

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

UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE  
FACULTE DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N<sup>0</sup> d'ordre:.....

Série:.....

## MEMOIRE

PRESENTE POUR OBTENIR LE DIPLOME DE MAGISTER EN PHYSIQUE

OPTION : METALLURGIE

THEME

L'influence de la déformation sur la recristallisation de  
l'alliage superplastique Al-Li

Par

**FATIMA MOULLA**

Soutenu le : 04 / 07 / 2010

**Devant le jury :**

<b>Président :</b>	O. Khalfallah	Prof.	Université Mentouri Constantine
<b>Rapporteur :</b>	R.Amichi	M.C	Université Mentouri Constantine
<b>Examineurs :</b>	D. Hamana	Prof.	Université Mentouri Constantine
	M. Sebais	Prof.	Université Mentouri Constantine

# **DEDICACE**

*Aux êtres qui me sont les plus chers :*

*Mon père*

*Ma mère*

*Pour leurs soutiens et encouragements durant ma formation de la mémoire*

*A mes sœurs et frères*

*A tous ma famille et mes amis (es)*

*A tous ceux qui ont contribué à ma formation je dédie ce travail.*

## **REMERCIEMENTS**

*Ce travail a été effectué au Laboratoire de Microstructures et défauts du Département de physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri-Constantine.*

*Je tiens, en premier lieu, à remercier en particulier Mme Amichi Rachida, Maitre de conférences au Département de physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri- Constantine, ma directrice de thèse, qui a dirigé ce travail avec beaucoup d'enthousiasme et de rigueur. J'ai énormément profité de son expérience et ses conseils. Qu'elle trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.*

*Mes remerciements vont également à Mr O.Khalfallah, professeur de l'institut de physique, pour l'honneur qu'il m'a fait d'avoir accepté de présider le jury de thèse.*

*Mes remerciements à Mr D. Hamana et Mr M. Sebais, professeurs à l'institut de physique de l'Université Mentouri, qui ont bien voulu accepter d'examiner mon travail de Magister.*

*Je tiens à souligner l'excellence ambiance qui a toujours régné au sein de notre laboratoire, à ce titre j'adresse mes plus sincères remerciements à : A. Merieme, B. smain, K .Souad, J. widad, B. Khalida, L. Halima, S. Nadjah, M. Soumia, S.Chafia, B. Nedjwa, K. Samia pour l'aide précieuse qu'il m'ont apportées pendant la réalisation de ce travail.*

*Mes sincères remerciements vont également à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et l'élaboration de ce mémoire.*

# Sommaire

	Page
<b>INTRODUCTION</b> .....	06
<b>I-Etude bibliographique</b>	
<b>I.1-Généralité sur la déformation superplastique</b> .....	07
I.1 .a-Définition.....	07
I.1.b-Bref historique du phénomène de superplasticité.....	07
I.1C-Influence des différents paramètres sur la déformation Superplastique.....	08
I.1.d-Mécanisme de déformation superplastique.....	10
<b>I.2-Développement des matériaux superplastiques</b> .....	11
I.2.a- Généralités sur les alliages d'aluminium.....	11
I.2.b- Les alliages d'aluminium-lithium.....	12
<b>I.3-La recristallisation</b> .....	16
I.3.a-Généralités.....	16
I.3.b-Recristallisation dynamique.....	18
I-3.C- Recristallisation primaire.....	19
I.3.d- Recristallisation secondaire.....	20
I.3.e- Les paramètres de recristallisation .....	21
<b>I.4-Processus de précipitation dans Les alliages Al-Li</b> .....	23
I.4.a- Les différents types de précipitation.....	23
I.4.b-Précipitation dans les alliages d'Al-Li.....	26
I.4.C-Effets de la déformation plastique sur la précipitation.....	30
<b>II-Etude expérimentale</b>	
II-1- Le matériau étudié .....	32
II-2- Les traitements thermomécaniques.....	32

II-3- Préparation des échantillons .....	33
II-4-Techniques expérimentales d'observation et de mesures.....	34
II-4.a-Microscopie optique.....	34
II-4.b- Microscopie électronique à balayage.....	35
II-4.c- La microdurté Vickers.....	36
II.4.d-Diffraction des rayons X.....	37
<b>III: Résultats et discussions</b>	
<b>III-1- Evolution de la texture.....</b>	<b>38</b>
III-1.a-Influence du recuit sur la texture .....	38
III-1.b-Effet de déformation par traction sur la texture.....	44
III-1.c-Effet de déformation par compression sur la texture.....	48
<b>III.2-Identifications des précipités dans l'alliage.....</b>	<b>52</b>
III-2.a-Rayons X.....	52
III.2b –l'analyse chimique par dispersion des rayons X (EDX).....	52
III-2.b- Observation par microscope optique et microscope électronique à balayage (MEB).....	54
<b>III-3.Influence du vieillissement.....</b>	<b>58</b>
III-3.a-Effet du temps.....	58
III-3.b-Effet de la température.....	58
<b>III-4.Durcissement structural.....</b>	<b>60</b>
<b>IV- Conclusions.....</b>	<b>61</b>
<b>Références.....</b>	<b>62</b>
<b>Annexe.....</b>	<b>65</b>

## Introduction

Des efforts dans la recherche aéronautique sont constamment déployés afin de développer des matériaux qui puissent simultanément réduire le poids et augmenter l'efficacité des structures des avions à hautes performances.

Dans ce contexte, les alliages d'Aluminium-Lithium sont à l'origine d'une nouvelle génération. Il a été montré que leur faible densité, leur module d'Young et leur limite élastique élevés les rendent particulièrement intéressants dans la construction aéronautique. En effet des additions de 2 à 3% de lithium dans l'aluminium permettent un gain de densité ( $d$ ) de 7.5 à 10% et d'un gain notable de module d'élasticité ( $E$ ). Ce fait conduit à un gain appréciable du module spécifique ( $E/d$ ) de 15 à 20% par rapport aux alliages traditionnels utilisés en général dans les techniques d'armement et particulier dans l'aviation.

Ces alliages présentent un comportement superplastique. Celui-ci est étroitement lié à une structure à grains fins. Celle-ci constitue un des pré-requis pour la déformation superplastique. Suite à un traitement thermomécanique approprié, cette structure peut être obtenue par recristallisation statique avant la déformation superplastique ou dynamique pendant les premiers stades de la déformation.

Le travail actuel examine l'effet de la déformation sur la recristallisation de l'alliage Al-Li de la nuance (8090). Deux types de déformations ont été utilisés. Il s'agit de la traction et de la compression. Nous avons pris en considération le rôle de la température dans la recristallisation statique et dynamique.

Le manuscrit comprend trois chapitres. L'étude bibliographique exposée dans le premier chapitre porte sur la superplasticité, le processus de recristallisation ainsi que les séquences de précipitation dans les alliages Al-Li. Le deuxième chapitre est consacré à la préparation des échantillons ainsi qu'aux techniques expérimentales utilisées pour l'étude de la recristallisation et la précipitation, telles que les rayons X. Les résultats obtenus et leur discussion font l'objet du troisième chapitre. La conclusion présente les principaux résultats obtenus.

## I.1-Généralités sur la déformation superplastique

### I.1.a-Définition de la Superplasticité

La superplasticité est l'aptitude de certains matériaux polycristallins à grains fins, à subir une déformation plastique étendue provoquée par une traction dans des conditions de charge et de température spécifiques, sans apparition de striction avant la rupture.

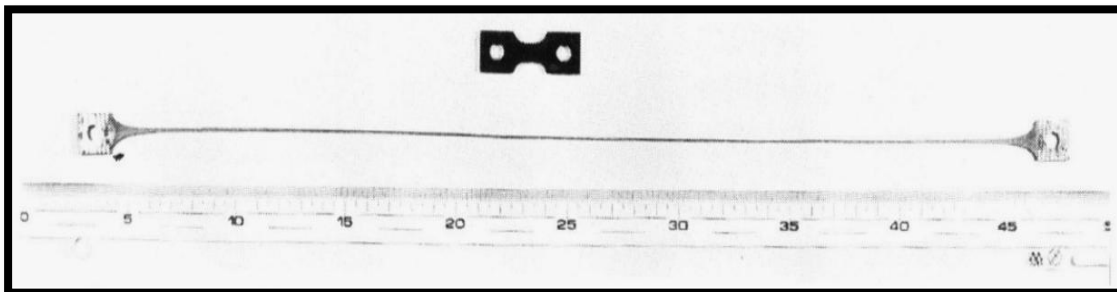
Les allongements dépassant les 200% indiquent en général un comportement superplastique pour plusieurs matériaux. Les plus grands allongements sont enregistrés pour les alliages eutectiques tel que Pb-Sn situé atteignant jusqu'à 7750% et plus de 8000% pour l'aluminium-bronze.

### I.1.b-Bref historique du phénomène de superplasticité

Le phénomène de superplasticité a été observé pour la première fois en 1912 par Rosenhain [1] avec un alliage de zinc-cuivre-aluminium. Par la suite, d'autres études ont montré un comportement similaire pour d'autres types de matériaux [2- 3]. Mais il a fallu attendre 1959 [4] pour définir le phénomène observé par le terme « superplasticité ».

C'est à partir de l'année 1970 que ce phénomène a fait l'objet de nombreuses études. Ainsi la mise en forme des matériaux superplastiques est apparue.

L'emboutissage superplastique est alors devenu un procédé incontournable dans le domaine aéronautique grâce au taux d'allongement réalisable. Aujourd'hui, le record du monde observé est de l'ordre de 8000% [5] comme le montre dans la figure I.1



**Figure I. 1.** Record du monde de traction uni axiale [5].

## I.1c-Influence des différents paramètres sur la déformation superplastique

Trois paramètres ont une influence sur le comportement superplastique des matériaux métalliques. Les principaux paramètres requis pour la déformation superplastique sont: la vitesse de déformation, la taille des grains, ainsi que la température.

### ➤ Vitesse de déformation

Il a été démontré que le comportement superplastique est observé pour les faibles vitesses de déformation généralement comprises entre  $10^{-5}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Pour de telles vitesses de déformation, une forte dépendance entre la contrainte  $\sigma$  et la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  est observée. Ceci est représenté par la loi :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad \text{avec} \quad \dot{\epsilon} = d\epsilon/dt \quad (1)$$

où  $K$  est une constante et  $m$  le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation.

Pour traduire cette dépendance, le coefficient de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation noté par  $m$  correspond à la dérivée de la loi (1)

$$m = \partial \log(\sigma) / \partial (\log(\dot{\epsilon})) \quad (2)$$

Le domaine superplastique est en général défini pour des valeurs de  $m$  supérieures à 0.4 [6]. Une valeur élevée de ce coefficient permet une grande elongation avant rupture [7].

La figure I.2 montre que le domaine superplastique est atteint pour des vitesses de déformation correspondant aux valeurs maximales de  $m$ .



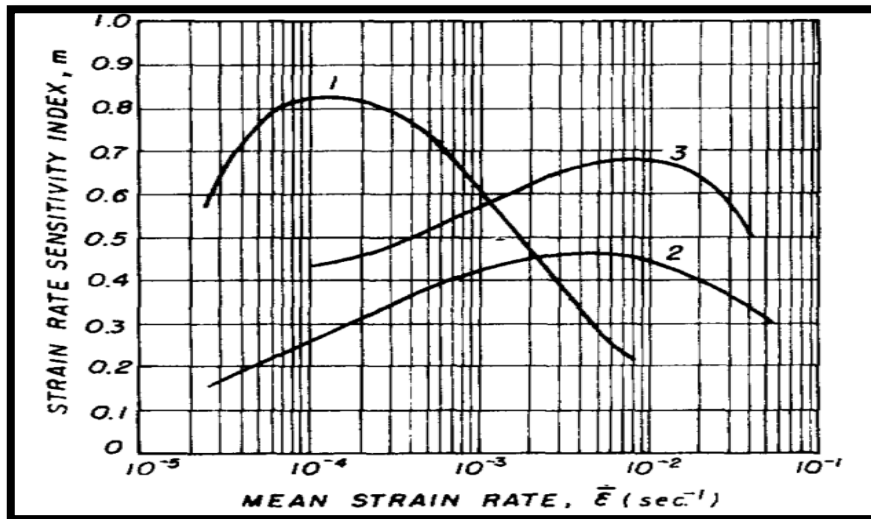


Figure I.2 : Variation de  $m$  en fonction de la vitesse de déformation

1 – Ti-6Al-4V [8] ,2 – Sn-5Pb [9], 3 - Al-Cu eutectique [10].

### ➤ La taille des grains

La taille des grains a une influence significative sur le comportement superplastique. Elle doit être suffisamment faible pour éviter une rupture prématurée. Elle est généralement comprise entre 1 et 15 $\mu\text{m}$  [11, 12]. Cependant certains alliages présentent un écoulement superplastique bien que la taille de grains soit relativement élevée.

### ➤ La température

Un matériau ne peut avoir un comportement superplastique que dans un intervalle de température bien définie. La température minimale est de l'ordre de la moitié de la température de fusion  $T_f$  du matériau [13]. La déformation superplastique est généralement observée à  $T \geq 0.5T_f$ .

La figure I.3 montre la relation entre la température de la déformation superplastique et le coefficient de sensibilité  $m$ . Il faut remarquer que la température optimale correspond à la valeur maximale de  $m$ .

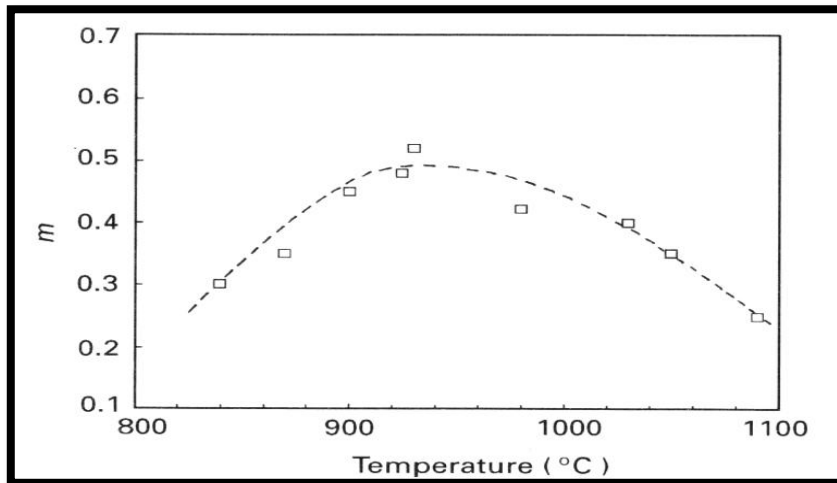


Figure I. 3. Variation de m en fonction de la température [13]

### I.1.d-Mécanisme de déformation superplastique

Divers modèles ont été élaborés en vue d'expliquer l'écoulement superplastique. Cependant le seul point commun entre ces théories est le glissement et rotation des grains. Comme c'est montré schématiquement sur la figure I.4.

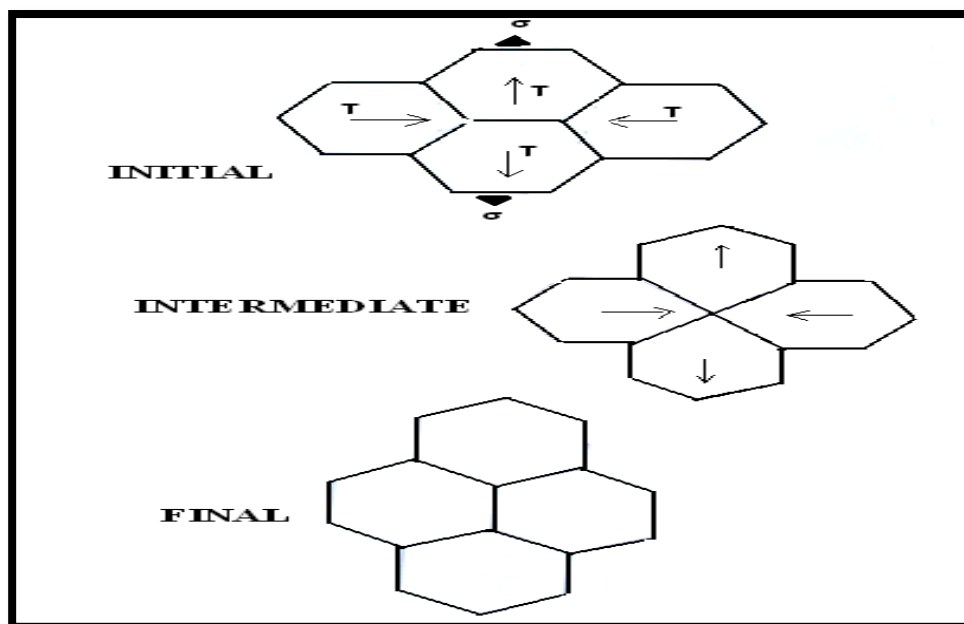


Figure I.4 : Illustration schématique du mécanisme de déformation superplastique

## **I.2-Développement des matériaux superplastiques**

La mise en forme des matériaux métalliques est réalisée dans la plupart des cas par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid. Ces procédés sont très onéreux, car Ils nécessitent des installations importantes pour atteindre les contraintes élevées requises pour former les métaux. Ce niveau des sollicitations limite la complexité des formes réalisables et la précision dimensionnelle.

Les alliages à bases de titane et les alliages d'aluminium constituent les principaux alliages industriels à comportement superplastique. Ils sont très utilisés dans l'industrie aéronautique qui était et reste toujours la locomotive du développement de ces procédés. D'autres secteurs de production ont été attirés par les avantages de cette technologie tels que l'industrie automobile et du poids lourd, l'industrie ferroviaire ou encore le domaine médical.

### **I.2.a- Généralités sur les alliages d'aluminium**

Le développement des alliages d'aluminium est étroitement lié à leurs propriétés mécaniques. Les progrès permanents de la métallurgie de l'aluminium ont abouti à proposer une gamme étendue de nuance, bien adaptée aux utilisations envisagées.

Les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature rigoureuse et complexe .Ainsi le métal pur non allié constitue la série 1000 alors que les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal correspondant aux propriétés mécaniques très variables (tableau I.1).

nuance	Principaux éléments d'addition	Propriétés mécaniques
2000	Cu	- Très bonne résistance mécanique. - Soudabilité et résistance à la corrosion marine généralement médiocres.
3000	Mn	- Très bonne aptitude à la mise en forme et résistance à la corrosion. - Mauvaise coulabilité.
4000	Si	- Très bonne coulabilité et résistance à la corrosion.
5000	Mg	-Très bonne soudabilité et résistance à la corrosion (marine).
6000	Mg et Si	- Très bonne coulabilité, résistance à la corrosion et bonne résistance mécanique et soudabilité
7000	Zn	- Bonne résistance mécanique et soudabilité.
8000	Li	- Alliages à haute résistance mécanique

**Tableau I.1** : Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. [14.15]

### **I.2.b- les alliages d'aluminium –lithium**

Les alliages d'aluminium- lithium sont caractérisés par leur faible densité ainsi que leur rigidité élevée [16]. En outre l'addition des différents éléments permet d'améliorer les propriétés mécaniques telles que la ductilité. En effet l'addition du zirconium dans l'alliage provoque une réduction notable de la taille de grain [17].

## ❖ L’histoire de développement des alliages d’aluminium-lithium

Les premiers alliages aluminium-lithium (Al-Zn-Cu-Li) ont été introduits en Allemagne dans les années 20, l’alliage AA2020 (Al-Cu-Li-Mn-Cd) à la fin des années 50, et l’alliage 1420 (Al-Mg-Li) en Union Soviétique, au milieu des années 60. Au Royaume-Uni le développement des alliages d’aluminium-lithium a été concentré sur le système Al-Li-Cu-Mg –Zr à partir de l’année 1980. [18-19]. De là sont introduits les alliages commerciaux AA8090, AA2090 et AA2091. Au début des années 90, une nouvelle gamme d’alliages AlLi contenant de l’argent, connus sous le nom de « Weldalite », a été introduite. Ces alliages contenaient généralement moins de Li et présentaient une meilleure stabilité thermique. Le tableau I.2 ci-dessous montre la composition chimique de ces alliages. [20]

Alliage	Cu	Li	Zr	D'autres
2090	2.7	2.2	0.12	--
2091	2.1	2.0	0.1	--
8090	1.3	2.45	0.12	0,95 mg
Woldalite 049	5.4	1.3	0.14	0.4 mg

**Tableau I.2** : la composition chimique des alliages d’aluminium –lithium (en poids). [20]

## ❖ Domaine d’utilisation des alliages d’aluminium-lithium

Quelques alliages d’aluminium-lithium ont été utilisés dans les ailes d’avion des lignes commerciales récentes et de façon significative dans les hélicoptères type EH101. En outre, plusieurs alliages d’Aluminium-Lithium ont été utilisés pour une grande variété d’appareils de développement et d’expérimentation des véhicules spatiaux. Le coût des alliages d’aluminium-lithium reste habituellement trop élevé par rapport à celui des alliages d’aluminium traditionnels, qu’ils sont destinés à remplacer. Cela est dû en partie au coût relativement élevé de lithium. En effet l’utilisation de ces alliages de faible densité dans les applications aéronautiques réduit considérablement les frais de carburant des véhicules et augmente leurs performances [21].

