

*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

**SPECIALITE : Sciences des Matériaux**

**OPTION : Métallurgie**

THEME

Contribution à l'étude des diagrammes de diffraction  
obtenus par microscopie électronique en transmission  
de la phase  $Al_2CuMg$  dans une matrice d'aluminium :  
Aspects théorique et pratique.

*Par : Djaaboube Halima épouse Medjdoub*

*Soutenu le : 10 /09 / 2008*

*Devant le jury :*

Président :	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri – Constantine.
Rapporteur :	D. KHIREDDINE	Prof.	Université Mentouri – Constantine.
Examineurs :	O. KHALFALLAH	Prof.	Université Mentouri – Constantine.
	S. CHEKROUD	Prof.	Université Mentouri – Constantine.

## ***REMERCIEMENTS***

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

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

Mes premiers remerciements s'adressent conjointement et tout naturellement à Mme le Professeur Djamila Khireddine pour la qualité de son encadrement, sa compétence et ses conseils qui m'ont permis de mener à bien ce mémoire.

J'exprime mes sincères remerciements à monsieur Djamel Hamana, Professeur et directeur de ce laboratoire qui m'a fait l'honneur d'avoir accepté de présider le jury de thèse.

Mes remerciements s'adressent également aux personnes qui ont accepté de faire partie du jury de thèse : Mr Omar Khalfallah et Mr Said Chekroud, tous deux Professeurs à l'université de Constantine.

Je n'oublierai pas de remercier Mr MH. Khireddine et Mr L. Hadjadj, Maîtres de Conférences à l'université Mentouri-Constantine, ainsi que Mr E. Nouicer, chercheur au Laboratoire de Transformations de Phases, pour leur aide amicale et leur gentillesse à mon égard.

Je remercie tous mes amis du Département de Physique, spécialement Sourour, Sana, Sabah, Loubna, Ouarda, Asma, Zahira, Khadidja, Fahima, Sara, Hichem, Abdelkader, Mourad, Issam, Fouzy.

Enfin, que ceux et celles que j'ai pu momentanément oublier aujourd'hui, veuillent bien me pardonner. Ils reviendront certainement à ma mémoire et me feront regretter mon ingratitude momentanée.

*Je dédie ce travail*

*À mes parents*

*À mes frères et mes sœurs*

*À mon mari Adnane*

*À tous ceux qui me sont chers*

# *SOMMAIRE*

## **SOMMAIRE**

INTRODUCTION.....	01
-------------------	----

### **CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DE LA PRECIPITATION DE LA PHASE $Al_2CuMg$ (S'/S) DANS LES ALLIAGES TERNAIRES PUIS QUATERNAIRES D'ALUMINIUM.**

I.1	Introduction.....	03
I.2	Précipitation dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg.....	03
I.2-1	Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg.....	03
I.2-2	Première approche phénoménologique de l'étude de la cinétique de précipitation.....	04
I.2-3	Séquences de précipitation.....	07
I.2-3-1	Co-clusters et / ou zones GPB (Guiner-Preston-Bagayaratsky).....	08
I.2-3-2	Précipitation de la phase intermédiaire S''/GPB2.....	09
I.2-3-3	Précipitation de la phase d'équilibre S'/S.....	13
I.2-4	Germination et croissance de la phase S'/S dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg.....	15
I.3	Précipitation dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.....	17
I.3-1	Diagramme d'équilibre quaternaire Al-Li-Cu-Mg.....	17
I.3-2	Précipitation des phases $\delta'$ ( $Al_3Li$ ) et $\delta$ (AlLi) dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.....	18
I.3-2-1	Séquence de précipitation.....	18
I.3-2-2	Germination et croissance de la phase $\delta'$ dans les alliages Al-Li-Cu-Mg.....	19
I.3-3	Précipitation de la phase S'/ S dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.....	21
I.3-3-1	Séquences de précipitation.....	21
I.3-3-2	Germination et croissance des précipités S'/S dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.....	22
I.4	Relations d'orientation de la phase S'/S avec la matrice d'aluminium.....	25

### **CHAPITRE II : MISE EN EVIDENCE DE LA PHASE $Al_2CuMg$ (S'/S) PAR**

## DIFFERENTES METHODES EXPERIMENTALES.

II.1	Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	28
II.1-1	Cas du système ternaire Al-Cu-Mg.....	28
II.1-2	Cas du système quaternaire Al-Li-Cu-Mg.....	32
II.2	Analyse par microscopie électronique en transmission (MET).....	38
II.2-1	Cas du système ternaire Al-Cu-Mg.....	38
II.2-2	Cas du système quaternaire Al-Li-Cu-Mg.....	43

## CHAPITRE III : MATERIAU ET TECHNIQUE EXPERIMENTALE D'OBTENTION DES DIAGRAMMES DE DIFFRACTION ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION-METHODE GENERALE D'INDEXATION.

