

**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° d'ordre:.....

Série:.....

MEMOIRE

PRESENTE POUR OBTENIR LE DIPLOME DE MAGISTER

EN PHYSIQUE

SPÉCIALITÉ : CRISTALLOGRAPHIE

Thème

Influence du recuit sur la recristallisation de l'alliage Al-Li

Par Mr : SMAIN BOURAHLA

Soutenu-le : 16 / 10 / 2007

Devant le jury

<u>Président :</u>	N. KEGHOUCHE	Prof.	Univ. Mentouri Constantine
<u>Rapporteur :</u>	R. AMICHI	M.C.	Univ. Mentouri Constantine
<u>Examineurs :</u>	O. HALIMI	M.C.	Univ. Mentouri Constantine
	S. E. BARAMA	M.C	Univ. Mentouri Constantine

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 Mme Keghouche Nassira, Professeur Au Département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri-Constantine, qui m'a fait l'honneur d'avoir accepté de présider le jury de thèse.

Mes remerciements à Messieurs Barama Salah Eddine et Mme Sebais Ouahiba Maitres de conférences au Département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université Mentouri-Constantine, qui ont bien voulu accepter d'examiner mon travail de Magister.

Je tiens à souligner l'excellente ambiance qui a toujours régné au sein de notre laboratoire; à ce titre j'adresse mes plus sincères remerciements à : Iaiche. Sabrina et Ayadi. Mériem, pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apporté pendant la réalisation de ce travail.

Mes sincère remerciements également à toutes personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

SOMMAIRE

	page
Introduction	1
CHAPITRE I : Etude Bibliographique	
I. Alliages aluminium-lithium	2
I.1. Généralités sur l'aluminium.....	2
I.2. Alliages aluminium-lithium.....	3
I.3. Développement.....	3
I.4. Le rôle des éléments d'addition.....	4
II. Precipitation	6
II.1. Introduction.....	6
II.2. Germination des précipités.....	7
II.2.1. Germination homogène.....	7
II.2.2. Germination hétérogène.....	8
II.3. Croissance des précipités.....	10
II.3.1. Précipités Cohérents.....	10
II.3.2. Précipités semi cohérents.....	10
II.3.3. Précipités incohérents.....	10
II.4. Coalescence des précipités.....	11
II.5. Séquence de précipitation dans l'alliage aluminium lithium.....	12
II.5.1. Le système binaire aluminium lithium.....	12
II.5.2. Les systèmes ternaires.....	13
II.5.2.a- système (Al-Cu-Mg).....	13
II.5.2.b- système (Al-Li-Cu).....	14
II.5.2.c- système(Al-Li- Mg).....	14
II.5.3. Le système quaternaire (AL-Li-Cu-Mg).....	14
III. Recristallisation	17
III.1.Traitements thermiques.....	17

III.1.1. Recuit.....	17
III.1.1.a Recuit d'homogénéisation.....	17
III.1.1.b Recuit de régénération.....	17
III.1.1.c Recuit complet.....	18
III.1.1.d Recuit de détente (stabilisation).....	18
III.1.1.e Recuit de recristallisation.....	18
III.2. Introduction à la recristallisation.....	18
III.3. Restauration.....	19
III.4. La recristallisation.....	20
III.5. Recristallisation primaire.....	20
III.5.1. Les lois de la recristallisation primaire.....	21
III.6. Croissance de grains.....	22
III.7. Facteurs influant la recristallisation.....	22

CHAPITRE II : Méthodes Expérimentales

II.1. Matériau étudié.....	25
II.1.1. Traitements thermiques appliqués.....	26
II.1.2. Préparation des échantillons.....	27
II.2. Techniques expérimentales utilisées.....	27
II.2.1. Diffraction des Rayons X.....	27
II.2.2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	28
II.2.3. Microscope optique.....	29
II.2.4. Microscope électronique à balayage (M.E.B).....	29
II.2.5. Mesure de la microdureté.....	29

CHAPITRE III: Résultats et Discussions

III.1. Diffraction des rayons X.....	31
III.1.1. Échantillons de la série A.....	31
III.1.2. Échantillons de la série B ₁	35
III.1.3. Échantillons de la série B ₂	38
III.2. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	41

III.2.1. Échantillons de la série A.....	41
III.2.2. Échantillons de la sérieB ₁	44
III.3. Etude micrographique par microscopies optique et électronique à balayage...	46
III.3.1. Avant attaque chimique.....	46
III.3.2. Après attaque chimique.....	58
III.4. Composition chimique des particules.....	60
III.5. La microdureté.....	62
III.5.1. Les échantillons de la série A.....	62
III.5.2. Les échantillons de la sérieB ₁	63
III.5.3. Les échantillons de la sérieB ₂	64
III.6. Discussions.....	66
III.6.1. Influence des paramètres du recuit sur la recristallisation de l'alliage.....	66
III.6.1.a Influence de la température du recuit.....	66
III.6.1.b Influence du temps de recuit.....	67
III.6.2 Effet du vieillissement sur la recristallisation.....	68
III.6.2.a Vieillissement précédant les traitements thermiques.....	68
III.6.2.b Vieillissement succédant les traitements thermiques.....	68
III.6.3 Etude de la précipitation de l'alliage.....	68
III.6.3.a Identification des phases par DRX, DSC, EDX.....	68
III.6.3.b Durcissement structural par précipitation.....	69
III.6.3.c Relation précipitation recristallisation.....	70
Conclusion.....	71
Références	

Introduction

La recherche aérospatiale ne cesse de progresser dans le but d'aboutir à un compromis entre le gain du poids et l'amélioration des propriétés mécaniques.

L'alliage Aluminium-Lithium est à l'origine d'une nouvelle génération d'alliages légers. En effet, l'addition du lithium est responsable d'une diminution de la densité ainsi qu'un accroissement du module de Young et la limite élastique. Depuis plusieurs alliages ont été développés.

Aussi ces alliages présentent un comportement superplastique [1, 2]. Un des prérequis des matériaux superplastiques est lié à une structure à grains fins. Suite à un traitement thermomécanique approprié, cette structure peut être obtenue par recristallisation statique (avant la déformation) ou par recristallisation continue dite dynamique (durant les premiers stades de déformation).

L'objectif de notre travail se limite au premier cas, en étudiant l'influence des traitements thermiques sur la recristallisation de l'alliage. Nous avons pris en considération le rôle de deux paramètres tels que le temps et la température de recuit, sur l'obtention ou non de l'évolution de la microstructure. Nous présentons les résultats obtenus de notre étude.

Le manuscrit comprend trois chapitres ; une étude bibliographique exposée dans le premier chapitre portant sur l'alliage aluminium-lithium, les séquences de précipitation ainsi que le processus de recristallisation. Un deuxième chapitre sera consacré aux techniques expérimentales utilisées pour l'étude de la recristallisation et la précipitation tels que les rayons X (DRX), la calorimétrie différentielle (DSC) ainsi que l'énergie dispersive des rayons X (EDX). Les résultats obtenus et leurs discussions font l'objet du troisième chapitre.

Enfin, nous terminons par une conclusion générale et les références bibliographiques utilisées dans ce mémoire.

I. Alliage aluminium-lithium

I.1. Généralités sur l'aluminium

L'aluminium est un métal blanc, ductile très malléable. C'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendéléev, dont le nombre atomique Z égale à 13 et la masse atomique 26.98. L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance $a = 4,0412 \text{ \AA}$. Sa caractéristique la plus importante est la faible densité : $2,7 \text{ g/cm}^3$, alors que la densité du fer est $7,8 \text{ g/cm}^3$, et celle du cuivre est de 9 g/cm^3 . L'aluminium est un bon conducteur de la chaleur et de l'électricité, car sa conductibilité électrique est $2,6548 \text{ ohm}^{-1}$, ce qui correspond à 65% de celle du cuivre. Sa résistivité est deux fois plus grande que celle du cuivre. Les températures de fusion et d'ébullition de l'aluminium sont respectivement $660 \text{ }^\circ\text{C}$ et $2056 \text{ }^\circ\text{C}$ [3].

L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et à toutes modalités de soudage. Il résiste très bien à la corrosion atmosphérique, car il se recouvre d'une couche épaisse et adhérente d'alumine (Al_2O_3). Cette résistance à la corrosion est diminuée par tous les éléments d'alliages.

L'aluminium est peu utilisé à l'état pur, sauf en miroiterie, du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 kg/mm^2). Par contre les alliages d'aluminium sont utilisés dans un domaine vaste de l'industrie : construction aéronautique, automobile, l'industrie ferroviaire et électrique (Conducteurs électriques et appareillages), fabrication d'appareils ménagers, emballage, et décoration.

Les alliages métalliques sont des systèmes mono ou polyphasés composés d'un métal de base auxquels est ajoutés d'autres éléments en faible quantités dans le but de modifier les propriétés du matériau de base.

Ainsi une grande variété d'alliages d'aluminium a été développée afin d'améliorer davantage leurs propriétés physique, mécaniques et électriques. Les différentes nuances des alliages d'aluminium sont réparties en séries. Chacune d'elles est basée sur un élément alliant principal, et donc possédant des propriétés quelques peu différentes des autres séries, ceci est schématisé dans le Tableau I.1.

Série	Principaux éléments d'alliage	Série	Principaux éléments d'alliage
1xxx	Aluminium pur à 99.99 %	5xxx	Mg
2xxx	Cu	6xxx	Mg, Si
3xxx	Mn	7xxx	Zn, Mg
4xxx	Si	8xxx	Li

Tableau I.1 : Désignation des alliages d'aluminium

I.2. Alliages aluminium– lithium

Les alliages aluminium- lithium peuvent remplacer les alliages traditionnels tel que les alliages aluminium-cuivre (séries 2000), aluminium-magnésium (séries 7000) utilisés en industries aéronautique et spatiale.

Les nouvelles recherches actuellement entreprises sur les alliages aluminium-lithium concernent la mise au point et l'étude des :

- alliages superplastiques tel que Al-Li-Cu.
- d'alliages plus performants concernant la soudabilité et la haute résistance mécanique à basse température: weldalite 049 (Al – 4,5 – 6,3 % C u – 1,3 % Li – 0,4 % Ag - 0,4% Mg – 0,14% Zr) .
- nouveaux alliages à plus forte teneur en lithium [4]

I.3. Développement :

L'utilisation de l'alliage aluminium- lithium dans l'industrie aéronautique a commencé en 1957 par la marine américaine qui a développé l'alliage aluminium-cuivre-lithium, devancé par les allemands qui en 1920 ont développé le scleron (Al-Zn-Cu-Li) [5]. Tandis qu'en grande Bretagne les études ont commencé au début des années 70 sur l'alliage Al-Li-Cu-Mg. Avant les années 80 des études ont été également menées sur l'alliage AL-Mg-Li par les russes.

En France, au début des années 80 l'étude a été entreprise sur l'alliage Al-Li-Cu. Etant donné la faible densité de l'alliage Al-Li, et la résistance à la corrosion atmosphérique, plusieurs compagnies ALCOA (aluminium corporation of america), ALCAN (aluminium compagny of canada), BALCOA (british alcan aluminium coopération) PICHINEY (France) s'intéressent à la production et au développement de cet alliage. Le développement des alliages d'aluminium-lithium mené sur plusieurs alliages commerciaux a nécessité l'addition d'éléments tels que le cuivre, le magnésium et le zirconium. Ces éléments sont essentiels à l'obtention des propriétés mécaniques désirées [6]. Gregson et ses collaborateurs décrivent les changements qui peuvent survenir à cause de la variation de la concentration de ces éléments sur les propriétés mécaniques [7.8].

La combinaison des éléments d'addition donne naissance à différentes nuances représentées dans le Tableau I.2.

nuances	Composition (en poids %) (balance Al)	Références
2090	2.4 -3.0 Cu, 1.9-2.6 Li, 0.25 Mg, 0.12Zr	9
2091	1.8-2.5Cu, 1.7-2.3 Li, 1.1-1.9 Mg, 0.10Zr	//
8090	2.2-2.7Li, 1.0-1.6 Cu, 0.6-1.3Mg, 0.12Zr	//
8091	2.4 -2.8 Li, 1.8-2.2 Cu, 0.5-1.2 Mg, 0.10 Zr	//
2095	5.55 Cu, 1.18 Li, 0.38Mg, 0.15 Zr, 0.4 Ag	10
2195	4.0 Cu, 1.41 Li, 0.35 Mg, 0.13 Zr, 0.4 Ag	11

Tableau I.2 : différent types d'alliages Al- Li

I.4. Le rôle des éléments d'addition

Le lithium est le troisième élément de la classification périodique de Mendeleiev ($Z=3$), et le plus léger de tous les métaux ($d = 0.53$). L'addition du lithium à l'aluminium donne une réduction importante au poids, 1% du lithium réduit la densité de 3% et augmente le module d'élasticité de 6%. Ceci est schématisé dans la Figure I.1 [2].

L'amélioration des propriétés mécaniques est principalement liée à l'addition du lithium. En effet, cette dernière réduit la densité et augmente le module de Young et la limite élastique [12]. Ce qui a conduit au développement des alliages aluminium-lithium.

La présence du lithium réduit la solubilité du cuivre et du magnésium dans la matrice [13].

L'addition du cuivre diminue la solubilité maximale du lithium dans l'aluminium pour toutes les températures [8].

Alors que celle du magnésium diminue la solubilité du lithium dans l'aluminium au dessous de 425 °C [14].

IL faut remarquer que la concentration du zirconium dans les alliages Al-Li est toujours faible. L'augmentation de la teneur en Zr au-dessus de 0.2 % est responsable d'une réduction majeure de la taille des grains qui influe sur la dureté [15].

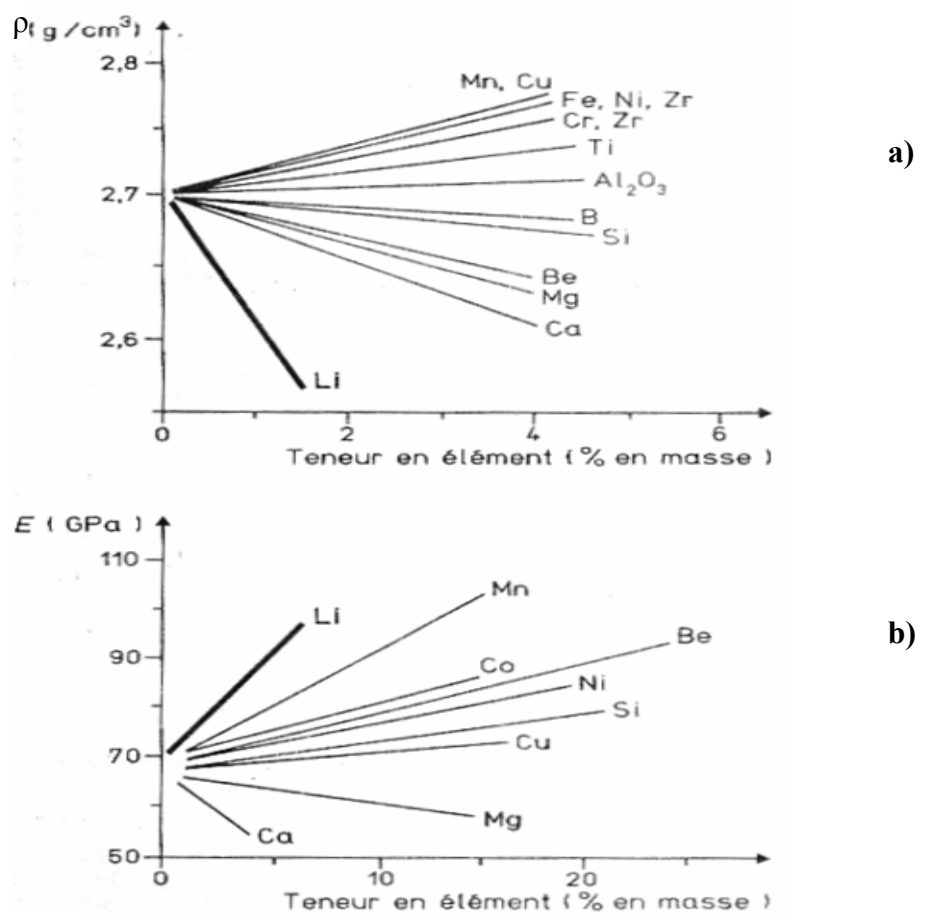


Figure I.1 : Influence des différents éléments d'addition sur
 a) la densité, b) le module de Young [2]

II. PRECIPITATION

II.1 Introduction

Tout système hors équilibre minimise son énergie par un réarrangement atomique qui s'effectue par diffusion des atomes et des défauts de structure pour atteindre un état d'équilibre stable ou métastable. La précipitation d'une solution solide sursaturée est une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases. Elle consiste en général en une décomposition de la solution sursaturée (la matrice mère) en deux nouvelles phases :

- la matrice appauvrie
- la phase précipitée

L'apparition de la nouvelle phase au sein d'une matrice sursaturée commence par la formation d'amas riches en atomes de soluté qui portent le nom de Zones de Guinier – Preston (G.P). Ces phases augmentent la dureté et la limite élastique du matériau [16], et provoquent une hétérogénéité structurale dans le métal [17]. La découverte de ces zones fut en 1938 par Guinier et Preston [18] qui montre l'existence de zones enrichies en atomes dissous, formant de petits domaines cohérents avec la matrice. Elles sont responsables du durcissement structural du matériau.

Leur formation se fait de façon homogène dans la matrice. Le mécanisme de formation de zones de GP a été largement étudié pour les alliages d'aluminium. Il a été établi que ces zones se forment à des températures suffisamment basses, et que les lacunes jouent un rôle prédominant dans leur formation. Les lacunes, en excès après trempe, permettent le regroupement des atomes du soluté. Cette étape correspond à ce que l'on appelle pré - précipitation puisqu'il n'y a pas formation de précipité. Après un certain temps, les zones de GP constituent donc des sites préférentiels pour l'apparition des premiers germes. Ces zones ont tendance à disparaître complètement pour laisser place à la précipitation des phases stables ou métastables ayant une morphologie et une structure bien déterminées [19].

II.2. Germination des précipités

II.2.1 Germination homogène

La germination se manifeste par l'apparition de germes due à la diffusion des atomes du soluté qui se regroupent afin de former une nouvelle phase [20].

Pour qu'il y ait germination homogène, il faudrait qu'un élément de petit volume de la phase mère soit structurellement, chimiquement et énergétiquement identique à n'importe quel autre élément de cette phase.

Le processus de germination homogène implique la formation d'une interface. Celui-ci s'accompagne d'une variation d'enthalpie libre donnée par l'expression :

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s + \Delta G_d \quad (1)$$

Où :

ΔG_v : La variation d'enthalpie libre volumique

ΔG_s : La variation d'enthalpie libre superficielle

ΔG_d : La variation d'enthalpie de déformation

Le terme ΔG_d est généralement négligeable en première approximation vu sa faible contribution au premier stade de la germination. A ce stade le germe est de très petite dimension. Les deux autres termes de variations d'enthalpie libre sont étroitement liés aux dimensions du germe.

Si on suppose que les germes ont une forme sphérique [15,21], de rayon r on a :

$$\Delta G_v = 4\pi r^3 / 3 (G_\beta - G_\alpha) \quad (2)$$

$$\Delta G_s = 4\pi r^2 \delta \quad (3)$$

Où G_β et G_α sont les enthalpies libres volumiques spécifiques des phases β et α respectivement et δ l'enthalpie libre superficielle spécifique à l'interface α / β .

Par substitution dans l'équation (1) on a alors :

$$\Delta G = 4\pi r^3 / 3 (G_\beta - G_\alpha) + 4\pi r^2 \delta \quad (4)$$

Elle englobe deux termes, l'un négatif ΔG_v et l'autre positif ΔG_s . Une valeur critique du rayon r_c du germe est déterminée par la condition suivante :

$$d\Delta G/dr = 4\pi r^2(G_\beta - G_\alpha) + 8\pi r\delta = 0 \quad (5)$$

$$r_c = -2\delta/(G_\beta - G_\alpha) \quad (6)$$

Toute croissance du germe de rayon r inférieure au rayon critique r_c ($r < r_c$) entraîne un accroissement de l'enthalpie libre de l'alliage, ce qui est impossible car $d\Delta G/dr > 0$.

Dans le cas où $r > r_c$, on a $d\Delta G/dr < 0$, toute croissance du germe de rayon supérieur à r_c entraîne une diminution de l'enthalpie libre de l'alliage; c'est-à-dire un accroissement de la stabilité du germe, ceci est schématisé dans la Figure I.2 [22].

La théorie de germination et croissance tient compte du fait qu'une barrière d'énergie doit être franchie afin que les embryons puissent se stabiliser. Cette barrière d'énergie résulte du compromis existant entre une énergie de volume qui stimule la germination et l'énergie de création de l'interface qui retarde celle-ci.

II.2.2 Germination hétérogène

Une transformation hétérogène au contraire, implique la présence de deux régions distinctes dont l'une est transformée et l'autre non. En effet, la germination s'opère de préférence, et en premier lieu, sur les hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation du germe en réduisant l'énergie superficielle et/ou l'énergie de déformation. Les sites de germination peuvent être des dislocations, des surfaces d'impuretés ou des joints de grains.

Dans le cas d'un joint de grain, l'enthalpie libre de formation d'un germe sur un joint de grain, ΔG_j , est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice, ΔG_m , par la relation :

$$\Delta G_j = \Delta G_m(2 - \cos\theta + \cos 3\theta) \quad [23] \quad (7)$$

Où θ est l'angle d'équilibre de tension superficielle, représenté schématiquement dans la Figures I.3 [22].

Les deux germes sont donc critiques pour une même valeur du rayon, mais l'enthalpie libre du germe critique est beaucoup plus faible dans le joint que dans la matrice. Cette différence entre les enthalpies libres de formation des embryons fait que la germination hétérogène démarre bien avant la germination homogène.

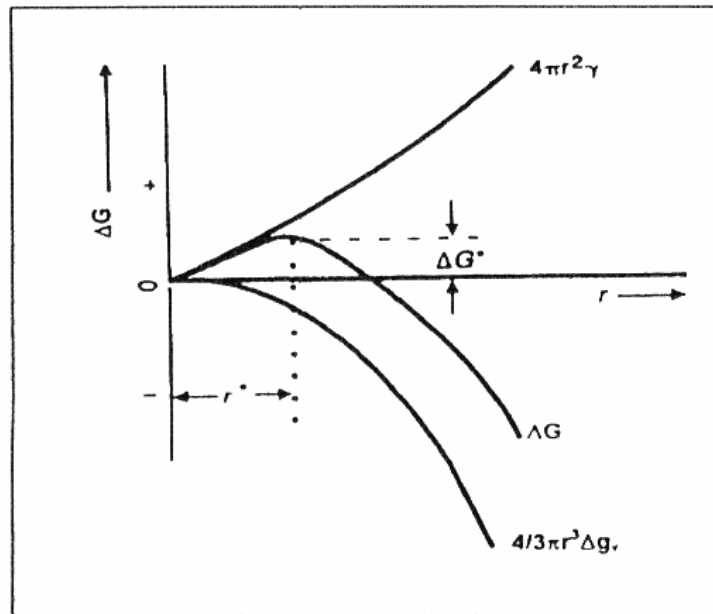


Figure I.2 : Variation de l'enthalpie libre de formation d'un germe sphérique ΔG en fonction du rayon r de ce germe [22].