### ❖ Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium –lithium

La résistance élevée des alliages d'aluminium-lithium est obtenue par des traitements de précipitation. En outre, des éléments d'alliage auxiliaires clés, tels que le zirconium (Zr) sont ajoutés en rende contrôler de la microstructure des grains lors des traitements thermiques. Les propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium-lithium sont indiquées dans le tableau I.3 ci-dessous.

Alliage	Densité (G/cm <sup>3</sup> )	Ductilité (El %)	Module Élastique (GPa)	Contrainte à la rupture	Température de Fusion (° C)
2090	2.59	3-6	76	500	580-660
2091	2.58	6	75	550	560-670
8090	2.55	4-5	77	480	600-655

**Tableau I.3** : les propriétés mécaniques des quelques alliages d'aluminium-lithium [22-23-24]

### ❖ L'influence des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques

La teneur de lithium dans l'alliage Al-Li ne peut pas dépasser la limite de solubilité de 4,2% dans l'aluminium. Dans la pratique, la teneur de lithium est généralement inférieur de cette limité.

L'addition de lithium conduit, à la diminution de la densité de l'alliage. Il a été observé que 1% de lithium réduit la densité d'un alliage Al-Li d'environ 3% (figure I.5a). En plus a observé la modification de ces propriétés élastiques [25]. Telles que le module d'Young, (figure I.5b) [26].

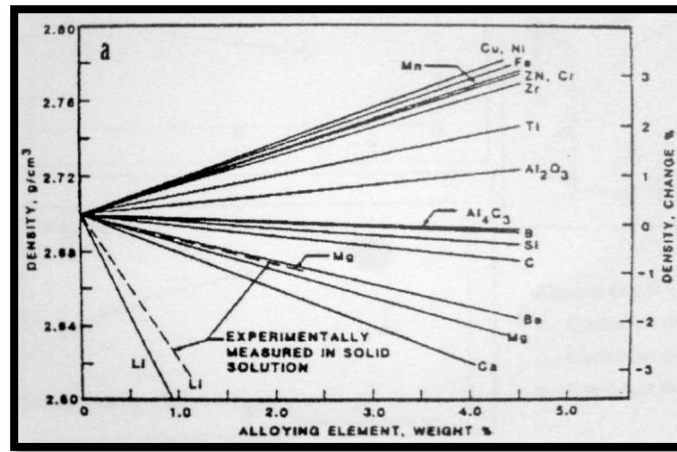


Figure I.5a : Evolution de la densité de l'alliage AL-X en fonction de la concentration de l'élément X.

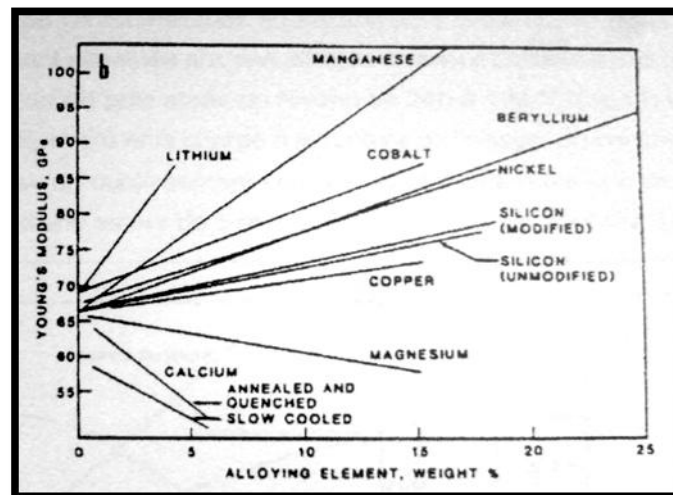


Figure I.5b : Evolution du module d'Young de l'alliage AL-X en fonction de la concentration de l'élément X.

L'addition du cuivre diminue la solubilité maximale du lithium dans l'aluminium pour toutes les températures. [27].

Alors que celle du magnésium diminue la solubilité de lithium dans l'aluminium au dessous de 425°C [28].

Il faut remarquer que la concentration du zirconium dans les alliages AL-LI est toujours faible L'augmentation de la teneur de Zr au-dessus de 0.2% est responsable d'une réduction majeure de la taille des grains qui influe sur la dureté [29].

## **I.3 Etude de la recristallisation**

### **I.3-a. Généralités**

Lorsqu'un matériau est déformé plastiquement, sa microstructure est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre.

La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'essai de l'écroutissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui. Il s'agit surtout de l'énergie élastique que l'on retrouve dans les champs des contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations. Dans la plupart des métaux cette énergie n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante, parce que la mobilité des atomes est trop faible. Il suffit alors d'augmenter la température pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de force motrice pour la restauration et la recristallisation.

#### **❖ Restauration**

Le matériau déformé plastiquement contient de très nombreux défauts réticulaires tels que les lacunes, les interstitiels isolés ou en amas, les dislocations ainsi que les défauts d'empilement. Il est donc dans un état de non équilibre thermodynamique.

Au cours de la restauration les contraintes internes diminuent. On observe également un changement dans les propriétés mécaniques.

Un métal déformé peut être restauré de plusieurs manières :

- Diminution de la concentration des lacunes ou des atomes interstitiels.
- réarrangements des dislocations en réseaux plus stables.
- absorption des dislocations par les joints de grains
- Diminution de l'énergie libre de surface par changement de forme ou d'orientation des grains.
- Elimination des défauts ponctuels.



## ❖ Polygonisation

Lorsque l'on chauffe un métal après déformation, le premier phénomène qui modifie profondément la structure est la redistribution des dislocations dans un réseau de plus faible énergie ce qui diminue sensiblement leur nombre. Ce phénomène est quelquefois appelé polygonisation

## ❖ Recristallisation

Lorsque l'écroutissage est faible, la polygonisation peut être le seul phénomène de restauration qui intervienne au cours d'un chauffage progressif. Le plus souvent, un second phénomène appelé « recristallisation » apparaît à une température plus élevée que la température de restauration.

La recristallisation est une redistribution des atomes dans un assemblage des grains entièrement nouveaux. Ces cristaux croissent à partir de très petit « germes » jusqu'à ce qu'ils se rejoignent et absorbent les parties non encore recristallisées. Dans les cristaux nouveaux, la concentration des dislocations est beaucoup plus faible que dans le métal écroui. [30]

La déformation plastique fait apparaître dans le métal des régions qui peuvent servir de germes à la recristallisation ou qui sont favorables à la germination de nouveaux cristaux, dans certaines conditions. Le nombre des « sites de croissance » augmente avec le taux d'écroutissage. Au cours du chauffage à une température convenable, un nouveau cristal se développe autour de chaque site de croissance. Son « rayon »  $D$  croît en fonction du temps  $t$  (figure I.6) suivant la relation :

$$D = G(t - \tau) \quad (3)$$

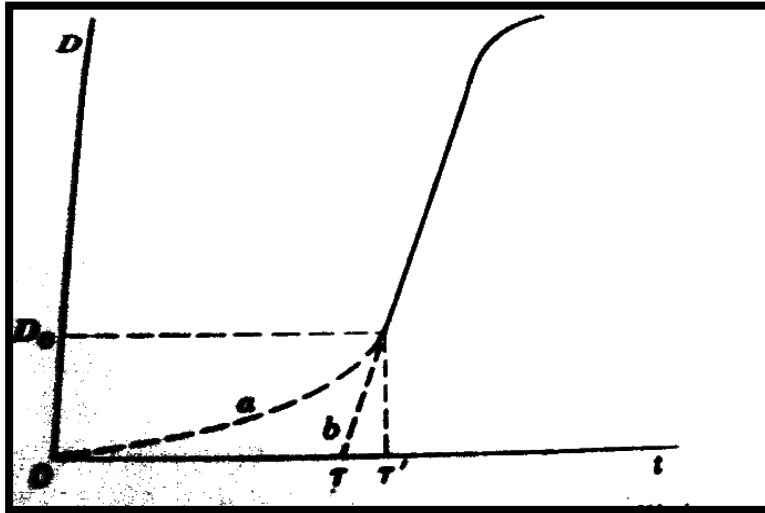


Figure I.6 : la croissance des rayons des cristaux en fonction de temps

### I.3-b. Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique (DR) est un type de processus de recristallisation, trouvée dans le domaine de la métallurgie. Dans la recristallisation dynamique, par opposition à la recristallisation statique, la nucléation et la croissance de nouveaux grains se produit lors de la déformation plutôt que par la suite dans le cadre d'un traitement thermique distincte.

La recristallisation dite dynamique a lieu au cours de la déformation et se caractérise par la création de nouveaux grains et la migration des joints de grains, conduisant à une réduction de l'énergie de déformation stockée sous forme de dislocations [31-33]. On peut distinguer principalement deux types de recristallisation dite par rotation ou par migration.

#### ➤ Recristallisation par rotation

La recristallisation par rotation ou continue s'agit de la formation de nouveaux joints de grains par l'accumulation de dislocations sous forme de sous-joints de grains et leur rotation progressive au cours de la déformation jusqu'à leur évolution en joints de grains [31-33]. Cette germination est évidemment associée à la migration des joints. Les nouveaux grains sont a priori uniquement une portion des grains « parents », ils peuvent donc hériter d'une structure interne de défauts (dislocations...) et ont une orientation proche de celle du grain « parent ».

L'hétérogénéité de déformation dans les grains est un paramètre important pour induire le processus de germination.

La migration des joints de grains au cours de la recristallisation par rotation est due à une force motrice liée à la différence d'énergie stockée entre grains. Les vitesses de migration associées à la recristallisation par rotation, sont très proches de celles associées au grossissement dit « normal » des grains.

### ➤ **Recristallisation par migration**

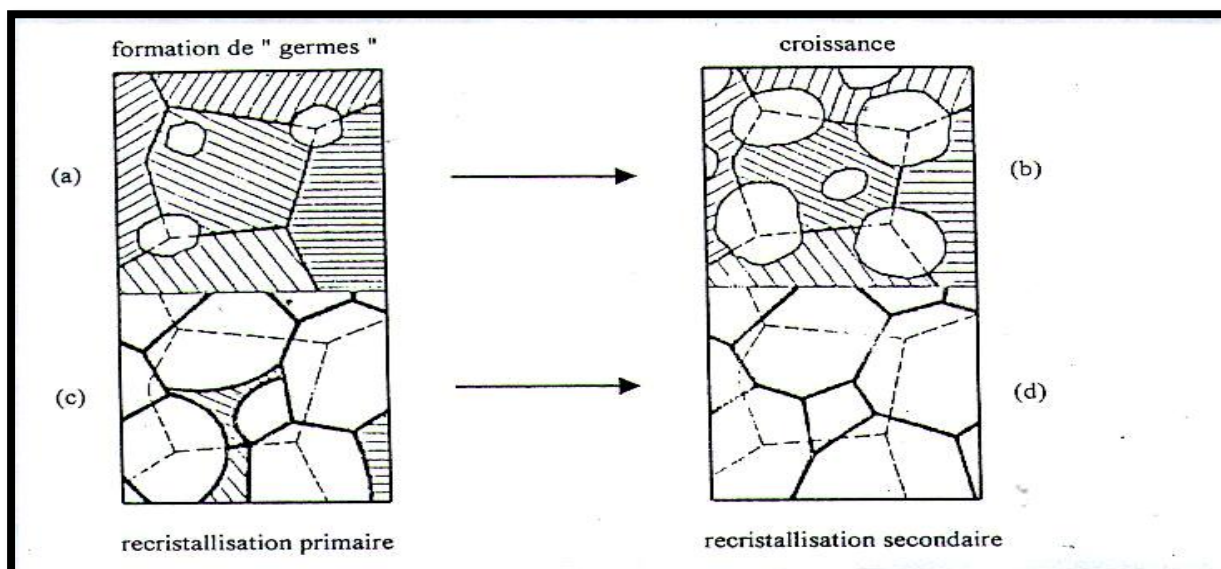
La recristallisation par migration ou discontinue résulte de la migration rapide des joints de grains entre des grains très peu déformés et des grains plus déformés [32]. Le processus implique la germination de grains, généralement près des joints de grains, qui vont avoir tendance à grossir très rapidement aux dépens du reste de la microstructure en raison de leur faible énergie de déformation.

Cette recristallisation a généralement lieu à haute température, et le processus de migration est prépondérant. Une valeur minimale de déformation est nécessaire pour l'initiation de ce processus de recristallisation.

### **I.3c-Recristallisation primaire**

Elle résulte de la formation et de la croissance des germes en de nouveaux cristaux aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait.

Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice (figure I.7) où ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres et à ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et on entre dans le stade appelé croissance des grains.



**Figure I.7:** Schéma de la recristallisation [30]

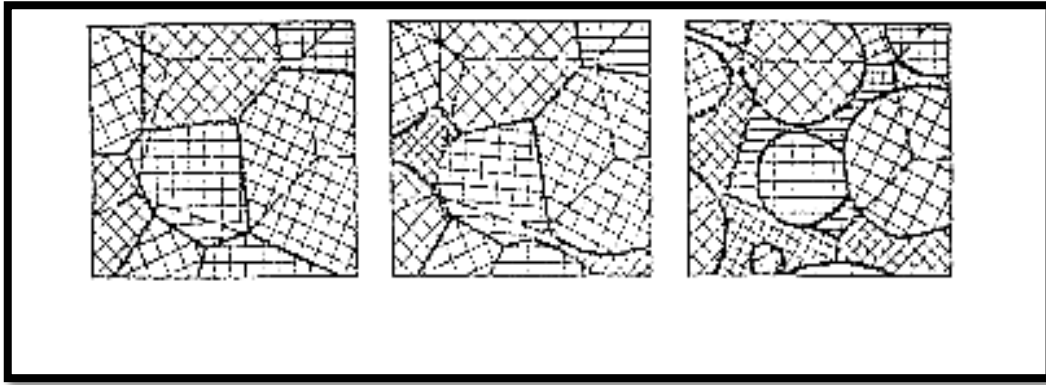
La croissance de nouveaux grains est conditionnée par l'énergie de distorsion emmagasinée, c'est-à-dire pour diminuer l'énergie interfaciale totale, il peut y avoir un grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints de grains, les gros grains absorbent en général les petits.

La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, la force motrice correspond alors à l'énergie interfaciale des joints.

La croissance des grains se fait dans la direction où la désorientation est plus faible. Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage.

### **I.3.d- Recristallisation secondaire (croissance anormale)**

Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure, au cours de lequel, certains grains grossissent aux dépens d'autres, qui disparaissent (figure I.8) simplement ; certains grains de petite taille, issus de la recristallisation primaire sont caractérisés par une certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître, d'où le nom souvent utilisé de recristallisation secondaire [30].



**Figure. I.8** : Evolution de grain lors de la recristallisation secondaire [30]

Le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, et la force motrice est alors l'énergie interfaciale des joints. Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (figure I.7). Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, et conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène.

### **I.3e- Les paramètres de recristallisation**

**Le taux d'érouissage** intervient indirectement dans le processus de recristallisation. Le nombre de sites favorables à la germination du grain est influencé principalement par le taux d'érouissage. En effet pour des taux d'érouissage faibles la germination est observée aux joints de grains. Cependant pour des taux d'érouissage élevés les bandes de cisaillement dans les grains initiaux agissent comme lieu de germination.

Pour des **traitements thermiques** appropriés (température et temps), Le grain est d'autant plus fin que l'érouissage est plus important.

**La température** du recuit est le facteur le plus important dans la recristallisation. Pour des conditions d'érouissage déterminé, le grain grossit d'autant plus vite que la température est élevée. Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des **durées de maintien** courtes; car des températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale. Une croissance anormale pour certains

grains est néfaste pour un matériau destiné à la mise en forme car elle peut conduire à sa fragilisation [34].

**L'effet des particules** de la seconde phase est très complexe dans la recristallisation des alliages métalliques. En effet l'interaction résultant de l'association du joint de grain et une particule de seconde phase résulte de la réduction de l'énergie totale de joint ce qui a pour conséquence une cessation de la croissance du grain [35].

La plupart des alliages industriels contiennent des particules qui peuvent modifier la taille des grains lorsque la température change.

Ces particules ont une grande influence sur la cinétique de recristallisation, ainsi que sur la texture. Il a été démontré que le cycle thermique peut avoir comme conséquence le développement d'une sous structure de dislocations empêchant la croissance du grain [36].

Il a été observé également que ces particules ont la possibilité de contrôler la dimension du grain et la texture durant le processus thermodynamique [37]. On peut noter l'influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation. En effet les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur la cinétique de recristallisation, la taille des grains et la texture finale du matériau. Concernant les précipités, un certain nombre de paramètres interviennent tels que leur stabilité, leur nature, leur taille et la distance entre eux.

Les éléments en solution solide et les précipités ont trois effets importants sur la recristallisation. Ils peuvent augmenter l'énergie stockée et de ce fait, augmenter la force motrice pour la recristallisation c'est le cas des éléments en solution solide et des précipités non déformables. Aussi ils peuvent agir comme des sites de germination de la recristallisation tels que les gros précipités déformable ou non déformable. Enfin ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints de grains.

## **I.4-Processus de précipitation dans les alliages d'aluminium –lithium**

### **I.4.a- Différents types de précipitation**

La précipitation est une transformation caractérisée par une germination et une croissance d'une ou de plusieurs phases, qui se produit en deux étapes :

- la germination caractérisée par l'apparition de petits cristaux appelés germe
- la croissance au cours de laquelle les germes se développent jusqu'à

Concurrence de la fraction volumique telle qu'elle est définie par la thermodynamique

L'apparition d'une seconde phase dans une solution solide sursaturée par précipitation présente un intérêt pratique étant donné sa relation avec les propriétés mécaniques, lié au durcissement structurel important qui se produit. Elle conduit soit à l'apparition d'une phase stable, généralement à une température assez voisine de la température de mise en solution solide du soluté, soit au dépôt de phases intermédiaires métastables, si la réaction se produit à plus basse température. La précipitation peut également être discontinue (cellulaire) si elle permet le développement de cellules biphasées issues de sites particuliers (joints de grains, dislocation...)

### **Précipitation continue**

La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment jusqu'à sa valeur d'équilibre. Cette précipitation conduit donc, au moins dans un premier temps, à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés qui grossissent par le drainage des atomes de soluté. Cependant, ces précipités n'ont pas tous, dans des conditions thermiques données, la même probabilité d'apparition. En effet, les relations cristallographiques entre la phase mère et le produit de la précipitation déterminent les énergies associées à l'interface et l'énergie élastique emmagasinée dans la matrice.

### **Précipitation discontinue**

On dit qu'il y'a précipitation discontinue quand, pendant la transformation, le cristal est divisé en deux catégories de régions, les unes où la transformation est complète, les autres où la

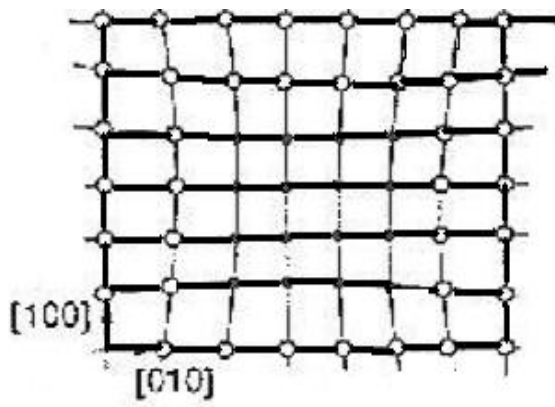
solution solide sursaturée reste inchangée. Elle nécessite donc la germination et la croissance de cellules constituées de produits biphasés (lamelles de la seconde phase noyées dans la matrice d'équilibre). Partant de la solution solide, on obtient donc un mélange d'une solution solide réorientée ou non par rapport à la phase mère qui est appauvrie, et d'une nouvelle phase dispersée dans la matrice.

On peut, suivant une classification due à Hornbogen, envisager trois types de produit

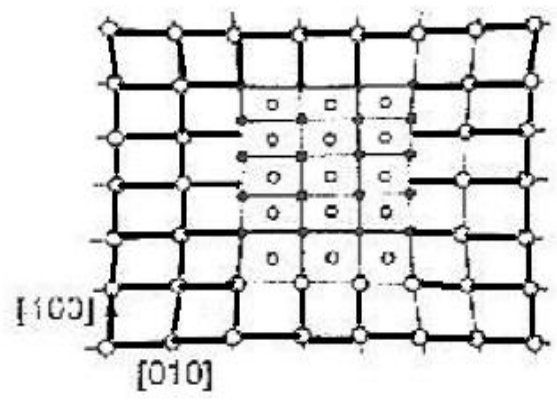
(Figure I.9) :

- Des précipités cohérents possédant soit la même structure cristalline que la matrice (Figure I.9a).
- Des précipités semi-cohérents pour lesquels l'interface précipités-matrice contient un certain nombre de défauts linéaires. (Figure I.9b).
- Des précipités incohérents dont la structure est si différente de celle de la matrice qu'il ne peut exister aucune interface cohérente. (Figure I.9c).

