Ringer, T. Sakurai and I. J. Polmear : *Acta Mater.*, 1997, 45, 3731.
- [63] S. P. Ringer, K. Hono, T. Sakurai, I. J. Polmear : *Scripta Mater.*, 1997, 36, 517.
- [64] M. J. Starink and S. C. Wang : *Acta Mater.*, 2009, 57, 2376.
- [65] Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono and M. Hasegawa : *Acta Mater.*, 2001, 49, 913.
- [66] F. Cuisiat, P. Duval and R. Graf : *Scripta Metall.*, 1984, 18, 1051.
- [67] H. Shih, N. Ho and J.C. Huang : *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, 27A, 2479.
- [68] A. M. Zahra, C. Y. Zahra, C. Alfonso and A. Charai : *Scripta Mater.*, 1998, 39, 1553.
- [69] A. A. Alekseev, V. N. Anan'ev, L. B. Ber and E. Ya Kaputkin : *Phys. Met. Metallogr.*, 1993, 75, 279.
- [70] R. N. Wilson and P. G. Partridge : *Acta Metall.*, 1965, 13, 1321.

- [71] A. K. Gupta, P. Gaunt and M. C. Chaturvedi : *Philos. Mag. A*, 1987, 55, 375.
- [72] H. Perlitz and A. Westgren : *Ark. Kemi. Min. Geol.*, B 16, 17.
- [73] A. K. Jena, A. K. Gupta and M. C. Chaturvedi : *Acta Metall.*, 1989, 37, 885.
- [74] A. M. Zahra, C.Y. Zahra and M. Dumont : *Philos. Mag.*, 2005, 85 (31) 3735–3754.
- [75] Z. Fenga, Y. Yanga, B. Huanga, M. Hana, X. Luoa and J. Rub: *Mater. Sci. Eng., A*, 2010, 528, 706.
- [76] M. J. Starink, N. Gao, L. Davin, J. Yan and A. Cerezo : *Philos. Mag.*, 2005, 85, 1395.
- [77] I. N. Khan and M. J. Starink : *Mater. Sci. Technol.*, 2008, 24, 1403.
- [78] R. Horiuchi and Y. Minonishi : *J. Jpn. Inst. Met.*, 1970, 39, 936.
- [79] D. Turnbull and R. L. Corima : *Acta Metall.*, 1960, 8, 747.
- [80] W. Li, J.P. Long, S. Jing, B.L. Shen, S.J. Gao and M.J. Tu : *J. Mater. Eng. Perform.*, 2003, 12, 19-22.
- [81] L. F. Mondolfo : 'Aluminum alloys, Structures and Properties', Butterworths and Co, London, 1976, 497-505.
- [82] J. Yan, L. Chunzhi and Y. Minggao : *J. Mater Sci. Lett.*, 1990, 9, 421.
- [83] J. I. Perez-Landazabal, M. L. Nó, G. Madariaga, J. San Juan : *J. Mater. Res.*, 1997, 12, 577.
- [84] L. C. Yong and H. K. Seon : *Metal.Mater. Int.*, 2008, 14, 695-699.
- [85] N. Kamp, M. J. Starink, I. Sinclair, N. Gao, P. J. Gregson, P. D. Pitcher, S. Gardiner : 9th International Conference on Aluminium Alloys, 2004, 369.
- [86] H. Lu, P. Kadolkar, K. Nakazawa, T. Ando and C.A. Blue : *Metall. Mater. Trans. A*, 2007, 38A, 2379.
- [87] E. A. Starke and J. T. Staley: *Prog. Aerospace Sci.*, 1996, 32, 131–172.
- [88] F. W. Gayle, F. H. Heubaum and J. R. Pickens : *Scripta Metall. Mater.* 1990, 24, 79-84.
- [89] R. J. Rioja : *Mater. Sci. Eng., A*, 1998, 257, 100-107.
- [90] B. Decreus, A. Deschamps, F. De Geuser, P. Donnadiou, C. Sigli and M. Weyland : *Acta Mater.*, 2013, 61, 2207.
- [91] H. M. Flower and P. J. Gregson : *Mater. Sci. Tech.*, 1987, 3, 81.
- [92] H. K. Hardy and J. M. Silcock : *J. Inst. Met.*, 1955-1956, 84, 423.
- [93] P. S. Pao, K. K. Sankaran and J. E. O' Neal : in "Aluminum-Lithium Alloys", edited by T. H. Sanders Jr and E. A. Starke Jr, AIME, New York, 1981, 307-23.
- [94] B. Noble and G. E. Thompson : *J. Mater. Sci.*, 1972, 6, 167.
- [95] A. E. Smith and S. Homolya : *Mater. Forum*, 2004, 28, 139.
- [96] Y. Nagai, K. Hono, S. Yanagita, T. Honma, M. Hasegawa : *Mater. Forum*, 2004, 28, 287-292.
- [97] J. Enrique Lavernia, Nicholas J. Grant : *J. Mater. Sci.*, 1987, 22, 1521-1529.
- [98] H. Suzuki, M. Kanno and N. Hayashi : *J. Jpn Inst. Light Met.*, 1982, 32, 88.
- [99] R. J. Rioja, E. A. Ludwiczak : In 'Aluminium-lithium alloys III', (ed. C. Barker, P. J. Gregson, S. J. Harris and C. J. Peel), 471, 1986, London, The Institute of Metals.
- [100] P. Sainfort and B. Dubost : *J. Phys. C*, 1987, 3, 407.
- [101] J. C. Huang and A. J. Ardell: *Mater. Sci. Tech.*, 1987, 3, 176.
- [102] W. A. Cassada, G. J. Shiflet and E. A. Starke: *J. de Phys.*, C3, 1987, 48, 397–406.
- [103] S. Ahmadi, H. Arabi, A. Shokuhfar : *J. Alloys Compd.*, 2009, 484, 90.
- [104] F. Viejo, Z. Aburas, E. CoyA, F. J. Garcia-Garcia, Z. Liu, P. Skeldon, G. E. Thompson : *Surf. Interface Anal.*, 2010, 42, 252-257.
- [105] P.S. Chen, B.N. Bhat, Alabama, NASA/TM-200-211548, 2002.
- [106] Y. Z. Shen, K.H. Oh, D.N. Lee : *Mater. Sci. Eng., A*, 2006, 435–436, 343–354.
- [107] G. H. Bray, M. Glazov, R. J. Rioja, D. Li, R. P. Gangloff : *Int. J. Fatigue*, 2001, 23, S265–S276