III.1	Matériau étudié.....	46
III.2	Technique expérimentale.....	46
III.2-1	Microscopie électronique en transmission (MET).....	46
III.2-2	Préparation des lames minces.....	48
III.2-3	Principe technique de formation de l'image et de la diffraction.....	49
III.2-3-1	Formation des images.....	49
III.2-3-2	Formation du diagramme de diffraction.....	51
III.3	Méthode d'indexation des diagrammes de diffraction des monocristaux monophasés.....	54
III.3-1	Relation entre diagramme de diffraction et réseau réciproque du matériau.....	54
III.3-2	Procédure d'indexation.....	56
III.3-2-1	Cas du cristal connu (système cubique).....	56
III.3-2-2	Cas du cristal connu non cubique.....	56
III.3-3	Relation entre réseau réciproque et projection stéréographique.....	57
III.3-3-1	Principe de la projection stéréographique.....	57
III.3-3-2	Corrélation réseau réciproque et projection stéréographique.....	57
III.3-4	Etude des facteurs de structure $F_{hkl}$ .....	61
III.3-4-1	Facteur de structure de la maille CFC de la matrice $\alpha$ .....	61
III.3-4-2	Facteur de structure de la phase cohérente et ordonnée $Al_3Li$ .....	62
III.3-4-3	Facteur de structure de la phase semi-cohérente $Al_2CuMg$ (S/S).....	62

## CHAPITRE IV : ETUDE THEORIQUE DE LA DIFFRACTION PAR MET DE

**L'ALLIAGE QUATERNAIRE CONTENANT TROIS PHASES DIFFERENTES.  
APPLICATION AU DEPOUILLEMENT DE DEUX DIAGRAMMES PRATIQUES :**

**COUPE (100)<sub>α</sub>\* ET COUPE (112)<sub>α</sub>\*.**

IV.1	Etude de la diffraction de la matrice $\alpha$ .....	66
IV.1-1	Indexation de la coupe (100) <sub>α</sub> * .....	66
IV.1-2	Indexation de la coupe (112) <sub>α</sub> *.....	68
IV.2	Etude de la diffraction de la phase $\delta'$ ordonnée.....	70
IV.2-1	Indexation de La coupe (100) <sub>δ'</sub> *.....	70
IV.2-2	Indexation de La coupe (112) <sub>δ'</sub> *.....	67
IV.3	Contribution à l'étude de la diffraction de la phase S'/S.....	71
IV.3-1	Correspondance entre les plans et directions cristallographiques de la phase S'/S et de la matrice d'aluminium $\alpha$ dans le réseau réciproque.....	71
IV.3-1-1	Relation d'orientation entre matrice d'aluminium-phase S'/S.....	71
IV.3-1-2	Calcul de la matrice de passage d'un plan (hkl) de la phase $\alpha$ à un plan (h'k'l') parallèle de la phase S'/S.....	72
IV.3-1-2.1	Normale au plan (hkl) (RD et RR) dans le cas de la structure cubique.....	73
IV.3-1-2.2	Normale au plan (hkl) (RR) dans le cas de la structure orthorhombique.....	73
	<b>a)</b> (100) <sub>S'/S</sub> // (100) <sub>α</sub> .....	74
	<b>b)</b> (100) <sub>S'/S</sub> // (010) <sub>α</sub> .....	77
	<b>c)</b> (100) <sub>S'/S</sub> // (001) <sub>α</sub> .....	77
IV.3-2	Calcul de l'angle $\varphi$ de chaque matrice de transformation.....	78
IV.3-2-1	(100) <sub>S'/S</sub> // (100) <sub>α</sub> ou [100] <sub>S'/S</sub> // [100] <sub>α</sub> .....	78
IV.3-2-2	(100) <sub>S'/S</sub> // (010) <sub>α</sub> ou [100] <sub>S'/S</sub> // [010] <sub>α</sub> .....	80
IV.3-2-3	(100) <sub>S'/S</sub> // (001) <sub>α</sub> ou [100] <sub>S'/S</sub> // [001] <sub>α</sub> .....	81
IV.3-3	Exemple de calcul de plans ou de directions parallèles.....	83
IV.4	Indexation des taches de la phase S'/S qui apparaissent sur des diagrammes de diffraction de la matrice $\alpha$ .....	86
IV.4-1	Indexation de la coupe (100) <sub>α</sub> * : identification des taches de $\delta'$ et de S'/S.....	86
IV.4-1-1	Etude théorique de l'indexation de la coupe (100) <sub>α</sub> *.....	86
IV.4-1-2	Etude du diagramme expérimental de la coupe (100) <sub>α</sub> *.....	104
IV.4-2	Indexation de la coupe (112) <sub>α</sub> * : identification des taches de $\delta'$ et de S'/S.....	110
IV.4-2-1	Etude théorique de l'indexation de la coupe (112) <sub>α, δ'</sub> *.....	110
IV.4-2-2	Etude du diagramme expérimental de la coupe (112) <sub>α</sub> *.....	125