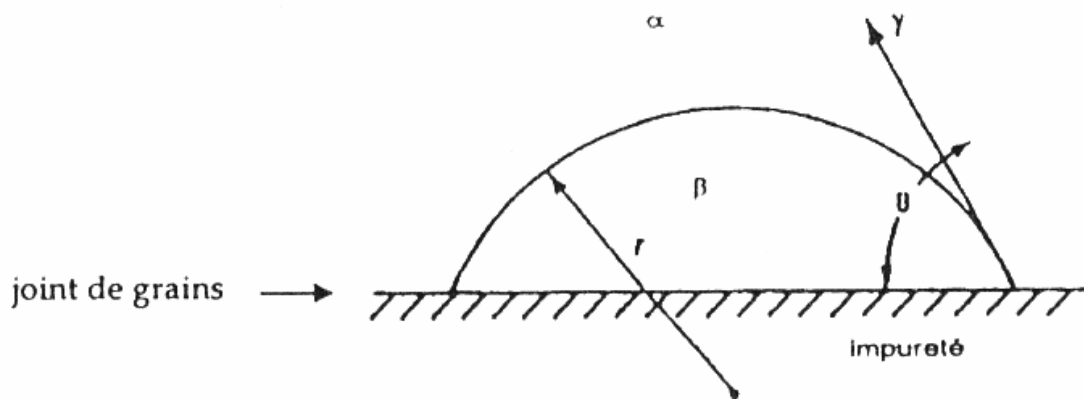


Figure I.3 : Germination sur un joint de grains [22].

II.3 Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction d'atomes ou de molécules au niveau de l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. La différence entre le réseau cristallin de la matrice et celui du précipité provoque un changement de volume qui a pour conséquence une déformation élastique dans l'une ou l'autre des deux phases. En plus elle fait apparaître une surface entre le précipité et la matrice, de telle sorte, que la différence entre les énergies de liaison atomique dans les deux milieux à cet endroit est appelée énergie d'interface. Ces deux termes énergétiques (énergie de déformation et énergie d'interface) jouent un rôle important sur les différents types d'interface existantes entre la phase mère et la précipité. D'après Hornbogen, il existe trois types de précipités représentés schématiquement dans la Figure I.4 [24].

II.3.1 Précipités cohérents

Ces précipités forment une interface cohérente avec la phase mère c'est-à-dire que le plan d'atomes constituant l'interface, indépendamment de la nature chimique de ces précipités, est commun aux deux phases, ceci est schématisée dans la Figure I.4.a. Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient identiques ou presque identiques. Puisque la précipitation est contrôlée par un processus de diffusion qui consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières ségrégations d'atomes de soluté sont généralement complètement cohérentes avec la matrice.

II.3.2 Précipités semi cohérents

Lorsque le germe atteint une dimension critique au delà de laquelle l'énergie de déformation devient plus importante que l'énergie inter faciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et fait ainsi perdre la continuité du réseau dans certains endroits de l'interface. Le précipité devient à ce moment semi – cohérent représenté schématiquement dans la Figure I.4.b.

II.3.3 Précipités incohérents

Ces précipités forment une interface avec la matrice à travers laquelle il n'existe aucune continuité du réseau cristallin. Au cours de la croissance du précipité les dislocations continuent leur introduction progressive jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au niveau de l'interface. Il se produit ainsi un changement brusque d'une structure à l'autre au niveau de cette interface représenté schématiquement dans la Figure I.4.c.

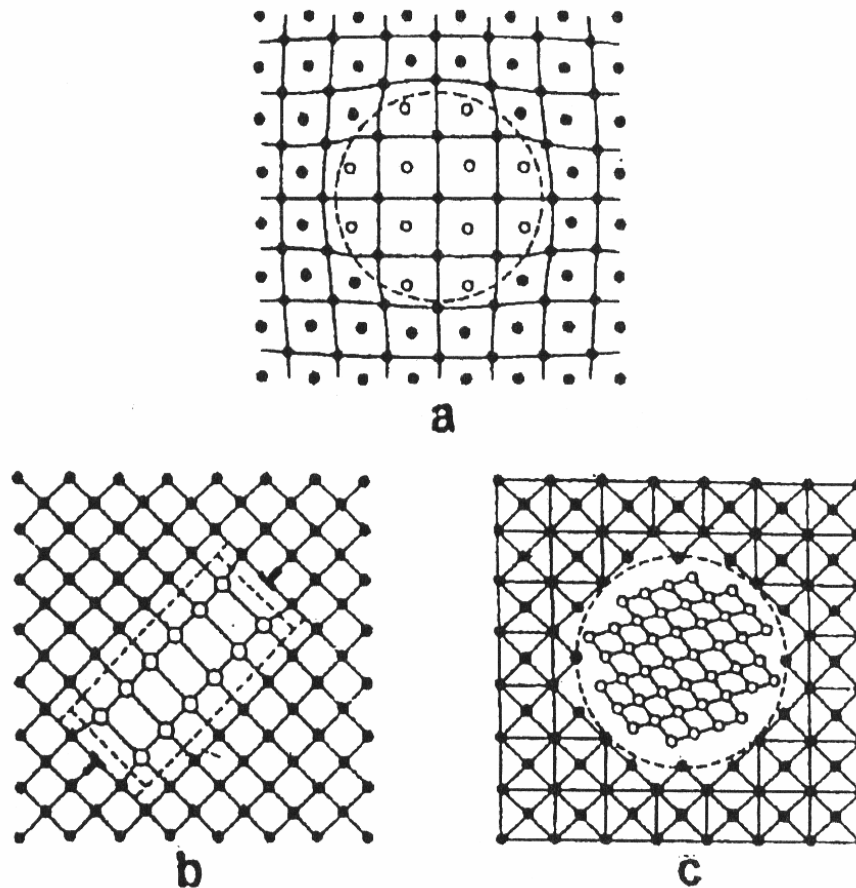


Figure I.4 : Représentation schématique des trois types de précipités [24].

- a- précipités cohérents
- b- précipités semi cohérents
- c- précipités incohérents

II.4 Coalescence des précipités

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent au dépend des plus petites particules car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces. La coalescence des précipités prend place quand la concentration des atomes du soluté est plus importante aux voisinages des particules fines par rapport à celle du volume adhérent aux grandes particules. Cette différence de concentration fait que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules.

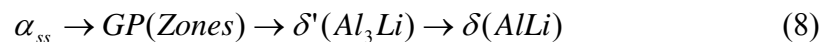
Les atomes du composant de base diffusent de la grande particule à la particule fine. Cette diffusion entraîne une sursaturation de la solution solide près de la seconde phase. Ce qui entraîne leur croissance [25].

II.5 Séquences de précipitation dans les alliages aluminium-lithium

Dans notre étude nous intéressons à l'alliage 8090 (Al-Li-Cu-Mg-Zr) qui est l'objet de plusieurs recherches. Le diagramme de phase de ce système n'est pas encore déterminé mais on le considère comme une combinaison du diagramme d'équilibre du binaire Al-Li et celui du système Al-Cu-Mg [26]. La séquence de la précipitation dans les alliages aluminium lithium dépend des éléments d'addition qui varie du système binaire jusqu'au quaternaire. Les travaux de Gregson et Flower [12] montrent cette variation de précipitation.

II.5.1 Le système binaire Al-Li

La précipitation dans le système binaire a été largement étudiée [26, 27]. La Figure I.5 montre le diagramme d'équilibre dans le système binaire Al-Li [12]. La réaction de précipitation est résumée dans l'équation suivante :



Précipitation de la phase δ'

La phase δ' est une phase sphérique cohérente avec la matrice. Elle est présente dès les premiers stades de la maturation après la trempe dans les alliages contenant plus de 1% de lithium en masse [28]. Sa distribution est homogène partout dans la matrice [27, 29]. On peut obtenir la formation de la phase δ' par une nucléation homogène et une croissance. La phase δ' prend place après la formation des zones G.P par la réaction (8).

Précipitation de la phase δ

La phase δ (AlLi) est une phase sphérique qui germe de façon hétérogène dans les joints de grains et les sous joints de grains, notamment ceux qui sont fortement désorientés ainsi que dans la matrice [30, 31, 32]. Elle germe aussi sur les phases δ' (Al_3Li) préexistant selon la réaction (8). La phase δ se présente sous forme de plaquettes de structure cubique non cohérentes avec la matrice [33, 34].

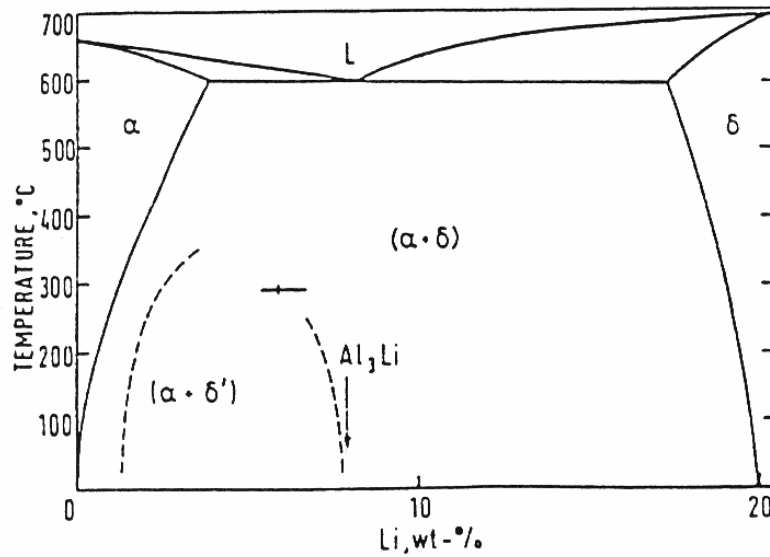
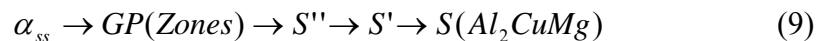


Figure I.5 : Diagramme d'équilibre Al-Li [12].

II.5.2 Les systèmes ternaires

a- Système (Al- Cu- Mg)

Dans ce système la séquence de précipitation est complexe, elle a fait l'objet de plusieurs études [35, 36]. La précipitation dépend de la proportion cuivre – magnésium [37]. Par exemple, la phase θ (Al_2Cu) précipite dans les alliages fortement alliés en cuivre, alors que la phase T (Al_6CuMg_4) se forme quand la teneur du magnésium est élevée. Si le cas ou le rapport en teneurs du cuivre – magnésium est inférieure a 1/3, il y a formation de la phase S (Al_2CuMg) qui précipite selon la réaction suivante :



La phase de transition S'' est présentée sous formes d'aiguilles orientées suivant les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice d'aluminium, c'est une phase de structure non entièrement établie mais cohérente avec la matrice [28]. La phase S' de structure orthorhombique précipite par germination homogène sous forme d'aiguilles suivant les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice d'aluminium. Elle peut précipiter par germination hétérogène sur les dislocations ou les sous joints. Elle se présente sous forme semblable aux bâtonnets dirigés vers les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice d'aluminium [37]. Des mesures cristallographiques de paramètre de maille montre que les deux phases S' et S ont la même structure orthorhombique avec une légère

différence au niveau des paramètres de maille [38]. La maille d'équilibre a les paramètres suivants ($a_s = 4.00$, $b_s = 9.23$, $c_s = 7.14$ Å).

b- Système (Al-Li-Cu)

Dans ce système, trois précipités ont été identifiés [7] tel que la phase T_1 (Al_2CuLi), T_2 (Al_6CuLi_3) et T_3 ($Al_{7.5}CuLi$). On note aussi la présence de θ' (Al_2Cu) et la phase δ' (Al_3Li) [8, 39].

c- système (Al-Li-Mg)

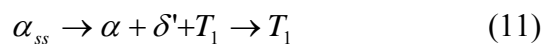
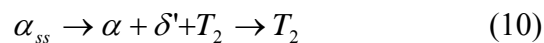
Les différentes phases d'équilibre présentes dans ce système sont la phase hétérogène Al_2MgLi , Al_3Mg_2 , et $Al_{12}Mg_{17}$ [7, 8, 39].

II.5.3 Le système quaternaire (AL-Li-Cu-Mg)

Dans ce système quaternaire la séquence de précipitation est compliquée car les phases d'équilibre dépendent de la concentration relative des éléments d'addition [12, 40].

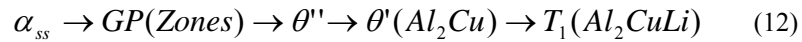
Le rapport en teneur de ces éléments mènent à la formation de différents précipités tels que δ' (Al_3Li), δ ($AlLi$), S (Al_2CuMg), T_1 (Al_2CuLi), T_2 ($Al_6Cu(Li, Mg)_3$). Le tableau I.3 montre les caractéristiques des différents précipités [41].

Pour les alliages ayant une teneur en lithium comprise entre 1.5% et 3% et rapport de teneur Cu / Mg compris entre 1 et 2 (en particulier les alliages 2091 et 8090) sont durcis par co-précipitation. La précipitation de T_1 et T_2 est donnés par les réactions suivantes :



La phase T_2 précipite dans la matrice dans les alliages contenant 1% en masse de magnésium [28]. Elle germe préférentiellement sur les joints de grains à fort angle d'orientation. Sa formation mène au développement de δ' dans les zone de G.P et proche des joints de grains. Elle est stable dans le domaine de température de 170 °C jusqu'à 520 °C [42]. 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 grains de faibles désorientations. Elle est plus importante dans le système ternaire

AL-Li-Cu. La phase T_1 est obtenue par la séquence de précipitation selon la réaction suivante :



Dans le système quaternaire contient une faible quantité de Zr, tel que l'alliage A (8090) (Al-Li-Cu-Mg-Zr). Les résultats qui parvient, deux phases peuvent co- précipités en plus de la phase δ' (Al_3Li) rencontrée dans l'alliage binaire Al-Li et la phase β' (Al_3Zr). Ces deux phases supplémentaires sont S (Al_2CuMg) et T_1 (Al_2CuLi), ceci est schématisé dans la Figure I.6 [12]. La précipitation de ces deux dernières phases est directement liée aux concentrations relatives des trois éléments Li, Cu, et Mg. Quand la teneur en magnésium augmente par rapport au cuivre comme dans le cas de l'alliage 2090 (Al-2 Li-2.2Cu-1.5 Mg-0.5 Zr) on a seulement la précipitation de la phase S [43].

En général, des quantités de magnésium supérieures ou égales à 0.5 % en poids sont nécessaires pour assurer une présence dominante de la phase S dans les alliages contenant jusqu'à 2.7 % Li et 1.4 % Cu [44].

Phases	Composition stoechiométrique	structure	cohérence	plan de cohérence	morphologie	température de fusion
δ	AlLi	cubique	semi-cohérente	-	circulaire	$\approx 550^\circ\text{C}$
δ'	Al ₃ Li	cubique	cohérente	(111)	circulaire	-
θ	Al ₂ Cu	tétragonal	incohérente	-	circulaire	-
T ₁	Al ₂ CuLi	hexagonal	semi-cohérente	(111)	plaquettes	520°C
S	Al ₂ CuMg	orthorhombique	incohérente	-	aléatoires	-
β'	Al ₃ Zr	cubique	cohérente	(100)	circulaire	$\approx 660^\circ\text{C}$

Tableau I.3 : caractéristiques des différents précipités dans les alliages Al-Li [41].

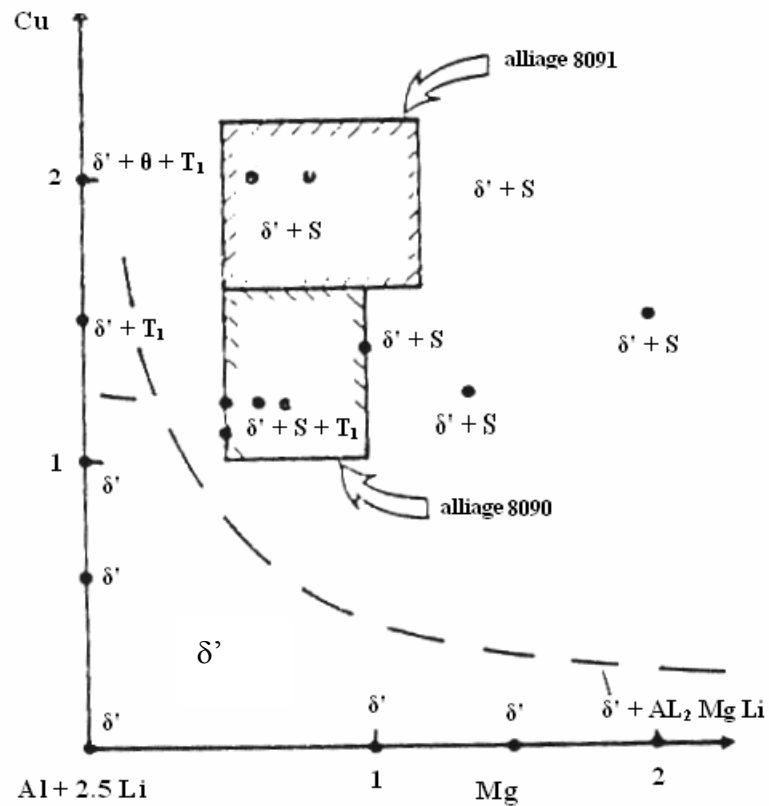


Figure I.6 : Précipitation dans l'alliage 8090 et l'alliage 8091 [12].

III. RECRISTALLISATION

III.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage suivi de refroidissement qui ont pour but de modifier les propriétés mécaniques du matériau afin de l'adapter à une utilisation précise. Dans tous les cas, Ils modifient les structures dont dépendent les propriétés des matériaux. Il est important de noter que les traitements thermiques ne peuvent être dissociés des traitements mécaniques subis par les métaux et alliages notamment lors des opérations de mise en forme. C'est la raison pour laquelle on parle souvent de traitements thermomécaniques. On peut diviser les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium en trois types : traitements d'homogénéisations, traitements de durcissement structural et traitements d'adoucissement.

Les traitements d'adoucissement sont généralement effectués aux alliages écrouis, ont pour but d'adoucir l'alliage par traitement de restauration (le réarrangement des dislocations dans l'alliage) ou recuit.

III.1.1 Recuit

C'est un traitement thermique qui a pour but de ramener l'alliage à une structure d'équilibre. Il comprend trois étapes [45] :

- Un chauffage à une certaine température dite de recuit.
- Un maintien de durée variable à cette température.
- Un refroidissement à l'eau appelé trempe, et un refroidissement lent qui peut se faire à l'air ou dans le four éteint.

On distingue plusieurs types de recuit :

a- Recuit d'homogénéisation

Ce recuit s'applique aux aciers bruts de coulée. Il a pour but d'éliminer les hétérogénéités chimiques de l'austénite en carbone et en autres éléments.

b- Recuit de régénération

Il a pour but de réduire le diamètre des grains d'un acier ayant subi une surchauffe au cours du moulage ou d'un recuit d'homogénéisation. Certains éléments comme Mn, P et Si laissent grossir le grain, l'addition de l'aluminium limite la grosseur du grain austénitique qui est par refroidissement conduit à une structure ferritique fine.

c- Recuit complet

Ce traitement s'effectue sur des pièces qui ont subi des traitements thermiques et mécaniques variées, afin de faciliter leur usinage ou la déformation à froid.

d- Recuit de détente (stabilisation)

Il a pour but de relâcher plus ou moins complètement les contraintes propres dues à la solidification et aux traitements thermomécaniques.

e- Recuit de recristallisation

Ce traitement thermique généralement s'effectue sur un matériau écroui. Ceci introduit l'apparition d'un agrégat de cristallites désorientés les uns par rapport aux autres et de tailles variées. On note la présence d'une forte densité de défauts (dislocation) dans le matériau déformé. Le recuit de recristallisation a pour but un nouvel réarrangement de ces cristallites avec l'augmentation de leur désorientation. Dans ce recuit on distingue trois stades successifs : restauration, recristallisation primaire et croissance des grains.

III.2 Introduction à la recristallisation

À l'état écroui, l'alliage se trouve dans un état thermodynamiquement instable. Le retour à l'équilibre ne peut s'effectuer que si l'on élève la température. L'alliage peut alors diminuer son énergie libre par réduction du nombre de défauts ou par leur réarrangement. Ceci se produit par l'ensemble des phénomènes structuraux à des températures inférieures au point de fusion :

- annihilation de défauts ponctuels
- annihilation de dislocations de signes opposés et la formation des boucles de dislocation.
- réarrangement des dislocations en configurations plus stables énergétiquement.
- absorption des boucles de dislocations par les joints de grains en mouvement.
- réduction de la surface totale des joints de grains.

Ces divers processus sont rassemblés sous les termes «restauration» et «recristallisation» [46, 47, 48].

Dans tous les cas l'élévation de température provoque un retour aux propriétés et à la structure d'un état plus stable, il s'agit donc d'une restauration au sens strict de ce mot.

Cependant, les trois premiers processus correspondent à la restauration et les deux derniers à la recristallisation. Si le troisième processus contribue à la formation des joints à forte désorientation on le considère comme le premier stade de la recristallisation.

III. 3 Restauration

La restauration se produit dans le matériau écroui, et rassemble tous les phénomènes qui ne mettent pas en jeu le mouvement de joint de grains de forte désorientation. La restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal, elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations. Au cours de cette étape, il n'y a pas création de nouveaux grains, mais seulement réduction du nombre de défauts atomiques, lacunes et dislocations et réarrangement de ceux-ci en nouvelles configuration plus stables [49, 47]. Avec le chauffage, l'excès de dislocations va s'arranger dans une configuration de faible énergie, en rangées régulières ou en joints de grains à faible angle. De telles structures ont été observées pour la première fois par Cahn [47], ce mécanisme est appelé polygonisation.

La restauration n'est pas un processus microstructural unique c'est une série de micromécanismes schématisés sur la Figure I.7 [50]. Cette dernière se déroule en trois étapes : annihilation de dislocations, formation et croissance de sous grains. Cette croissance se fait soit par migration ou par coalescence de sous grains. Elle est influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de faute d'empilement, les éléments en solution solide et précipités).

La restauration est d'autant plus rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée (augmente avec la déformation).

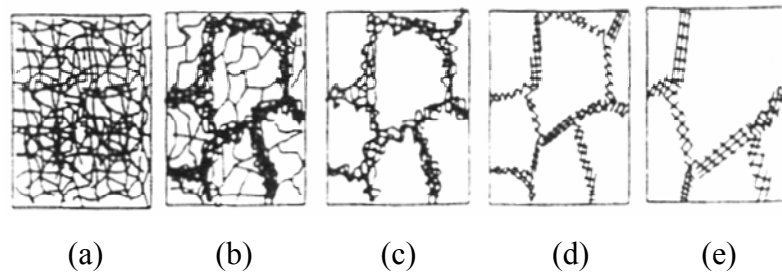


Figure I.7 : différents stades de restauration d'un matériau déformé plastiquement [50].

- (a) :** enchevêtrement de dislocation, **(b) :** formation de cellules
- (c) :** annihilation des dislocations dans les cellules
- (d) :** formation des sous grains, **(e) :** croissance de sous grains.

III.4 La Recristallisation

La recristallisation se caractérise par le développement de nouveaux grains aux dépens des grains écrouis. Elle a pour but de remplacer la structure écrouie par une nouvelle structure à grains reformés d'orientation tout à fait différentes c'est-à-dire que certaines orientations sont renforcées. La recristallisation d'un métal écrouie comprend généralement deux stades: la germination et la croissance de ces germes. L'énergie motrice de cette transformation structurale est l'énergie d'écrouissage [49, 51]. [52] La recristallisation peut se subdiviser en:

- Recristallisation primaire (germination et croissance de germes).
- Croissance de grains : c'est la continuation du processus de croissance lorsque tout le métal écroui a disparu, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains.
- Croissance exagérée (encore appelée recristallisation secondaire) : seul un petit nombre de grains croissent aux dépens des autres (déjà recristallisés).

III.5. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est caractérisée par le développement de nouveaux grains qui se forment par germination et croissance au dépend de la matrice. Au cours du recuit de recristallisation des germes apparaissent par la formation de région de petits volumes exempts de défauts susceptibles de croître dans la matrice séparés par des joints à grands angles. Des sites de germination sont prédéterminés par la déformation dans les régions les plus écrouies de la matrice telles que les joints de grains et les enchevêtrements de dislocations, ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase.

La recristallisation à partir de ces sites de germination a été observée dans divers métaux C.F.C tels que l'aluminium [53].