- [108] V. G. Davydov, J. N. Fridlyander, M. V. Samarina, A. I. Orozov, L. B. Ber, V. I. Yelagin, R. Lang and T. Pfan- nenmuller : Mater. Sci. Forum, 2000, 331-337, 1049.
- [109] L. Hong-ying, G. Jin-feng, Z. Zi-qiao, W. Chang-jian, S. Yao, H. Bin : Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2006, 16, 1110-1115.
- [110] V. F. Shamrai, V. N. Timofeev, and O. E. Grushko : Phys. Metal. Metall., 2010, 109, 383-391.
- [111] J. Fragomeni, R. Wheeler, and K.V. Jata : J. Mater. Eng. Perform., 2005, 14, 18.
- [112] I. J. Polmear : Mater. Forum, 2004, V 28, 1-14.
- [113] N. E. Prasad, A. A. Gokhale and P. Rama Rao : Sadhana, 2003, 28, 209–246.
- [114] M. Hunt : Aerospace Composites, Mater. Eng., 1991, 108, 27-30.
- [115] T. S. Srivatsan, T. Alan Place : J. Mater. Sci., 1989, 24, 1543-1551.
- [116] Aerospace Materials, An Oxford–Kobe Materials Text Edited by Brian Cantor, Hazel Assender and Patrick Grant Department of Materials, University of Oxford, UK.
- [117] R. Esquivel and O. T. Inal : J. Mater. Sci. 1995, 30, 5825-5832.
- [118] P. Villars, A. Prince and H. Okamoto : 'Handbook of ternary alloy phase diagrams'; 1994, Materials Park, OH, ASM International.
- [119] M. J. Starink, P. J. Gregson : Mater. Sci. Eng. A, 1996, 211A, 54 -65.
- [120] M. j. Starink, P. J. Gregson : Scripta Met., 1995, 33, 893-900.
- [121] M. J. Starink, P. Wang, I. Sinclair and P.J. Gregson : Acta Mater., 1999, 47, 3841-3853.
- [122] A. Luo, D. J. Lloyd, A. Gupta and W. V. Youdelis : Acta Metall. Mater., 1993, 41, 769-776.
- [123] A. Gaber, N. Afify : Appl. Phys., 1997, 65, 57-62.
- [124] L. Davin, A. Cerezo, N. Gao, M. J. Starink : Surf. Interface Anal., 2004, 36, 589-593.
- [125] B. Dubost, J. M. Lang and F. Degreve: Aluminum-Lithium III, Proc. 3rd International Aluminum-Lithium Conference, C. Baker, P. J. Gregson. S. J. Harris and C. J. Peel eds., Inst. of Metals, London, 1986, p355.
- [126] E. Lewis, E. A. Starke, W. C. Coons, G. J. Shiflet, E. Willner, J. G. Bjeletich, C. H. Mills, R. M. Harrington and D. N. Petrakis : J. Phys., 1987, Colloque C3-643, supplement au n09, Tome 48.
- [127] P. Sainfort, B. Dubost and P. Meyer : Adv. Mater. Res. developments for Transport, Light Metals, R.J.H.Wanhill, W.J.G.Bunk and J.G.Wurm, Eds, Editions de Physique, 1985.
- [128] P. J. Gregson and S. A. Court: Scripta Metall., 1994, 30, 1359.
- [129] K. Satya Prasad, A. A. Gokhale, A. K. Mukhopadhyay, D. Banerjee and D. B. Goel : Mater. Sci. Forum, 2000, 331–337: 1043–1048
- [130] K. Satya Prasad, A. K. Mukhopadhyay, A. A. Gokhale, D. Banerjee and D. B. Goel : Scripta Metall. Mater., 1994, Vol30, 1299-1304.
- [131] J. Kim and J. K. Park : Metall. Trans. A, 1993, 24, 2613.
- [132] E. A. Starke, T. H. Sanders and I. G. Palmer : J. Met., 1981, 33(8) 24.
- [133] V. Radmilovic, A. G. Fox, R. M. Fisher, G. Thomas : Scripta Metall., 1989, 23, 75–79.
- [134] F. Donkor, M. R. Edwards : Effects of prior cold rolling on the mechanical properties and ageing of the aluminium-lithium alloy 8090. Aluminium-Lithium 5, 1992.
- [135] M. Audier, C.H. Janot, M. De Boissieu, B. Dubost : Philos. Mag., 1989, B 60, 437.
- [136] A. Loiseau, G. Lapasset : J. Phys., 1986, 47, C3.
- [137] W. Shunca, L. Chunzhi, Y. Minggao : J. Mater. Sci., 1994, 29, 384-388.
- [138] Y. S. Lee : J. Mater. Sci. Lett., 1998, 17, 1161-1164.
- [139] P. J. Gregson and H. M. Flower : Acta Metall., 1985, 33, 527.
- [140] W. S. Miller, M. P. Thomas, D. J. Lloyd and D. Creber : Mater. Sci. Tech., 1986, 2, 1210.