IV.4-3	Discussion de l'indexation des taches de S'/S apparaissant sur la coupe (100)* <sub>a</sub> .....	129
IV.4-4	Discussion de l'indexation des taches de S'/S apparaissant sur la coupe (112)* <sub>a</sub> .....	131
<b>CONCLUSION</b> .....		134
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....		136

# *INTRODUCTION*

## ***INTRODUCTION***

L'addition du lithium à l'aluminium permet d'obtenir des alliages dont les propriétés physiques et mécaniques sont intéressantes en vue d'applications industrielles, particulièrement dans l'aéronautique. En effet, le lithium abaisse notablement la densité de l'alliage et la précipitation de la phase  $\text{Al}_3\text{Li}$  cubique, cohérente et ordonnée améliore considérablement le module d'Young ainsi que la limite d'élasticité de l'alliage.

Cependant, les alliages binaires Al-Li sont caractérisés par une très mauvaise ductilité. La littérature sur le sujet, montre que c'est la phase  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ) cohérente qui en serait responsable, à cause de son cisaillement facile par les dislocations créées par déformation de la matrice. Tout ou partie de ce comportement médiocre peut être amélioré par l'addition d'éléments tels que le cuivre et le magnésium entraînant la précipitation d'une autre phase semi-cohérente  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (S/S), supposée être non cisailable.

De nouveaux alliages quaternaires, Al-Li-Cu-Mg, sont donc élaborés. Ils sont caractérisés par une faible densité et des propriétés mécaniques nettement meilleures que celles de l'alliage binaire Al-Li. La recherche établie autour des phases  $\text{Al}_3\text{Li}$  et  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , présente un intérêt majeur tant du point de vue fondamental que pratique.

L'objectif principal de l'utilisation de la microscopie électronique en transmission est la caractérisation des différentes phases précipitées dans un matériau donné par le biais du dépouillement des diagrammes de diffraction électronique réalisés. C'est là un outil très puissant qui permet l'investigation de la microstructure des matériaux à une très fine échelle.

Dans le présent travail, nous nous intéressons particulièrement à l'étude de la phase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  semi-cohérente avec la matrice et présentant une structure orthorhombique. La littérature fournit des relations d'orientation cristallographique de cette phase avec la phase CFC de l'aluminium. Nous utilisons ces relations afin de l'étudier plus en détails, tant du point de vue morphologique que du point de vue de la diffraction en microscopie électronique à transmission. Nous contribuons ainsi à l'indexation des taches de diffraction provenant de cette phase qui apparaissent sur les diagrammes de la matrice CFC. Les réflexions de la phase cohérente  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ) sont également examinées.

Le mémoire comporte quatre chapitres : le premier et le deuxième contiennent successivement la bibliographie récente sur " L'étude de la précipitation de la phase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$

(S'/S) dans les alliages ternaires puis quaternaires d'aluminium" et " La mise en évidence de la phase  $AL_2CuMg$  (S'/S) par deux méthodes expérimentales : la DSC et le MET".

Dans le troisième chapitre, nous présentons le matériau utilisé et la technique d'obtention des diagrammes de diffraction par microscopie électronique en transmission. Le calcul théorique des diagrammes de diffraction des électrons pour notre matériau ainsi que le dépouillement de deux diagrammes expérimentaux est présentés dans le quatrième chapitre.

Nous terminons le mémoire par une conclusion résumant les principaux résultats obtenus suivie par une liste des références bibliographiques utilisées.

# *CHAPITRE I*

## **CHAPITRE I**

# **ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DE LA PRECIPITATION DE LA PHASE $Al_2CuMg$ (S/S) DANS LES ALLIAGES TERNAIRES PUIS QUATERNAIRES D'ALUMINIUM**

### **I.1- Introduction.**

Le phénomène de durcissement rapide par précipitation a été découvert dans l'alliage Al-4%Cu-0.6%Mg (en poids) par le chimiste allemand Alfred Wilm en 1906. Cette précipitation confère aux alliages de la série 2000 et 8000 un comportement mécanique appréciable, d'où leur grande importance particulièrement dans l'industrie aéronautique.