Les germes d'orientation différente de la matrice mère qui auront atteint une taille critique, croissent en se nourrissant de celle-ci (sous l'effet de l'énergie élastique libérée par l'annihilation des dislocations de la matrice voisine) avec des formes plus ou moins régulières dues à une anisotropie de leur vitesse de croissance. La cinétique de développement des germes contrôlée par la migration des joints de grains de forte désorientation. Quand ces nouveaux grains arrivent au contact les uns des autres la recristallisation primaire est achevée.

III. 5.1 Les lois de la recristallisation primaire

Les lois de la recristallisation primaire peuvent être résumées comme suit :

- La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique.

- Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée :

La température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné.

- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation)

- Plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.

- Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.

- À une température donnée (au cours d'un recuit isotherme), la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croît et passe par une valeur maximale; d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation primaire qui commence par une «période d'incubation» avant que la recristallisation ne soit détectée, ce stade est suivi par une vitesse croissante de la recristallisation représenté schématiquement dans la Figure I.8 [47].

- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

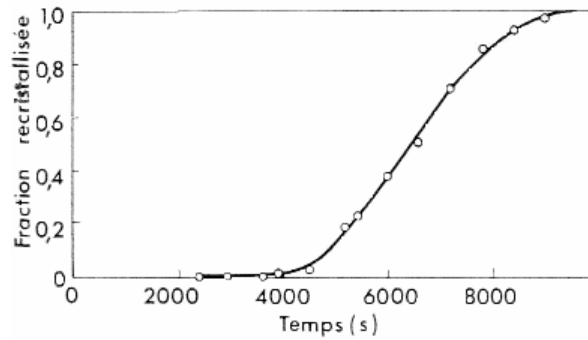


Figure I.8 : Cinétiques de recristallisation de l'aluminium à 350 °C après une déformation de traction de 5% [47].

III.6. Croissance de grains :

Après recristallisation primaire le métal est constitué de grains de taille et de forme très diverses. Il n'est pas dans son état le plus stable. Lorsqu'on poursuit le recuit, la continuation du processus de croissance, conduit à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains.

Le recuit à une température bien supérieure à la température de recristallisation primaire provoque la croissance que d'un petit nombre de grains aux dépens des autres grains. La recristallisation secondaire n'exige pas de nouvelle germination. Ce sont certains grains de recristallisation primaire ayant une certaine taille critique croissent en dévorant tous les grains de faible taille.

III.7 Facteurs influant la recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres :

a- Le taux de déformation

Le taux de déformation affecte la vitesse de recristallisation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre des germes effectifs. Humphreys et Hatherly [50] ont montré que les sites de germination pouvaient être fonction du taux de déformation.

Au-dessous d'une déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au-dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale.

L'effet du taux de déformation par traction sur la cinétique de recristallisation d'aluminium est représenté schématiquement sur la Figure I.9 [47].

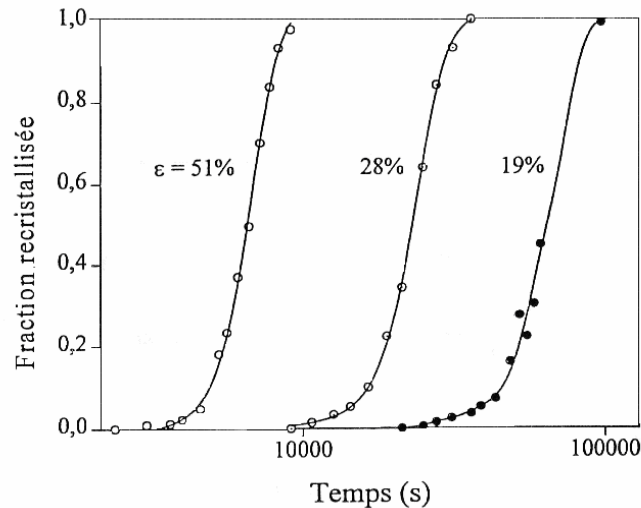


Figure I.9 : Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de l'aluminium recuit à 300°C [47].

b- Impuretés

L'effet habituel des solutés est de retarder la recristallisation [54]. L'effet quantitatif d'un soluté sur la recristallisation dépend de la nature du couple solvant/soluté. Les impuretés augmentent la valeur de la température de recristallisation [55]. Le fer dans l'aluminium constitue un bon exemple de soluté très actif sur la recristallisation, de faibles additions de fer en solution solide dans l'aluminium de haute pureté peuvent augmenter la température de recristallisation de plus de 100° [56]. La majorité des travaux expérimentaux suggère que l'influence principale des solutés s'exerce sur la mobilité des joints de grains et donc sur la vitesse de croissance des grains en cours de recristallisation [52].

c- Orientation des grains par rapport à la matrice

Dans le cas des matériaux C.F.C [57] il a été observé une croissance préférentielle de germes présentant une désorientation de 38° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ et 28° autour de $\langle 001 \rangle$. Dans le cas des matériaux C.C les joints ont des désorientations spécifiques autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ [58].

d- Paramètres du recuit

- La température du recuit :

Elle influe sur la cinétique de recristallisation. L'augmentation de la température provoque la diminution de la période d'incubation représentée schématiquement dans la Figure I.10 [59].

- Vitesse de chauffage :

La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration. De nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage sur la recristallisation des alliages. Ils ont montré qu'une vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et donc aboutit à une taille de grains plus petite dans les alliages aluminium-lithium [60]. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et des particules de phase secondaire dans le retard à la restauration.

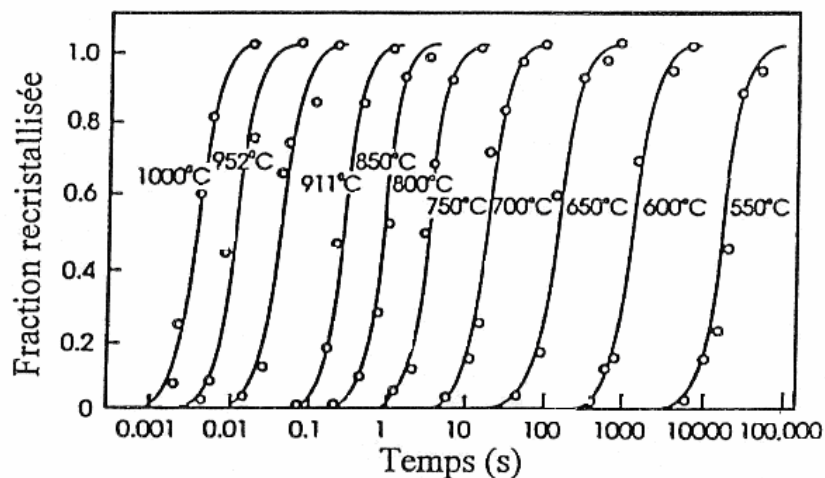


Figure I.10 : Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3.5%Si déformé à 60 % [59].

II.1. Matériau étudié

Le matériau étudié appartient à la nuance 8090, sa composition chimique en pourcentage massique (% en poids) est 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.

Dans cette étude, nous avons considéré deux séries des échantillons :

- ♦ La série A concerne les échantillons ayant subi un traitement thermomécanique de recristallisation statique représenté très schématiquement sur la Figure II.1.

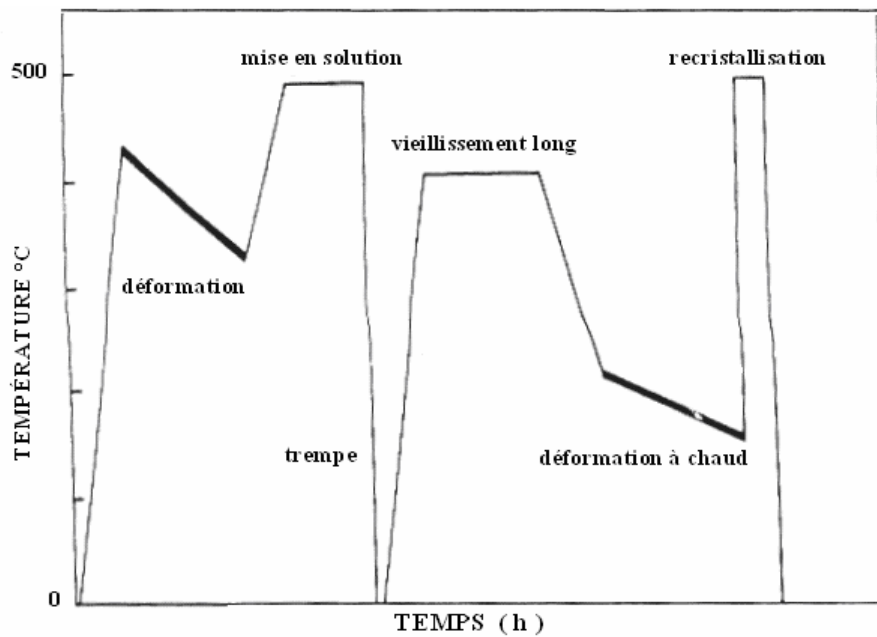


Figure II.1 : Illustrations des différents traitements thermomécaniques des échantillons de la série A.

♦ La série B concerne les échantillons obtenus suite à un traitement thermomécanique dans le but de développer une recristallisation schématiser sur la Figure II. 2.

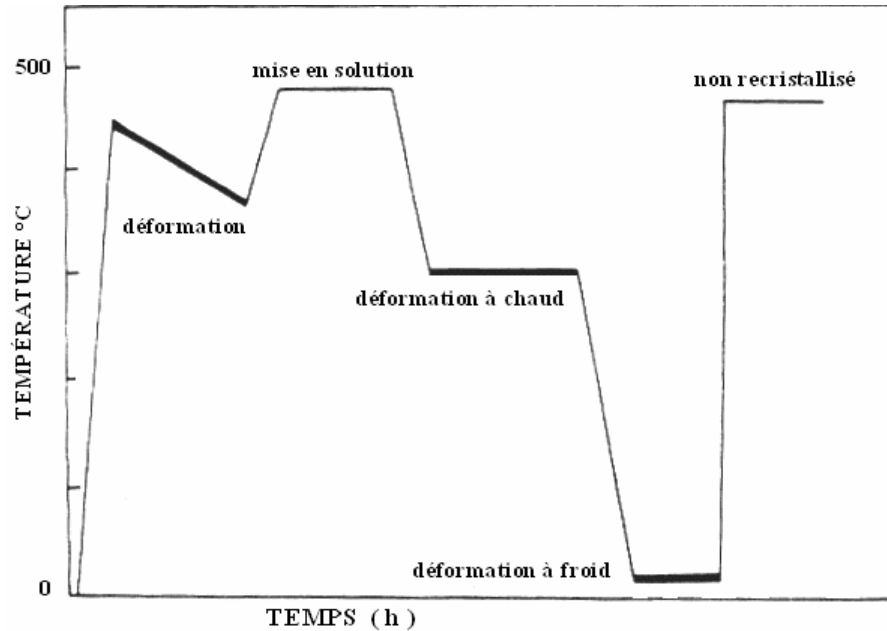


Figure II.2 : Illustrations des différents traitements thermomécaniques des échantillons de la série B.

Les échantillons des deux séries A et B ont subi un vieillissement naturel à température ambiante pendant 1314.10^2 heures (15 années), avant ou après traitement thermique effectués. Ceux qui ont été traité après le vieillissement concerne les échantillons de la série A ainsi que ceux de la série B que nous avons nommé B₁. Alors que les échantillons appelés B₂ de la série B ont subi au préalable un traitement thermique.

Les échantillons sont fournis sous forme de tôle d'épaisseur 2mm pour la série A et 3mm pour la série B.

II.1.1. Traitements thermiques appliqués

Les traitements thermiques de tous les échantillons des deux séries (A,B) ont été effectués dans un four du type (NABERTHERM), pour un intervalle de température entre 300°C et 500°C pendant 30 et 60 minutes respectivement, voir Tableau II.2 . L'échantillon 1 concerne l'état brut.

<i>Echantillons</i>	2	3	4	5	6	7
<i>Températures du recuit (°C)</i>	300	300	400	400	500	500
<i>Temps du recuit (minutes)</i>	30	60	30	60	30	60

Tableau II.2 : Températures et temps de recuit appliqués.

II.1.2 Préparation des échantillons

Pour les observations métallographiques et analyses chimiques, les échantillons ont subi un polissage mécanique sur papiers abrasifs de granulométrie croissante de 400 à 1200 suivi d'un polissage de finition à la pâte diamantée de granulométrie 6,3 et 1/4 μ m. Les échantillons sont attaqués par le réactif de Keller de composition chimique :

- Acide fluorhydrique (HF): 30%
- Acide nitrique (HNO₃) : 1.5%
- Eau distillée (H₂O) : 67.5%
- Acide chlorhydrique (HCL) : 1%

II.2 Techniques expérimentales utilisées

II.2.1. Diffraction des rayons X (DRX)

L'arrangement des atomes dans un réseau cristallin est périodique. La distance entre les plans atomiques d'une même famille de plans (hkl) est la distance inter réticulaire. Lorsque une espèce cristalline est irradiée par un rayonnement X de longueur d'onde λ incliné d'un angle θ , le rayonnement diffracté doit vérifier la relation de bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (1)$$

La diffraction des rayons X permet l'analyse qualitative et quantitative de la matière condensée.

La connaissance des positions et la variation de l'intensité des pics permettent l'identification des phases présentes et les textures cristallographiques.

Pour ce travail, un diffractomètre (Siemens D8 Advance) a été utilisé. Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés en utilisant une anticathode en cuivre, la longueur d'onde considérée est 1.54060 \AA .

II.2.2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Tout matériau soumis à un programme thermique subit des transformations qui absorbent ou dégagent de l'énergie. Autrement dit, toute transformation est liée à une variation d'enthalpie que l'on mesure par calorimétrie. L'analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) permet de suivre les évolutions au sein du matériau au cours du temps, dans 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 c'est-à-dire la différence de puissance électrique fournie pour maintenir la même température entre l'étalon et l'échantillon. Cette méthode permet la détection de très faibles chaleurs de réaction.

La formation d'une phase est due à un effet exothermique d'où l'appareil de l'analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) enregistre un pic au-dessus de la ligne de base et pour une dissolution d'une phase elle enregistre un pic endothermique situé au-dessous de la ligne de base.

Le logiciel associé à l'appareillage fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme :

$$\Delta H = \int C_p dt \quad (2)$$

ΔH : la variation de l'enthalpie libre de formation

C_p : la capacité calorifique à pression constante

Dans notre étude nous avons utilisé un analyseur SETARAM DSC 92 équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur. L'étalon en aluminium présente une forme cylindrique standard de 5mm de hauteur et 6 mm de diamètre. Les échantillons analysés de forme parallélépipédiques ont une masse d'environ de 150 mg pour les échantillons de la série A et 220 mg pour les échantillons de la série B1.

♦ L'ensemble des échantillons analysés ont subi un chauffage à partir de 30°C avec une vitesse choisie égale à 5°C/mn pour un maintien de 5 minutes à la température finale. Cette température est fixée au préalable pour chaque échantillon. Ceci est représenté dans le tableau II.3.

<i>Echantillons de la série A et B₁</i>	état brut	2 et 3	4 et 5	6 et 7
<i>Température finale du chauffage (°C)</i>	500	300	400	500

Tableau II.3 : Température final du chauffage des échantillons de la série A et B₁.

II.2.3. Microscope optique

L'observation ainsi que l'étude de l'évolution structurale des échantillons, a été effectuée à l'aide d'un microscope optique à grand champ 1000 du type (ZEISS) équipé d'une caméra photographique.

II.2.4. Microscope électronique à balayage (M.E.B)

Le MEB (TESCAN) est utilisé principalement pour analyser la topographie de la surface d'un matériau étudié.

Par rapport au microscope optique, le MEB est caractérisé surtout par sa résolution élevée et sa profondeur de champ importante.

Le Microscope Electronique à Balayage (M.E.B) est équipé du système EDX (Energie dispersive X) permettant de faire une étude qualitative et quantitative des différentes phases intermétalliques observées.

II.2.5. Mesure de la microdureté

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. Parmi les méthodes utilisées pour mesurer la microdureté, nous avons utilisé la méthode Vickers. La mesure de microdureté 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. On mesure la diagonale d de l'empreinte laissée par cette pyramide après suppression de la charge.

Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté H ($H=F/S$).

$$\text{D'où } H_v = 1854.4 \text{ (m/d}^2\text{)} \quad (3)$$

Dans notre cas les mesures de microdureté ont été effectuées sur microdumètre de type (LEITZ WETZLAR) à pénétration Vickers, une moyenne de cinq mesures a été effectuée lors de chaque essai avec une charge de 120 g.

III.1 Diffraction des rayons X

III.1.1 Echantillons de la série A

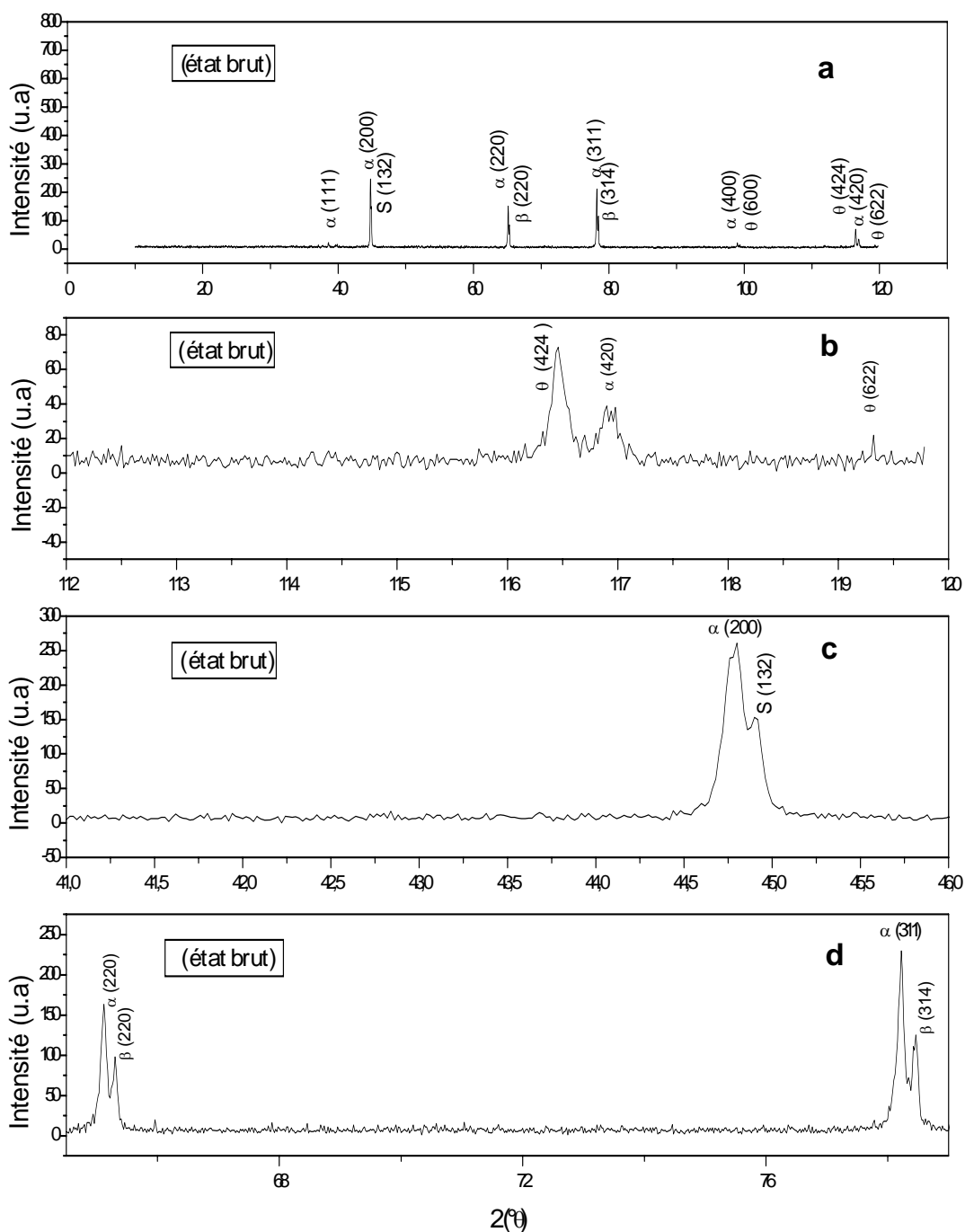
Les diagrammes de diffraction de rayons X (DRX) des échantillons de la série A sont représentés dans les Figures III.1, III.2 et III.3. La Figure III.1 représente le spectre de diffraction de l'échantillon à l'état initial. Les pics identifiés correspondent à ceux de la matrice d'aluminium appelé α . Il faut remarquer qu'il y a trois orientations possédant relativement la même proportion des grains présentant en position de diffraction des familles des plans (200) (220) et (311). La présence des pics supplémentaires qui ont été identifiés à ceux des phases suivantes : S (Al_2CuMg), β (Al_3Zr), θ (Al_2Cu). Ceci est bien illustré dans les Figures III.1a, b, c, d. En effet les zones présentant un dédoublement des pics ont été élargies. Montrons un pic correspond à celui de la matrice alors que l'autre celui de la phase en présence.

La Figure III.2 représente les diagrammes de diffraction des rayons X obtenus pour les échantillons de la série A ayant subits différents traitements thermiques pendant 30 minutes. L'intensité des orientations (200) et (311) augmente pour 300°C, alors qu'elle est plus élevée à 500°C. La position des pics est identique à celle obtenue dans l'état initial avec une différence de l'intensité qui croit ou disparaît totalement.

Il faut signaler la présence des mêmes phases que l'état initial à savoir S (Al_2CuMg), β (Al_3Zr), θ (Al_2Cu). La présence de la phase θ (Al_2Cu) est moins importante par rapport aux phases S (Al_2CuMg) et β (Al_3Zr) pour l'ensemble des échantillons de la série A. Elle tend à disparaître au fur et à mesure que la température du recuit augmente; ce qui est observé à 500°C ou il a été relevé la présence d'un seul pic d'orientation (424).