- [141] R. U. Vaidya, Z. R. Xu, X. Li, K. K. Chawla, A. K. Zurek : J. Mater. Sci., 1994, 29, 2944-2950.
- [142] K. S. Ghosh, K. Das and U. K. Chatterjee : Mater. Sci., 2007, 42, 4276-4290.
- [143] T. L. Koppelaar and M. F. Fine : J. Appl. Phys., 1961, 32, 781.
- [144] N. Boukos, E. Rocofyllou, C. Papastaikoudis : Mater. Sci. Eng. A, 1998, A256, 280–288.
- [145] S. Abis, E. Evangelista, P. Mengucci and G. Riontino : in Aluminium-Lithium Alloys V, Proc. 5th Int. Al-Li Conf., E. A. Starke and T. H. Sanders, MCE, 1989, p 681.
- [146] Tsung-Rong Chen, Guan-jye Peng and J. C. Huang : Metall. Mater. Trans. A, 1996, 27A, 2923.
- [147] K.S. Ghosh, K. Das, U.K. Chatterjee : J. Applied Electrochemistry, 2006, 36, 1057–1068.
- [148] K.S. Ghosh, K. Das, and U.K. Chatterjee : Z. Metallkd., 2005, 96, 1404–12.
- [149] W.S. Miller, J. White, and D.J. Lloyd: Aluminium-Lithium Alloys, Proc. 4th Int. Al-Li Conf., G. Champier, B. Dubost, D. Miannay, and L. Sabetay, eds.; J. Phys., Paris, Suppl. 1987, vol. 48, p. C3:139.
- [150] M. C. de Macedo, R. R. Aveliz and I. G. Solórzano : Scripta Metall. Mater., 1994, 31, 1701-1704.
- [151] K.S. Ghosh, K. Das, and U.K. Chatterjee : Mater. Sci. Technol., 2004, 20, 825–34.
- [152] A. J. Shakesheff, D.S. McDermid and P.J. Gregson : Mater. Lett., 1989, 7, 353-358.
- [153] Ranjit Bauri, M.K. Surappa : Sci. Technol. Adv. Mater., 2007, 8, 494–502.
- [154] K. Mondal, B. S. Murty and U. K. Chatterjee : Corros. Eng. Sci. Technol., 2005, 40, 313
- [155] L. Del Castillo, Y. Wu, H.M. Hu, and E.J. Lavernia : Metall. Mater. Tran. A, 1999, 30A, 1381.
- [156] A. K. Mukhopadhyay, K. S. Prasad : J. Non-Cryst. Solids, 2004, 334-335, 33–38.
- [157] T. Pasang, N. Symonds, S. Moutsos, R.J.H. Wanhill, S.P. Lynch : Eng. Failure Analysis, 2012, 22, 166–178.
- [158] K. D. Woo, J. S. Crompton and J. W. Martin : J. Mater. Sci., 1993, 28, 3398-3408.
- [159] Xia Xiaoxin, J. W. Martin : Mater. Charact., 1990, 25, 325-337.
- [160] Y. Ohmori, S. Ito, K. Nakai : Metall. Mater. Trans. A, 1999, 30A, 741-749.
- [161] C. K. L. Davies, S. Poolay-mootien, R. N. Syevens, P. L. Tetlow : J. Mater. Sci., 1992, 27, 3953-3962.
- [162] K. S. Vecchio And D. B. Williams: Metall. Trans., 1988, 19A, 2885–2891.
- [163] J. M. Howe, J. Lee And A. K. Vasudevan: Metall. Trans., 1988, 19A, 2911–2920.
- [164] R. A. Herring, F. W. Gayle And J. R. Pickens: J. Mater. Sci., 1993, 28, 69–73.
- [165] A. K. Gupta, A. K. Jena and M. C. Chaturvedi: Scripta Metall., 1988, 22, 369–371.
- [166] V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen, Shiflet G. J: Acta Mater. 47 (1999) 3987.
- [167] C. Wolverton: Acta Mater, 2001, 49, 3129-3142.
- [168] H. S. Kim, S. P Ringer: Microsc Microanal, 2005, 11, L 2.
- [169] Jin, Tounan Yin, Zhimin : Transaction Of Nfsoc, 1995, V5, N3, 119-123.
- [170] J. Majimel, G. Molenat, F. Danoix, , D. Blavette, G. Lapasset, M. J. Casanove: Mater Sci Forum, 2002, 239-402,1025.
- [171] G. B. Winkelman, K. Raviprazad, B. C. Muddle: Acta Materialia, 2007, 55, 3213.
- [172] D. Khireddine-Thabet, Thèse De Doctorat d'Etat, Université De Technologie De Compiègne (France), 1990.
- [173] A. Tolley, R. Ferragut, A. Somoza : Philosophical Magazine, 2009, 89, 1095.
- [174] G. J. Kulkarni, D. Banerjee, T. R. Ramachandran : Mater. Sci., 1989, 12, 325.
- [175] A. K. Khan and J. S. Robinson : Mater. Sci. Technol., 2008, 24, 1369-1377.
- [176] T. Ozawa : J. Therm. Anal., 1970, 2, 301.