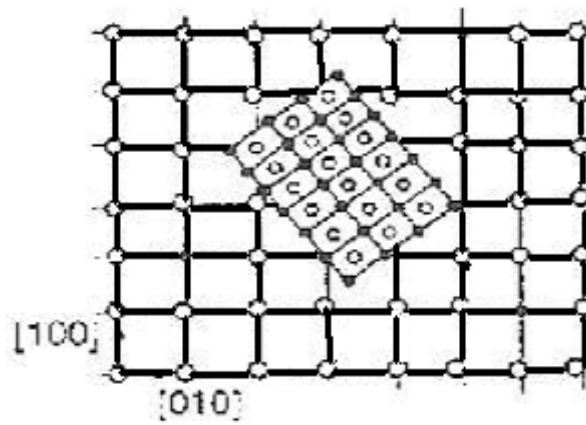




a/ précipité cohérent avec la matrice



b / précipité semi cohérent avec la matrice



c/ précipité incohérent avec la matrice

**Figure I.9** : les différents types des précipités

## I.4.b-Précipitation dans les alliages d'aluminium-lithium

### ➤ Le système binaire AL-LI

Les phases formées dans l'alliage binaire Al-Li sont : la phase stable  $\delta$  et la phase métastable  $\delta'$  comme indique dans le diagramme d'équilibre qui a été étudié en détail par Mc Alister [38]

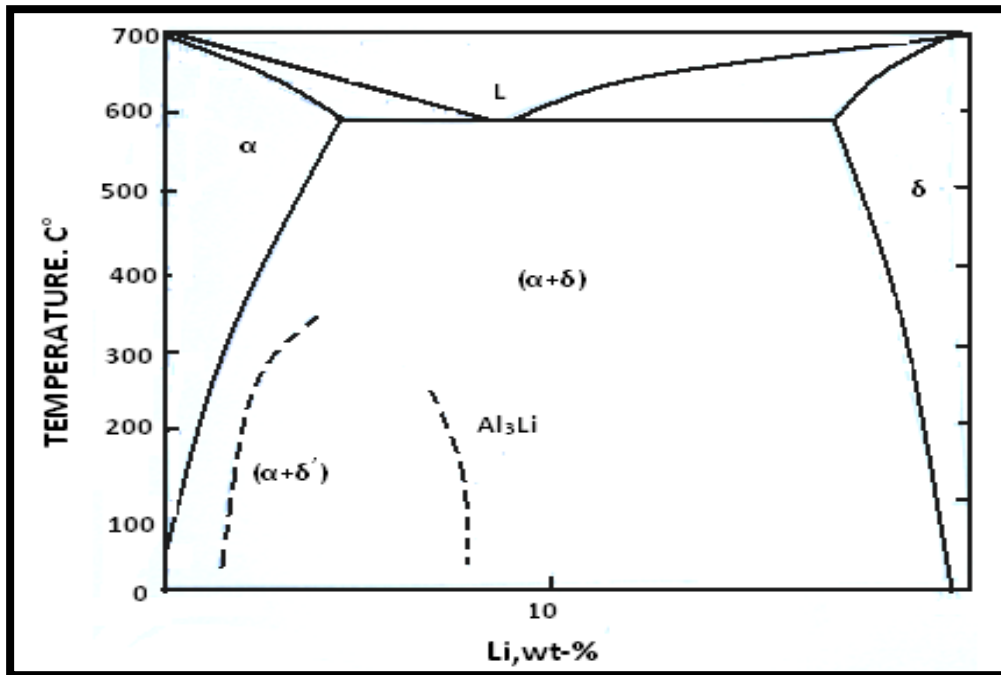


Figure I.10: le diagramme d'équilibre de l'alliage binaire Al-Li représente les phases  $\delta$  et  $\delta'$  [38]

### ❖ La phase $\delta'$

Il est généralement établi maintenant qu'il existe une lacune de miscibilité déterminant le domaine d'existence d'une phase métastable, ordonnée, dont la stœchiométrie est  $\delta'(Al_3Li)$  à 20°C. Une structure a cependant été proposée par Banerjee et al [39] dans certaines conditions de concentrations et des traitements thermiques.

Cette phase  $\delta'$ , sphérique conservant sa forme pour de très grandes tailles [40], présente une cohérence presque parfaite avec la matrice (solution solide de lithium dans l'aluminium).

La précipitation de la phase  $\delta'$  a été observée en 1968 [41]. Grâce à la forte solubilité du lithium, les fractions volumiques atteintes en précipités  $\delta'$  sont parfois importantes allant de 30 à 40%. Pour les alliages conventionnels à hautes caractéristiques, la fraction volumique de phase précipitée reste inférieure à 10%.

En 1970, l'alliage binaire Al-Li fût reconnu comme étant un alliage à durcissement structural. La cinétique de précipitation de  $\delta'$  a été étudiée de manière détaillée [42-47]. Il semble que la théorie de Lifschitz –Sloyosov-Wagner [48,49] prédit la croissance du rayon de  $R'$  en  $t^{1/3}$ . En effet, la relation de croissance des précipités  $\delta'$  décrite par la théorie LSW est :

$$R^3 - R_0^3 = k(t - t_0) \quad (4)$$

Où  $R_0$  et  $t_0$  sont le rayon de la particule et le temps de commencement de la croissance.  $R$  est le rayon de la particule après un temps  $t$ , et  $K$  est la constante de (vitesse) de croissance.

### ❖ La phase $\delta$ :

La coalescence de la phase  $\delta'$  métastable à l'intérieur des grains, se produit aux joints de grains. Une précipitation de la phase stable, ordonnée, de stœchiométrie AlLi. Cette phase n'est pas cohérente avec la matrice  $\alpha$ . Pour minimiser l'énergie élastique stockée, elle se développe aux joints de grains fortement désorientés [41,48]. La phase  $\delta$  se présente sous forme de plaquettes [50].

### ➤ Le système ternaire (Al-Li-Cu)

Trois précipités ont été identifiés dans ce système [51] la phase  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ ,  $T_2(\text{Al}_6\text{CuLi}_3)$  et  $T_3(\text{Al}_{7,5}\text{CuLi})$  et aussi la présence de  $\theta'(\text{Al}_2\text{Cu})$  et la phase  $\delta'(\text{Al}_3\text{Li})$  [52,53].

### ➤ Le système ternaire (Al-Li-Mg)

Les différentes phases d'équilibres existantes dans le système (Al-Li-Mg), sont les phases hétérogènes  $\text{Al}_2\text{MgLi}$ ,  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ , et  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [51-53].

## ➤ Le système quaternaire (Al-Li-Cu-Mg)

Dans ce système les séquences de précipitations sont compliquées car les phases d'équilibre dans l'alliage quaternaire Al-Li-Cu-Mg dépendent de la concentration relative des éléments d'addition [54,55].

Le rapport en teneur de ces éléments mène à la formation de différents précipités ; tels que  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li),  $\delta$ (AlLi), S(Al<sub>2</sub>CuMg), T<sub>1</sub>(Al<sub>2</sub>CuLi), T<sub>2</sub>(Al<sub>6</sub> Cu(LiMg)<sub>3</sub>),  $\beta'$ (Al<sub>3</sub>Zr)

Le tableau I.4 montre les caractéristiques des différents précipités formés dans les alliages d'aluminium-lithium.

Phase	Composition stœchiométrie	Structure	Cohérence	Plan d'habitat	Morphologie	T <sub>f</sub> °C
$\delta$	AlLi	Cubique	Semi-Cohérente	-	Sphérique	≈550
$\delta'$	Al <sub>3</sub> Li	Cubique	Cohérente	-	Sphérique	-
$\theta$	CuAl <sub>2</sub>	Tetragonale	Cohérente	-	Sphérique	-400°
T <sub>1</sub>	Al <sub>2</sub> CuLi	Hexagonale	Cohérente	(111)	lamellaire	520°
S'	Al <sub>2</sub> CuMg	Orthombique	Non-Cohérente	-	irrégulière	-
$\beta'$	Al <sub>3</sub> Zr	Cubique	Cohérente	-	Sphérique	≈660 °

**Tableau I.4** : Caractéristiques des précipités dans les alliages Al-Li [56].

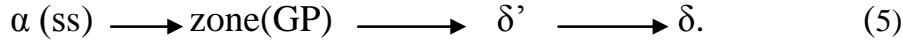
Les alliages dont la teneur en lithium est comprise entre 1.5% et 3% et avec un rapport de Cu/Mg Compris entre 1 et 2 (en particulier les alliages 8090 et 8091) sont durcis par Co-précipitation.

Dans l'alliage d'aluminium-lithium de type 8090 au cours de vieillissement, les différents phases métastables formées dans les grains sont  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li), S(Al<sub>2</sub>CuMg), T<sub>1</sub>( Al<sub>2</sub>CuLi) ,  $\beta$ (Al<sub>3</sub>Zr).

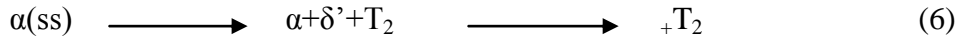
En plus les phases

$T_2$  ( $Al_6 Cu(LiMg)_3$ ) et  $\delta$ (AlLi).précipitent aux joints de grains de façon homogène.

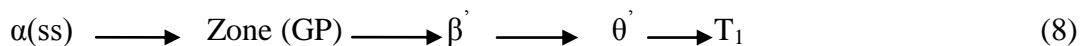
La formation de la phase  $\delta'$  ( $Al_3 Li$ ) prend la place des zones Gunier Preston (ZGP) suivant la réaction :



Il a été observé une co-précipitation hétérogène des phases  $T_1$ ( $Al_2CuLi$ ),  $T_2$  ( $Al_6 Cu Li$ ), avec  $\delta'$  ( $Al_3 Li$ ) au cours du vieillissement. Les réactions de précipitation de ces phases sont :



La phase  $T_2$  précipite dans la matrice dans les alliages contenant 1% en masse de magnésium [57]. Elle germe d'une façon prédominante sur les joints de grains de fort désorientation. Sa formation mène au développement de  $\delta'$  dans les Zones de G.P et proche des joints de grains. Elle est stable dans le domaine de température de 170°C jusqu'à 520°C [58]. La formation de la phase  $T_1$  de structure hexagonale dépend du degré de sursaturation du cuivre ou du lithium dans la solution solide, elle germe d'une façon homogène sur les dislocations et les joints de faibles désorientations. La phase  $T_1$  trouve une relative importante plutôt dans les systèmes ternaire Al-Li-Cu. Pour une grande concentration du cuivre la phase  $T_1$  est obtenue par la séquence de précipitation selon la réaction suivante :



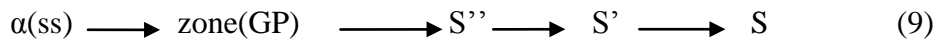
Pour savoir les différents travaux concernant les alliages (Al-Li-X) se référer à une source bibliographique complète : la série de compte- rendus des conférences internationales sur les alliages aluminium-lithium [59,60].

Dans les alliages Al-Li-Cu-Mg contenant une faible quantité de Zr, d'où le cas de l'alliage 8090(Al-Li-Cu-Mg-Zr), deux phases peuvent Co-précipités en plus de la phase  $\delta'$  ( $Al_3 Li$ ) rencontrée dans l'alliage binaire Al-Li et la phase  $\beta$ ( $Al_3Zr$ ). Ces deux phases supplémentaires sont S( $Al_2CuMg$ ) et  $T_1$ ( $Al_2CuLi$ ). La précipitation de ces deux phases est directement liée aux concentrations relatives des trois éléments Li, Cu et Mg.

Quand la teneur en Mg augmente par rapport au Cu comme dans le cas de l'alliage 2090 (Al-2Li-2.2Cu-1.Mg-0.5Zr) on a seulement la précipitation de la phase S [61]

En général, des quantités de Mg supérieures ou égales à 0.5% en poids sont nécessaires pour assurer un domaine de S dans des alliages contenant jusqu'à 2.7% Li et 1.4% Cu [62].

La Co-précipitation de la phase S( $Al_2CuMg$ ) est très lente et nécessite un peu plus de temps de vieillissement et de température. La nucléation hétérogène de phase S sur les dislocations et sous joints de grains [21] est donné par la réaction suivante:



#### **I.4.C-Effet de la déformation plastique sur la précipitation**

En pratique l'utilisation des métaux ne se fait qu'après certains traitements thermomécaniques spécifiques influençant les réactions pouvant s'y produire. La déformation plastique juste après trempe compte parmi les traitements thermomécaniques les plus répandus pour l'étude de l'évolution de la structure des alliages au cours du vieillissement à des températures d'utilisation [63]. L'application d'une déformation plastique sur une solution solide sursaturée contenant déjà un excès de défauts par l'effet de trempe, engendre davantage de défauts au sein de celle-ci. Cela provoque dans la majorité des cas une accélération du processus de précipitation. A première vue cela s'explique par le fait que le processus de précipitation est contrôlé par la diffusion à longue distance dans la matrice des atomes de soluté. En effet, les défauts ponctuels en excès permettent une diffusion facile des atomes du soluté, tandis que la densité croissante des dislocations accélère la diffusion le long des boucles de dislocations. Ce mécanisme est du moins valable pour des températures de vieillissement où il n'y a pas une élimination des lacunes par la forte densité de dislocations introduites par déformation ; comme c'est le cas de certains alliages [64-65] où on a remarqué qu'après une déformation plastique et un vieillissement à des températures favorisant la formation des zones de Gunnier Preston (GP), ces dernières n'apparaissent pas et la précipitation n'est pratiquement pas influencée par ce traitement. Cela a été expliqué par le fait que pour de telles températures de vieillissement il y a annihilation des lacunes par les dislocations et par conséquent. La formation des zones GP est rendue difficile. Si pour ces mêmes alliages le vieillissement se fait à plus haute température, la déformation plastique accélère les processus de germination et croissance des phases intermédiaires semi cohérentes. Cela est dû à une forte concentration de lacunes libérées après restauration et recristallisation, ce qui provoque la formation des zones GP. Ces zones donneront en se dissolvant des précipités cohérents qui perdront vite leur cohérence du fait de la forte

concentration des dislocations introduites par déformation, d'où une accélération notable du processus de précipitation des phases semi-cohérentes et incohérentes.

Le processus de précipitation est accéléré par la présence d'une forte concentration de défauts introduit par déformation plastique après trempe, mais si la recristallisation se produit elle élimine considérablement ces défauts de façon à ce que la déformation n'ait pas un effet notable sur la précipitation. D'un autre côté la formation de germes d'une nouvelle phase au sein d'une solution solide sursaturée déformée après trempe s'oppose au mouvement des dislocations et par conséquent, retarde la recristallisation.

## II.1- Le matériau étudié

Le matériau utilisé dans ce travail est un alliage d'aluminium –lithium correspondant à la nuance 8090 et de composition chimique en (poids%) donnée dans le tableau II.1

Aluminium	Lithium	Cuivre	Magnésium	Zirconium
bal	2.5	1.2	0.6	0.1

Tableau II.1 : composition chimique de l'alliage étudié.

♦La nuance utilisée à subir un traitement thermomécanique représenté très Schématiquement sur la figure II.1

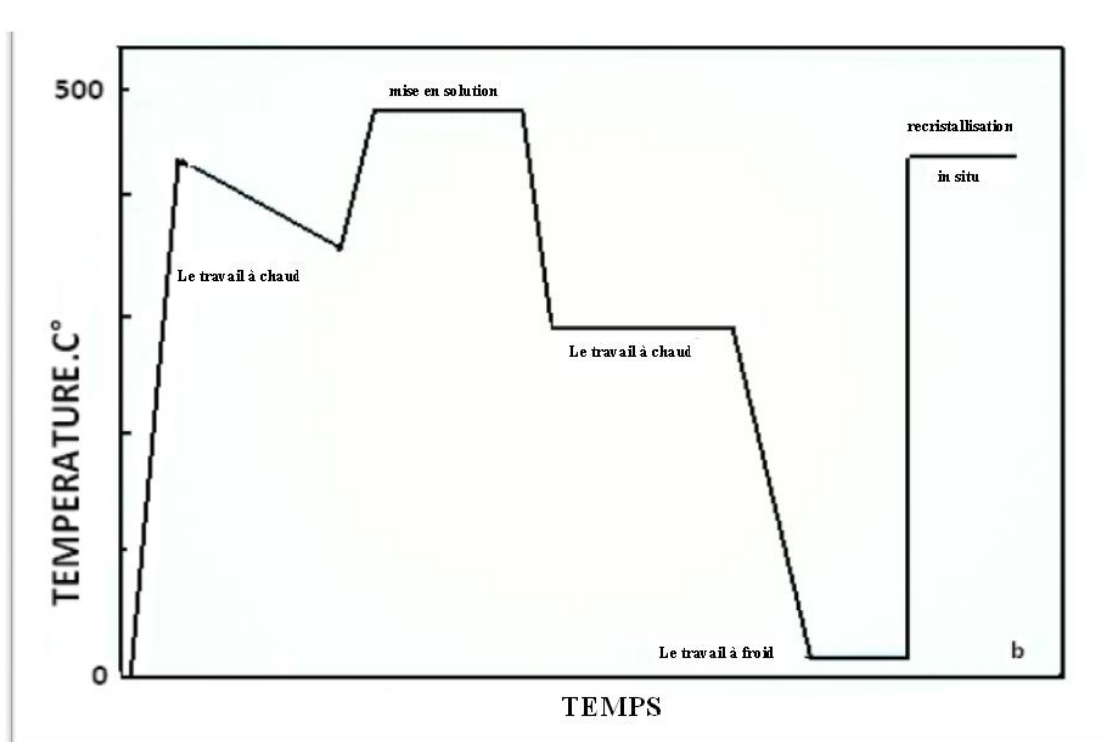


Figure II.1 : Illustration schématique des traitements thermomécaniques de l'alliage utilisé

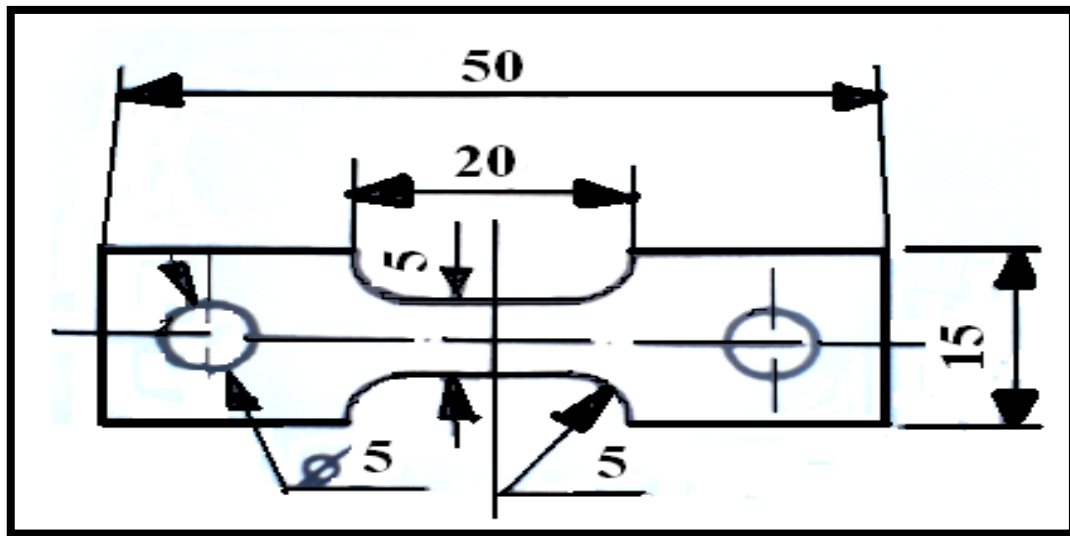
## II.2- Traitements thermomécaniques

Les échantillons ont été fournis sous forme de tôle d'épaisseur 3mm, un vieillissement naturel à température ambiante a été effectué de 3 ans.

La première série correspond aux échantillons ayant subi une déformation uni axiale (traction) pour un taux de déformation de 100% et une vitesse de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Le domaine de température est



pris entre 300°C et 500°C. Les éprouvettes de traction de forme parallépipédiques ont été usinés selon les dimensions (mm) présentées dans la figure II.2



**Figure II.2** : la forme de l'échantillon déformé par traction (éprouvette)

La deuxième série concerne les échantillons déformés en compression avec les mêmes conditions de déformation en traction.

Pour étudier la structure avant déformation, des échantillons ont été prélevés des têtes des éprouvettes de traction. Ces échantillons ont subi un recuit dans les domaines de température des éprouvettes.