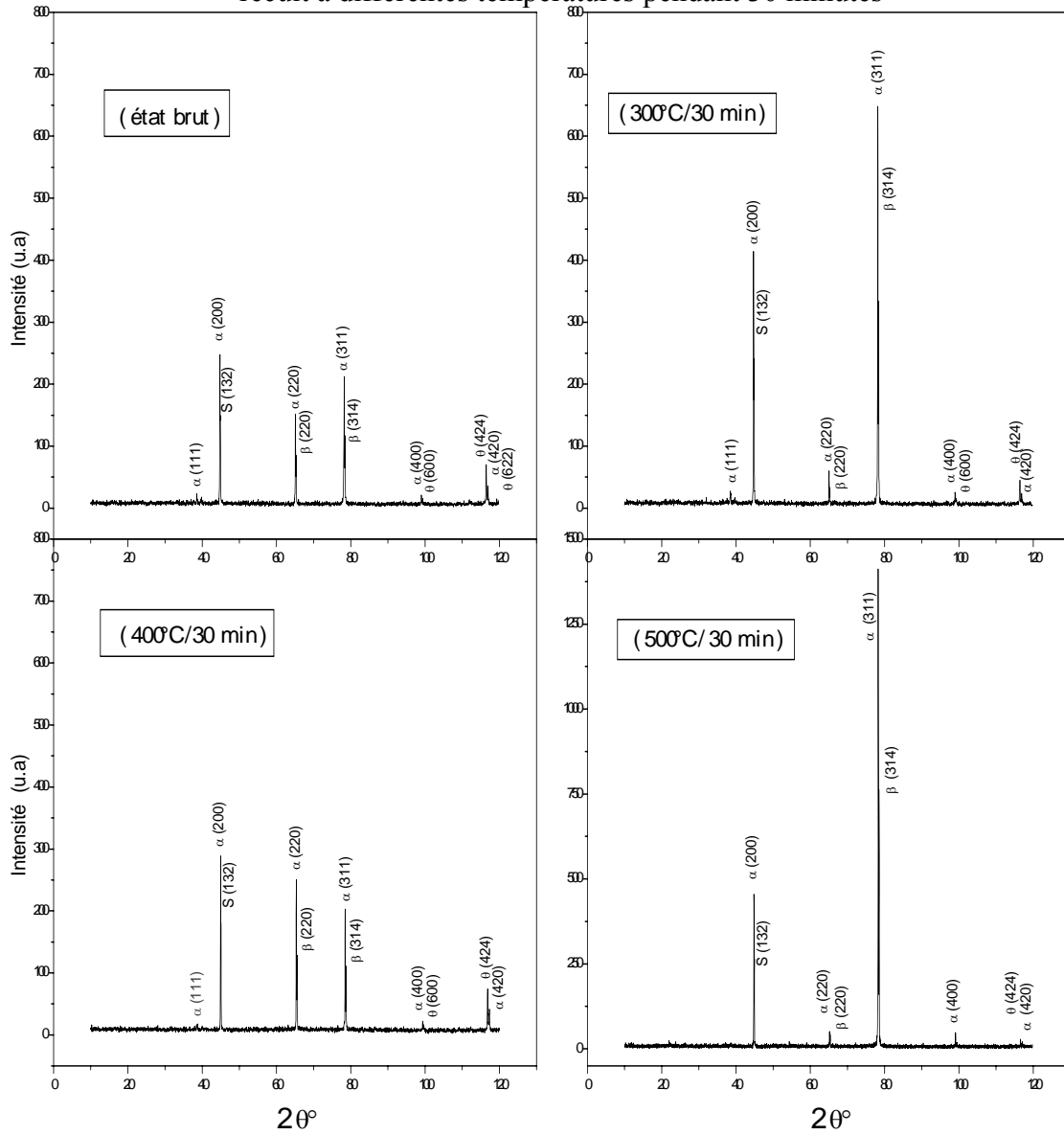
Il faut noté que l'intensité des pics de la matrice α varie avec celle des pics des phases S (Al_2CuMg) et β (Al_3Zr) présentes. Il serait possible que l'orientation (311) et (200) de la matrice α fournit les orientations (314) de la phase β (Al_3Zr) et (132) de la phase S (Al_2CuMg) respectivement. La diminution de la proportion des grains ayant l'orientation (220) entraîne une faible intensité de la phase β (Al_3Zr) d'orientation (220). Ce qui peut favoriser l'orientation α (311) et β (314) observé à 300°C et 500°C.

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons de la même série A recuit à différentes températures pendant 60 minutes représentés dans la figure III.3, présente les même changements de texture avec une légère diminution des intensités des pics de la matrice α (200) et α (311) à 300°C et 500°C. Par contre à 400°C l'intensité de ces pics augmente légèrement.



Figures III.1 Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon 1 de la série A
a) (état brut)
b) zoom sur les plans θ (424) et θ (622) et α (420)
c) zoom sur les plans α (420)
d) zoom sur les plans α (220) et α (311) et β (220) et β (314)

Figure III.2 : Spectres de diffraction des rayons X des échantillons de la série A recuit à différentes températures pendant 30 minutes



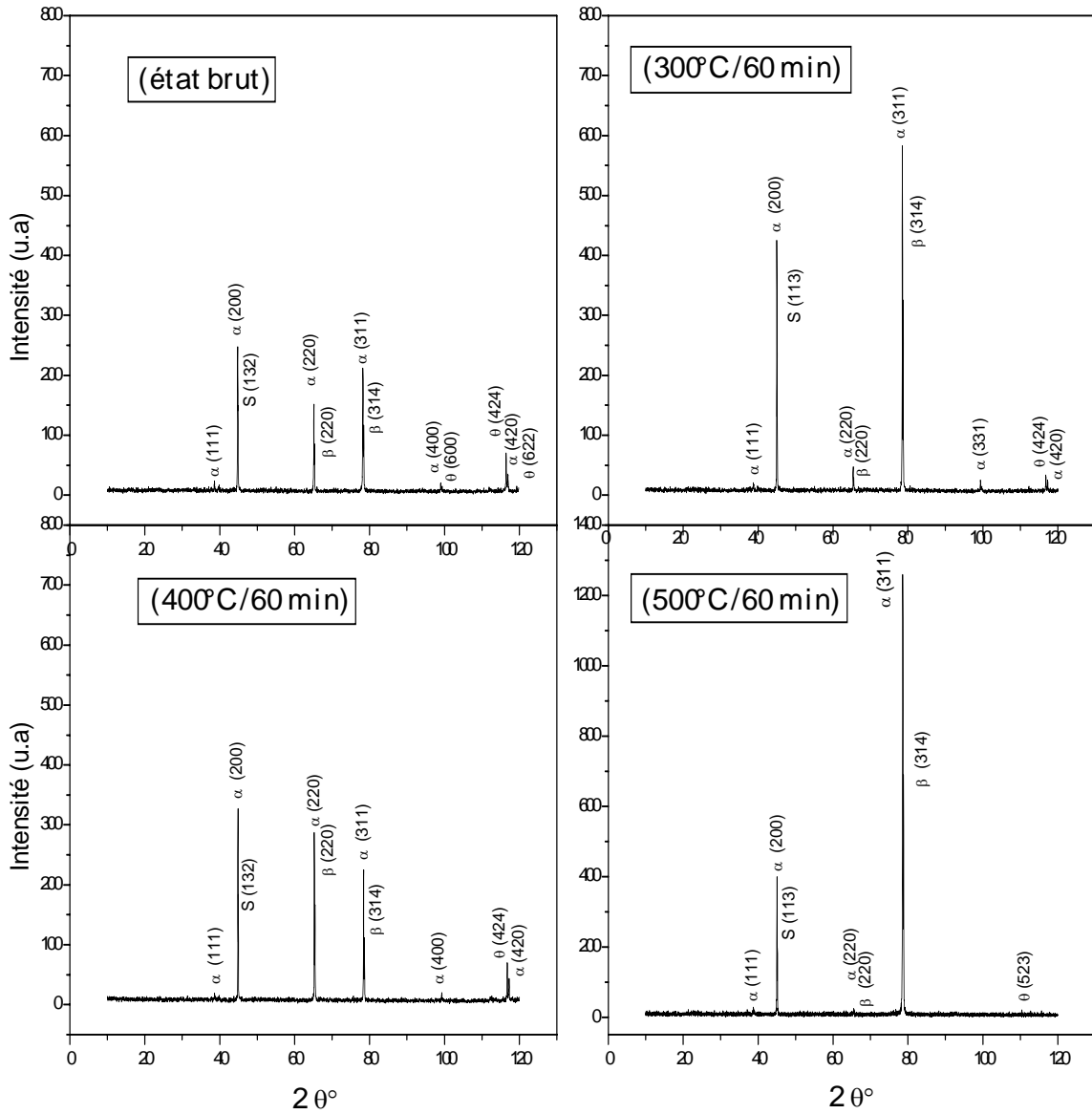


Figure III.3 : Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de la série A recuit à différentes température pendant 60 minutes.

III.1.2 Echantillons de la série B₁

Les diagrammes de diffraction de rayons X des échantillons de la série B₁ recuit pendant 30 minutes et 60 minutes sont représentés dans les Figures III.4 et III.5 respectivement. Il est clair que cette série d'échantillons subit les mêmes traitements thermiques que les échantillons de la série A. Seulement ces échantillons ont été traités thermomécaniquement en vue de développer une recristallisation.

Il a été remarqué que la texture et son évolution est différente par rapport à celle observée dans les échantillons de la série A.

Le diagramme de diffraction de rayons X de l'état initial présente trois pics d'orientations différentes. Il s'agit de α (200) et α (220) et α (420). Le pic ayant la plus grande intensité correspond à α (220).

Il y a également d'autres pics additionnels que nous avons identifié au ceux des phases S (Al₂CuMg), β (Al₃Zr), θ (Al₂Cu) et T₁ (Al₂CuLi).

La texture semble être relativement identique pour les échantillons recuits à 300°C et 400°C, avec une baisse dans l'intensité de pic α (220).

Il a été relevé une texture plus prononcée vers une orientation préférentielle α (311) semblable à celle observée dans les spectres de diffractions des rayons X des échantillons de la série A à 500°C pour les deux temps de recuit effectué.

Les diagrammes des rayons X des échantillons de la série B₁ recuit pendant 60 minutes représenté dans la Figure III.5, montre une autre texture avec la présence de deux orientations α (311) et α (200). L'intensité de ces deux pics augmente avec l'augmentation de la température. Le pic concerne l'orientation α (311) privilégié pour les différentes températures de recuit.

Il faut noté la présence des phases S (Al₂CuMg), β (Al₃Zr), θ (Al₂Cu). La faible intensité de pic de la phase S d'orientation (022) fait que ce dernier ne figure pas dans les spectres des échantillons 6 (500°C/30min) et 7 (5000C/60min). La disparition des pics Dans le spectre de diffraction de l'échantillon 3 (300°C/60min) correspondent à la phase β (220) ainsi que la phase θ (424). Il faut remarqué la présence de T₁ (Al₂CuLi) à 300°C pour les deux temps de recuit.

Il a été observé la disparition des pics de la matrice α (220) et de la phase β (220) dans le spectre de l'échantillon 7.

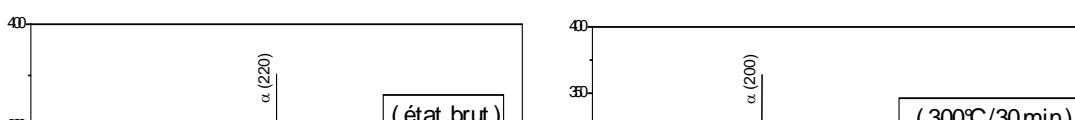


Figure III.4 : Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de la série B₁ recuit à différentes températures pendant 30minutes.

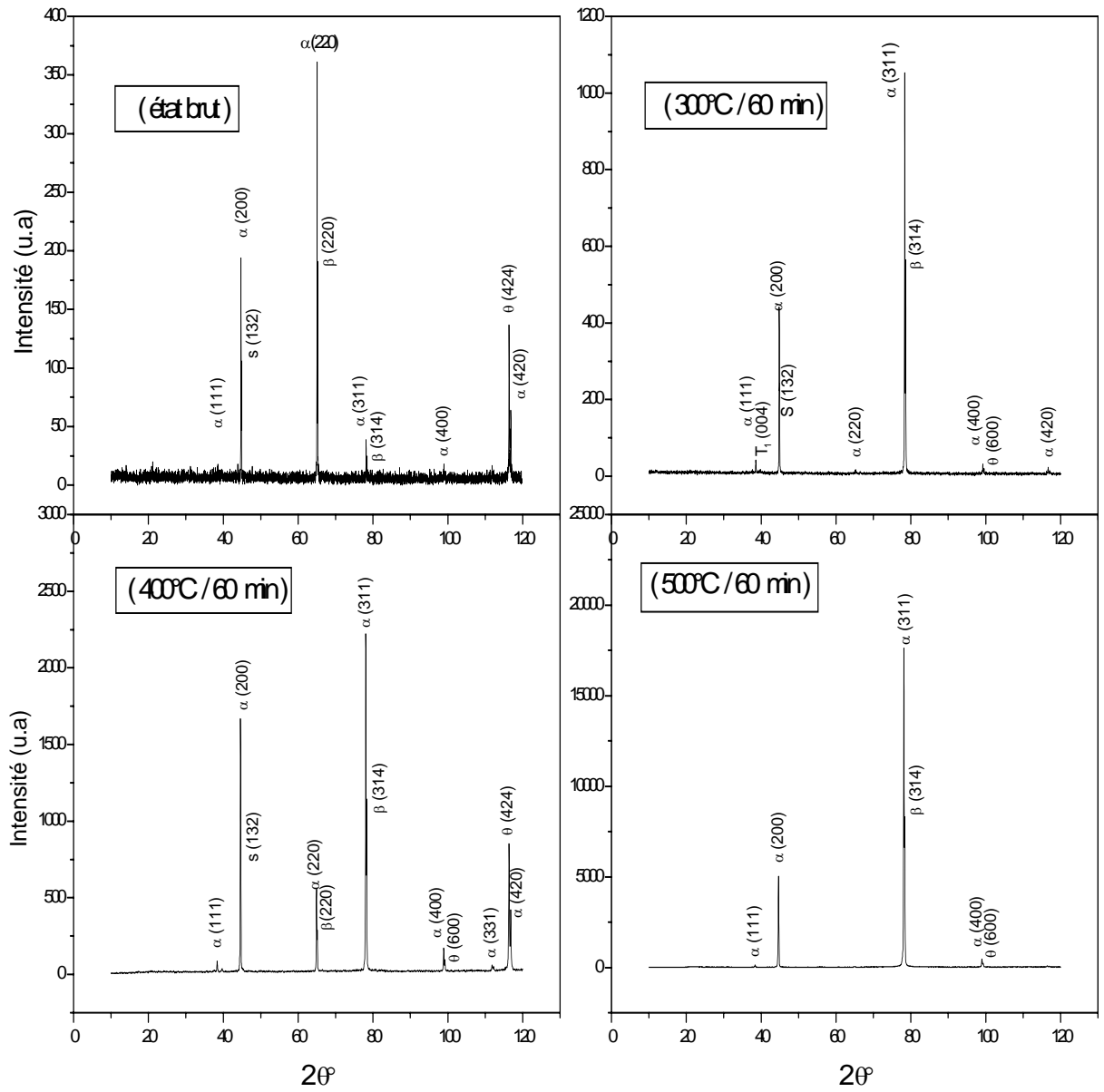


Figure III.5 : Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de la série B₁ recuit à différentes températures pendant 60minutes.

III.1.3 Echantillons de la série B₂

Les Figures III.6 et III.7 montrent les spectres de diffractions des rayons X obtenus pour les échantillons de la série B₂ recuits pendant 30 minutes et 60 minutes respectivement. Ces échantillons ont subi un traitement thermomécanique en vue de développer une structure recristallisée. Différemment de ceux de la série A et B₁ la série B₂ a subi un traitement thermique suivi d'un vieillissement.

Le traitement thermique de 300°C pendant 30 minutes montre une diminution très prononcée des intensités de l'ensemble des pics même ceux des phases présentes. En effet à 400°C, il a été relevés l'apparition de la texture de l'état initial avec des intensités proches des différents pics présent. La présence de la phase θ (Al₂Cu) est similaire a celle de la série B₁. Tandis qu'à 500°C, il a été observé une texture plus prononcée montrant un pics d'orientation privilégié α (220). Il a été relevé la présence des phases S (Al₂CuMg), β (Al₃Zr) et θ (Al₂Cu) d'orientation similaire à B₁ et l'absence de T₁ (Al₂CuLi).

L'influence de la température du recuit de 60 minutes pour différentes températures est montrée dans la Figure III.7. La variation de la texture est différente de celle discutée auparavant concernant les échantillons de la série B₁ pour les deux temps de recuit ainsi que celle de la série B₂ pendant 30 minutes.

Le pic d'intensité plus importante change avec l'augmentation de la température. En effet, la texture est d'orientation principale α (220) à l'état brut alors qu'elle est d'orientation α (200) à 400°C, ensuite elle est d'orientation α (220) à 500°C. L'intensité est légèrement inférieure par rapport à celle observé à l'état initial.

La phase T₁ (Al₂CuLi) est présente pour un temps de recuit de 60 minutes à 400°C.

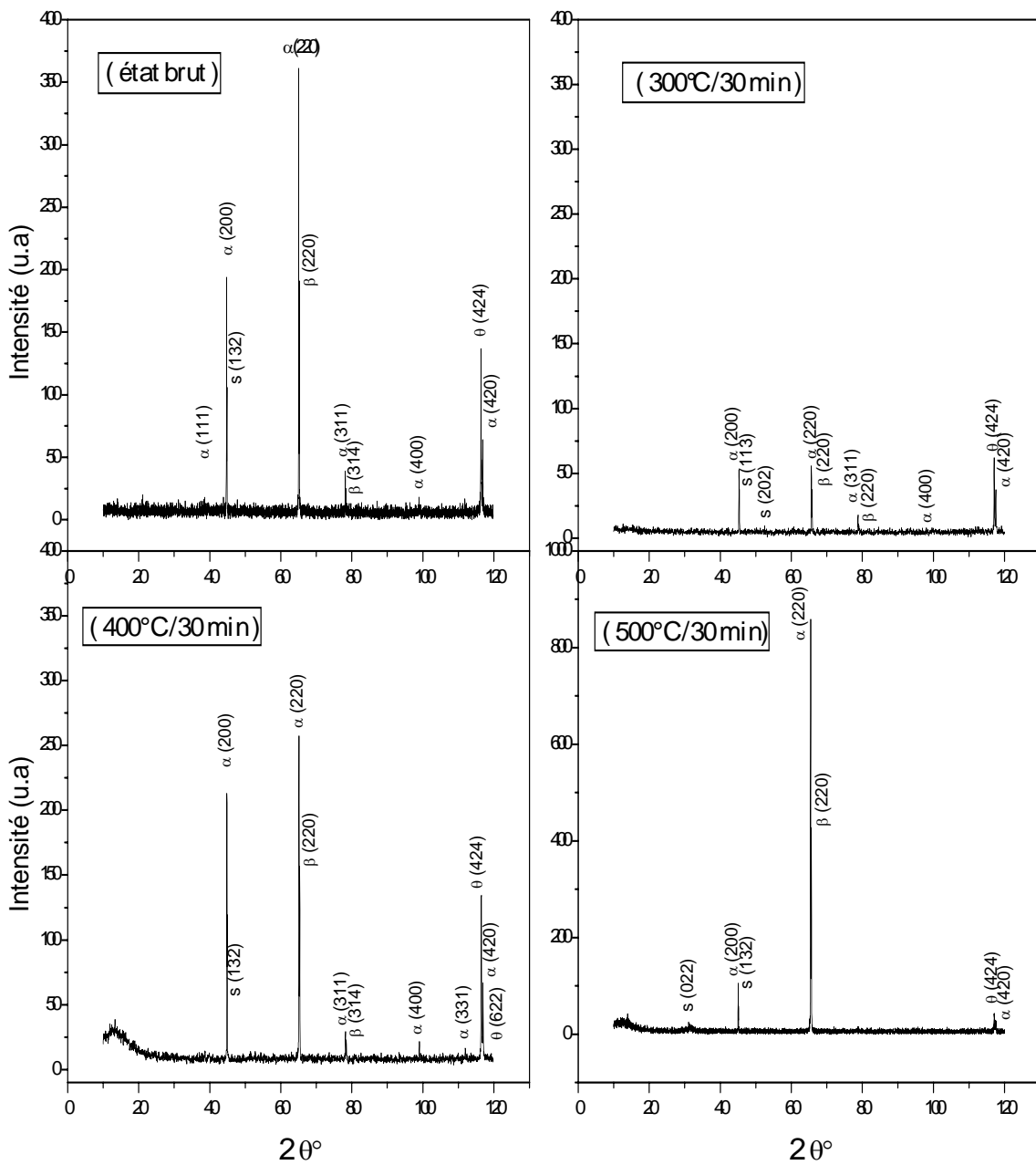


Figure III.6 : Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de la série B₂ recuit à différentes températures pendant 30 minutes.

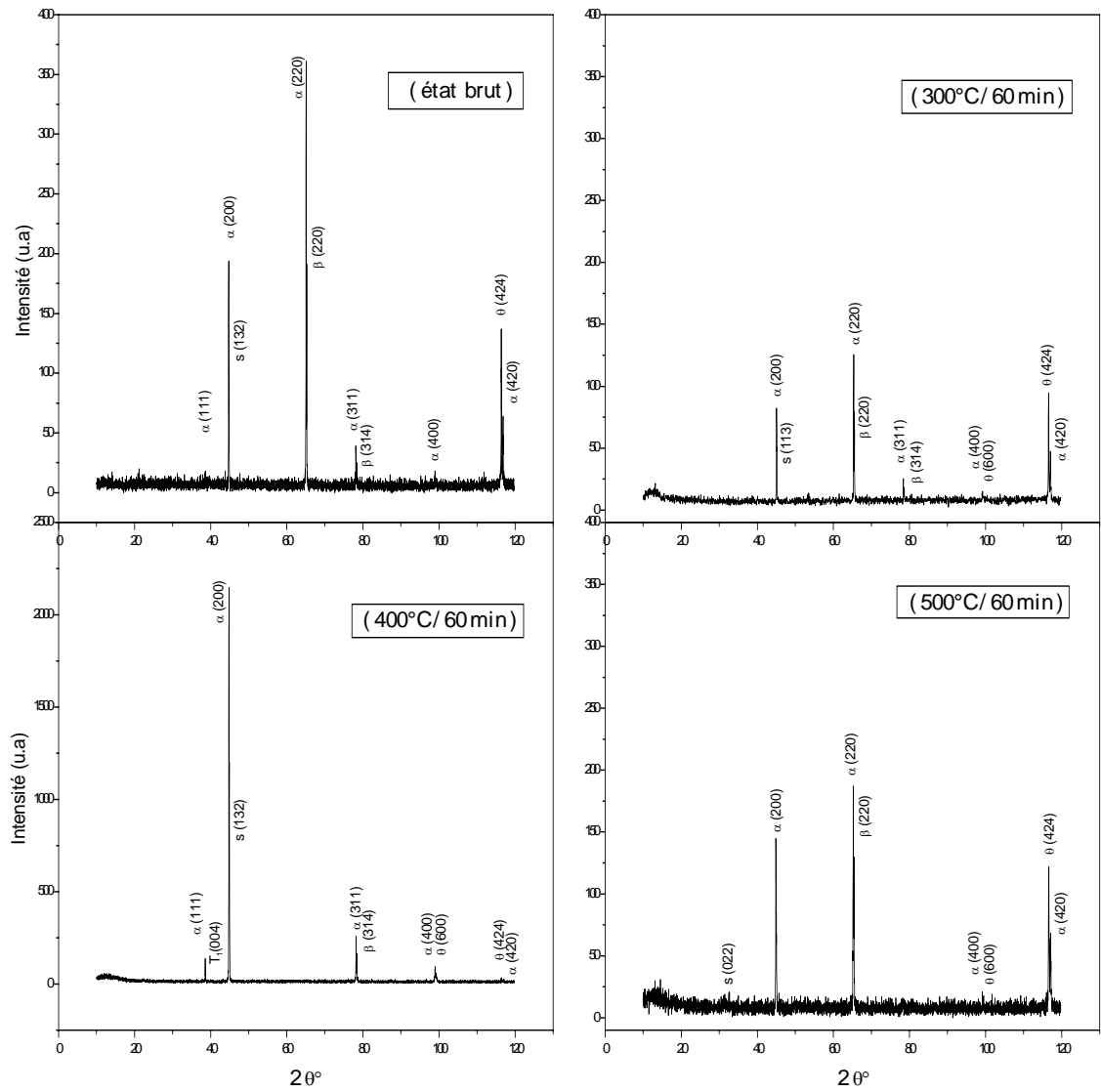


Figure III.7: Spectre de diffraction des rayons X des échantillons de la série B₂ recuit à différentes températures pendant 60 minutes.

III.2. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

L'analyse Calorimétrique Différentielle à balayage (DSC) permet de suivre la formation ainsi que la dissolution de différentes phases en fonction de la température. Les courbes obtenues représentent la variation de l'énergie calorimétrique dégagée (ou absorbée) par unité de temps (puissance dQ/dt en mw) à partir d'un échantillon de masse m .

III.2.1. Échantillons de la série A

- Le thermogramme des échantillons recuits à différentes températures pendant 30 minutes y compris l'état initial (brut) est représenté sur la Figure III.8.a. Il y a des pics endothermiques et exothermiques qui se succèdent alternativement.

• L'état brut

Deux pics exothermiques apparaissant à 187°C et 277°C et trois pics endothermiques situés à 152°C , 229°C et 424°C . Le premier pic endothermique correspond à la dissolution des zones G.P ou encore à la dissolution de la phase δ' formée juste après trempe. Le premier pic exothermique est dû à la précipitation de la phase δ' et la formation des zones G.P. Tandis que le deuxième pic endothermique est attribué à la dissolution de la phase δ' et les zones G.P. Le seconde pic exothermique est associé à la précipitation de la phase S. La dissolution de cette dernière apparaît dans le troisième pic endothermique. On note plusieurs travaux antécédents sur des alliages similaires. Ils ont identifié les mêmes phases ainsi que les domaine de température de leurs formation ou dissolution [61, 62, 63, 64, 65].