- [177] H. E. Kissinger : J. Res. Natl Bur. Stand., 1956, 57, 217.
- [178] M. J. Starink : Thermochem. Acta, 2003, 404, 163–176.
- [179] M. J. Starink and A.-M. Zahra : Thermochem. Acta, 1997, 292, 159–168.
- [180] H. Djaaboube, D. Thabet-Khireddine : Phil. Mag., 2012, 92, 1876–1889.
- [181] A. Wilm : Recherches sur la métallurgie physique des alliages aluminium-magnésium, Métallurgie 8, 1911, 225-227.
- [182] <http://www.societechimiquedefrance.fr/extras/Donnees/metaux/alum/texalu.htm#>
- [183] W. F. Smith, Principles of materials science and engineering, McGraw-Hill, 1996, p. 528.
- [184] P. G. Gregson, in : H. M. Flower (Ed.), High Performance Materials in Aerospace, Chapman & Hall, UK, 1995, p 40.
- [185] W. A. Johnson and R. F. Mehl : Trans. Am. Inst. Min. Engrs, 1939, 135, 416.
- [186] M. Avrami : J. Chem. Phys., 1939, 7, 1103.
- [187] A.N. Kolmogorov, Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Mater., 1937, 1, 355.
- [188] I. N. A. Oguocha and S. Yannacopoulos : J. Mater. Sci., 1999, 34, 3335.
- [189] S. P. Chen, K. M. Mussert and S. van der Zwaag: J. Mater. Sci., 1998, 33, 4477.
- [190] F. L. Cumbreira and F. Sanchez Bajo : Thermochem. Acta, 1995, 266, 315-330.
- [191] E. J. Mittemeijer, "Review: Analysis of the Kinetics of Phase Transformations", J. Mater. Sci., 1992, 27, 3977-3987.
- [192] M. J. Starink : Int. Mater. Rev., 2004, 49, 191–226.
- [193] J. Málek : Thermochem. Acta, 1995, 267, 61.
- [194] H. L. Friedman : J. Polym. Sci. C, 1964, 6, 183–195.
- [195] P. G. Boswell : J. Thermal Anal., 1980, 18, 353.
- [196] K. Matusita and S. Sakka, Journal of Non-Crystalline Solids, 1980, 38- 39, 741.