### **II.3- Préparation des échantillons**

Pour les observations et les mesures expérimentales les échantillons ont subi un polissage mécanique avec papiers abrasifs de granulométrie décroissante allant de 800  $\mu\text{m}$  à 1200  $\mu\text{m}$ . Le polissage se fait habituellement sous eau ou avec arrosage pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon. Celui-ci est suivi d'un polissage de finition à la pâte diamant de différentes granulométries allant de 6  $\mu\text{m}$  à 1/4  $\mu\text{m}$ . Une attaque chimique a été utilisée pour observer la microstructure du matériau. Dans notre étude nous avons utilisé la solution de Keller de composition chimique :

- Acide fluorhydrique (HF) : 30%
- Acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) : 1.5%
- Eau distillée ( $\text{H}_2\text{O}$ ) : 67.5%
- Acide chlorhydrique (HCL) : 1%

## II-4-Techniques expérimentales d'observation et de mesures

### II.4.a-Microscopie optique

La métallographie microscopique permet une connaissance précise de la structure du métal : on peut se rendre compte de la taille et de la morphologie des constituants et de leur distribution. La micrographie décèle des défauts invisibles à l'œil (criques .fissures), ainsi que les inclusions solides (oxyde, silicates ...). La structure peut être modifiée par tous les traitements mécaniques, thermiques et chimiques que subit le métal indépendamment des transformations physico-chimiques qui peuvent résulter de ces traitements.

On a utilisé un microscope métallographique à grand champ du type Ziess relié à un système d'acquisition numérique (figure II.3). C'est un appareil optique muni de lentilles qui permettent l'agrandissement de l'image et par conséquent, d'observer de près les petits détails. Le microscope optique sert à déterminer ou observer la microstructure de l'échantillon (taille et forme des grains,...), ainsi que l'évolution microstructurale des alliages ayant subi des traitements thermiques.



Figure II.3: microscope optique

## **II.4.b- Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Pour une bonne résolution et des grossissements plus importants qu'en microscopie optique, on a eu recours au MEB, (figure II.4). Ce dernier est à émission thermoélectronique, de marque TESCAN équipé d'un système d'analyse permettant de faire une étude qualitative et quantitative des différentes phases intermétalliques.

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur l'analyse de radiations émises par un matériau soumis à un bombardement électronique. Un faisceau d'électrons très fin (5 à 20 nm de diamètre) possédant une énergie de quelques keV à 50 keV est généré par un canon à électrons et balaie la surface de l'échantillon grâce à un système de déflection. Les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreuses radiations. Celles-ci sont captées par un détecteur spécifique. Une image de l'échantillon est reconstituée à partir du signal du détecteur.

L'échantillon est placé dans la chambre du MEB sous vide afin d'éviter l'oxydation éventuelle du substrat et surtout la déviation des électrons par les molécules d'air. Un faisceau d'électrons est généré par un canon à électrons (filament de Tungstène chauffé) puis focalisé et dévié par différentes bobines électromagnétiques appelées lentilles électromagnétiques de manière à balayer toute une surface de l'échantillon à étudier. Ces électrons projetés vont interagir avec les atomes de l'échantillon sur une profondeur pouvant atteindre plusieurs micromètres à l'intérieur d'une zone appelée poire d'interaction en raison de sa forme. Ces différents types d'interactions définissent les différents modes d'imagerie.



**Figure II.4:** microscope électronique à balayage

### **I.4.c-La microdureté Vickers**

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. 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. Le rapport de la force appliquée  $F$  à la surface en cours  $S$  de l'empreinte donne la dureté.

$$H = F/S \quad (10)$$

Nous avons utilisé un microduremètre Vickers équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte sur la phase désirée et par la suite mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV.

Les variations de microdureté avec les traitements thermiques peuvent-être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV = 1854.4 P/d^2 \quad (11)$$

Où, P est la charge appliquée (gf) et d longueur moyenne des diagonales de l'empreinte ( $\mu$  m)  
Dans notre cas les mesures de microdureté ont été effectuées sur microduremètre de type (LEITZ WETZLAR) à pénétration Vickers, une moyenne de cinq mesures a été effectuée lors de chaque essai avec une charge de 100g.

#### II.4.d- Diffraction des rayons X

La découverte des rayons X a été faite par Wilhem Conrad Röntgen en 1895. Ce moyen de caractérisation est souvent utilisé afin de connaître le degré de cristallinité d'un matériau et pouvoir montrer une orientation préférentielle des grains constituant la matière.

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les différentes phases étudiées.

La structure cristalline ainsi que l'évolution des paramètres de mailles des phases sont autant d'informations facilement accessibles par cette méthode.

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé sur un diffractomètre (Siemens D8 Advance)

Si l'on considère un ensemble de plans réticulaires  $\{hkl\}$  équidistants de d (distance interréticulaire), La position des pics dans l'espace angulaire étudié est donnée par la condition de Bragg. Il y a diffraction lorsque la loi de Bragg est respectée c'est à dire :

$$2. d_{hkl} \cdot \sin \theta = n\lambda \quad (12)$$

Cette équation comporte deux paramètres expérimentaux qui sont  $\theta$  (l'angle d'incidence du faisceau X par rapport à la famille de plan  $\{hkl\}$ ) et  $\lambda$  (longueur d'onde de la radiation utilisée). Pour réaliser les conditions de diffraction sur une famille de plans  $\{hkl\}$ , la longueur d'onde incidente a été fixée et la variable prise en compte est donc l'angle  $\theta$ .

Le rayonnement X est produit par une anticathode en cuivre dont les raies  $K\alpha_1$  (1.5406 Å) et  $K\alpha_2$  sont isolées par utilisation d'un monochromateur « arrière » en graphite. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont : V = 40kV et I = 30 mA.

### III-Evolution de la texture

#### III.1a- Influence du recuit sur la texture

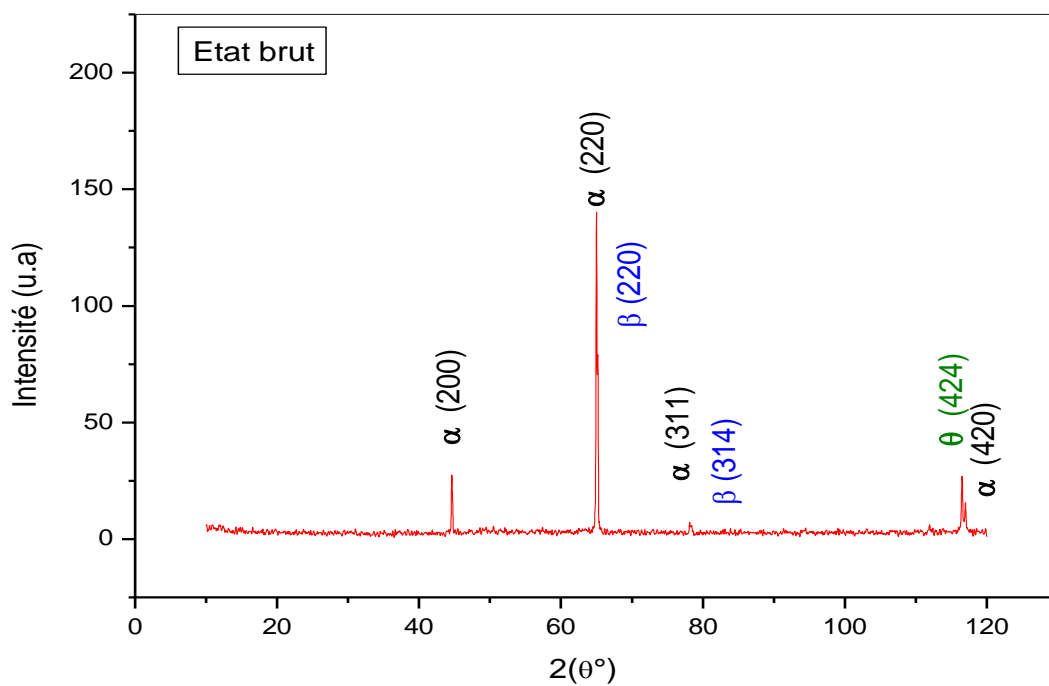
Les figures III.1.1 et III.2. (a, b, c, d) montrent le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon à l'état initial. Diverses orientations ont été observées telles que  $\alpha(200)$ ,  $\alpha(220)$ ,  $\alpha(311)$ ,  $\alpha(420)$  avec une orientation dominante  $\alpha(220)$ .

Les figures III.2(a,b,c) représentent les spectres de diffraction des rayons X des échantillons recuits pendant 30 min dans l'intervalle de température pris entre 300°C et 500°C

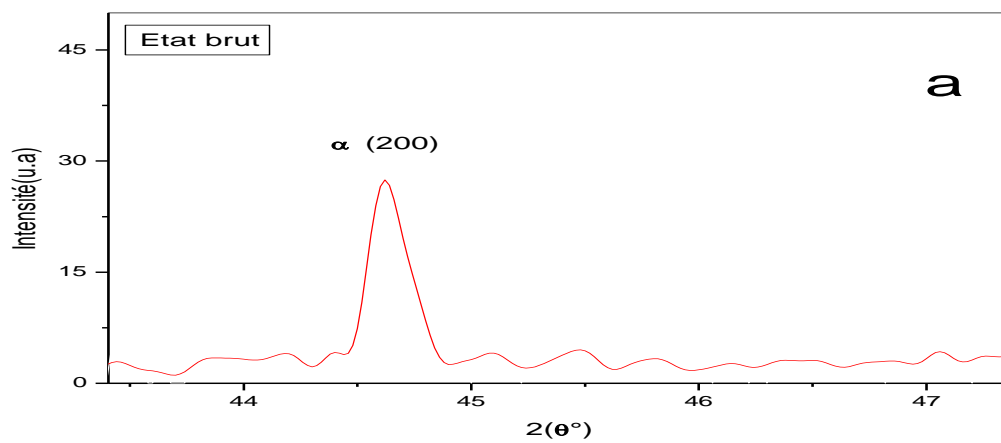
Le spectre de diffraction des rayons X obtenu dans le cas de l'échantillon recuit à 300 °C (figure III.2.a) montre les mêmes orientations que celui obtenu pour l'échantillon de référence avec apparition de l'orientation supplémentaire  $\alpha(111)$  de faible intensité. L'orientation dominante reste  $\alpha(220)$  avec une intensité relativement basse par rapport celle de l'état brut.

La figure III.2.b montre un spectre de diffraction des rayons X similaire à celui de l'échantillon recuit à 300 °C. Il faut remarquer la disparition de l'orientation  $\alpha(111)$  avec une augmentation de l'intensité des pics correspondant à l'orientation  $\alpha(200)$  et  $\alpha(311)$  et une légère diminution de l'intensité du pic  $\alpha(220)$ . Globalement la texture reste inchangée par rapport aux précédentes.

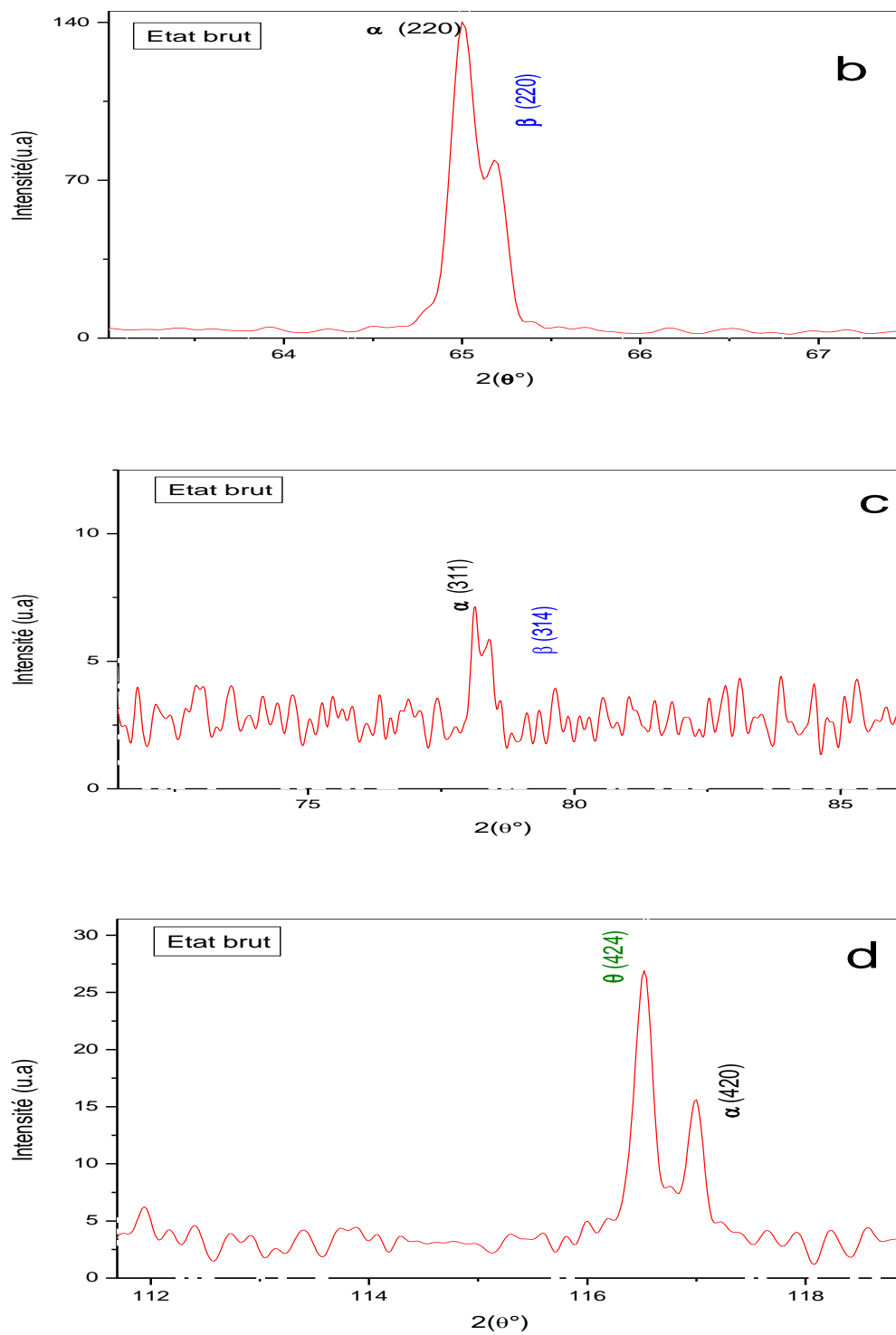
La figure III.2.c montre le spectre de diffraction des rayons X correspondant à l'échantillon recuit à 500 °C. Celui-ci montre que l'orientation dominante reste identique aux précédentes. Il s'agit de l'orientation  $\alpha(220)$ . L'intensité de ce pic est relativement double par rapport à l'orientation  $\alpha(200)$ . Un travail similaire a montré une texture dominante  $\alpha(311)$ , quelque soit la température de recuit [66]. Dans ce cas nous attribuons ce changement de texture au vieillissement naturel du matériau.



**Figure III.1.1:** Spectre de diffraction des rayons X de l'état initial

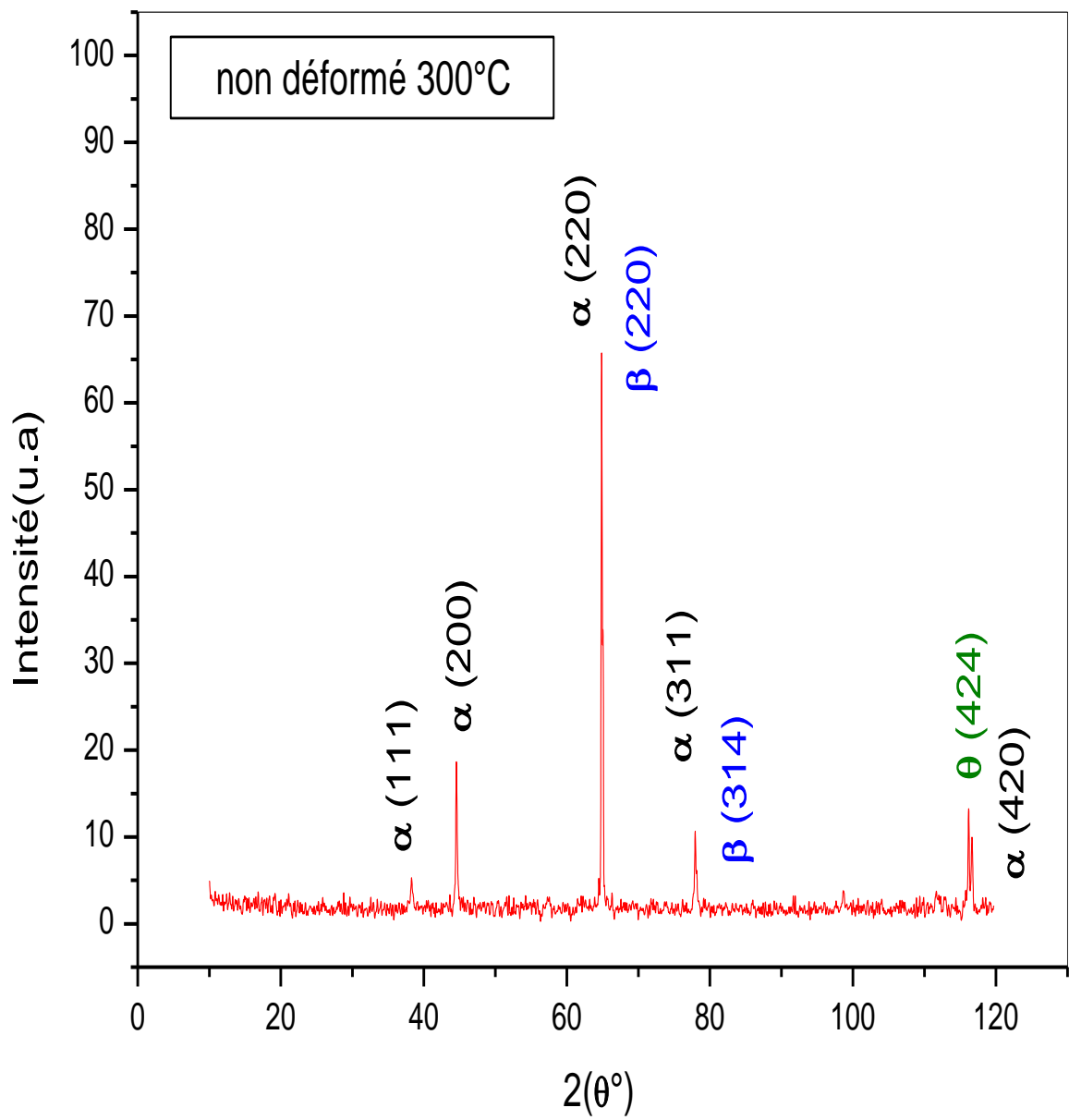


**Figure III.1.2.a:** Spectre de diffraction des rayons X de l'état initial  
Zoom sur le plan au raie (200)

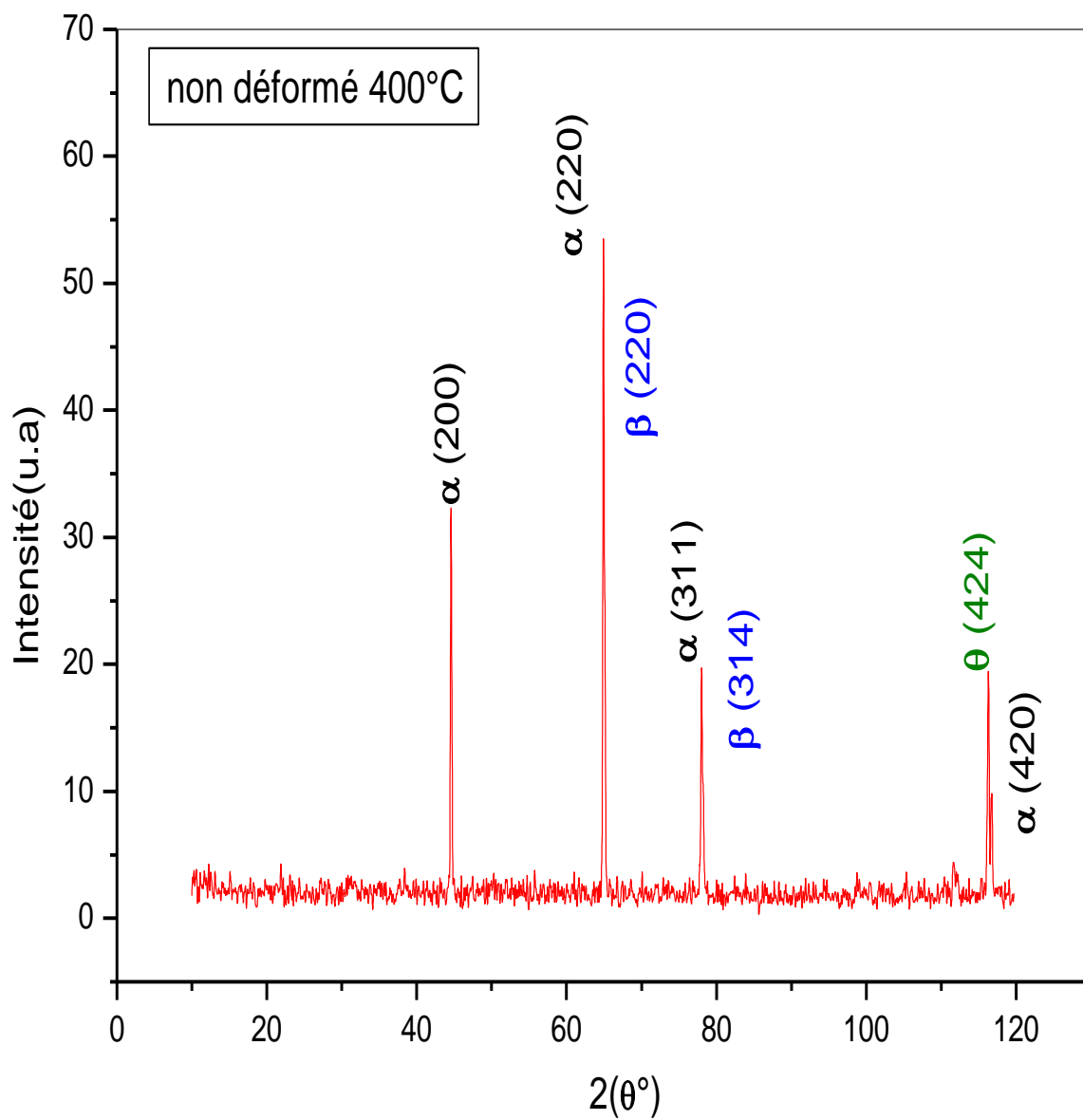


**Figure III.1.2 :** Spectre de diffraction des rayons X de l'état initial  
 b) Zoom sur le plan au raie  $\alpha$  (220) et  $\beta$  (220)  
 c) zoom sur le plan au raie  $\alpha$  (311) et  $\beta$  (314)  
 d) zoom sur le plan au raie  $\alpha$ (420) et  $\theta$  (424)