• Échantillon 2 ($300^{\circ}\text{C}/30\text{min}$)

Dans ce cas le pic endothermique situé à la température 122°C représente la dissolution de la phase δ' et les zones G.P.

• Échantillon 4 ($400^{\circ}\text{C}/30\text{min}$)

Il y a trois pics endothermiques et deux pics exothermiques. Les pics exothermiques, situés aux températures 190°C et 306°C , sont associés à la précipitation des phases δ' et S. Les pics endothermiques sont situés aux températures 126°C , 216°C et 378°C , sont attribuées à la dissolution des zones G.P et la dissolution des phases δ' et S.

• Échantillon 6 ($500^{\circ}\text{C}/30\text{min}$)

Les trois pics exothermiques situés aux températures 142°C , 177°C et 310°C sont associés à la formation des zones G.P et à la précipitation des phases δ' et S.

Les trois pics endothermiques situés aux températures 150°C , 232°C et 380°C sont attribués à la dissolution des zones G.P et la dissolution des phases δ' et S.

- La Figure III.8.b représente le thermogramme des échantillons recuits à différentes températures pendant 60 minutes y compris l'état initial (brut).

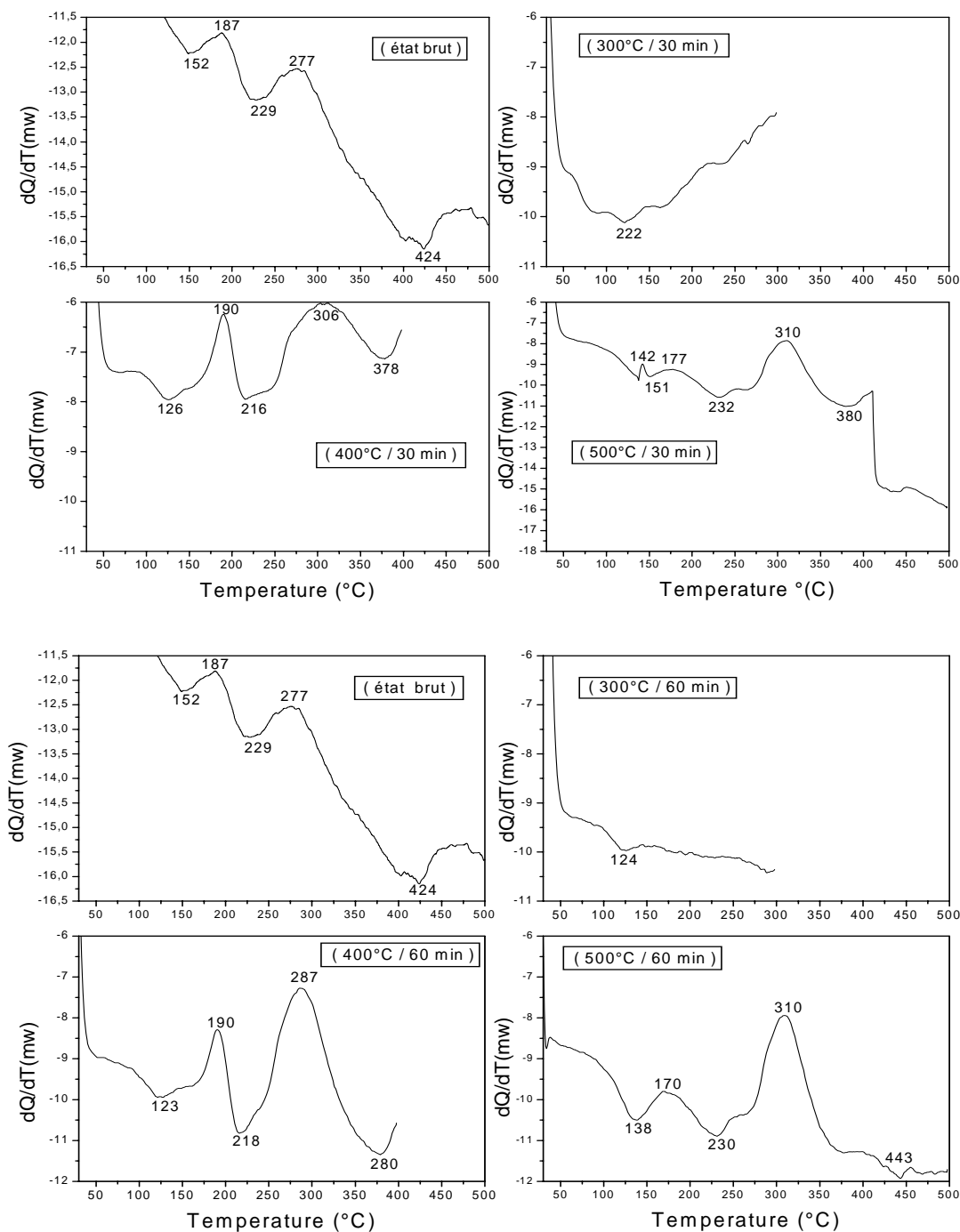
Les réactions de précipitation ou dissolution sont similaires à celles observées pour les échantillons recuits pendant 30 minutes.

Il a été remarqué que les énergies de formation des différentes phases présentes sont nettement plus importantes par rapport à ceux de l'état initial. Ceci est valable pour les deux temps de recuit effectués. Par contre, il y a une légère diminution de ces énergies à 500°C.

Il y a une variation des températures de différents pics de précipitation ou dissolution. Pour les échantillons recuits pendant 30 minutes les températures des pics de formation de la phase δ' passent de 187°C de l'état brut à 190°C pour recuit de 400°C et 177 à 500°C.

Cependant celles correspondant à la phase S se situent à 277°C de l'échantillon de l'état brut, elle passe à 306°C pour un recuit de 400°C. Une légère augmentation de la température du pic qui passe à 310°C est observée à 500°C.

Les échantillons recuits à différentes températures pendant 60 minutes, le même pic de formation de la phase δ' est observé situé à 190°C pour une température de recuit de 400°C pour les deux temps de maintien. La phase S observé à 310°C pour un recuit de 500°C.



III)
2.2.
Ec
ha
ntil
lon
s
de

la série B₁

Les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle des échantillons de la série B₁ ayant subi un recuit à différentes températures pendant un temps de maintien de 30 minutes sont représentés dans la Figure III.9.a.

- L'échantillon à l'état brut (initial)

Il y a trois pics endothermiques et deux pics exothermiques. Les pics exothermiques situés

Figure III.9

aux températures 193°C et 259°C alors que ceux des pics endothermiques sont situés aux températures 149°C, 215°C et 386°C. Le premier pic endothermique est associé à la dissolution de zone G.P ou à la dissolution des petites précipités de δ' formée juste après trempe. Le premier pic exothermique est associé à la précipitation de la phase δ' et la formation des zones G.P. Le second pic endothermique correspond à la dissolution de la phase δ' et les zones G.P. Le deuxième pic exothermique est attribué a la précipitation de la phase S alors que le troisième pic endothermique correspond à la dissolution de la phase S.

• Échantillon 2 (300°C/30min)

Le pic endothermique situé à la température 124°C est associé à la dissolution de la phase δ' et les zones G.P.

• Échantillon 4 (400°C/30min)

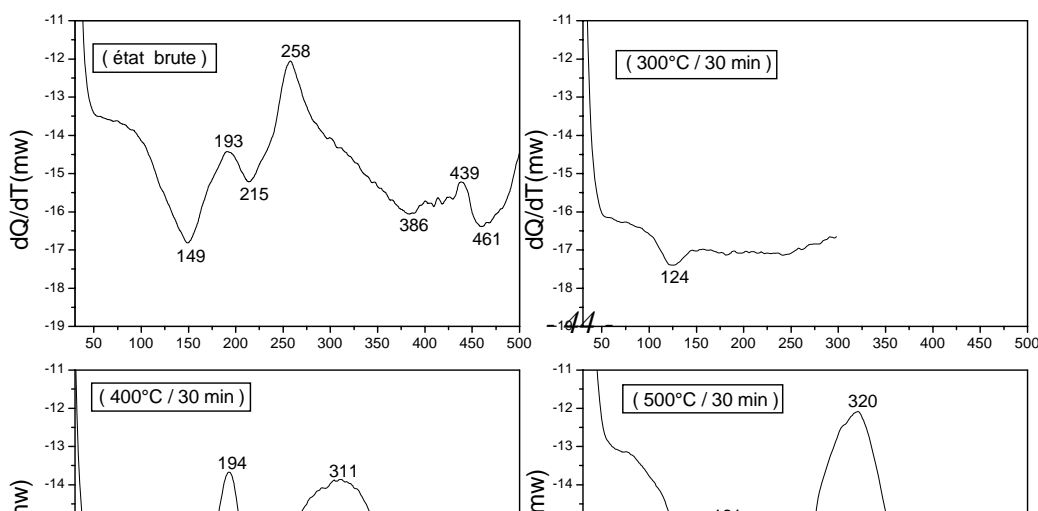
Il y a trois pics endothermiques et deux pics exothermiques. Les pics exothermiques situés aux températures 194°C, 311°C sont associés à la précipitation des phases δ' et S. Les pics endothermiques situés aux températures 123°C, 225°C et 380°C sont attribuées à la dissolution des zones G.P et la dissolution des phases δ' et S.

• L'échantillon 6 (500°C/30min)

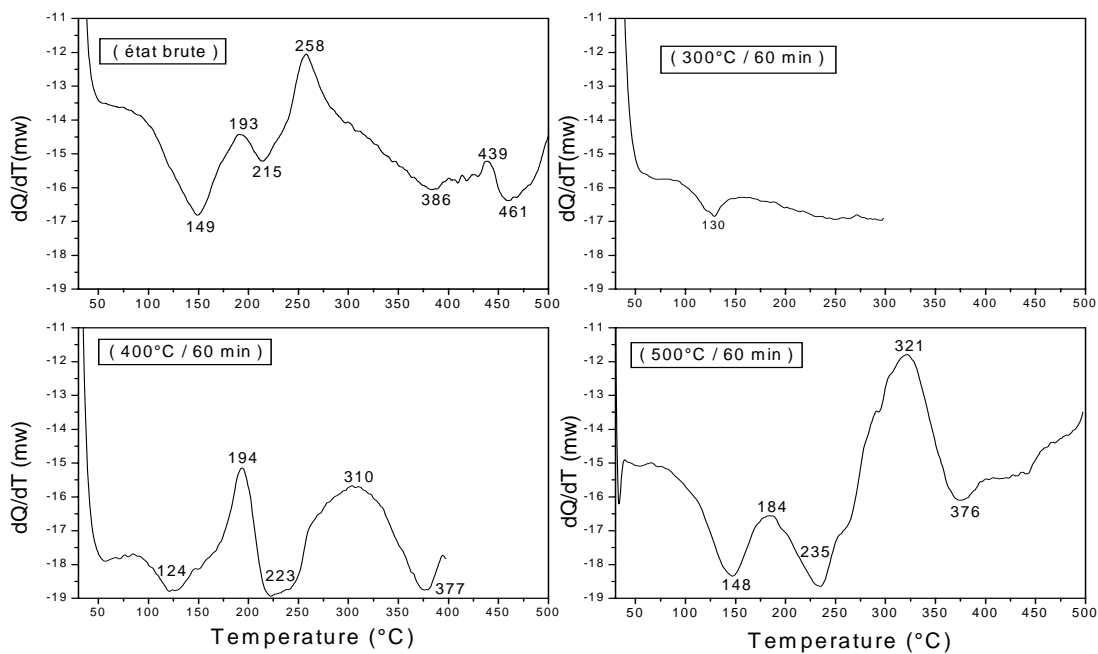
Il y a deux pics exothermiques situés aux températures 181°C et 320°C, sont associés à la formation des zones G.P et à la précipitation des phases δ' et S. Les trois pics endothermiques situés aux températures 150°C, 235°C et 382°C sont attribués à la dissolution des zones G.P et la dissolution des phases δ' et S.

- La Figure III.9.b représente le thermogramme des échantillons recuits à différentes températures pendant 60 minutes y compris l'état initial (brut) de la série B₁.

Les réactions observées sont similaires à celles observées dans la Figure III.9.a. I remarque que le temps influe très peu sur la variation des pics de températures de formation ou dissolution des différentes phases.



a)



b)

Figure III.9.b : Courbes d’analyse calorimétrique différentielle des échantillons de la série B₁ recuits à différentes températures.

a) pendant 30 minutes, b) pendant 60 minutes.

III.3. Etude micrographique par microscopies optique et électronique à balayage (MEB)

Cette partie concerne l’observation métallographique de l’état de surface de chaque échantillon, avant et après l’attaque chimique pour les trois série d’échantillons.

III.3.1 Avant attaque chimique

L’observation sur l’ensemble des échantillons (série A, série B₁ et série B₂) nous avons remarqué que la taille des différentes phases présentes peut être estimée dans l’intervalle

de $\sim 0.1\mu\text{m}^2$ jusqu'à $10\mu\text{m}^2$ pour les petites phases et de $\sim 11\mu\text{m}^2$ jusqu'à $100\mu\text{m}^2$ pour les phases de taille moyenne. Les phases dont la taille est supérieure à $100\mu\text{m}^2$ sont considérées de grande dimension.

• **Les échantillons de La série A**

• **Échantillon 1** (état brut) :

La phase majoritaire de couleur claire et de morphologie très variée avec différentes tailles. Les petites tailles sont majoritaires et distribués de façon homogène sur toute la surface d'échantillon. Les moyennes tailles sont moins présentes. Les phases ayant de grandes taille sont très peu présentes. Ceci est illustré dans la Figure III.10.a et b respectivement. La présence d'une autre phase de couleur contrastée a été identifiée présentant des formes carrées, triangulaires et aléatoires. Le plus souvent elles ont une petite taille, et sont parfois associés à la phase dominante.

• **Échantillon 2** (300°C/30min) :

La phase dominante (phase de couleur claire) se présente sur toute la surface de l'échantillon avec différentes morphologies. La phase dominante avec de petite taille est distribué d'une façon homogène. Elle est aussi présente en agglomération avec de taille moyenne. Elle est très peu présentée en grande taille ce qui est illustré dans la Figure III.10.c. La deuxième phase se présente avec un contraste différent de celui de la précédente, sa présence est faible en taille moyenne mais elle est un peu importante en petites tailles dispersées dans la matrice et parfois en agglomération ou associée à la phase dominante. Elle est présente une forme de bâtonnets et aléatoire. Ceci est illustré dans La Figure III.10.d.

• **Échantillon 3** (300°C/60min) :

La concentration de la phase de couleur claire est importante en petite taille sa distribution reste homogène et sa morphologie est aléatoire quelque fois rectangulaire. Elle est moins présente en taille moyenne et très faible en grande taille. La présence de la phase de couleur contrastée est faible en petite taille et un peu importante en taille moyenne.

• **Échantillon 4** (400°C/30min):

La phase de couleur contraste est présente en agglomération avec des tailles moyennes et petites tailles sous forme aléatoire, carré, triangulaire, rectangulaire. On observe une présence de beaucoup de phases de petites tailles sur toute la surface de l'échantillon, de la phase dominante et de la phase contrastée. Cette dernière est parfois associé a la phase dominante. La concentration de la phase précédente en petite taille et moins par rapport à l'échantillons 2

et 3. Voir la Figure III.10.e.

• **Échantillon 5** (400°C/60min) :

La Figure III.10.f montre la présence de la phase dominante (de couleur claire) en grand taille avec une forte concentration par rapport à l'échantillon 4. Il faut noter la même observation pour la deuxième phase en taille moyenne, mais elle est parfois associée à la phase dominante. Cette dernière est aussi présente en petite taille mais distribuée d'une façon homogène sur la surface de l'échantillon mais avec une faible concentration par rapport aux échantillons 2 et 3. Cependant la géométrie reste très variée.

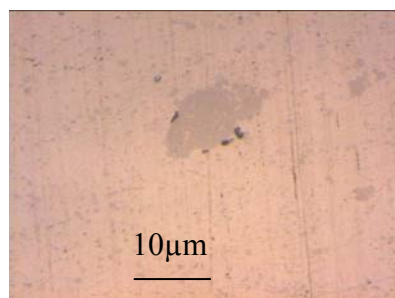
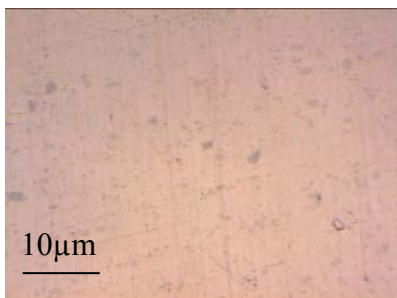
• **Échantillon 6** (500°C/30min):

La Figure III.10.g montre la présence de deux phases distinctes par leur contraste optique. Elles se présentent sous plusieurs formes très aléatoires ; carrée, circulaire et triangulaire. La présence de la phase de couleur contrastée est importante avec la forme circulaire et carrée. Sa concentration est faible par rapport aux échantillons 4 et 5, mais leur distribution est importante par rapport à l'échantillon 7.

• **Échantillon 7** (500°C/60min):

Dans la Figure III.10.h on observe une phase majoritaire de couleur claire de forme et de taille très variée. On note également la présence d'une seconde phase différente par sa couleur avec une taille petite et de forme très variée aussi. Ces phases (la phase dominante de couleur claire et la seconde phase de couleur contrastée) se présentent en amas. La géométrie carré et circulaire est plus importante par rapport aux autres morphologies. Très peu de phases de petites tailles, existent en agglomération sa distribution n'est pas homogène. La phase de couleur contrastée est parfois associée à la phase dominante.

• L'observation au microscope électronique à balayage (M.E.B) des différents échantillons de la série A pour différentes températures et temps de recuit montre la présence et l'évolution de la morphologie et distribution des différentes phases présentes. Ce qui est illustré dans la Figure III.11.



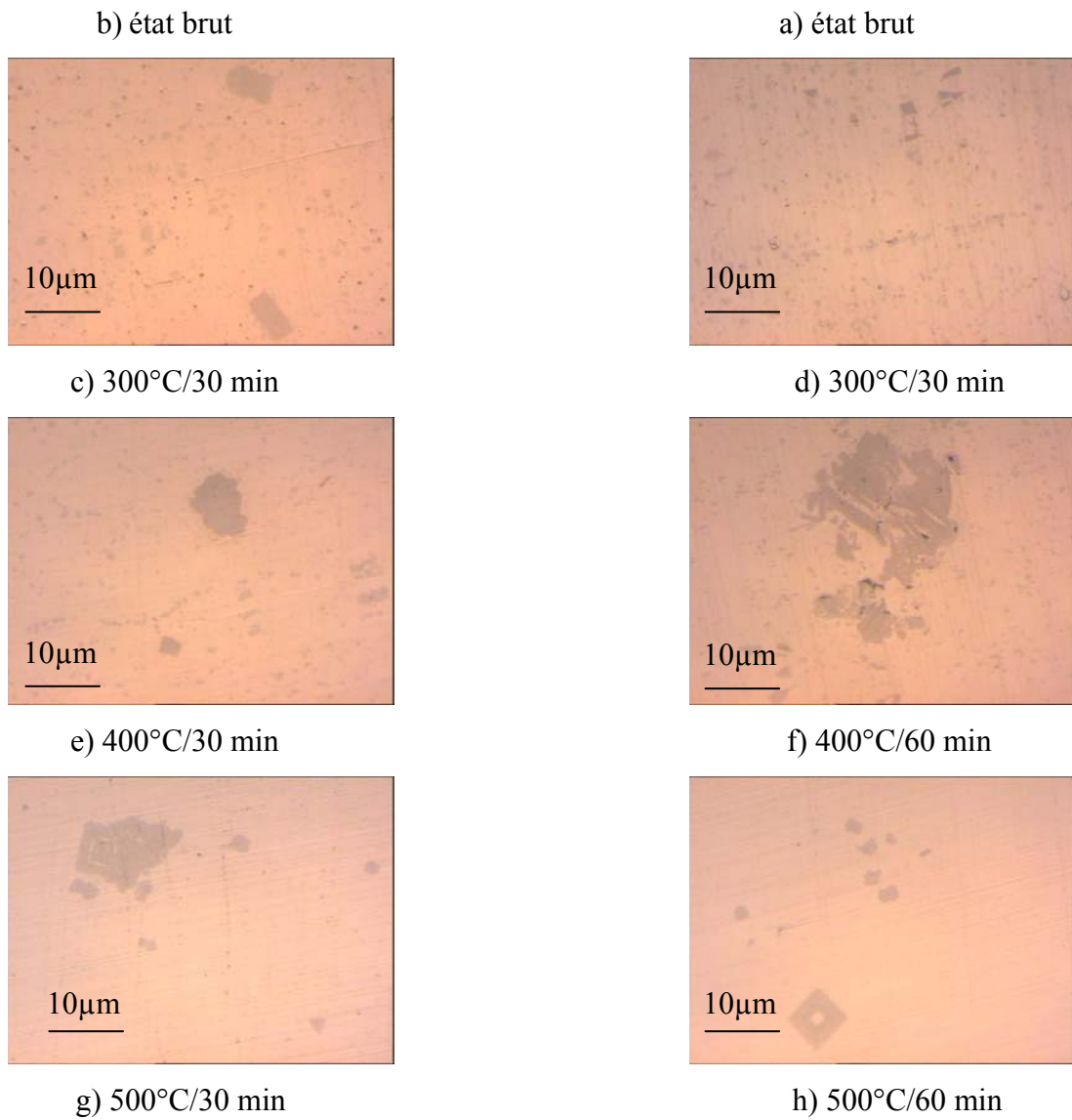


Figure III.10 : Micrographie optique des échantillons de la série A

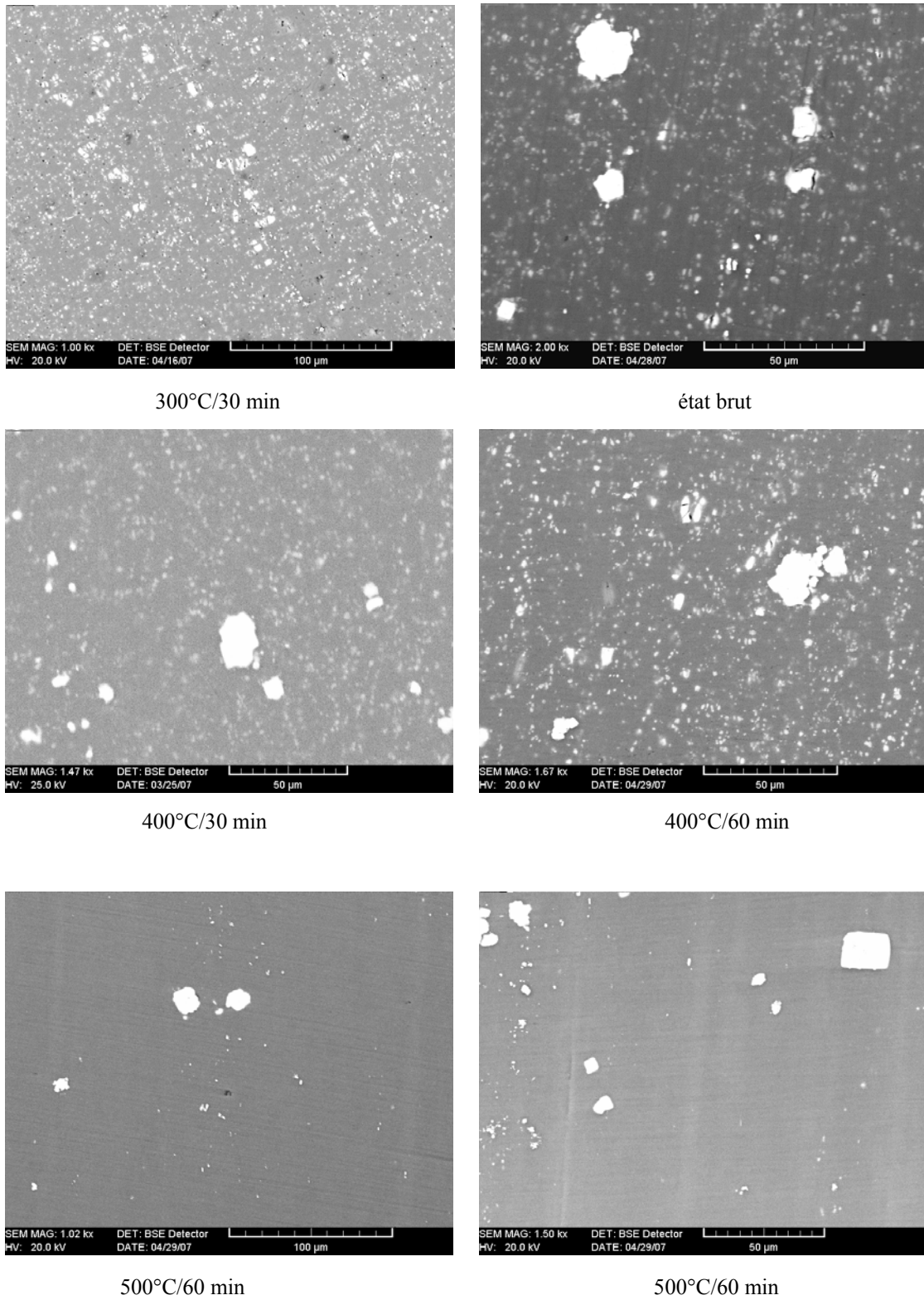


Figure III.11 : Morphologie et distribution des phases présentent dans les différents échantillons de la série A.