Etude de la précipitation des phases S'/S et T₁ dans un alliage quaternaire à base d'aluminium vieilli à différentes températures. Identification par diffraction électronique à transmission.

RESUME

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la diffraction des rayons X (DRX), la microdureté et la diffraction électronique à transmission sont utilisées pour étudier la précipitation des phases Al₂CuMg (S'/S) et Al₂LiCu (T₁), responsables du durcissement de l'alliage Al-2,7Li-1,4Cu-1Mg-0,11Zr (% en poids) de type 8090. Les résultats de l'analyse réalisée par DSC sur des échantillons vieillis à 160, 190 et 210°C pendant des durées variables, montrent que le « temps-seuil » nécessaire pour la précipitation de (S'+T₁) est de 2h, 30mn et 15mn respectivement. La majorité des résultats est confirmée par l'analyse DRX.

D'autre part, l'analyse DSC de l'état trempé, effectuée à différentes vitesses de balayage calorimétrique a permis d'évaluer : l'énergie de formation (GPB_S+δ'), l'énergie de leur dissolution ainsi que l'énergie de formation des phases (T₁ + S'/S).

Les diagrammes de diffraction électronique à transmission en sélection d'aire montrent l'existence de réflexions provenant des phases orthorhombique S'/S et hexagonale T₁, en plus des réflexions de la matrice α et des deux phases de structure (L1₂) δ' et β'.

L'étude théorique basée sur les relations d'orientation précipité/matrice α a permis de montrer que 12 systèmes différents de la phase S'/S et 12 variants de la phase T₁ peuvent simultanément diffracter avec la matrice α.

Deux diagrammes sont tracés (100)_α^{*} et (112)_α^{*} sur lesquels les réflexions de S'/S et de T₁ sont indexés. Les résultats obtenus de l'indexation théorique et de la mise en évidence expérimentale sont en bon accord.

Mots clés : Alliage 8090, précipitation, S'/S, T₁, DSC, DRX, Hv, diffraction par MET.

**Precipitation study of S'/S and T₁ phases in a quaternary aluminium
base alloy aged at different temperatures.
Identification by TEM diffraction.**

ABSTRACT

Differential Scanning Calorimetry (DSC), X-Ray Diffraction (XRD), microhardness and Transmission Electron Microscopy (TEM) are used to study the precipitation of Al₂CuMg (S'/S) and Al₂LiCu (T₁) phases which lead to structural strengthening of Al-2,7Li-1,4Cu-1Mg-0,11Zr (wt%) alloy (8090).

DSC results for aged samples for various times at 160, 190 and 210°C, show that threshold-times for (S'+T₁) precipitation are 2h, 30mn and 15 mn respectively. These results are confirmed by XRD.

DSC analysis, for the water quenching state, carried out with various scanning rates, permits to evaluate the activation energy of (GPB_S+δ') formation, activation energy of their dissolution and activation energy of (T₁ + S'/S) precipitation.

TEM diffraction revealed extra-reflexions from the orthorhombic S'/S and hexagonal T₁ phases in addition to those of α matrix and L1₂ structure δ' and β' phases.

Theoretical study, based on orientation relationships precipitate/matrix, shows that 12 different systems S'/S and 12 variants T₁ can simultaneously diffract with α matrix. Two diagrams (100)_α^{*} and (112)_α^{*} are plotted on which the S'/S and T₁ reflexions are indexed.