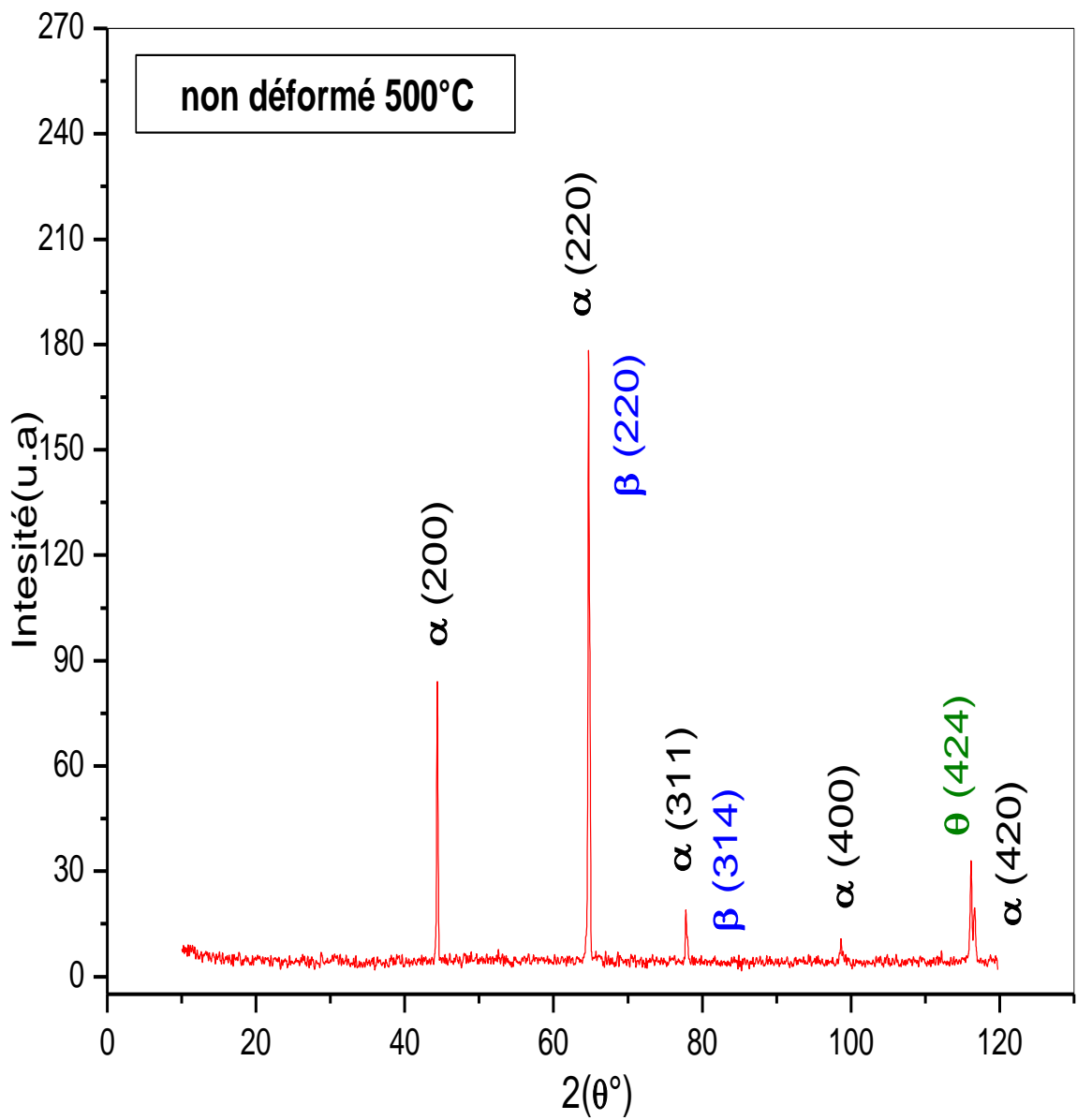




**Figure III. 2 a** : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 300°C



**Figure III 2.b** : Le spectre de diffraction des rayons X d'échantillon recuit à 400°C



**Figure III 2.c** : Le spectre de diffraction des rayons X d'échantillon recuit à 500°C

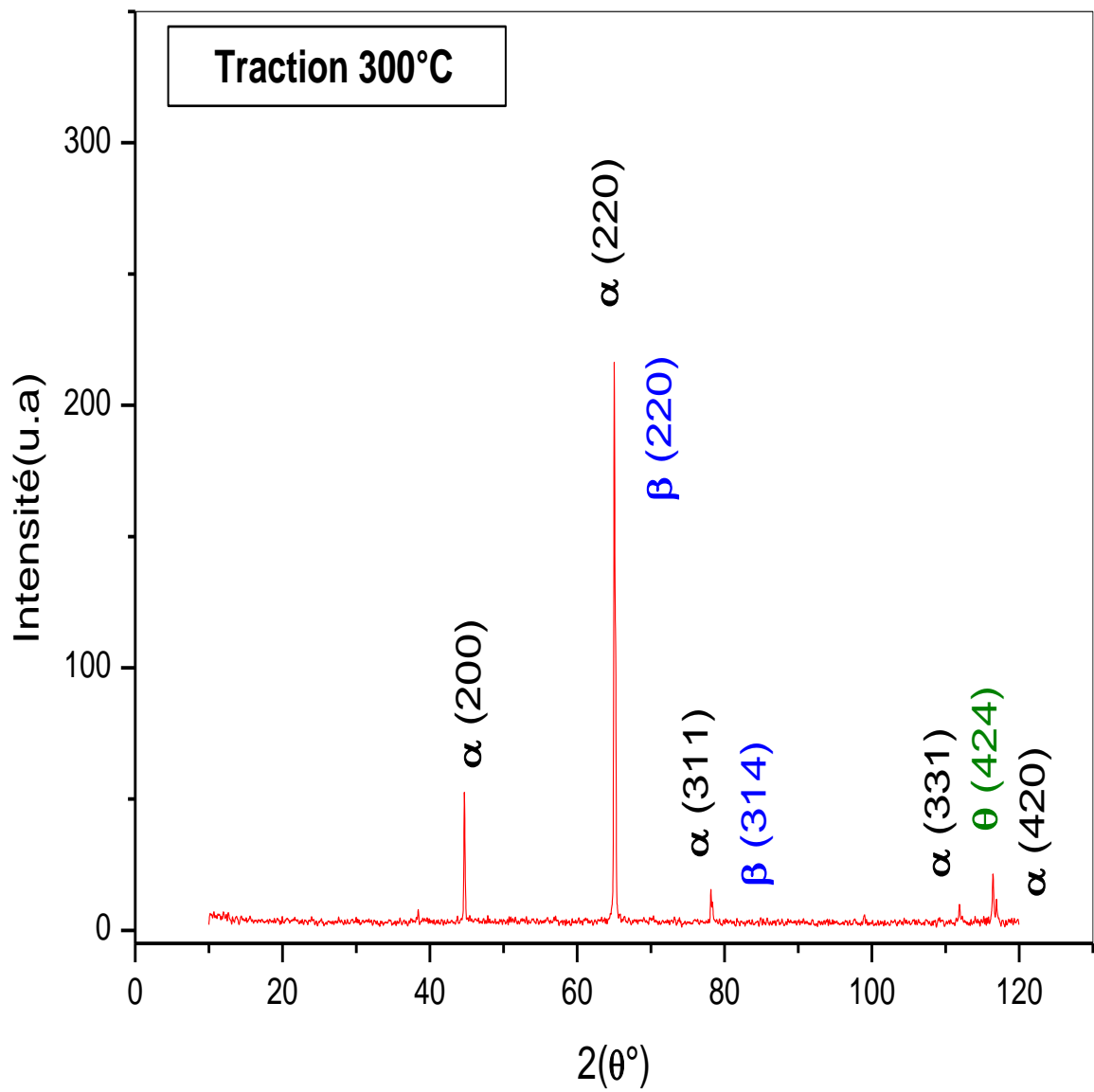
### III-1b. Effet de déformation par traction sur la texture

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons déformés par traction pour des températures prises dans l'intervalle 300°C-500°C sont représentés dans les figures III.3(a,b,c).

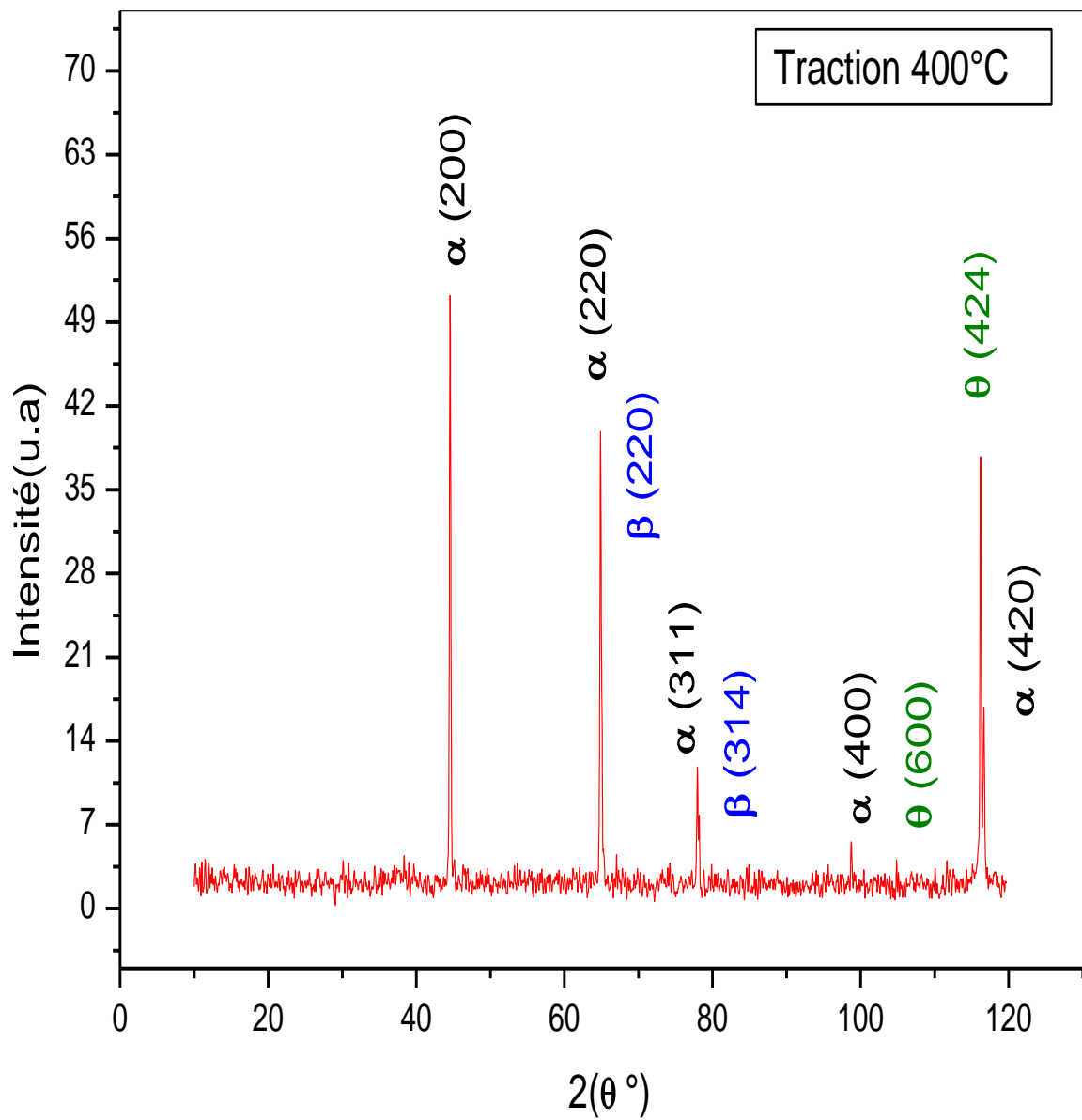
Pour l'échantillon déformé à 300 °C (figure III 3.a) il n'y a pas de changement de texture par rapport à l'état initial sauf l'apparition d'une nouvelle orientation  $\alpha(331)$  de faible intensité.

L'orientation dominante reste  $\alpha(220)$  surtout dans l'échantillon déformé à 300 °C et 500 °C (figures III 3.a,c). Le changement de la texture apparaît dans l'échantillon déformé à 400 °C (figure III 3.b) où l'orientation  $\alpha(200)$  prend place par rapport à l'orientation principale  $\alpha(220)$ . De plus il faut noter l'apparition d'une nouvelle orientation  $\alpha(400)$ .

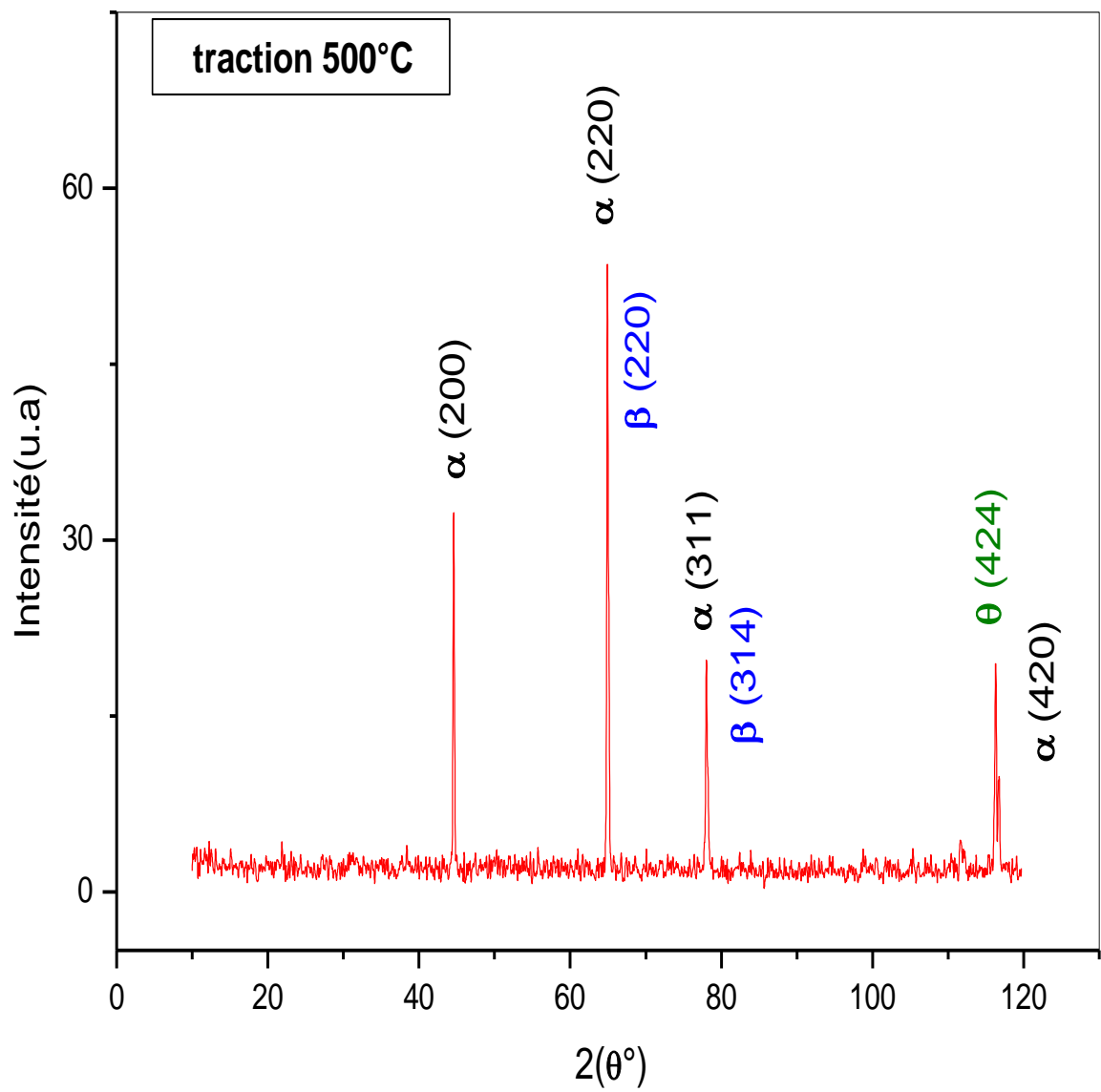
On peut dire qu'il y a restauration à 300 °C puisque il y a pas de changement de texture alors qu'à 400 °C nous observons un changement de texture qui peut être attribué à un processus de polygonisation. Le changement de texture observé à 500 °C montre effectivement que la recristallisation prend place. En effet le développement d'une microstructure est observée dans ces conditions.