• Les échantillons de la série B₁**• Échantillon 1 (état brut):**

La présence de la phase dominante en petite taille est importante distribuée d'une façon homogène, mais elle est faible en taille moyenne. La présence de la phase dominante de la couleur claire en grande taille et en agglomération est importante. Ce qui est illustré dans Figure III.12.a. La présence de la phase contrastée en taille moyenne est faible. Elle est présente en petite taille en agglomération et par fois seule avec une géométrie très varié, mais sa concentration est faible et leur distribution n'est pas homogène. Ceci est illustré dans la Figure III.12.b.

• Échantillon 2 (300°C/30min):

La phase dominante est observée en faible taille avec une forte concentration. Sa distribution est homogène sur la surface de l'échantillon. Elle est aussi présente en grande taille en agglomération. La phase contrastée est présente en petite taille avec des formes aléatoires (rectangulaire, triangulaire carré) en agglomération mais sa distribution n'est pas homogène. Ceci est illustré dans la Figure III.12.c.

• Échantillon 3 (300°C/60min):

Il a été remarquer que la phase dominante se présente de façon similaire que celle observée dans l'échantillon 2. Par contre la seconde phase se présente en petite taille est en agglomération, mais sa distribution n'est pas homogène. La phase dominante et la phase contrastée sont moins présentes en taille moyenne, ceci est illustré dans la Figure III.12.d. La présence de la phase dominante en grande taille et moins importante, regroupés et sa distribution n'est pas homogène, ceci est illustré dans la Figure III.12.e. La présence de la phase contrastée en tailles moyenne et plus importante que dans l'échantillon 2.

• Échantillon 4 (400°C/30min):

Pour l'échantillon recuit pendant 30 minutes à 400°C, la présence de la phase dominante et la phase contrastée est importante. Par fois cette dernière est associée à la phase dominante et sa distribution en taille moyenne n'est pas homogène dans l'échantillon, voir la Figure III.12.f. La présence de la phase de couleur claire en grande taille en agglomération est importante.

• Échantillon 5 (400°C/60min):

La présence de la phase dominante en grande taille en agglomération est importante, parfois contient la phase de couleur contrasté ceci est illustré dans la Figure III.12.g. La présence de la phase contrastée en taille moyenne n'est pas homogène. Par contre sa présence en petite taille est plus importante que dans l'échantillon 4.

La présence de la phase dominante et la phase de couleur contrastée en tailles moyennes est plus importante que dans l'échantillon 4.

• **Échantillon 6** (500°C/30min) :

La phase contractée est présente en taille moyenne et en petite taille avec des formes aléatoires et une concentration importante. Sa distribution n'est pas homogène pour la faible taille. La présence des deux phases est importante en tailles moyennes, mais la distribution n'est pas homogène. La présence de la phase dominante en petite taille et en agglomération avec une morphologie aléatoire mais pas sur toute la surface, elle est importante en grande taille. Ceci est illustré dans la Figure III.12.h.

• **Échantillon 7** (500°C/60min) :

La phase dominante est présente en taille moyenne sous formes aléatoires et en agglomération, mais pas sur tout la surface. La présence de la phase dominante en grande taille et en agglomération est importante avec des formes aléatoires. La présence de la phase contrastée en petite taille en agglomération sous forme aléatoire et en tailles moyenne est importante mais pas sur tout la surface.

La phase dominante de couleur claire en grande taille et en amas par fois contient la phase contrastée. Cette observation est pour toute la série des échantillons de la série B1, la taille de la phase contrastée dans phase dominante est plus importantes que dans les échantillon de la série A.

• L'observation au microscope électronique à balayage (M.E.B) des différents échantillons de la série B₁ pour différentes températures et temps de recuit montre la présence et l'évolution de la morphologie et la distribution des différentes phases présentes. Ce ci est illustré dans la Figure III.13.

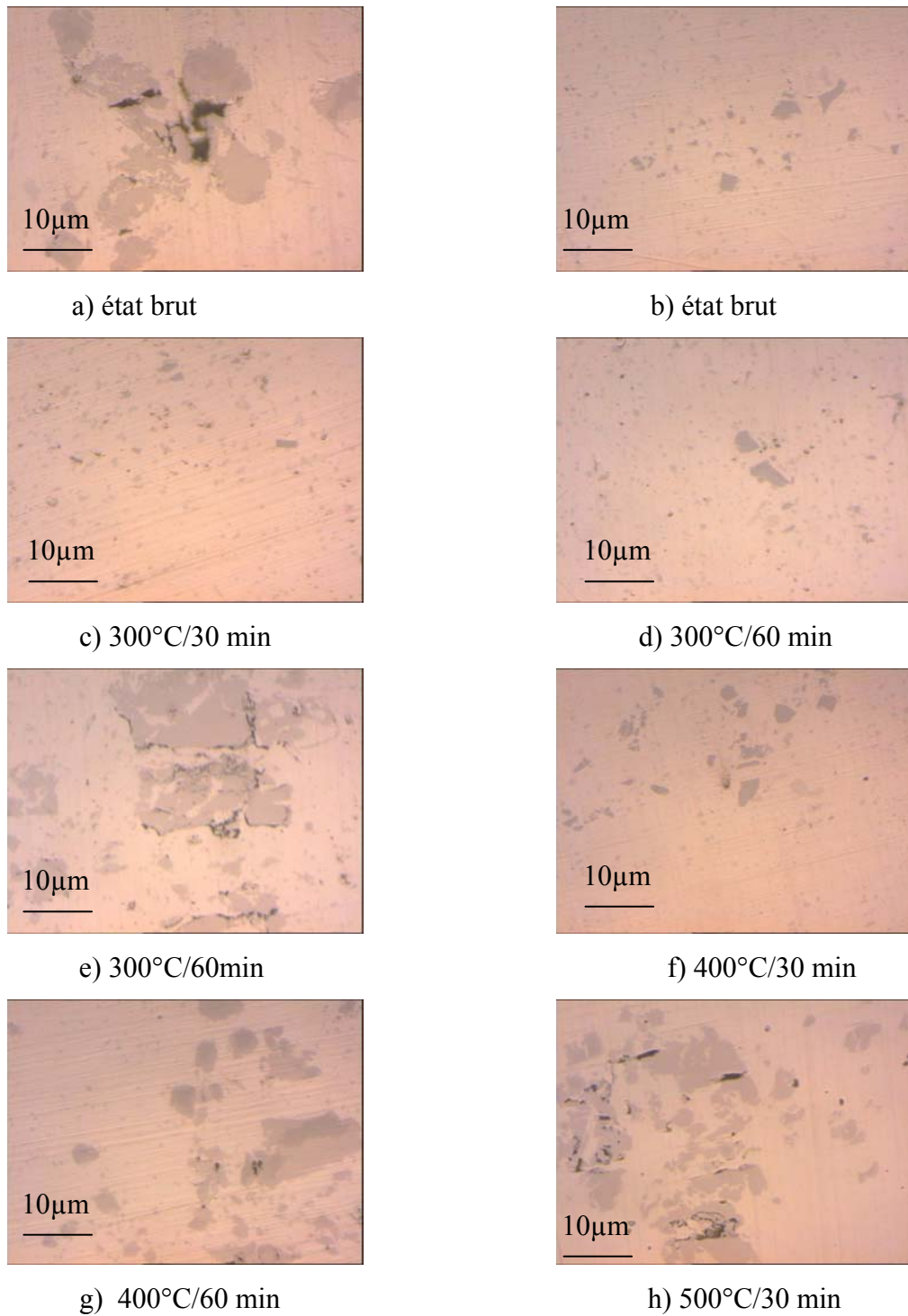


Figure III.12 : Micrographie optique des échantillons de la série B₁

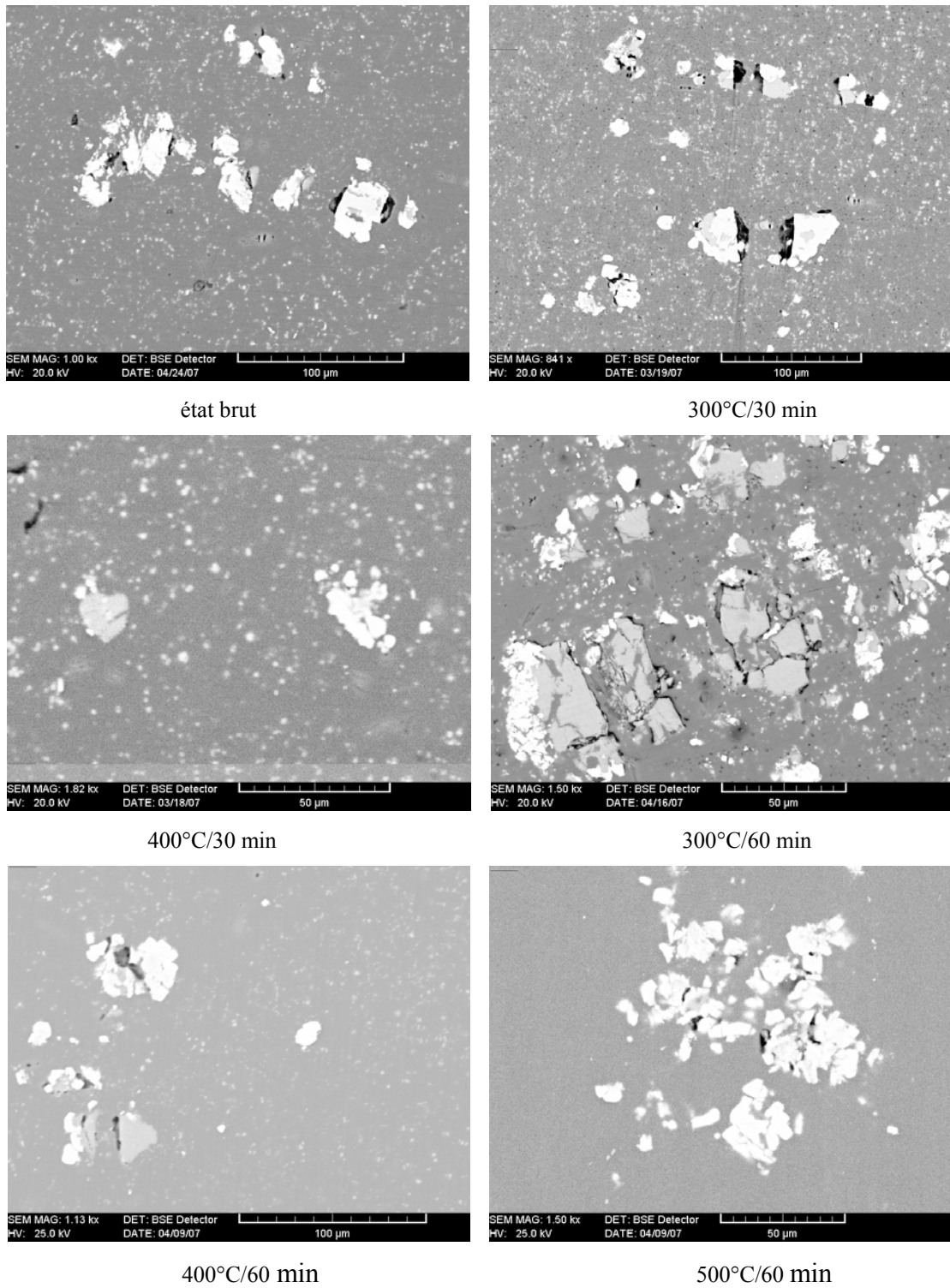


Figure III.13 : Morphologie et distribution des phases présentent dans les différents échantillons de la série B₁.

• Les échantillons de la série B₂**• Échantillon 1** (état brut) :

C'est le même échantillon 1 (état brut) de la série B1, voir la Figure III.14.a.

• Échantillon 2 (300°C/30min) :

Une forte concentration de la phase dominante est observée en petite taille, sa distribution est homogène sur la surface. Par contre sa présence en grande taille et en agglomération est faible, voir Figure III.14.b. La phase de couleur contrastée présente en agglomération avec des petites tailles et pas sur toute la surface.

• Échantillon 3 (300°C/60min) :

La phase de couleur claire est de forte densité en petite taille sur toute la surface, alors qu'elle est présente par fois en agglomération avec des tailles moyennes et sa distribution n'est pas homogène. Ce ci est illustré dans la Figure III.14.c. Par contre la phase de couleur contrastée est présente en petite taille avec une faible concentration et pas sur toute la surface. La concentration de cette dernière est plus importante que dans l'échantillon 2.

• Échantillon 4 (400°C/30min) :

Dans cet échantillon la présence de la phase dominante en petite taille est important, mais la distribution n'est pas homogène. On note une diminution de sa densité par rapport aux échantillons 2 et 3. La concentration de cette phase en taille moyenne (sous forme aléatoire et circulaire) est élevée que dans les échantillons 2 et 3. La phase dominante se présente aussi en grande taille, ce ci est illustré dans la Figure III.14.d. Par contre l'autre phase est présente en petite taille et en agglomération mais pas sur toute la surface. La concentration de cette dernière en tailles moyenne est faible.

• Échantillon 5 (400°C/60min) :

Il a été remarquer que la concentration de la phase de couleur claire en petite taille est majoritaire mais de concentration inférieure à celle de l'échantillon 4. Elle est importante en grande taille et parfois contient la phase de couleur contrastée, voir la Figure III.14.e.

L'agglomération de la seconde phase est importante en petite taille avec de forme aléatoire mais sa distribution n'est pas homogène. Elle est importante aussi en taille moyenne.

• Échantillon 6 (500°C/30min) :

Dans cet échantillon on observe une présence importante de la phase dominante en grande taille avec une distribution aléatoire. Cette dernière est présente en taille moyenne et elle est très faible en petite taille.

La phase de couleur contrastée se présente en tailles moyenne et en agglomération, avec des petites tailles aussi mais sa distribution n'est pas homogène. Ce ci est illustré dans la Figure III.14.f.

• **Échantillon 7** (500°C/30min) :

La présence de la phase dominante est importante en grande taille et en agglomération mais sa concentration en petites tailles est très faible, voir la Figure III.14.g. Par contre la concentration de la phase de couleur claire est plus importante en taille moyenne que la phase de couleur contrastée, la distribution de cette dernière n'est pas homogène ce ci est illustrée dans la Figure III.14.h.

La phase dominante en grande taille et avec des tailles moyennes, en agglomération ou non, par fois contient des zones de couleurs contrastées, pour toute la série des échantillons B₂. Ces zones sont avec des tailles plus importantes que celle observées dans la série A.

• L'observation au microscope électronique à balayage (M.E.B) des différents échantillons de la série B₂ pour différentes températures et temps de recuit montre la présence et l'évolution de la morphologie et la distribution des différentes phases présentes. Ce ci est illustré dans la Figure III.15.

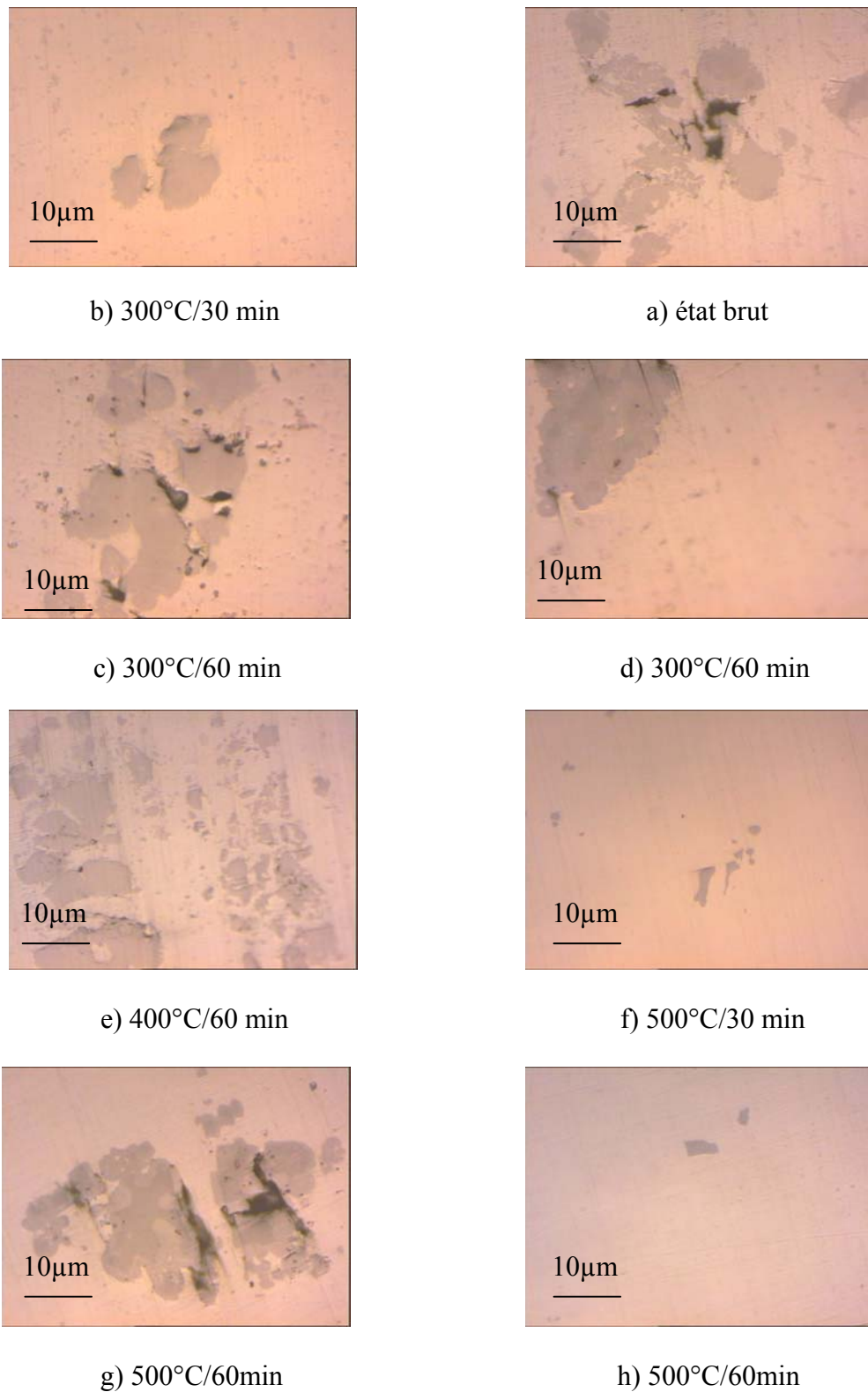
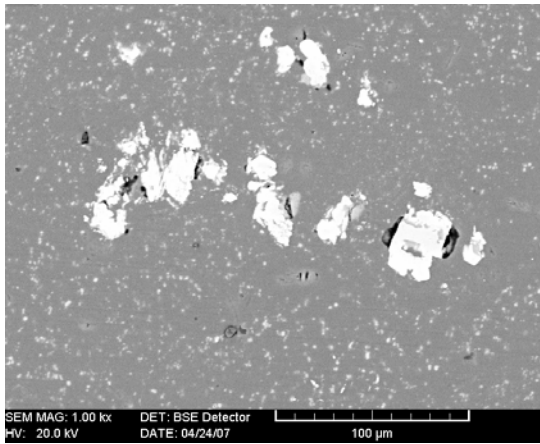
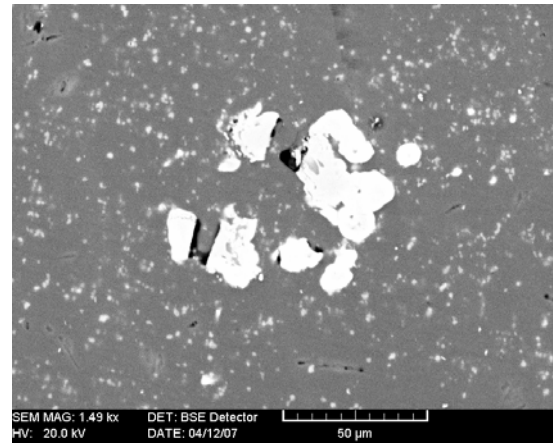


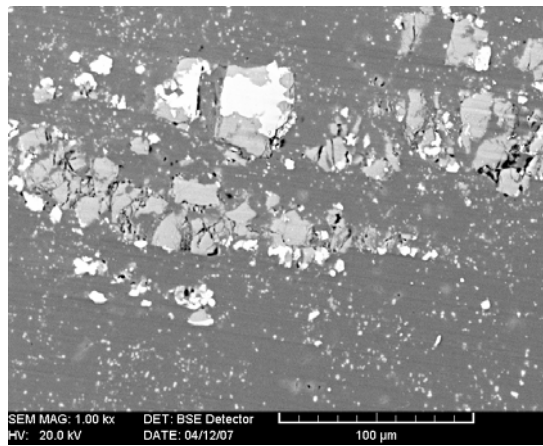
Figure III.14 : Micrographie optique des échantillons de la série B₂.