The obtained results for the theoretical patterns are in good agreement with those observed experimentally.

Keywords : 8090 alloy, precipitation, S'/S, T₁, DSC, XRD, Hv, TEM diffraction.

دراسة ترسب الطورين S'/S و T₁ في السبيكة الرباعية ذات الأساس ألنيوم معتقة في درجات حرارة مختلفة

– تحديد بواسطة الحيود الإلكتروني النافذ

ملخص

إن التحليل الحراري التفاضلي (DSC)، انعكاس الأشعة السينية (DRX)، قياس الصلادة والحيود الإلكتروني النافذ قد استعملت لدراسة ترسب الطورين (S'/S) Al₂CuMg و (T₁) Al₂LiCu المسؤولة عن صلادة السبيكة (% en poids) Al-2,7Li-1,4Cu-1Mg-0,11Zr من نوع 8090. نتائج التحليل المحقق بواسطة DSC على العينات المعتقة في 160، 190 و 210 °C لفترات متفاوتة، تثبت أن "المهلة-العتبة" اللازمة لترسب (S'+T₁) هي 2 سا، 30 د و 15 د على التوالي. مجمل هذه النتائج أكدت بواسطة تحليل DRX.

من جهة أخرى، التحليل DSC للحالة المسقية، التي نفذت بسرعات مختلفة للمسح الحراري سمحت بتقييم : طاقة تكوين (GPB_S+δ')، طاقة تحللها و كذلك طاقة تكوين الطورين (T₁ + S'/S).

إن مقطعي الحيود الإلكتروني باختيار السطح تثبت وجود انعكاسات ناتجة عن الطورين المعين S'/S و السداسي T₁، بالإضافة إلى انعكاسات المصفوفة α و الطورين δ' و β' ذوات البنية (L1₂).

الدراسة النظرية المرتكزة على علاقات التوجيه طور/مصفوفة α سمحت بتأكيد أن الأنظمة الإثني عشر المختلفة للطور S'/S والمتغيرات الإثني عشر للطور T₁ تستطيع الانعكاس في أن واحد مع المصفوفة α. لقد تم رسم مقطعين α*(100) و α*(112) التي فوقها تم تحديد انعكاسات S'/S و T₁. النتائج المحصل عليها لتحديد الانعكاسات نظريا و النتائج الموضحة تجريبيا هي في توافق جيد.

الكلمات المفتاحية : سبيكة 8090 ، ترسب، S'/S، T₁، DSC ،DRX ،Hv، الحيود بواسطة MET.

Etude de la précipitation des phases S'/S et T₁ dans un alliage quaternaire à base d'aluminium vieilli à différentes températures. Identification par diffraction électronique à transmission.

RESUME

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la diffraction des rayons X (DRX), la microdureté et la diffraction électronique à transmission sont utilisées pour étudier la précipitation des phases Al₂CuMg (S'/S) et Al₂LiCu (T₁), responsables du durcissement de l'alliage Al-2,7Li-1,4Cu-1Mg-0,11Zr (% en poids) de type 8090. Les résultats de l'analyse réalisée par DSC sur des échantillons vieillis à 160, 190 et 210°C pendant des durées variables, montrent que le « temps-seuil » nécessaire pour la précipitation de (S'+T₁) est de 2h, 30mn et 15mn respectivement. La majorité des résultats est confirmée par l'analyse DRX.

D'autre part, l'analyse DSC de l'état trempé, effectuée à différentes vitesses de balayage calorimétrique a permis d'évaluer : l'énergie de formation (GPB_{S'+δ'}), l'énergie de leur dissolution ainsi que l'énergie de formation des phases (T₁ + S'/S).

Les diagrammes de diffraction électronique à transmission en sélection d'aire montrent l'existence de réflexions provenant des phases orthorhombique S'/S et hexagonale T₁, en plus des réflexions de la matrice α et des deux phases de structure (L1₂) δ' et β'.

L'étude théorique basée sur les relations d'orientation précipité/matrice α a permis de montrer que 12 systèmes différents de la phase S'/S et 12 variants de la phase T₁ peuvent simultanément diffracter avec la matrice α.

Deux diagrammes sont tracés (100)_α^{*} et (112)_α^{*} sur lesquels les réflexions de S'/S et de T₁ sont indexés. Les résultats obtenus de l'indexation théorique et de la mise en évidence expérimentale sont en bon accord.

Mots clés : Alliage 8090, précipitation, S'/S, T₁, DSC, DRX, Hv, diffraction par MET.