**Figure III 3.a:** le spectre de diffraction des rayons X de la série déformée par traction à 300°C



**Figure III.3.b:** spectre de diffraction des rayons X de la série déformée par traction à 400°C



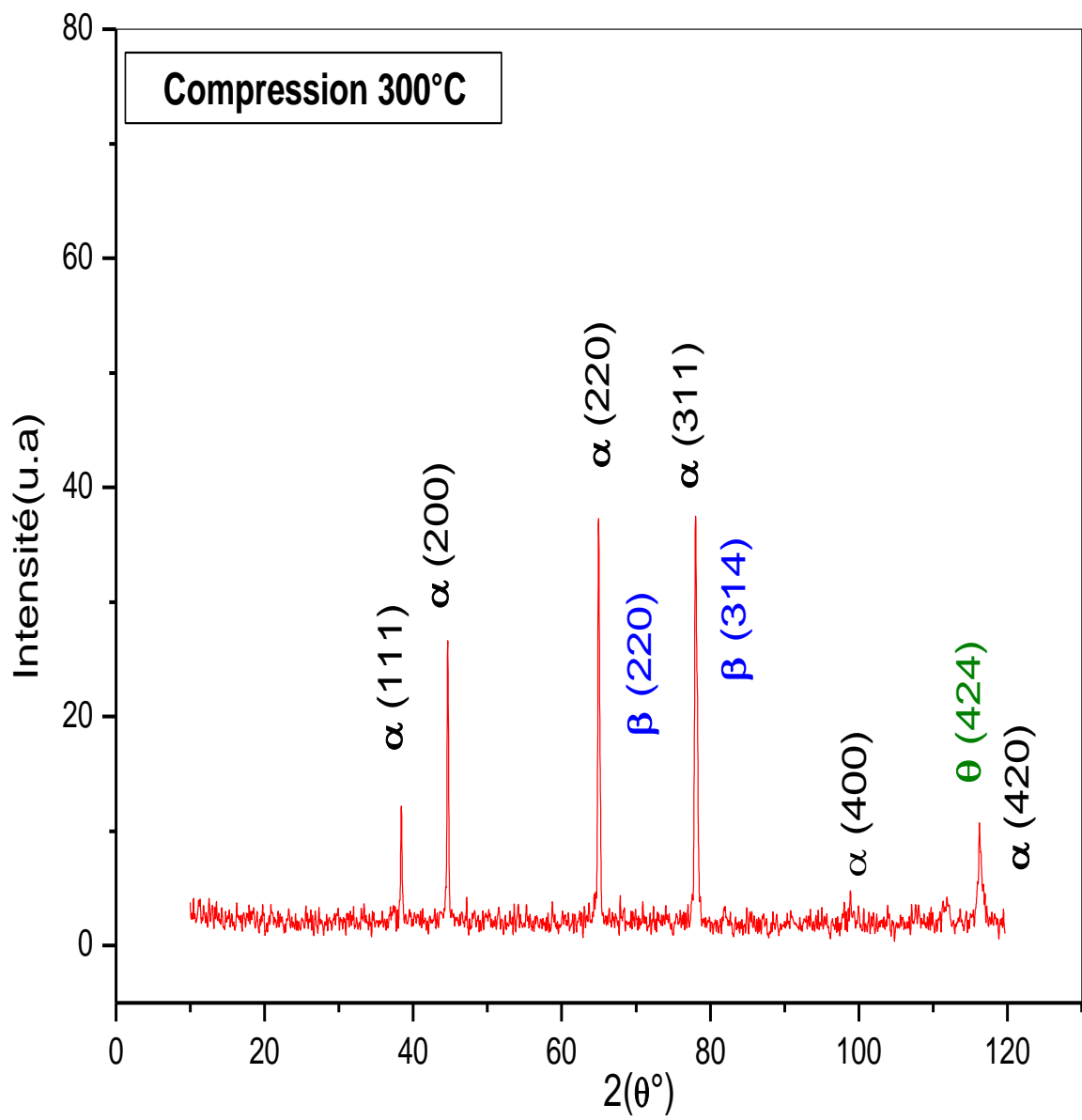
**Figure III.3.c:** spectre de diffraction des rayons X de la série déformée par traction à 500°C

### III .1c- Effet de déformation par compression sur l'évolution de la texture

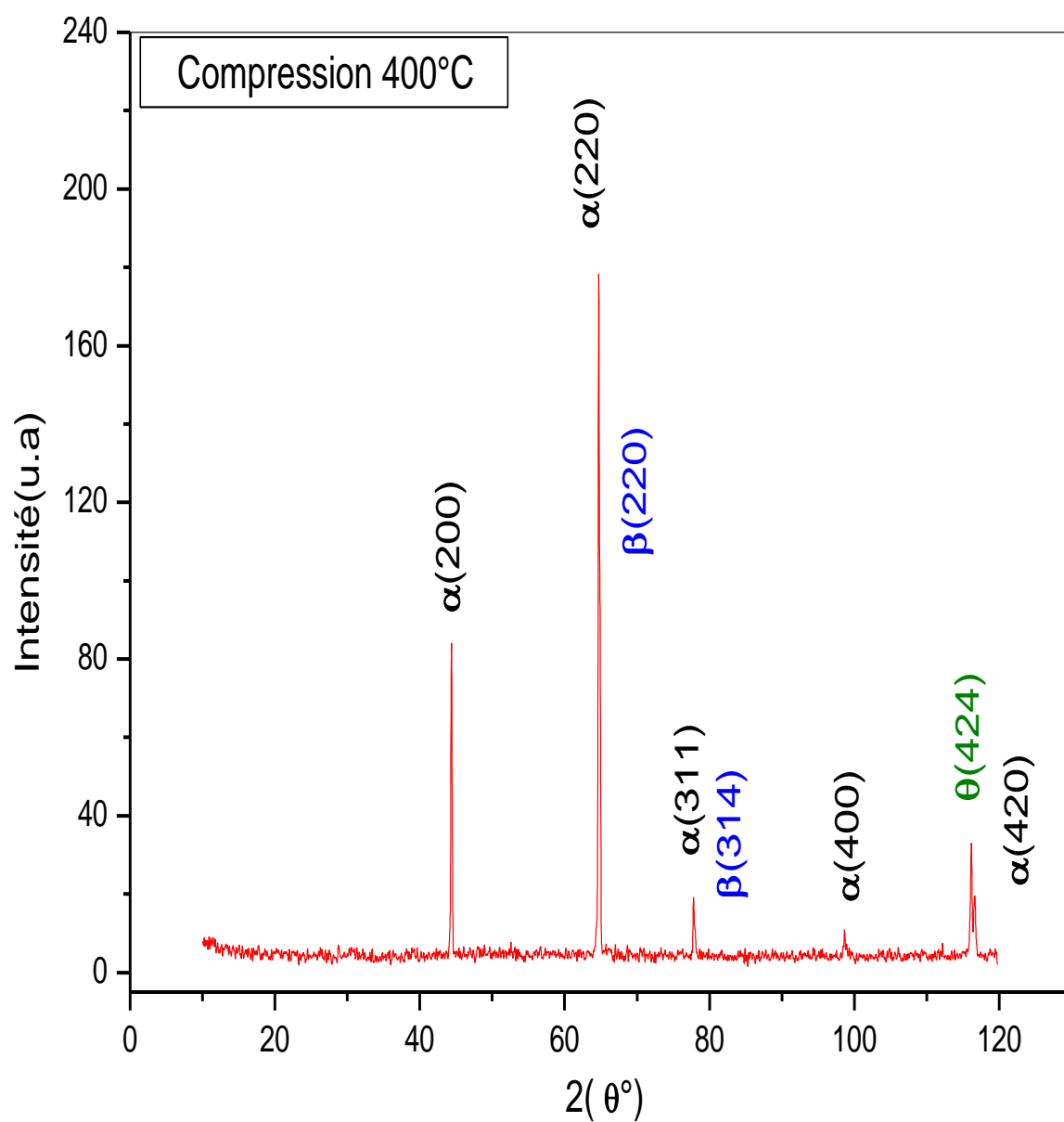
Les figures III .4(a,b,c) représentent les spectres de diffraction des rayons X des échantillons déformés par compression dans l'intervalle de température pris entre 300°C et 500°C .

Le spectre de diffraction des rayons X obtenu pour l'échantillon déformé en compression à 300°C° montre qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée mais plutôt une texture partagée entre deux orientations avec la même intensité (220) et (311), avec apparition de l'orientation  $\alpha$  (111) qui disparaît à 400°C et réapparaît à 500°C. Cette texture observée à 300°C tend à changer vers une texture d'orientation privilégiée  $\alpha$ (220) plus prononcée à 400°C (Figure III ,4b) qu'à 500°C° (Figure III ,4c). Il faut noter l'apparition de l'orientation  $\alpha$  (311) à 500°C observée uniquement dans l'échantillon déformé par traction à 300°C.

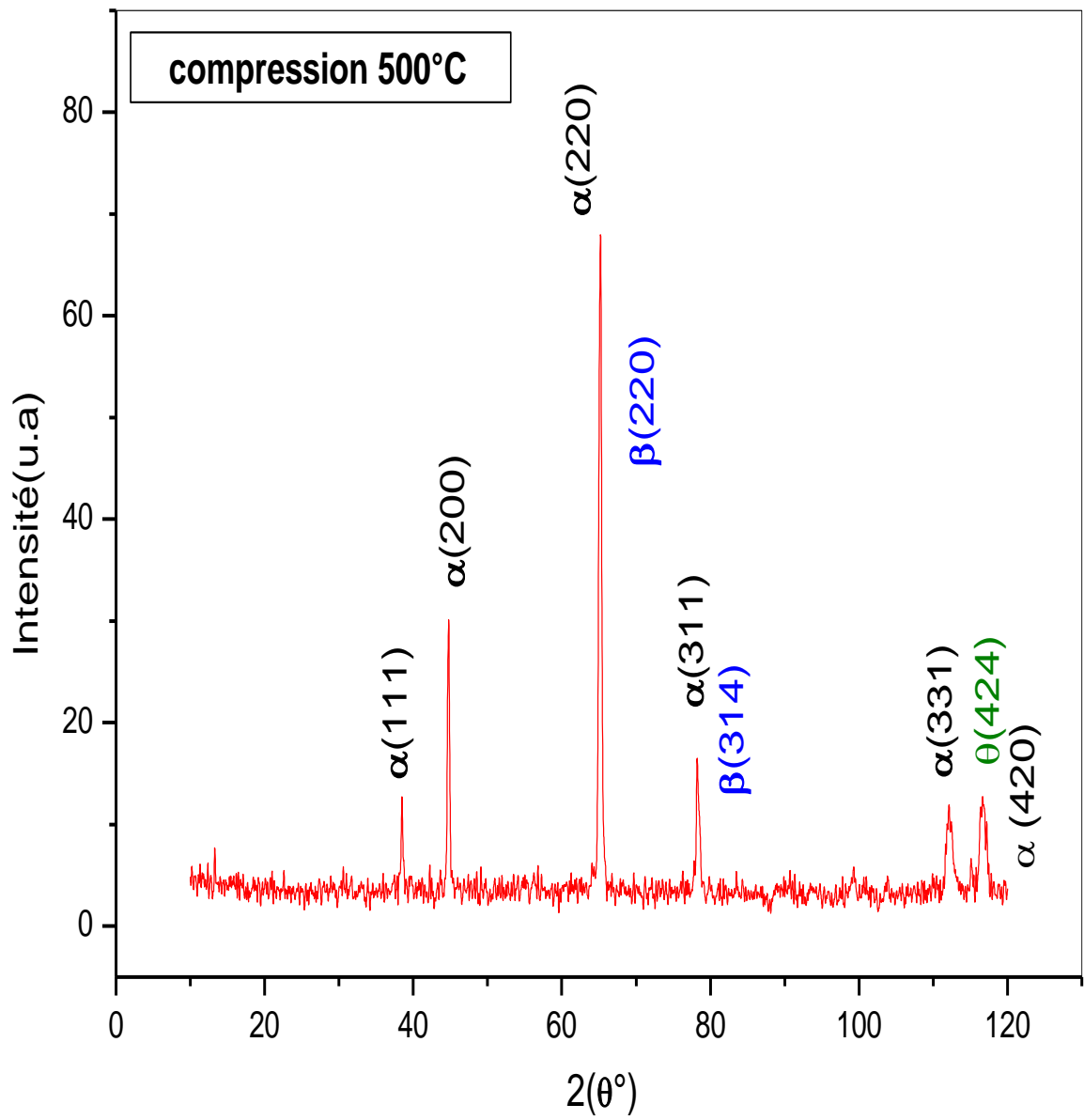




**Figure III. 4. a** : le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon déformé par compression à 300°C.



**Figure III.4.b** : le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon déformée par compression à  $400^{\circ}\text{C}$ .



**Figure III.4.c** : le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon déformé par compression à 500°C.

## III-2. Identifications des précipités dans l'alliage

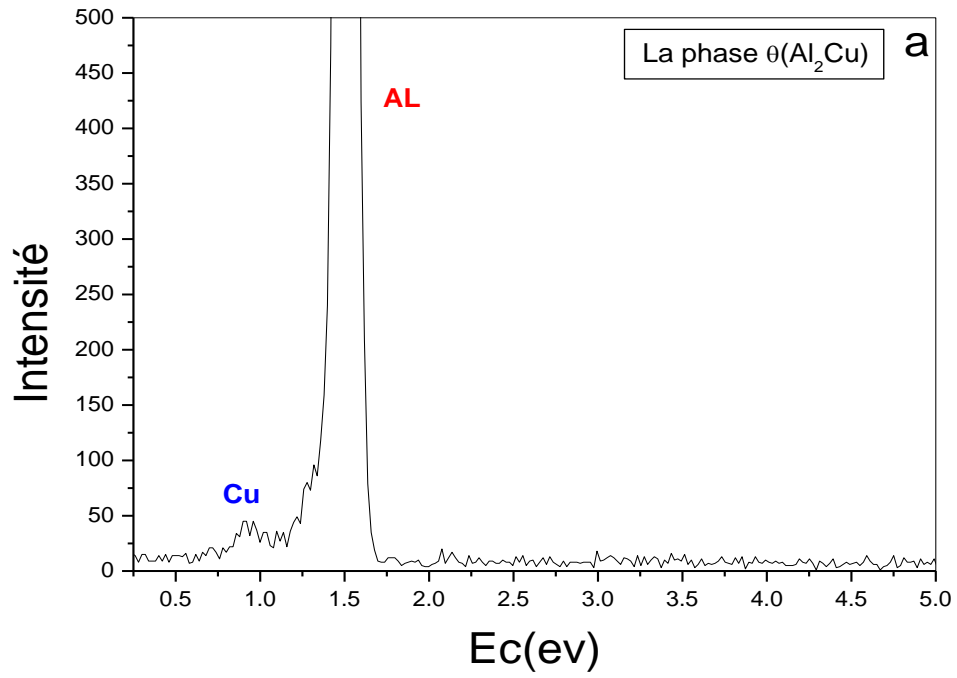
### III-2.a- Rayons X

Les figures III (1- 4) montrent les différents précipités observés dans l'alliage identifiés par rayons X. Pour les échantillons recuits et déformés on note la présence des phases  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) et  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ). La phase  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) présente des orientations identiques à celle de la matrice  $\alpha$ .

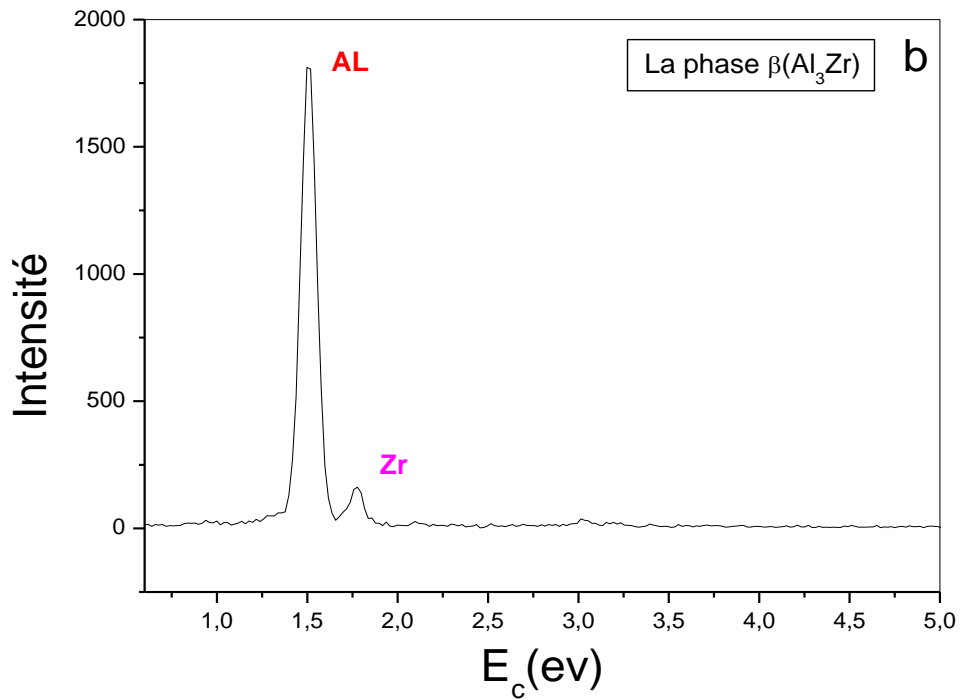
Il ressort clairement que la phase  $\theta$  est bien présente dans les échantillons ; cette phase a été identifiée dans un travail similaire. [66]. Cette comparaison montre bien que c'est plutôt le vieillissement du matériau qui donne naissance à la phase  $\theta$ . La phase  $\theta$  est identifiée par une seule orientation (424). Il faut remarquer que l'échantillon déformé par traction à  $400^\circ\text{C}$  présente une orientation supplémentaire  $\theta(600)$ , alors que  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) correspond aux orientations (220) et (314) respectivement. Leurs intensités relatives varient étroitement avec la température. Des études similaires ont montré l'existence de la phase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) dans l'alliage étudié [66] ; dans notre étude, nous pensons que la non apparition de la phase S est probablement due au long vieillissement naturel.

### III.2b –l'analyse chimique par dispersion des rayons X (EDX)

L'analyse chimique des particules par le EDX montre que les particules observées dans les échantillons sont des phases riches en Al-Cu -Zr ; ce qui démontre l'existence des phases  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) et  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) comme le montre les figures III5.a et III5.b respectivement.



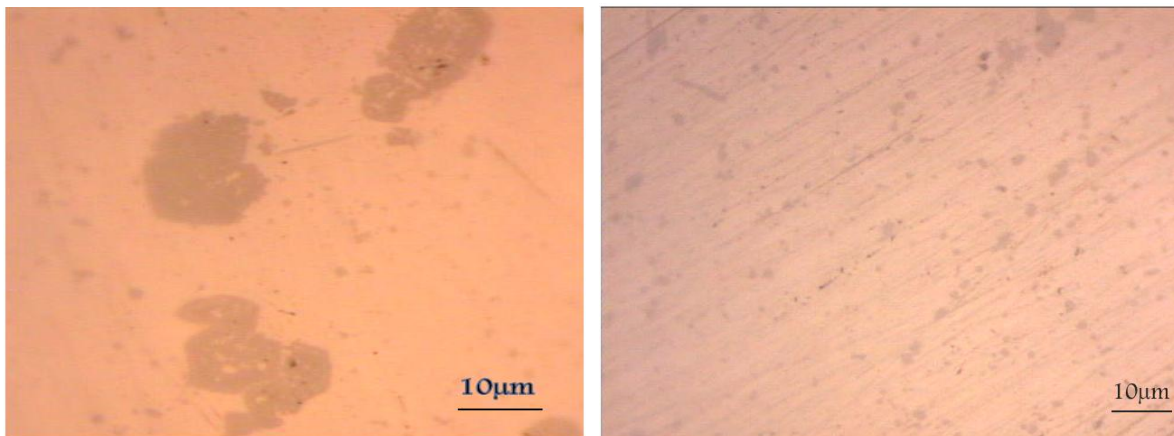
**Figure III .5a** : Analyse qualitative par EDX de la particule  $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$



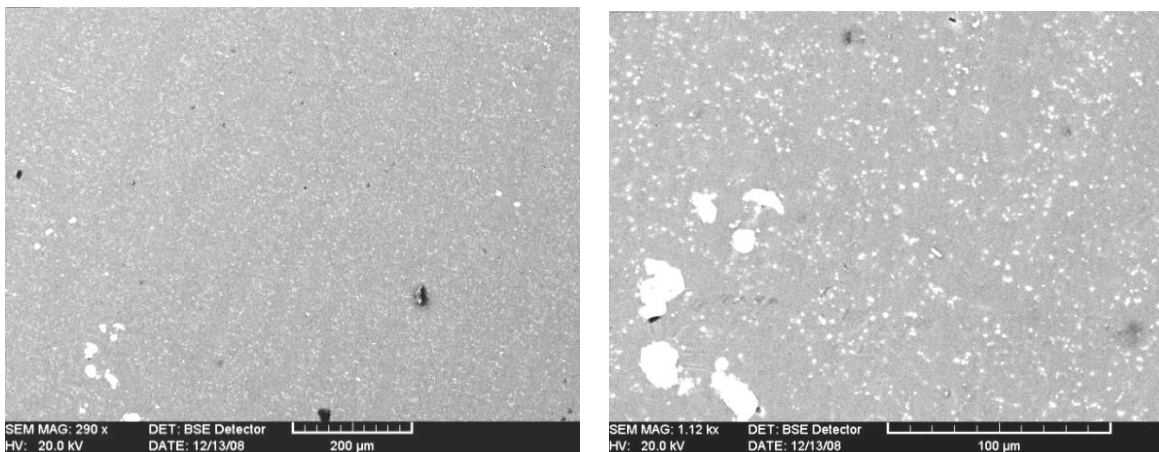
**Figure III .5b** : Analyse qualitative par EDX de la particule  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$

### III-2.c-L'observation des différents phases par microscope optique et microscope électronique à balayage

Les phases identifiées et observées par microscope optique et microscope électronique à balayage sont illustrées dans les figures III (6- 9). Elles sont distribuées de façon homogène pour les petites particules et hétérogène pour les grandes particules. Elles présentent diverses morphologies (sphérique, lamellaire,.....). Leur taille moyenne se situe entre 1 et 10 $\mu$ m. La concentration de ces phases diminue avec l'augmentation de la température quelque soit le mode de déformation.