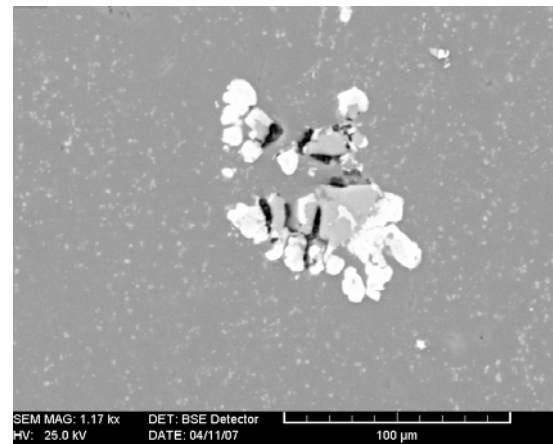
état brut



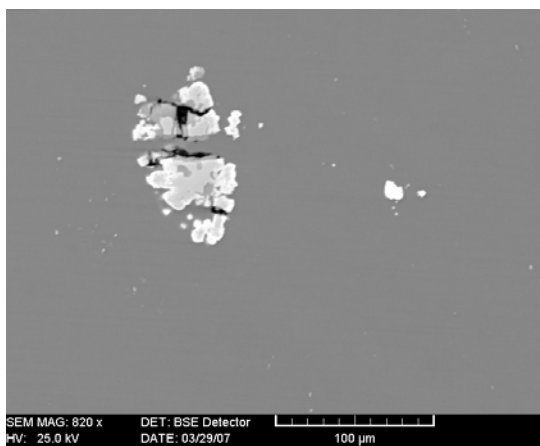
300°C/30min



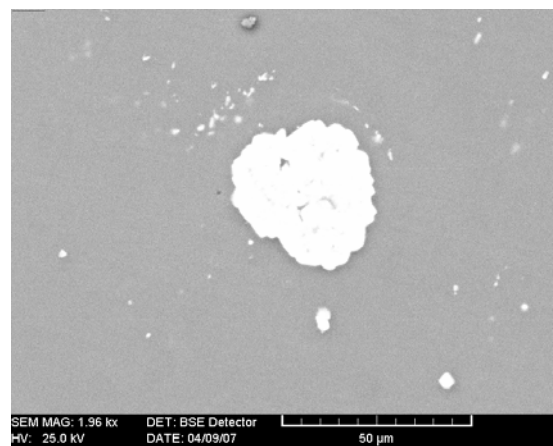
400 °C/60 min



400 °C/30min



500 °C/60min



500 °C/60min

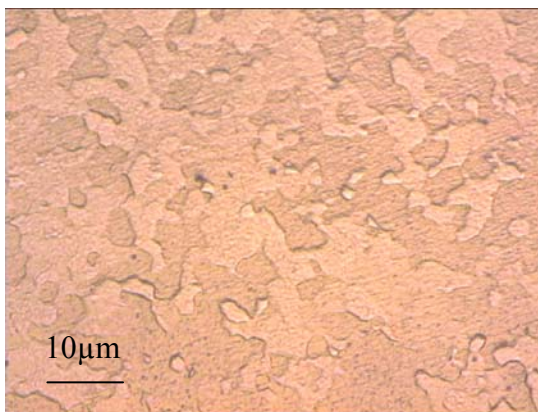
Figure III.15 : Morphologie et distribution des phases présentent dans les différents échantillons de la série B₂.

III.3.2. Après attaque chimique

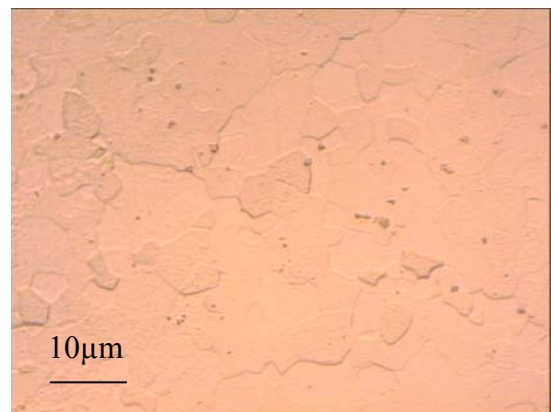
- Les échantillons de la série A et B₁ :

Tous les échantillons recuits à différent temps et températures sont attaqués chimiquement en vue de révéler et suivre l'évolution de la microstructure. La Figure III.16.a et b montre la structure observée uniquement pour les échantillons de la série A recuit à 500°C pour les deux temps choisie.

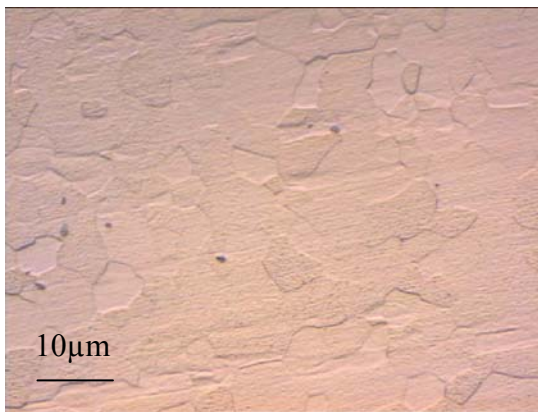
Les mêmes observations sont obtenues concernant la série des échantillons B₁, illustré dans la Figure III.16.c et d respectivement.



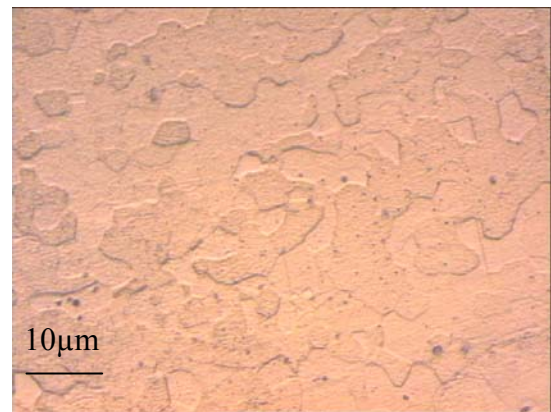
a) Série A (500°C/30min)



b) Série A (500°C/60min)



c) Série B₁ (500°C/30min)



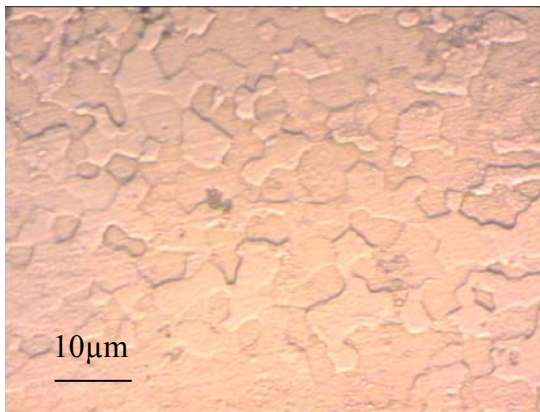
d) Série B₁ (500°C/60min)

Figure III.16 : Observation métallographique des échantillons attaqués chimiquement.

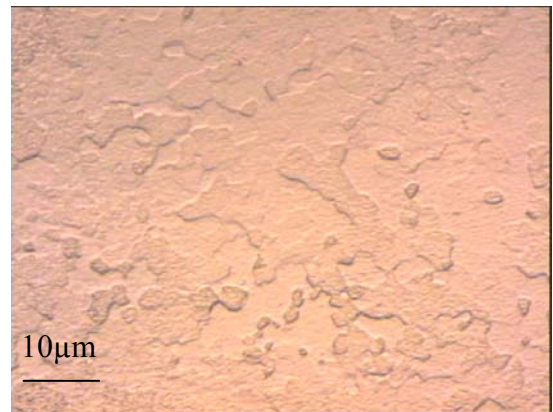
- La série des échantillons B₂ :

La microstructure a été révélée à partir d'un traitement de recuit de 400°C pendant 60 minutes ceci est illustré dans la Figure III.17.c. La Figure III.17. a et b montre la structure observée pour les traitements thermiques correspondant à 500°C pendant 30 et 60 minutes respectivement.

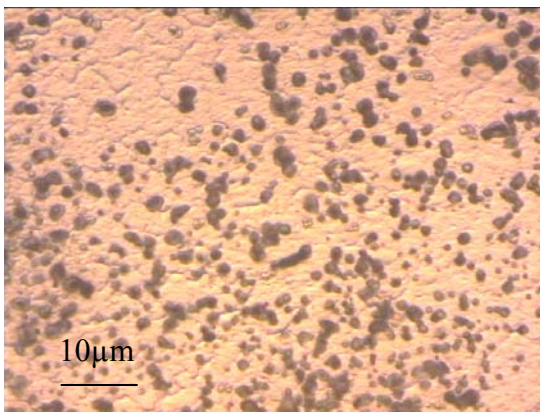
Il est clair que la recristallisation est apparente mais partielle ce qui est observé dans la Figure III.17.d prise au microscope électronique à balayage (M.E.B).



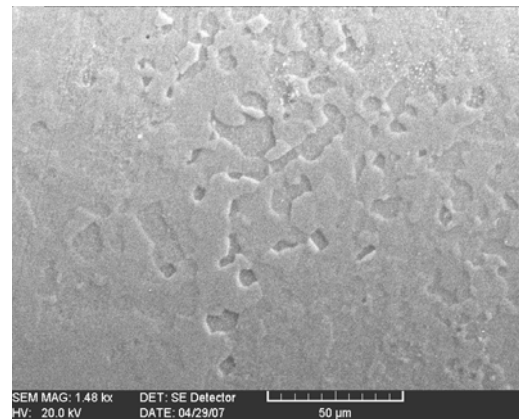
a) Série B₂ (500°C/30min)



b) Série B₂ (500°C/60min)



c) Série B₂ (400°C/60min)



d) Série B₂ (500°C/30min)

Figure III.17 : Observation métallographique et électronique des échantillons attaqués chimiquement

♦ L'observation par microscope optique des échantillons polis et attaqués au réactif de Keller, révèle une structure de grains larges (de géométrie irrégulière) due à la faible quantité d'addition du magnésium [66].

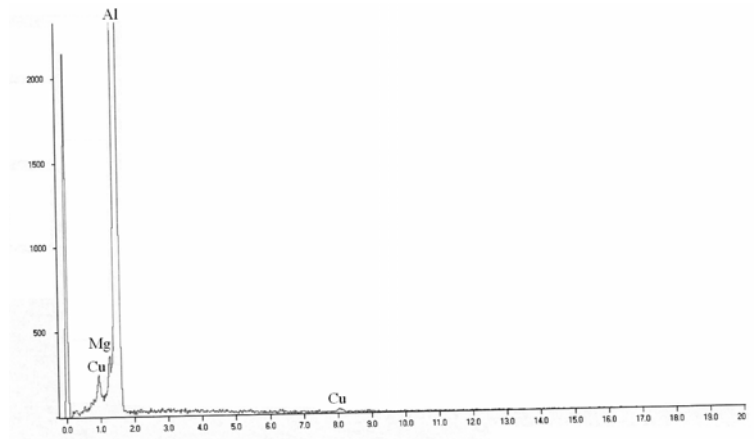
III.4. Composition chimique des particules

L'analyse qualitative des particules par le système EDX dans tous les échantillons analysés pour les différentes séries A, B₁ et B₂ correspondant aux phases contenant soit (Al, Cu) pour les phases de petites tailles et (Al, Cu, Mg) et (Al, Zr, Cu, Mg) pour les tailles moyennes et les grandes tailles.

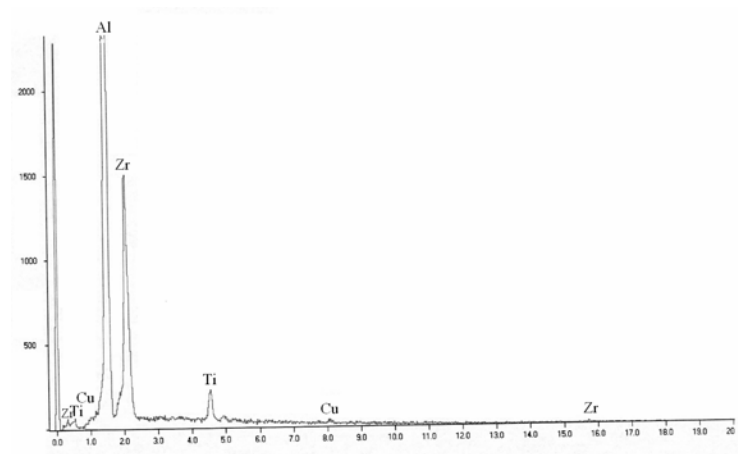
par la diffraction des rayons X a permis d'identifier les phases présentes à savoir θ (Al₂Cu), S (Al₂CuMg), et β (Al₃Zr). La Figure III.18 montre le diagramme EDX des différentes particules analysées.

La diffraction des rayons X a permis de révéler l'existence de la phase T₁ (Al₂CuLi) dans les échantillons 2 (300°C/30min) et 3 (300°C/60min) de la série B₁ et l'échantillon 5 (400°C/60min) de la série de la série B₂. Le système EDX ne détecte pas le lithium (Z < 11) mais la probabilité de présence de cette phase est grande.

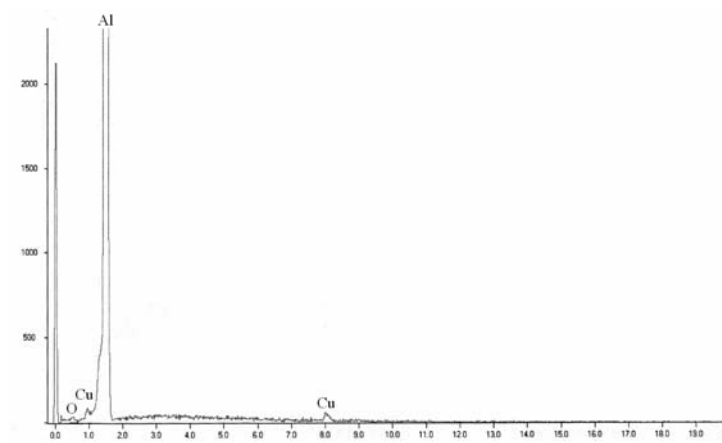
Les deux particules (AlCuMg), (AlZrCuMg) contiennent parfois des éléments des impuretés (Ti, Fe). La concentration de ces deux éléments et l'élément d'addition Magnésium (Mg) et par fois le zirconium (Zr) et le cuivre (Cu) donne la couleur contrastée aux phases existantes.



a)



b)



c)

Figure III.18 : Composition chimique des différentes phases présentes dans les échantillons analysés, a) S ($\text{Al}_2\text{Cu Mg}$), b) β (Al_3Zr)
c) θ (Al_2Cu)

III.5 La microdureté

III.5.1. Les échantillons de La Série A

La Figure III.19.a et b représentent la variation de la microdureté H_v en fonction de la température pour les temps de recuits choisis 30 et 60 minutes des échantillons de la série A.

Les courbes obtenues présentent la même allure. Il a été remarqué une diminution de la valeur de la microdureté à 300°C par rapport à celle relevée à l'état initial, suivi d'un léger accroissement pour le traitement thermique de 400°C. Une augmentation remarquable de cette valeur est observée à 500°C.

Les valeurs maximales et minimales sont obtenues pour les mêmes valeurs de la température. Mais la valeur de la microdureté de l'échantillon 6 (500°C/30min) est légèrement supérieure à celle obtenue pour l'échantillon 7 (500°C/60min).

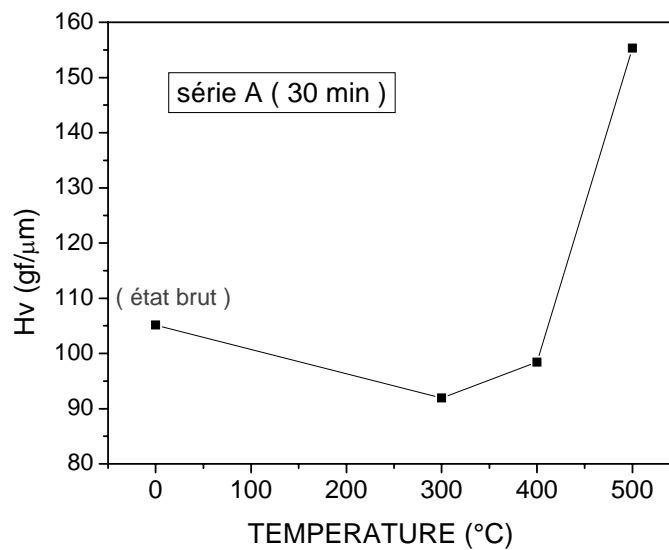


Figure III.19.a : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 30 min de recuit.

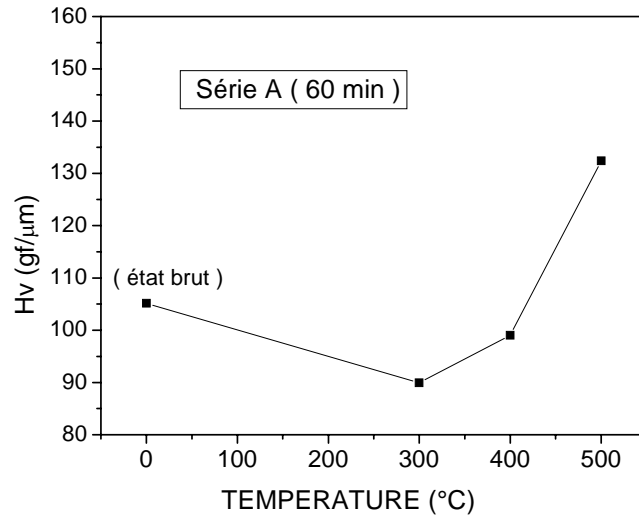


Figure III.19.b : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 60 min de recuit.

III.5.2. Les échantillons de La Série B₁

La Figure III.20.a et b représentent respectivement la variation de la microdureté H_v en fonction de la température pour les deux temps de recuit choisis 30 et 60 minutes, des échantillons de la série B₁.

L'évolution de la microdureté est identique pour les deux temps de recuit choisis quelque soit la température.

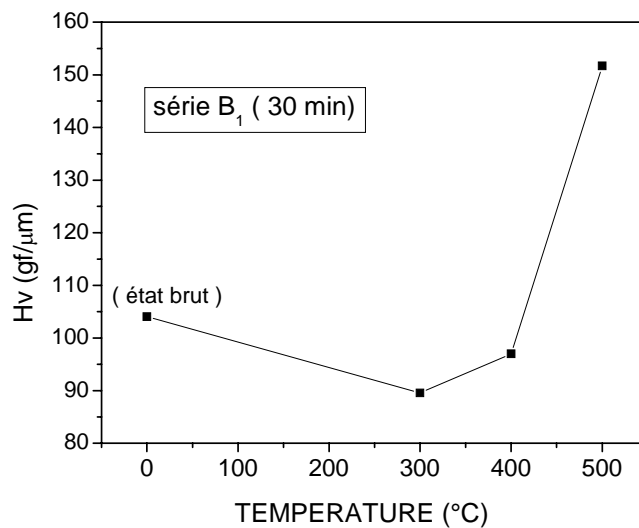


Figure III.20.a : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 30 min de recuit.

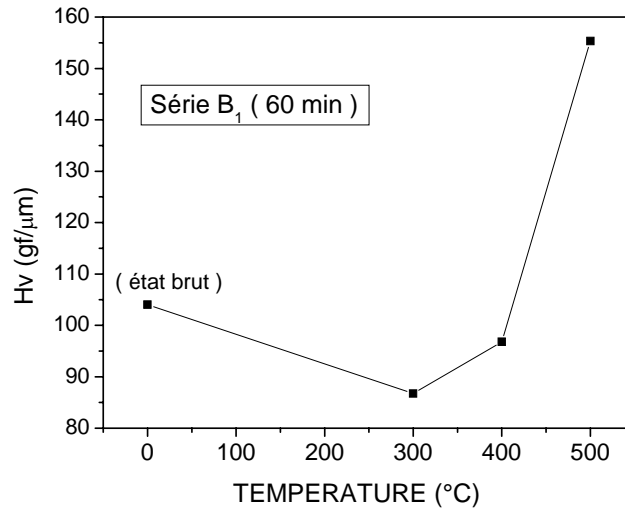


Figure III.20.b : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 60 min de recuit.

III.5.3. Les échantillons de la série B₂

L'évolution de la microdureté en fonction de la température pour un temps de recuit de 30 et 60 minutes est représentée dans la Figure III.21. a et b respectivement.

Il a été observé un comportement différent par rapport aux échantillon de la série A et B₁ pour le temps de recuit de 30 minutes. La valeur de la microdureté reste relativement constante. Par contre à 500°C il a été observé une remontée de cette valeur qui reste inférieur aux valeurs précédentes pour le même traitement concernant les échantillons des séries A et B₁.

Le recuit de 60 minutes donne la même variation de la microdureté que celle des échantillons de la série B₁ avec une valeur légèrement inférieure à 500°C. Pour l'échantillon 2 (300°C/30min) l'augmentation de temps de recuit pour la même température diminue la valeur de la microdureté, et augmente cette valeur pour l'échantillon 7 (500°C/60min) par rapport à l'échantillon 6 (500°C/30min).

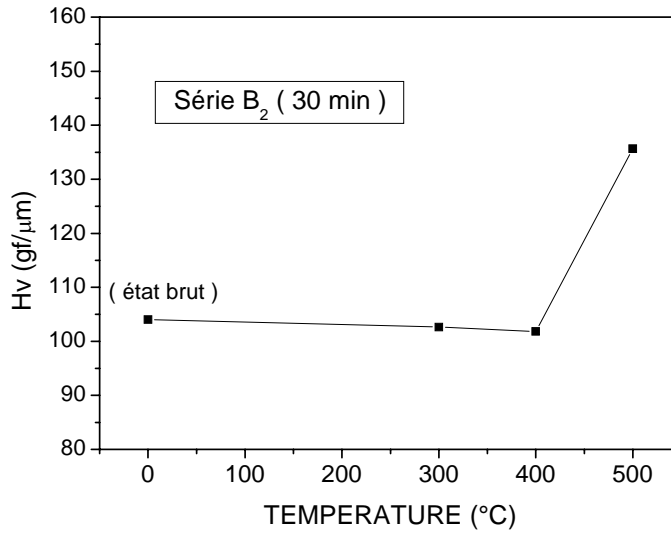


Figure III.21.a : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 30 min de recuit.

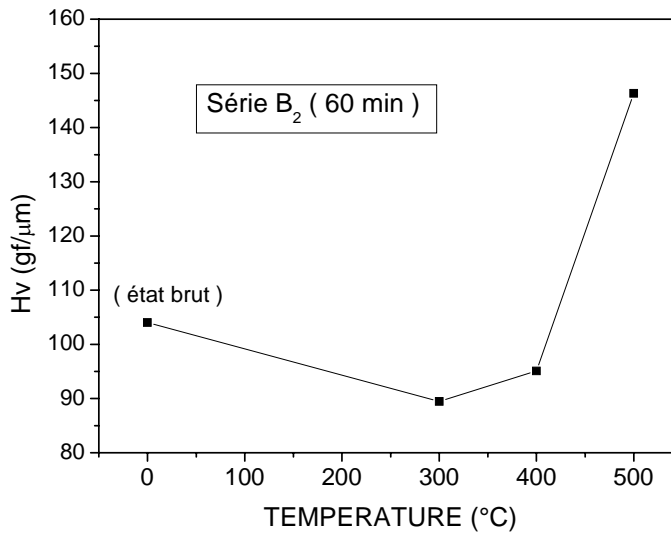


Figure III.21.b : Variation de la microdureté en fonction de la température pour 60 min de recuit.

Le comportement général de la microdureté est le même pour les trois série A, B₁ et B₂ de l'alliage. Ces résultats sont similaires à des études faites sur le même alliage [67,63].

III.6 Discussions

III.6.1 Influence des paramètres du recuit sur la recristallisation de l'alliage

III.6.1.a Influence de la température du recuit :

Dans ce travail les effets des différents paramètres de recuit ont été étudiés sur le processus de recristallisation de l'alliage. En premier lieu, l'étude a été centrée sur la température de recuit. Des traitements thermiques dans un domaine de température de 300°C à 500°C ont été effectués sur tous les échantillons. Rappelons que les deux séries d'échantillons ont subis différents traitements thermomécaniques en vue de développer une microstructure à grains fins. Les échantillons de la série A sont supposés avoir développé une structure recristallisée suite à des traitements thermomécaniques appropriés.

L'obtention d'une microstructure ainsi que son évolution ont été étudiées par rayons X. Les diagrammes des rayons X obtenus sont représentés sur la Figure III.2 et 3 pour la série A, la Figure III.4 et 5 pour la série B₁ et Figure III.6 et 7 pour la série B₂. Il faut remarquer un début de recristallisation est observé à partir de 500°C pour la série A et B₁ et 400°C pour la série B₂. De plus il y a un changement de texture entre l'état initial sans traitement thermique et l'état recuit à température élevée (500°C) ou l'orientation α (311) reste plus importante, sauf pour les échantillons de la série B₂ où il y a un développement d'une texture d'orientation α (220). Au début des traitements thermiques pour des températures relativement basses un phénomène de restauration est observé à 400°C, suivi d'un début de recristallisation à partir de 500°C. Il faut remarquer que cette recristallisation n'est que partielle, car elle peut être reliée à une texture non homogène dans l'échantillon.