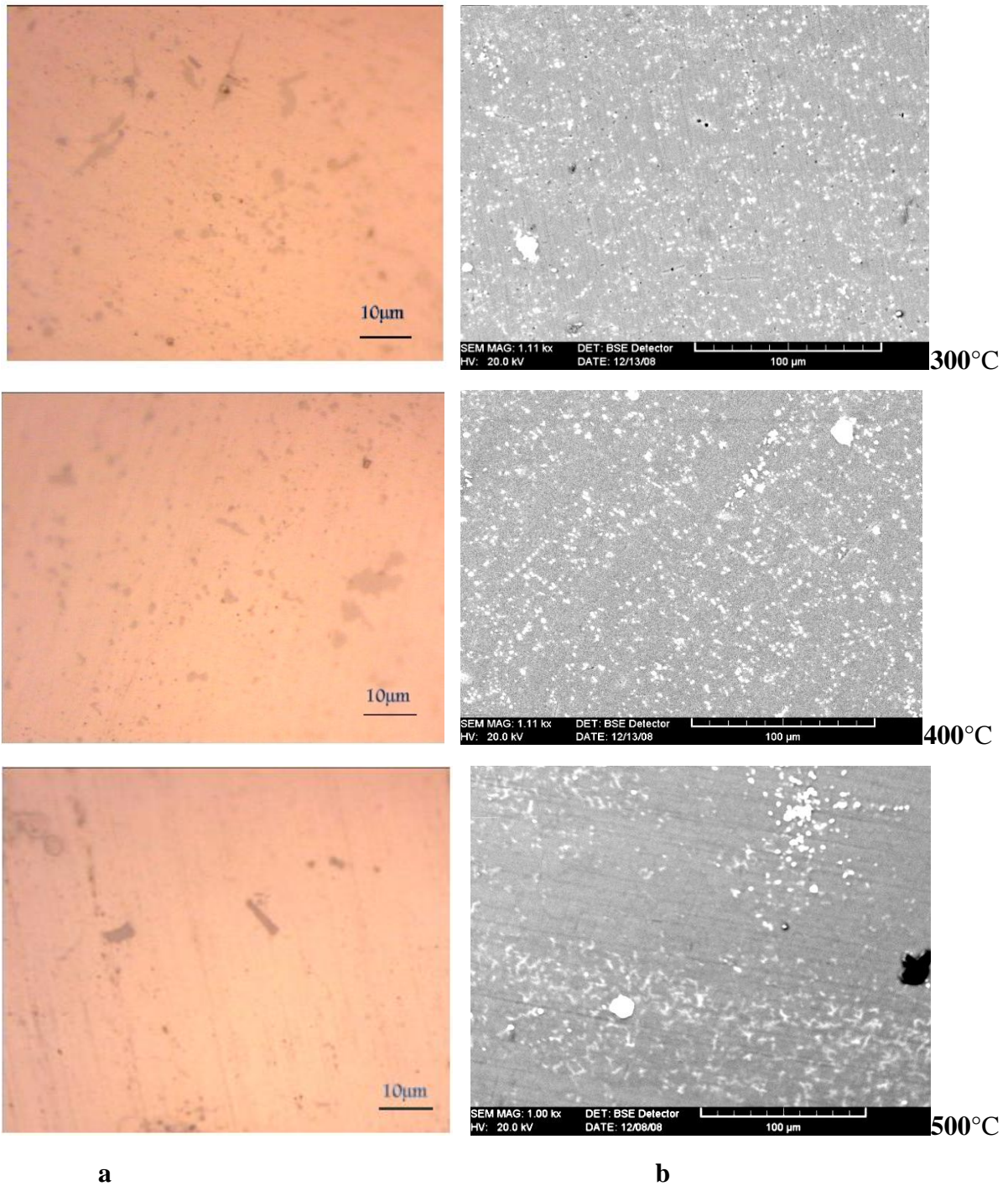


a

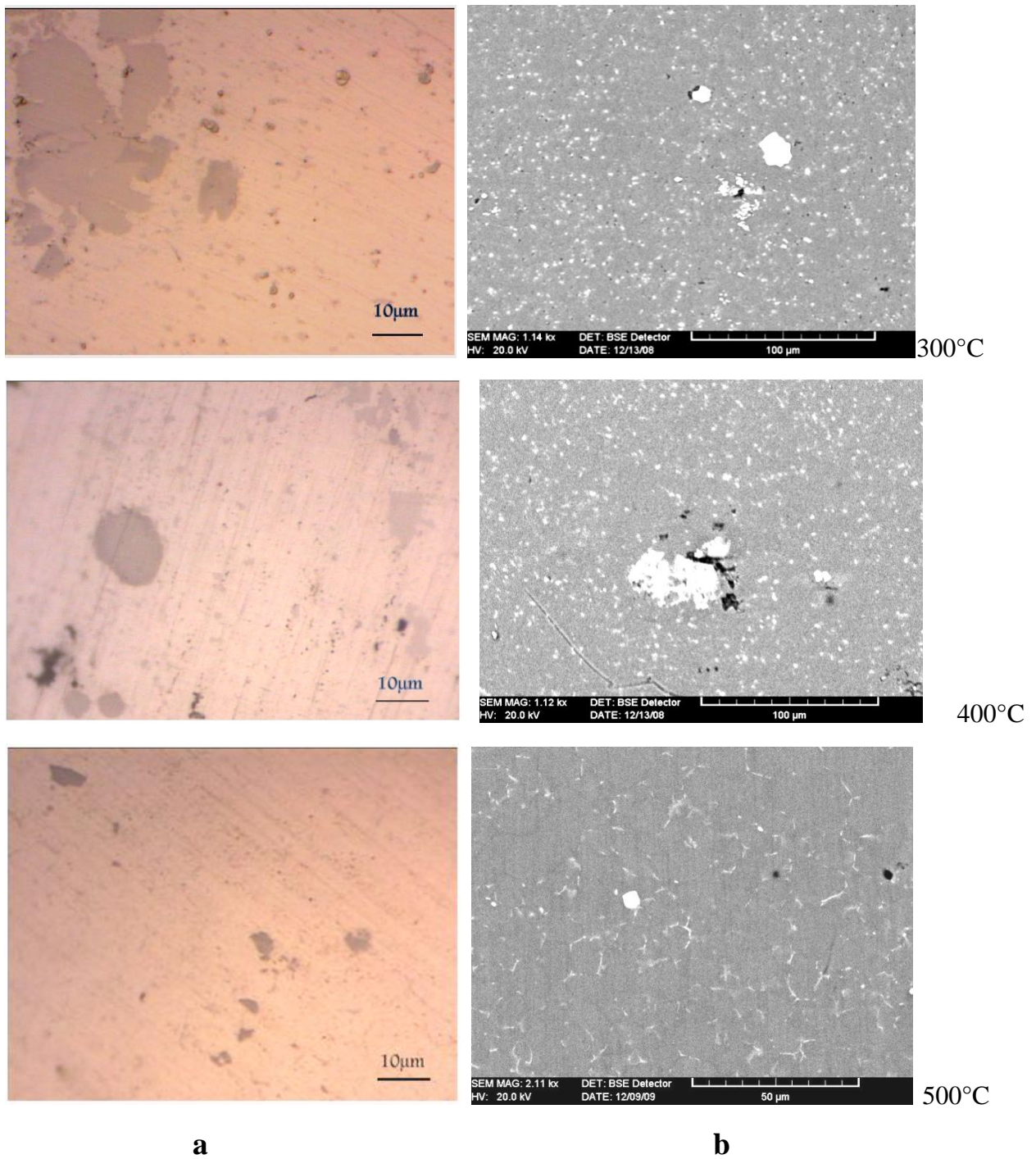


b

**Figure III.6 :** Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon de référence  
a-microscope optique  
b - microscope électronique à balayage (MEB)

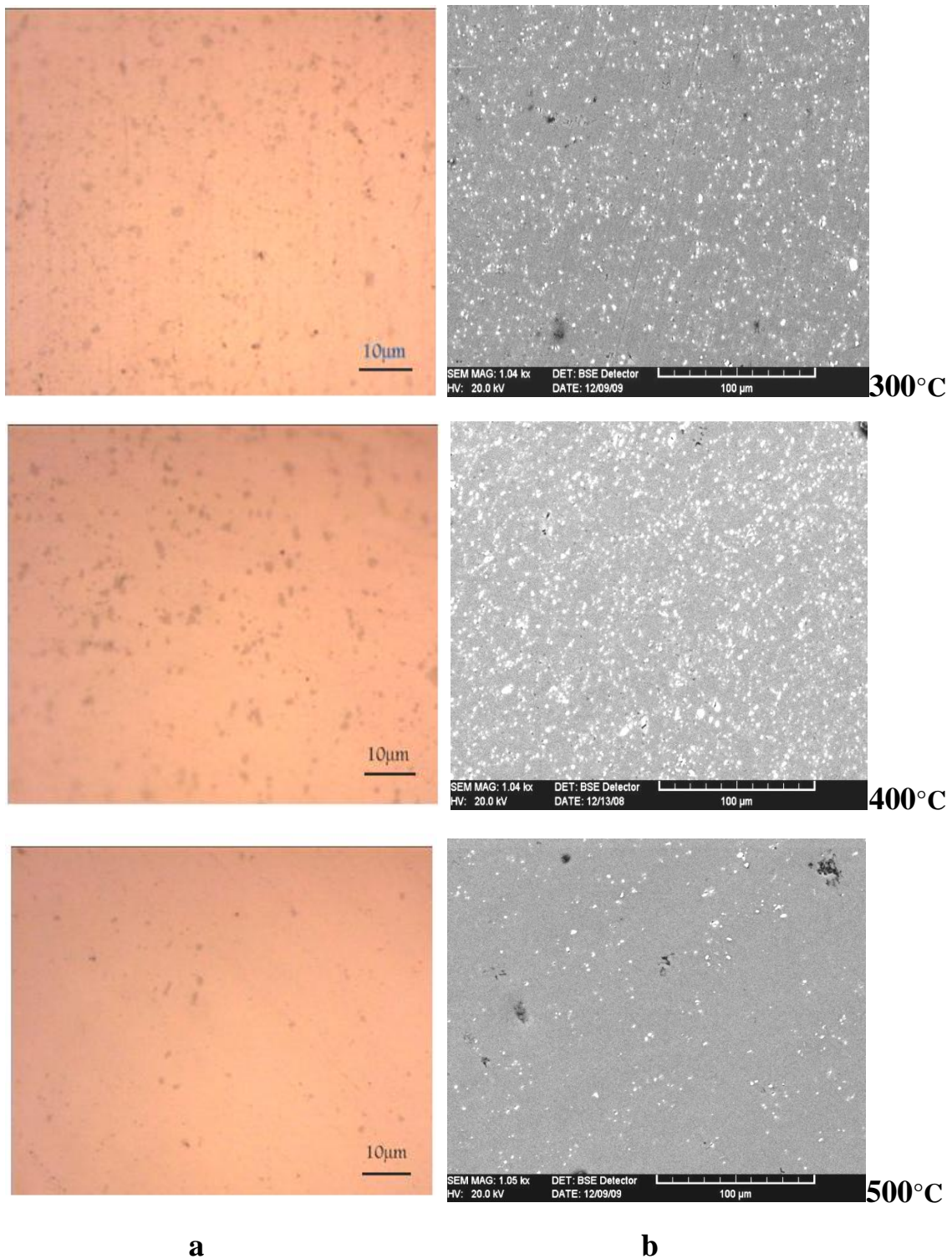


**Figure III.7 :** Morphologie, distribution et densité des particules des échantillons recuits à différentes Températures  
a-microscope optique  
b - microscope électronique à balayage (MEB)



**Figure III.8 :** Morphologie, distribution et densité des particules des échantillons déformés par Traction à différentes températures  
a-microscope optique  
b - microscope électronique à balayage (MEB)





**Figure III.9** : Morphologie, distribution et densité des particules des échantillons déformés par Compression à différents températures  
a-microscope optique  
b - microscope électronique à balayage (MEB)

### **III.3- Effet de vieillissement sur la recristallisation et la précipitation**

#### **III.3.a- effet du temps**

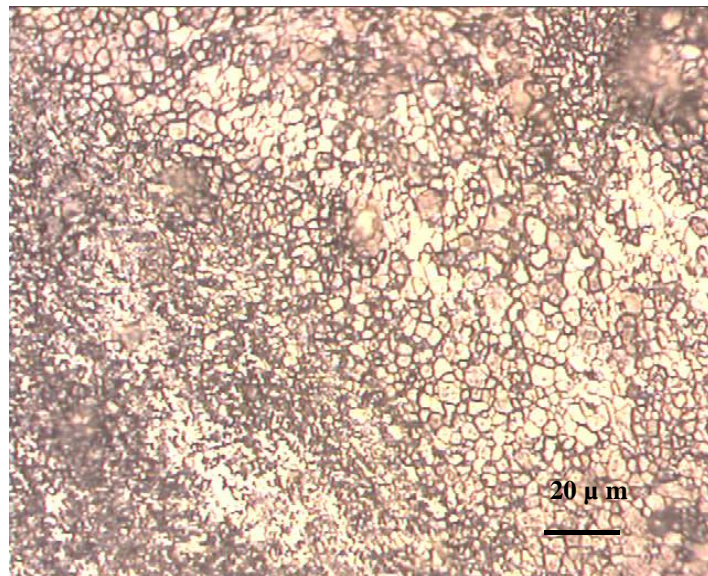
Il faut remarquer qu'un long vieillissement naturel à température ambiante influe sur la texture générale du matériau sans pour autant recristalliser le matériau. Par contre il joue un rôle important dans le processus de précipitation puisque on observe l'apparition de la phase  $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$  et non apparition des phases  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$  et  $S(\text{Al}_2\text{CuMg})$ .

#### **III.3.b- effet de la température**

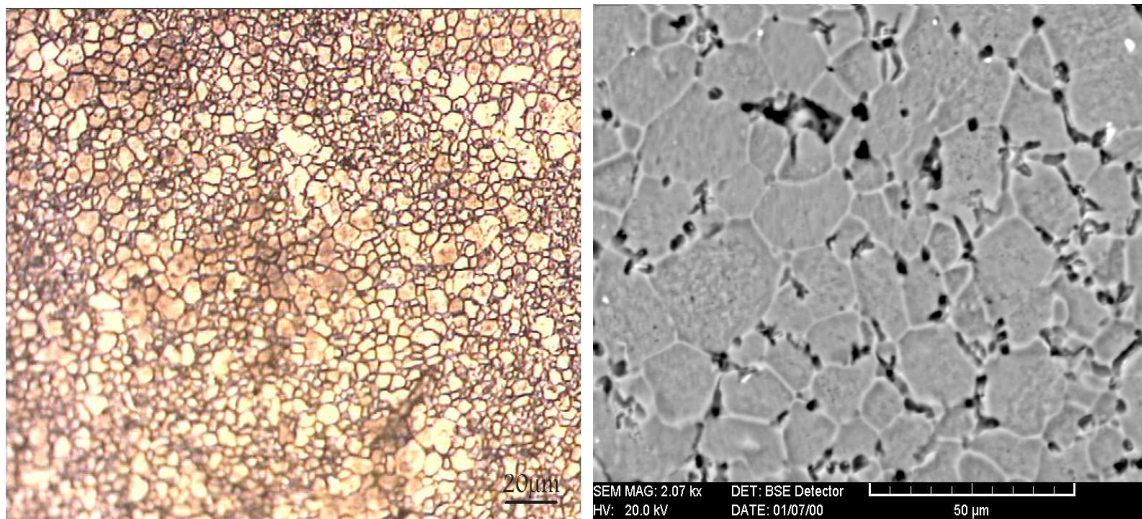
Les figures III.10 a , b montrent la microstructure développée dans les échantillons recuits et déformés en traction à 500°C. Il a été observé une microstructure en bande dans l'échantillon recuit uniquement à 500°C (figure III.10.a). Il faut noter également que la microstructure observée pour l'échantillon déformé en traction est relativement homogène( figure III.10.b).

L'alliage étudié présente donc une résistance à la recristallisation statique observée dans les échantillons recuits. La même observation a été notée dans une étude similaire montrant que la recristallisation statique est partielle ; alors que la croissance des grains est rapide pendant la recristallisation dynamique [67-68].

La température est un facteur important en ce qui concerne la densité des précipités .Celle ci à tendance à diminuer avec l'augmentation de la température, aussi bien pour les échantillons recuits ou déformés comme on le montre dans les figures III (6.7.8.9).



**a**



**B**

**Figure III.10:** la microstructure observée dans les échantillons  
**a-** recuit à 500°C par microscope optique  
**b -**déformés par traction à 500C° par microscope optique et balayage

### III.4-Le durcissement structural

La figure III.11 représente la variation de la microdureté en fonction de la température pour les trois types d'échantillons. Il faut remarquer que la microdureté augmente au fur et à mesure que la température augmente. Cette augmentation est plus prononcée pour les échantillons déformés en compression.

Il n'y a pratiquement pas de différence dans la microdureté des matériaux recuit ou déformé par traction bien qu'on observe une légère diminution de la microdureté dans le cas des échantillons recuits. Ce comportement peut être attribué au phénomène de restauration à basse température

Dans le cas des échantillons déformés en compression, la microdureté est plus importante que les échantillons recuits et déformés en traction. Ce durcissement peut être attribué à l'augmentation de la densité de défauts formés au cours de la déformation en compression.

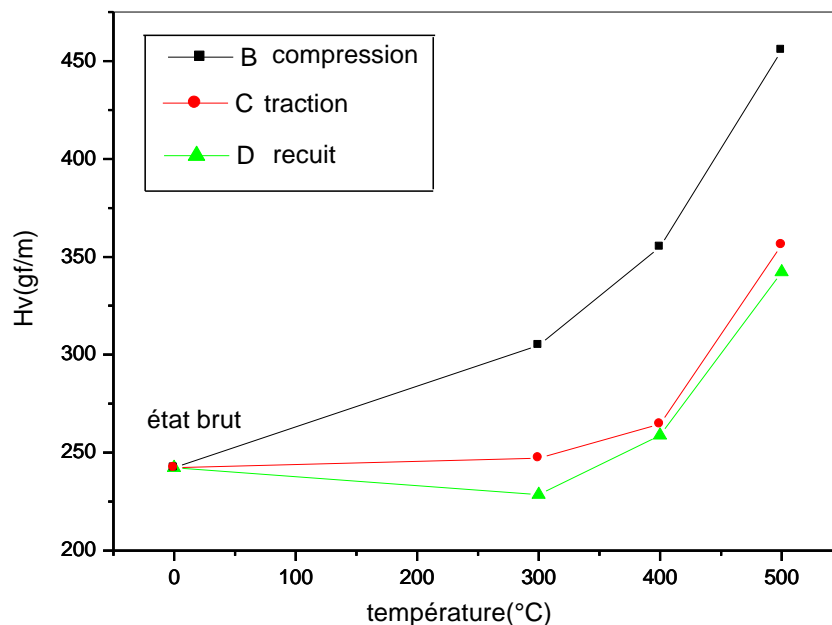


Figure III. 11: la variation de la microdureté en fonction de la température.

## Conclusions

Le travail présent montre très clairement que le mode de déformation joue un rôle dans la recristallisation dans le matériau, cependant le vieillissement naturel a un effet remarquable sur les séquences de précipitation du matériau étudié.

- Le recuit restaure le matériau à une température relativement basse (300°C) suivie d'une polygonisation plus prononcée à 400°C.
  - L'orientation préférentielle du matériau reste en général  $\alpha$  (220) que ce soit pour le matériau recuit (sans déformation) ou déformé.
  - Un changement de texture a été observé pour les échantillons déformés en traction à 400°C.
  - La recristallisation prend place à 500°C uniquement pour des échantillons recuits et déformés en traction
- 
- L'alliage étudié présente une résistance à la recristallisation statique.
  - La recristallisation dynamique est observée en traction à haute température
  - Le long vieillissement naturel influe sur la texture ainsi que sur le processus de précipitation
  - Les différentes phases observées dans le matériau étudié sont principalement  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) et  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).
  - Il a été noté l'absence des phases S( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) et  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ )
  - La densité des précipités dépend largement de la température puisqu'elle diminue au fur et mesure que la température augmente pour les différents échantillons étudiés (recuit ou déformé)
  - La morphologie des phases observées reste aléatoire alors que la distribution est relativement homogène quelque soit la température. La dimension des particules se situe en moyenne entre  $1\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$ .