• La série A

L'état brut présente une texture relativement homogène, il a été remarqué une densité similaire des orientations (200), (220) et (311). Ces orientations sont retrouvées à 400°C avec des intensités relativement identiques. Ce qui n'est pas le cas pour le traitement de 300°C où la texture est complètement différente du point de vue d'orientations privilégiées et leurs intensités relatives. Ce qui nous mène à dire qu'il y a un stade de restauration se situant dans l'intervalle de température 300°C à 400°C. En effet des observations au microscope électronique à transmission (M.E.T) [68] ont montré la présence d'une forte densité de dislocations dans l'alliage (état brut). Il est évident que l'alliage présente une résistance à la recristallisation statique. Des études antérieures [68], montrent un comportement similaire de ces alliages.

Ceci peut être reliée à la présence de certaines phases intermétalliques présentes dans l'alliage qui est discuté dans le sous paragraphe III.6.3.a.

• **La série B₁**

Dans les Figures III.4 et 5 montre une orientation dominante α (220) à l'état brut puis il y a un changement de texture jusqu'aux traitements thermiques de 400°C pour 30 minutes de recuit ou l'orientation α (200) est la plus importante. Il y a un passage d'une orientation α (220) à l'orientation α (311) jusqu'à 400°C pour 60 minutes de recuit d'intensité plus importante par rapport à l'état brut. La température élevée 500°C favorise une texture d'orientation α (311) d'intensité la plus élevée. Il y a donc une évolution de la texture d'orientation α (311) au fur et à mesure que la température augmente.

• **La série B₂**

Les échantillons de la série B₂ ont subi des traitements thermiques de recuit à différents temps et températures suivis d'un vieillissement naturel à température ambiante pendant $1314 \cdot 10^2$ heures (15 années). Le même comportement est observé par rapport à celui des échantillons de la série A et B₁ concernant le début de recristallisation apparaissant à 500°C. Pour le recuit de 60 minutes elle commence plutôt à 400°C. Le domaine de température concernant la restauration reste identique 300°C à 400°C.

III.6.1.b Influence du temps de recuit :

Il a été observé que le temps de recuit joue un rôle principalement dans le développement et l'évolution de la texture dans les échantillons de la série B₁ et B₂. Une texture d'orientation privilégiée α (200) est observée pour les échantillons de la série B₁ traités jusqu'à 400°C pour un temps de recuit de 30 minutes et une orientation α (311) pour un temps de recuit de 60 minutes. Cette dernière orientation reste la dominante à 500°C pour les deux temps effectués. Le domaine de restauration de 300°C à 400°C reste identique quelque soit le temps de recuit pour les échantillons de la série A, B₁ et B₂, alors il se limite à 300°C pour les échantillons de la série B₂ recuit pendant 60 minutes.

III.6.2 Effet du vieillissement sur la recristallisation

III.6.2.a Vieillissement précédant les traitements thermiques :

Rappelons que les échantillons ayant subits un vieillissement naturel à température ambiante, suivi d'un traitement thermique concerne la série A et la série B₁. La même texture (orientation des différents grains) est observée pour la série A pour les temps de recuits effectués.

• La série A

Pour cette série et pour un recuit de 30 minutes une texture similaire de l'état brut est observée ainsi que celui de l'échantillon recuit à 400°C. Le même comportement est observé à 300°C et 500°C avec des intensités relativement élevées avec l'augmentation de la température.

• La série B₁

Le recuit de 30 minutes donne lieu à une stabilisation de la texture d'orientation privilégiée α (200) à partir de l'état brut jusqu'à 400°C. Puis elle change vers une orientation privilégiée α (311) à 500°C. Cependant le recuit pendant 60 minutes présente un comportement différent ou la texture d'orientation α (311) commence à se développer à partir de 300°C.

III.6.2.b Vieillissement succédant les traitements thermiques :

Les échantillon de la série B₂ ont subit un traitement thermique suivi d'un vieillissement à température ambiante pendant la même durée (1314.10² heures) de celui de la série A et B₁. Il semble qu'il y ait développement d'une texture finale et principale à 500°C d'orientation α (220) semblable à celle de l'état initial quelque soit le temps de recuit. Il faut signaler que cette texture apparaît à 400°C pour le recuit de 30 minutes. Cependant elle passe d'une orientation α (200) à 400°C puis un retour à l'orientation initial α (220) à 500°C pour un recuit de 60 minutes.

L'effet du vieillissement succédant les traitements thermiques est d'autant plus marqué pour un long temps de recuit (60 minutes).

III.6.3 Etude de la précipitation de l'alliage

III.6.3.a Identification des phases par RX, DSC, EDX :

L'étude par rayons X a permis d'identifier les différentes phases présentes dans l'alliage pour les traitements thermiques effectués. Les phases S (Al₂Cu Mg), β (Al₃Zr), T₁ (Al₂CuLi) ont été observés ainsi que la phase θ (Al₂Cu).

La Figure I.6 montre que dans l'alliage similaire au notre, la présence de δ' (Al_3Li), S (Al_2CuMg) et T_1 (Al_2CuLi). La phase δ' (Al_3Li) présente les même pics d'orientation que la matrice [69]. Néanmoins cette phase existe dans un domaine de température de 150°C à 190°C [70]. Cette phase peut exister uniquement dans l'état brut puisque des traitements thermiques effectués à partir de 300°C. L'analyse par EDX ne permet pas l'identification des éléments qui ont un nombre atomique $Z \leq 11$, le lithium dans notre cas.

La présence de β (Al_3Zr) na jamais été signalé au paravent associée à d'autre phases alors que dans ce travail, celle-ci est associée à la phase S (Al_2CuMg). Par contre elle joue un rôle important dans la retention des joints de grains. On note la présence de la phase θ (Al_2Cu) dans les alliages à forte teneur en cuivre [12]. La présence de cette phase est observée dans l'ensemble des échantillons analysés aussi bien par RX que par EDX. Son développement peut être attribué au vieillissement et sa présence plus importante au post vieillissement (vieillissement après traitements thermique). Une étude similaire a montré la présence de la phase θ (Al_2Cu) après un long vieillissement à 190°C [71] et à 185°C [72].

III.6.3.b Durcissement structural par précipitation :

L'étude de la microdureté en fonction du temps et de la température pour l'ensemble des échantillons montre la même variation de volume de l'état brut aux différents états traités. Il y a une légère diminution de la valeur de la microdureté à 300°C suivi d'une augmentation relativement moins importante à 400°C par rapport à celle de l'état initial. Par contre un accroissement très élevé de cette valeur est remarqué à 500°C. Ceci est illustré dans les Figures III.19.a, b, III.20.a, b, et la Figure III.21.a, b.

Pour la série A une baisse de la microdureté est relevée pour le recuit de 60 minutes. Pour la série B₁ cette valeur ne change pratiquement pas pour les deux temps de recuit. Cependant il y a une légère augmentation de la microdureté pour le recuit effectuée pendant 60 minutes.

Le changement de valeur de la microdureté peut être associé à la présence des phases intermétalliques. Les phases présentent des distributions et des morphologies variées en fonction des températures et temps de recuit. Une forte concentration des phases de faibles dimensions à température basse tend à disparaître laissant place à une concentration de phases de tailles moyenne, et quelque fois de dimensions élevées pouvant atteindre 2000 μm^2 en surface. Une augmentation remarquable de cette valeur est observée à 500°C. Ceci due à la coalescence des précipités observés dans l'alliage.

Il serait possible que cette augmentation de la microdureté puisse être liée à la présence de ces phases de tailles relativement élevées.

III.6.3.c Relation précipitation recristallisation :

Il faut remarquer la présence de la phase T_1 (Al_2CuLi) uniquement dans les échantillons de la série B_1 recuit à $300^\circ C/30$ minutes et $300^\circ C/60$ minutes et B_2 $400^\circ C/60$ minutes. Alors que les autres phases sont présentes dans l'ensemble des échantillons. Il est bien connue que la phase T_1 (Al_2CuLi) germe sur les dislocations ou joints de grains de faible désorientation [7], ce qui est indicatif d'une structure non recristallisée. Comme nous l'avons signalé auparavant nous sommes dans le domaine de restauration.

Il est également souligné la présence de la phase stable S (Al_2CuMg) identifiée et analysée par diffraction des rayons X et DSC et EDX respectivement dans tous les échantillons. C'est une phase qui germe de façon hétérogène dans les sous joints de grains et les grains de faible désorientation [37]. Ce qui confirme effectivement qu'il y a un stade de polygonisation (restauration).

Ceci est d'ailleurs observé jusqu'à $400^\circ C$ (sauf pour B_2 $400^\circ C/60$ minutes).

Le processus de précipitation contrôle la recristallisation. En effet, la présence de l'élément zirconium (Zr) forme des particules β (Al_3Zr) [73, 74, 69], distribués d'une façon homogène. Ces particules retardent la migration des joints de grains pendant le recuit [75, 76, 77]. Sa présence a été observée à $530^\circ C$ [9].

Il est possible d'énoncer que la recristallisation est retardée par les phases présentes dans l'alliage quelque soit le traitement thermique effectué. Il faut noter également la stabilité de structure pour la série A après même un long vieillissement naturel à l'ambiante et la précipitation de la phase θ (Al_2Cu) due à ce vieillissement.

CONCLUSION

Notre travail a consisté à étudier l'influence des traitements thermiques sur la recristallisation de l'alliage aluminium-lithium désigné par 8090.

Différentes techniques expérimentales telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, l'analyse calorimétrique, l'analyse chimique par EDX et les mesures de microdureté ont été utilisées.

Parmi les résultats obtenus on peut citer :

- Dans ce travail il ressort clairement que c'est la température influe le plus sur la recristallisation ainsi que sur la précipitation (variation de la concentration et distribution des différentes phases).
- Pour la série A, quelque soit le temps de recuit un développement de la texture α (311) à 300°C et 500°C et un retour vers une texture similaire à l'état brut est observée à 400°C.
- Pour la série B₁ il y a un développement d'une texture d'orientation α (311) en passant par une texture d'orientation privilégié α (200) pour un faible temps de recuit. L'augmentation du temps de recuit montre une texture plus prononcée vers une orientation préférentielle α (311) pour les différents températures de recuit.
- le temps de recuit n'influe pratiquement pas sur le changement de la texture des échantillons de la série A. contrairement à la série B (B₁ et B₂, la texture de l'état brut à l'échantillon traité pour différents temps de recuit montre un comportement différent pour les deux temps de recuit.
- Le domaine de restauration est situé entre 300 et 400°C pour les trois séries des échantillons A, B₁, B₂. Par contre la recristallisation prend place à 500°C avec un temps de recuit de 30 minutes pour la série A et B₁ et à 400°C pour un recuit de 60 minutes. Mais la recristallisation est partielle pour l'ensemble des échantillons.

Conclusion

- Le traitement après vieillissement développe une texture de recristallisation de même orientation principale.
- La densité des petites particules diminue avec l'augmentation de la température du recuit.
- Il y a une concentration élevée des particules de tailles moyennes avec quelque fois de grandes tailles qui se présentent sous forme d'amas de particules avec l'augmentation de la température.
- Nous avons observé la présence de la phase θ (Al_2Cu) dans tous les échantillons que nous attribuons au vieillissement naturel de l'alliage.
- Les rayons X et l'analyse par énergie dispersive (EDX) et celle par l'analyse calorimétrique (DSC) montre la présence des phases β (Al_3Zr) et θ (Al_2Cu) en plus des particules S (Al_2CuMg), T_1 (Al_2CuLi) et δ' (Al_3Li) présents dans l'alliage.
- La phase β (Al_3Zr) est parfois associée à la phase S (Al_2CuMg).
- Nous avons mis en évidence que c'est la phase β (Al_3Zr) qui inhibe la recristallisation.
- Le vieillissement n'influe pas sur la recristallisation.

REFERENCES

- [1] L. Qing, Y. Jinfeng. *Acta metall and mater*, vol 40. No 7. (1992).1735
- [2] H. Shin, H. Young, C. Maeng. *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol 26. (1992). 117.
- [3] I. Lakhtine, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, ed Mir (1978). 367.
- [4] J. Morlet, G. Murry *Technique de l'ingénieur*, volume MB5. Numéro M440 (2000). 16.
- [5] E. H. Spucher, A. H. Knoll and J. G. Knifnur, *Met. Prog.* 79 (1960). 80.
- [6] P. Warrendale, T. H. Sanders Jr. And E. A. Starke Jr. Vol 2. (1989).1.
- [7] H. K. Hardy and J. M. Sicoock, *J. I. M.*, 84 (1955). 423.
- [8] J. M. Silcock, *J. Int. Met.* 88 (1960). 357.
- [9] Quist, W. E. and Narayanan, G. H. *Aluminum Alloys-Contemporary Research and Applications*, *Treatise on Mate. Sci. Technol.* Vol 31. (1989). 219.
- [10] J. Pickens. R. Heubaum. F. Hramer. *Scripta Metll.* (1990).24
- [11] F. W. Gayle, W. Tack, G. Swanson, F. H. Heubaum and J. R. Pickens, *Scripra Metall*, 30 (1994). 761.
- [12] P. J. Gregson and H. M. Flower, *Acta Meta II.* 33 (1985). 527.
- [13] M. J. Starink, P. J. Gregson. *Material Science and Enginiring.* A211. (1996). 54.
- [14] L. F. Mondolfo, *Aluminum Alloys - structures and Properties* (Buttenuorth, London), (1976). 554.
- [15] K. Dinsdale, S. J. Harris and B. Noble. *Proc. Ist. AL-Li Conf*, New York, ed T. H. Sanders Jr and E. A. Starke Jr. (1981).119
- [16] W. Kurz, J. P. Mercier et G. Zambelli, *introduction à la science des matériaux*, presses polytechniques et universitaires romandes (1995). 254.
- [17] M. boufenghour, *Mémoire de Magister*, université Mentouri-constantine (2001). 24.
- [18] G.D. Preston, A. Guinier *Nature*, 142, (1938). 570.
- [19] G.W. Lorimer. *FiZika* 2 suppl. 2(1970). 16.
- [20] K. T. Kashyap and T. Chadrahekar, *Bull. Mater. Sci.* 24-4 (2001) 345.
- [21] R. Kaibyskov, F. Musin, D. Gromov, T. G. Nieh and D. R. Lesuer; *Metals. Trans.* 43-10, (2002). 2392.
- [22] V. Laaksonen, D. W.talanquer; *osctaby: Nucleation, measurements theory, and tomspharic application.* *Annu. Rev. Phys. Chim* 46 (1995). 489.
- [23] D. E. Laughlin and W. F. Maa, *Automotive Alloys 2.* Edi by S. K Das. *Thes Minerals, Metals and Materials Siciety.* (1998). 63.
- [24] E. Hornbgen, *Nucleation*; M. Becker. Inc New-york, (1969). 309.

- [25] J. Barralis, G. Maeder, *Métallurgie Tome 1*, ed communication actives. (1982).242.
- [26] D. B. Williams and J. W. Edington, *Met. Sci.* 9 (1975). 529.
- [27] B. E. Noble and G. E. Thompson, *Met. Sci. J.* 5 (1971). 120.
- [28] J. Morlet, G. Murry *Technique de l'ingénieur*, volume MB3. Numéro M240 (2000). 23.
- [29] D. B. Williams, *Aluminum-Lithium Alloys*, edited by T. H. Jr. Sanders and E. A. Jr Starke, TMS-AIME. (1980). 324.
- [30] P. Sainfort, *Thèse de Docteur-Ingénieur*, Université de Grenoble. (1985). 41.
- [31] S. L. Jha, T. H. Sanders and H. A. Dayananda, *Acta Met.* 35, 2 (1987). 473.
- [32] D. B. Williams and J. W. Edington, *Phil. Mag.* 30 (1974). 1147.
- [33] D. B. Williams, *First Int. Conf. On Al-Li alloys*, Stone Mountain, (1981). 89.
- [34] K. Kuriyama, *Acta Cryst.* 1975. B 31 (1973). 1793.
- [35] J. M. Silcock, T. H. Heal and H. k. Hardy, *J. Int. Met.* 84 (1956). 23.
- [36] G. W. Lorimer, in *Précipitation Processes in Solids*, TMS- AIME, Warrendale, PA, ed. K. C. Russel and H. I. Aronson. (1978). 87.
- [37] R. N. Wilson and P. G. Partridge, *Acta Mett.* 13 (1965). 1321.
- [38] J. Klee and C. Laird, *phil. Mag A.* Vol 47, N. 4 (1983). 579.
- [39] B. E. Noble and G. E. Thompson, *Met. Sci. J.* 6 (1972). 167.
- [40] P. Sainfort and B. Dubost, *Aluminum-Lithium N*, edited by G. Champier, B. Dubost, D. Miannay, and L. Sabetay, (France: Les Editions De Physique). (1987). 407.
- [41] R. Amichi. *Superplastic Behaviour in Aluminium-Lithium Alloys 8090*. University of Manchester (1991).111.
- [42] W. A. Cassada, G. J. Sheflet and . E. A. Jr. Starker, *Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical Properties*, edited by E. A. Jr. Starke and T. H. Jr. Sanders, (EMAS. Warlev West Midlands. UK). (1986). 695.
- [43] M.H.Toslen, A.K. Vasudevan and P.R. Howll, *Proc. 3rd int. Al-Li cof*, oxford, july (1985).483.
- [44] W. S. Miller and J. W. Morris, *Phil. Mag. A*, Vol 56, 4 (1987). 507.
- [45] G. Bernager et C. Le Marie, *Introduction aux Traitements Thermiques des Alliages Métalliques*. (1977). 25.
- [46] R. W. Chan, *Recovery and Recrystallization*, *Physical Metallurgy*, ed R. W. Cahn et P. Haasen, Elsevier (1983). 1595.
- [47] G. Bernardn, *Métallurgie Générale*, ed Maison. CIE (1969). 201.
- [48] G. Saindernan, R. LeGall, *Endommagement Interfacial des Métaux*, ed F. Christien. (2002).43.

- [49] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J.J Jonas, D. juul Jensen, *Materials Science and Engineering*, Vol A238, (1997). 219.
- [50] F.J. Humphreys and M. Hatherly. *Recrystallisation and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press (1995). 188.
- [51] H. Hu, *Proceedings of The Seventh Riso International Symposium*, ed by N. Hansen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, (1986). 75.
- [52] G. Liao, *Etude Expérimentale des Cinétiques de Recrystallisation et de Vitesses de Migration des Joints de Grains dans le Nickel écroui*. Université de Nantes (1998). 2.
- [53] X. Huang, D. J. Jenssen and N. Hansen, *Proceeding of the Fourth International Conference on recrystallisation Related Phenomena*, The Japan Institute of Metals (1999). 161.
- [54] O. Dimitrov, R. Fromageau and C. Dimitrov, dans *Recrystallization of Metallic Materials*, ed Haessner, Riederer Verlag, Stugart. (1978). 137.
- [55] A. Roos, P. Bastien, *Précis de métallographie appliquée*, ed Dunod. (1963). 56.
- [56] G. J. Marshal and R. A. Ricks, *Proc. Recrystallization 92*, ed Fuentes et Gil Sevillano, San Sebastian, Spain (1992). 245.
- [57] K. T. Aust and J. W. Rutter, *Transactions of the Metallurgical Society of A.I.M.E*, Vol 215, (1959). 119.
- [58] V. G. Ibe and G. Lucke, *Archiv fur das eisenhutzenwensen*, (1968). 1.
- [59] G. R. Speich and R. M. Fisher, *Recrystallization, Grains Growth and Textures*, ASM, Ohio (1966). 563.
- [60] A. W. Bowen, *Mater. Scio and Tech.* 6, (1990). 1058.
- [61] W. Miller. J. Llyod. *Aluminium alloys, Their Physical and Mechanical Properties*. Vol 3, EMAS, (1986). 1799.
- [62] A. K. Mukhopadhyay, F. Sale. *Journal de physique colloque C3, supplément au n° 9, tome 48*, (1997). 444.
- [63] A. Luo, D. Lloyd. *Acta Metallurgica et Materialia* .vol 41. N°3. (1993). 772.
- [64] Y. Brechet, *Thèse, institut National Polytechnique de Grenoble* (1987). 45
- [65] M. Starink, A. Sinclair, *Material science and engineering*, A. 289. (2000). 130.
- [66] J. Min Kim, W. Jar Jung. *Journal of Alloys and Compounds* 434-435. (2007). 324.
- [67] A Gaber, N Afify, *Appl. Phys.* Vol A 1997.57.
- [68] R. Amichi, and N. Ridley. *Proceeding of the international conference on light metal*, Amsterdam. (1990).209.
- [69] J.I. Pérez-Landazabal. G. Madariaga. V. Recarte and J. San Juan. *Acta mater*, vol 48. (2000). 1283.

- [70] D. R. Liu and D. B. Williams. Proc. R. Soc. Lond.A 425. (1989).91.
- [71] S. J. Hrris, B. Noble, K. Dinsdale, Journal de physique colloque C3. Tome 48 (1987). 415.
- [72] N.Boukos, E. Rocofyllou, C. Papastaikoudis. Matetials Science and Engineering A256. (1998).280.
- [73] J. Min Kim, W. Jar Jung. Journal of Alloys and Compounds 434-435. (2007). 324.
- [74] L. Augusto, H. Terrones. Materials Characterization. (2006). 3.
- [75] Palmer, 1. G. Miller, W. S. Lloyd, D. J. and Bull, M. J. Alurninum-Lithium Alloys II, edited by Sanders Jr, T. H. and Starke Jr, E. A. (Warrendafe, Metallurgy Society of AIME), (1984). 137.
- [76] M. Gonçalves. C. M. Sellars. Journal de physique colloque C3. Tome 48 (1987).171.
- [77] A. Amol Gokhale. V. Singh. Journal of materials processing technology. Vol159. (2005).369.

ABSTRACT

Aluminium-Lithium alloys can be defined as superplastic material .Superplastic behaviour. Requires a very fine and equiaxed grain structure. This can be obtained by static recrystallisation following appropriate thermo mechanical treatment.

We are interested on heat treatment effect on recrystallisation of Al-Li alloys known as 8090

The object of this study concerns microstructural evolution as a function of static annealing parameters i.e: temperature and time.

Indeed two sets of specimens have been considered. One of which has been processed in order to develop a static recrystallisation. The hole samples have been heat treated in a furnace then quenched in water for chosen temperatures in the range between 300°C- 500°C; and for two fixed times 30 and 60 minutes.

In this work, it has been clearly shown the influence of the temperature rather than the time upon recrystallisation and precipitation process mainly the variation of the concentration and the distribution. Evidence has been made that β (Al_3Zr) phase inhibes the recrystallisation.

In addition, it has been observed the presence of θ (Al_2Cu) phase, which can be related to the aging parameters.

Key-words: aluminium-lithium alloy, static recrystallisation, annealing, Heat treatment, precipitation, aging,8090.

Résumé

L'alliage d'aluminium-lithium est connu comme étant un matériau superplastique. Un des pré requis du comportement superplastique est étroitement lié à une structure à grains fins et equiaxes. Le développement de cette structure peut être obtenue par recristallisation statique suite à traitement thermomécanique approprié.

Nous nous intéressons à l'influence des traitements thermiques sur la recristallisation de l'alliage AL-Li désigné par 8090.

Le but de cette étude est de suivre l'évolution de la microstructure en fonction du temps et de la température du recuit de recristallisation.

En effet deux variétés d'échantillons ont été considérées dont l'une a subi au préalable un traitement de recristallisation. Les traitements thermiques de tous les échantillons des deux séries ont été effectués pour un intervalle de température entre 300°C et 500°C pour deux temps fixés à 30 et 60 minutes.

Dans ce travail il ressort clairement que c'est plutôt la température qui influe beaucoup plus la recristallisation ainsi que sur la précipitation (variation de la concentration et distribution). Nous avons mis en évidence que c'est la phase β (Al_3Zr) qui inhibe la recristallisation. Il a été observé la présence de la phase θ (Al_2Cu) que nous attribuons au vieillissement de l'alliage.

Mots clés : Alliage aluminium-Lithium, recristallisation statique, recuit, traitement

Thermiques, précipitation, vieillissement, 8090.