## **References:**

- [1] W. Rosenhain, D. Ewen, Intercrystalline cohesion in metals, Journal Institute of Metals, p. 149-173, (1912 ).
- [2] A.A. Bochvar, Z.A. Sviderskaya, Superplasticity in Zinc-Aluminum alloy, Izv. Akad. Nauk. SSSR. Otdel. Tekh. Nauk., p. 821-827,( 1945 ).
- [3] C.E. Pearson, Viscous properties of extruded eutectic alloy of Pb-Sn and Bi-Sn, Journal Institute of Metals, p. 111-123,( 1954 ).
- [4] M.G. Lozensky, Z.A. Simeonova, Superhigh plasticity of commercial iron under cyclic fluctuation of temperature, Acta Metall, p. 709-715, (1959 ).
- [5] K. Higashi, unpublished research, University of Osaka Prefecture, (1992).
- [6] T.G. Nieh, J. Wadsworth, O.D. Cherby, Cambridge university press,( 1997 ).
- [7] J. Lian, B. Baudelet, Materials Science and Engineering, p. 157-162,( 1986 ).
- [8] D. Lee and W. A. Backofen, , Final Report, Metal Processing Lab. M.I.T.(1966 ).
- [9] F. Jovane, Theory and experiments, Int. J. Mech. Sci. Pergamon Press, p. 405-427, (1968 ).
- [10] D. H. Holt, W. A. Backofen, Trans. Am. Soc. Metals p 59, 755, (1966 )
- [11] A.K. Ghosh, C.H. Hamilton, Metallurgical transactions A, p. 733-743, (1982 ).
- [12] C.H. Hamilton, C.C. Bampton, N.E. Paton, Meta. Soc. Of AEIM, p. 173, (1982 ).
- [13] D. Jobart, J.J. Blandin, Materials Science Engineering A, p.170and -180,(1996 ).
- [14] C. Vargel, Corrosion de l'aluminium, paris : Dunod, p. 501,(1999)
- [15] J. E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, Ohio: Metals Park, p.319 ,(1984).
- [16] Noble B., Harris S.J., Dinsdale K., *J. Mat. Sci.*, 17, p 461, (1982)
- [17] 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).
- [18] Miller W.S. Cornish A. J., Titchener A.P. and Bennet D.A., Proc. 2nd Int. Al-Li Conf., Monterey, CA, TMS-AIME, Ed. T. H. Sanders Jr. and E. A. Starke, Jr, , p.335. (1983).
- [19] Ghosh A.K. and Gandhi C., Pro. ICSMA-7, Ed. H. Mc Queen et al, Oxford, Pergamon Press, p 2065. (1986).
- [20] Registration Record Series, Aluminum Association, Washington, DC, US, p 1-26,( 2004).
- [21] The New Generation Aerospace Alloys\_Amit Joshi (Mechanical Engineer) Junior Research Fellow Mechanical Engineering Department Indian

- [22] Metals handbook, 10<sup>th</sup> edition, Vol. 2, ASM.
- [23] W.R.D Jones, P.P Das, The mechanical properties of Al-Li alloys, The Journal of Institute of metals, Vol.88, 60. (1959).
- [24] Nelson Lloyd S, Duda Patricia M, Hyndman David A, Interactions between drops of a molten Al-Li alloy with liquid water, Metall. and mats. Trans. B, Vol.25, n4, (1994).
- [25] Williams D.B, Edington J.W., Met. Sci. 9, p.529 (1975).
- [26] Noble B., Harris S.J., Dinsdale K., J. Mat. Sci. 17; p 461 (1982).
- [27] J. M. Silcock, J. Inst. Met. p88 , 357. (1960).
- [28] L. F. Mondolfo, Aluminum Alloys- structures and Properties (Buttenuorth, London), p554. (1976)
- [29] K. Dinsdale, S.J. Harris. and B. Noble. p101 (1988).
- [30] Métallurgie générale J. Bénard , A. Michel, J Philibert et J. Talbot préface du P<sup>r</sup> G. Chaudron. Masson et C<sup>ie</sup>. (1969).
- [31] M. Guillopé and J. P. Poirier. Dynamic recrystallization during creep of single –crystalline halite . p 5557-5567 , (1979).
- [32] J. P. Poirier. Creep of crystals. Univ. Press. (1985).
- [33] M.R. Drury and J. L. Urai . Deformation related recrystallization processes. Tectonophysics, p172 -235,(1990).
- [34] P.G.Schewmon, Transformations in metals, MC. Grow-Hill, New York, p.118 (1969).
- [35] C. Zener, private communication to C.S. Smith, p.15- 175. (1949).
- [36] J.P. Drolet and A.Galibois, Met.Trans., p.2, 53 (1971).
- [37] N.E. Hannerz and F. Deka. Zuisky, J. Iron, Stell Inst., p. 208- 475. (1970).
- [38] A.J .Mc. Alister: Ball. Alloy Phase Diagrams. 3.p177.(1982).
- [39] Banerjee S., Arya A ., Das G.P., Acta Mater. p. 1167 (1997).
- [40] Che D. Z., Spooner S., Hoy J. J., Acta Mater. p.1167 (1997).
- [41] Yoshiyama T., Hasebe K., J. Phys .Soc. Japan. 25, p. 908 (1968).
- [42] Sainfort P., Thèse de Docteur Ingénieur , Institut National Polytechnique de Grenoble, (1985).
- [43] Livet F., Bloch D., Scripta Met. p.1147 (1985).
- [44] Spooner S., Williams D.B., Sung C.M., Proc. III rd Conf On Al-Li Alloys, Oxford, (1985).
- [45] Sluiter M., Asta M ., Kawazae Y., Sci. Rep. Ritu A41, 2, p.97 , (1996).
- [46] Gu B.P., S. L., Mahalingham K., Lidel G.L., Sanders T.H., Mat. Sci. Eng. p.71 (1986).
- [47] Baumann S.F., Williams D.B, Scripta Met., 18, p. 611, (1984).
- [48] Lischfitz J.M., Sloyosov V.V, J. Phys. Chem. Solids, 19, p. 35 , (1961).
- [49] Wagner C., Z. Elechstrochem, 65, p. 581, (1961).

- [50] Noble B., Thompson G.E., Met. Sci. Rep. Ritu A41, 2, p. 97, (1996).
- [51] H.K. Hardy and J.M. Silcock, J. I. M. p 84, 342(1955).
- [52] J.M. Silcock, J. I. M. p. 88 -35 (1959).
- [53] B. E. Noble and G.E Thompson, Met. Sci. J. p 6, 167 (1972).
- [54] P.J. Gregson and H.M. Flower, Acta Meta II. p 33. 57. (1985).
- [55] P. Sainfort and B. Dubost, Aluminium-Lithium N, edited by G. Champier, B. Dubost, D. Miannay, and L. Sabety, (France: Les Editions de physique).p 407. (1987).
- [56] P.J.Gregson and H.M. Flower ,Acta Meta ,p 527, (1985).
- [57] J. Morlet, G. Murry Technique de l'ingénieur, volume MB3. Numéro M 240 25. (2000) .
- [58] W. A. Cassada, G. J. Sheflet and .E. A. Jr. Starker, Aluminum Alloys – Their physical and Mechanical Properties, p 695. (1986).
- [59] First Int. Conf. On Al-Li Alloys (Store Mountain ) TSM AIME Warrendale. p51. (1981).
- [60] Fourth Int. Conf .On Al-Li Alloys (Paris) Journal de physique, Tome 48, Colloque C3. p271. (1987).
- [61] M. H. Toslen, A.K. Vasudevan and P.R. Howell, Ibid, p490. (1988).
- [62] W.S. Miller and J.W. Morris, phil. Mag. A, Vol 56, 4 ,p507.(1987).
- [63] A. Boutefnouchet, Thèse de magister, Université Annaba, (1991).
- [64] H. J. Rack, Mat, Sci. Eng., 29,2, (1977).
- [65] W. Bonfield, B.C. Edward, Jour.Mater.Sci.9, p 415,(1974).
- [ 66] Bourahla smain, thèse de magistère . Université mentouri Constantine (2007).
- [67] N.Ridley, D. W. Livesey and J. Pilling: J. phys. Colloq. C3. P.239-244. (1987).
- [68] R. Amichi and N. Ridley: in Aluminum-Lithium V, (ed.T.H Sanders and E.A Starke), p.159-167. (1989).



# Annexe

04-0787		Wavelength= 1.54056	
Al			
Aluminum			
Aluminum, syn			
<b>Rad.:</b> CuKα1 <b>λ:</b> 1.54056 <b>Filter:</b> Ni <b>Beta</b> <b>d-sp:</b>			
<b>Cut off:</b> <b>Int.:</b> Diffract. <b>I/ICor.:</b> 3.62			
<b>Ref:</b> Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11 (1953)			
<b>Sys.:</b> Cubic <b>S.G.:</b> Fm $\bar{3}$ m (225)			
<b>a:</b> 4.0494	<b>b:</b>	<b>c:</b>	<b>A:</b> <b>C:</b>
<b>α:</b>	<b>β:</b>	<b>γ:</b>	<b>Z:</b> 4 <b>mp:</b>
<b>Ref:</b> Ibid.			
<b>Dx:</b> 2.699	<b>Dm:</b>	<b>SS/FOM:</b> F 9 = 93(.0108 , 9)	
<b>Color:</b> Light gray metallic Pattern taken at 25 C. CAS #: 7429-90-5. The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA. The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference). Mineral species of doubtful validity, Am. Mineral., 65 205 (1980). Cu type. Gold SuperGroup, IC-disordered Group. PSC: cF4. See ICSD 64700 (PDF 85-1327). Mwt: 26.98. Volume[CD]: 66.40.			

25-0012

Wavelength= 1.5405

i

	2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l	
CuAl2											
Aluminum Copper	20.619	100	1	1	0	93.213	3	2	2	4	
	29.384	35	2	0	0	95.569	2	5	3	0	
	37.865	70	2	1	1	97.054	17	3	1	4	
Khayrkite, syn	42.068	35	2	2	0	99.259	5	6	0	0	
	42.588	90	1	1	2	112.755	3	5	2	3	
	47.329	70	3	1	0	114.273	2	2	1	5	
	47.805	60	2	0	2	116.459	6	4	2	4	
	57.125	13	2	2	2	119.426	6	6	2	2	
	61.028	2	4	0	0						
	61.431	6	3	1	2						
	66.330	6	4	1	1						
	67.029	9	2	1	3						
Sys.: Tetragonal			S.G.: I4/mcm (140)								
a: 6.0654(9)	b:	c: 4.8732(10)	A:	C: 0.8034							
$\alpha$ :	$\beta$ :	$\gamma$ :	Z: 4	mp:							
Ref: Havinga et al., J. Less-Common Met., 27, 169 (1972)											
Dx: 4.354	Dm:	SS/FOM: F30 = 15(0.048 , 43)									

Cell parameters generated by least squares refinement, Reference reports: a=6.063, c=4.872, Al2 Cu type, PSC: U12. To replace 2-1309. Unit cell reference: Havinga et al., J. Less-Common Met., 27, 169 (1972). Mwt: 117.51. Volume[CD]: 179.28.



© 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 2.2

Al3Zr

Aluminum Zirconium

Rad.: CuK $\alpha$   $\lambda$ : 1.5405 Filter: Mono d-sp: Guinier

Cut off: Int.: Estimation 1/Incor.:

Ref: Clark, N., School of Physical Sciences, The Flinders Univ. of South Australia, Adelaide, Australia, Private Communication, (1996)

Sys.: Tetragonal S.G.: I4/mmm (139)

a: 4.009 b: c: 17.281 A: C: 4.3106

 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: [4] mp:

Ref: Brauer, G., Z. Anorg. Chem., 242, 15 (1939)

Dx: 4.117 Dm: SS/FOM: F24 = 26(0.022 , 43)

2 $\theta$	Int	h	k	l
20.541	50	0	0	4
22.723	60	1	0	1
27.079	20	1	0	3
31.519	30	1	1	0
34.221	20	1	0	5
37.931	100	1	1	4
41.763	50	0	0	8
45.208	60	2	0	0
50.105	10	2	0	4
51.158	10	2	1	1
52.778	5	1	0	9
53.208	5	1	1	8
53.442	5	2	1	3
57.871	10	2	1	5
63.247	60	2	0	8
65.855	50	2	2	0
69.696	5	2	2	4
70.657	5	3	0	1
72.027	10	2	1	9
73.723	50	1	1	12
74.811	5	3	1	0
75.228	5	1	0	13
78.607	60	3	1	4
81.083	50	2	2	8

Synthesized from elements in an argon arc furnace. Al3 Zr type. Silicon used as an internal stand. PSC: U16. To replace 2-1093. Powder pattern reference: Clark, N., Wu, E., J. Less-Common Met., 163, 227 (1990). Unit cell reference: Brauer, G., Z. Anorg. Chem., 242, 15 (1939). Structural reference: Ma, Y et al., Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, 48, 11 (1992). Mwt: 172.16. Volume[CD]: 277.74.



AlLi

Aluminum Lithium

Rad.: CuK $\alpha$   $\lambda$ : 1.5418 Filter: Ni Beta d-sp:

Cut off: Int.: Estimation I/lor.:

Ref: Komovsky, Maximow, Z. Kristallogr., Kristallgeom.,  
Kristallphys., Kristallchem., 92, 282 (1935)

Sys.: Cubic

S.G.: Fd3m (227)

a: 6.373

b:

c:

A:

C:

 $\alpha$ : $\gamma$ :

Z: 8

mp:

Ref: Ibid.

2 $\theta$	Int	h	k	l
24.386	60	1	1	1
39.889	80	2	2	0
47.345	60	3	1	1
58.205	48	4	0	0
63.743	48	3	3	1
72.740	80	4	2	2
78.379	60	5	1	1
86.510	60	4	4	0
91.744	60	5	3	1
99.506	68	6	2	0
105.417	40	5	3	3
114.230	40	4	4	4
120.147	60			
130.201	100	6	4	2
137.230	80			
151.147	48	8	0	0
163.975	40	7	3	3

Dx: 1.741 Dm: 1.725 SS/FOM: F<sub>15</sub> = 3(0.260 , 20)0 assigned because of inadequate range of intensities. (Ed.) Na Ti  
type. PSC: cF16, Mwt: 33.92, Volume[CD]: 258.84.

28-0011

Wavelength= 1.5418

Al2CuLi

Aluminum Copper Lithium

2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l
9.418	20	0	0	1	81.332	10	3	1	1
18.921	100	0	0	2	82.516	20	0	0	8i
20.607	30	1	0	0	85.657	10	2	0	7i
22.801	30	1	0	1	86.606	10	2	1	6i
28.332	30	1	0	2					
35.481	20	1	0	3					
38.590	60	0	0	4					
41.280	30	1	1	2					
42.126	100	2	0	0					
44.246	30	1	0	4					
46.599	100	2	0	2					
48.831	20	0	0	5					
53.933	10	1	1	4					
56.831	10	2	1	0					
58.447	30	2	0	4					
59.481	10	0	0	6					
60.511	10	2	1	2					
63.355	20	1	0	6					
66.287	10	2	0	5					
68.657	30	3	0	2					
70.665	30	2	1	4					
71.467	30	1	1	6					
72.740	10	3	0	3					
75.373	20	2	0	6					
76.880	30	2	2	0					
80.025	30	2	2	2					

Rad.: CuK $\alpha$   $\lambda$ : 1.5418 Filter: Ni Beta d-sp: Debye-S. 114.6

Cut off: 10.0 Int.: Estimation I/ICor.:

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

Sys.: Hexagonal S.G.: P6/mmm (191)

a: 4.96 b: c: 9.35 A: C: 1.8851

 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 3 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 3.112 Dm: SS/FOM: F<sub>30</sub> = 8(0.074 . 53)

Chemical analysis (wt.%): Cu 50.5, Li 5.5. Space group single-crystal work with rotation photographs. No extinctions observed. Space group 'P622' (177), 'P6mm' (183) or 'P-6m2' (187) also possible. Refined cell: a=4.958, c=9.344, C=1.885, PSC: hP12. Mwt: 124.45. Volume[CD]: 199.21.



© 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 2.2

28-0014

Wavelength= 1.54050

C

Al2CuMg

Aluminum Copper Magnesium

Rad.: CuK $\alpha$   $\lambda$ : 1.54050 Filter: d-sp: Calculated

Cut off: Int.: Calculated I/|cor.: I/|cor.:

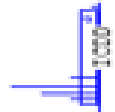
Ref: Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands, ICDD  
Grant-in-Aid, (1975)

Sys.: Orthorhombic S.G.: Cmcn (63)

a: 4.000 b: 9.250 c: 7.150 A: 0.4324 C: 0.7730

 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 4 mp:Ref: Perltz, Westgren, Ark. Kemi, Mineral. Geol., 16B, 13  
(1943)Dx: 3.561 Dm: SS/POM: F<sub>30</sub> = 70(.0106 , 36)Peak height intensity. Al2 Cu Mg type. C.D. Cell: a=7.150,  
b=9.250, c=4.000, a/b=0.7730, c/b=0.4324, S.G.=Amam(63).  
PSC:  $\alpha$ C16. Unit cell reference: Perltz, Westgren, Ark.  
Kemi, Mineral. Geol., 16B, 13 (1943). Mwt: 141.81.  
Volume[CD]: 264.55.

2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l
19.194	90	0	2	0	62.723	12	2	4	1
22.901	14	0	2	1	63.977	3	2	2	3
24.920	30	0	0	2	64.573	1	1	3	4
27.248	60	1	1	1	65.908	6	0	6	2
31.589	18	0	2	2	67.138	10	2	4	2
35.007	60	1	1	2	68.250	1	1	5	3
36.772	3	1	3	0	68.648	2	0	2	5
38.938	100	1	3	1	70.596	6	2	0	4
40.989	30	0	4	1	72.799	2	3	1	1
42.630	7	0	2	3	73.061	5	0	6	3
44.924	30	1	3	2	73.924	3	2	2	4
45.327	90	1	1	3	74.195	3	2	4	3
46.735	20	0	4	2	75.722	10	1	7	0
49.609	9	2	2	0	76.950	4	3	1	2
51.066	12	0	0	4	77.245	10	1	3	5
51.343	3	2	2	1	77.995	1	1	5	4
52.387	6	2	0	2	78.607	3	0	4	5
53.679	16	1	3	3	79.387	6	3	3	1
54.614	4	1	5	0	79.545	4	2	6	1
55.040	4	0	2	4	80.509	3	0	0	6
55.292	4	0	4	3	81.166	2	1	7	2
56.212	7	1	5	1	82.604	1	0	6	4
56.287	7	2	2	2	83.389	3	3	3	2
57.281	3	1	1	4	83.743	9	0	2	6
60.894	2	1	5	2	84.919	1	0	8	1
61.476	1	0	6	1	86.133	2	2	2	5



© 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 2.2

## **Deformation effect on recrystallization of Al-Li alloy**

### **ABSTRACT**

The superplastic behavior depends upon the structure of the material. Following appropriate thermo mechanical heat treatments a fine grain and stable microstructure can be obtained prior or during the early stages of superplastic deformation.

The aim of the present work concerns the effect of deformation on the texture evolution of Al-Li alloy designed as (8090).

In this study two deformation modes. uniaxial and compression have been used. They have a similar strain of 100% and the same temperature range between 300°C and 500°C. In order to study the initial structure of the material samples have been taken from the head of tensile specimens.

To study the texture changes and the precipitation process, X rays have been used. The optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) have been used for simple observation.

The results show that the recrystallization of the studied material is obtained during uniaxial testing mainly during the early stages of superplastic deformation. The recrystallization is also observed at a relatively high temperature.

**Keywords:** Al-Li alloy, super plasticity, texture, dynamic recrystallization, precipitation , X rays.

## تأثير التشوه على تبلور سبيكة ألومنيوم - ليثيوم

### ملخص

تتعلق ظاهرة ما فوق اللدن ببنية المادة التي يمكن التحصل عليها باختيار معالجة ميكانيكية حرارية اللازمة وهذا من أجل تطور بنية مجهرية ذات حبيبات صغيرة ومستقرة خلال التشوه ما فوق اللدن.

هذا البحث يهدف إلى دراسة تأثير التشوه على تطور النسيج البنيوي لمزيج ( الخليط) ألومنيوم - ليثيوم لقد أخذنا بعين الاعتبار نوعين من التشوهات : الشد والضغط اللذان لهما نفس معامل التشوه أي %100 ونفس مجال حراري ما بين  $300^{\circ}C$  و  $500^{\circ}C$  كذلك أخذت عينات من الصلب في نفس المجال الحراري من أجل دراسة البنية الأولية للمادة قبل كل عملية التشوه.

في هذه الدراسة استعملت عدة تقنيات : حيود الأشعة السينية لدراسة التغير النسيجي و ظاهرة الترسيب و تقنية المجهر الضوئي والمجهر الماسح الإلكتروني لمعاينة العينة - تبين النتائج المحصل عليها أن عملية تبلور المادة المدروسة تظهر بالنسبة لعملية الشد خلال المراحل الأولية للتشوه ما فوق اللدن. كذلك نلاحظ هذه العملية في درجة الحرارة العالية.

**الكلمات المفتاحية:** سبيكة الألومنيوم - ليثيوم، ما فوق اللدن، التبلور الديناميكي، الترسيب حيود الأشعة السينية.



# **L'influence de la déformation sur la recristallisation de l'alliage superplastique Al-Li**

## **Résumé**

Le comportement superplastique dépend de la structure du matériau. Celle ci peut être obtenue par un traitement thermomécanique adapté en vue de développer une microstructure à grains fine et stable avant ou pendant les premiers stades de déformation superplastique.

L'objectif de notre travail concerne l'effet de la déformation sur l'évolution de la texture de l'alliage AL-Li(8090).

Nous avons pris en considération deux types de déformation ; une traction et une compression ayant le même taux de déformation 100% et le même intervalle de température pris entre 300°C et 500°C. En vue d'étudier la structure initiale avant chaque déformation, des échantillons ont été prélevé des têtes des éprouvettes.

La diffraction des rayons X constitue la technique principale utilisée pour l'étude de la texture et le processus de précipitation. La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB) permettent l'observation des échantillons.

Les résultats obtenus montrent que la recristallisation du matériau étudié est obtenu par traction uni-axial pendant les premier stades de déformation superplastique .Elle est également observée pour des températures élevées.

**Mots clefs :** Alliage Al-Li, superplasticité, texture, recristallisation statique et  
Dynamique, précipitation, rayonsX