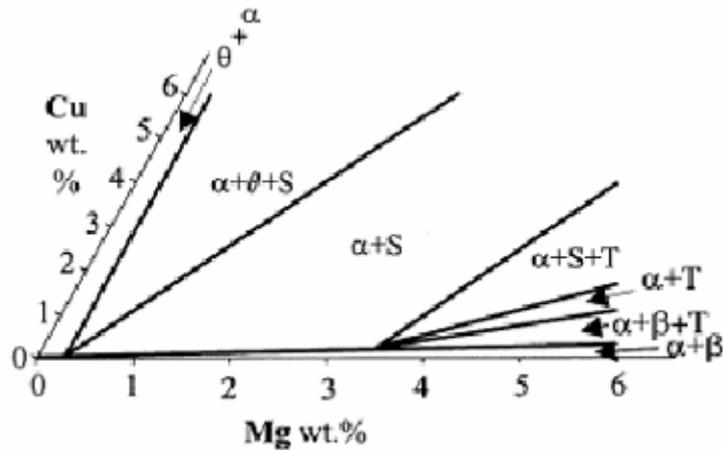
Dans ces alliages à base d'aluminium qui contiennent simultanément du cuivre et du magnésium, il semblerait que c'est la phase  $Al_2CuMg$  (S/S) qui apparaît de manière dominante. Nous détaillerons les théories proposées dans la littérature sur la précipitation de cette phase dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg puis quaternaires Al-Li-Cu-Mg.

### **I.2- Précipitation dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg.**

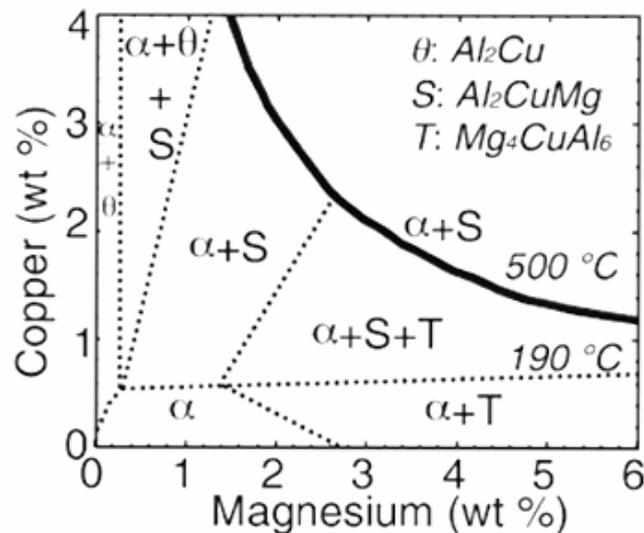
#### **I.2-1 Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg.**

La figure I-1 représente une section isotherme à 200°C du diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg. Dans le domaine correspondant aux faibles teneurs en cuivre et en magnésium, il apparaît quatre types de précipités. Dans la zone correspondant aux rapports massiques Cu/Mg élevés, la phase S ( $Al_2CuMg$ ) précipite avec la phase  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ). Aux rapports Cu/Mg de plus en plus faibles, apparaissent successivement les phases suivantes : la phase S seule dans la matrice  $\alpha$ , S avec la phase T ( $Al_6CuMg_4$ ) [1, 2] et S avec la phase  $\beta$  ( $Al_{12}Mg_{17}$ ) [3].

La figure I-2 montre le même diagramme à des sections isothermes à 190°C et à 500°C. Les mêmes phases de la figure I-1 apparaissent à 190°C (à l'exception de la phase  $\beta$ ). La phase S apparaît seule à 500°C.



**Fig. I-1 :** Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 200°C;  $\alpha$  = Al,  $\theta$  =  $\text{CuAl}_2$ , S =  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , T =  $\text{Al}_6\text{CuMg}_4$  et  $\beta$  =  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [3].

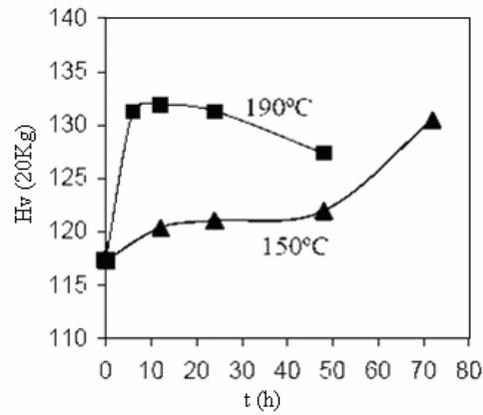


**Fig. I-2 :** Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 190°C et 500°C [4].

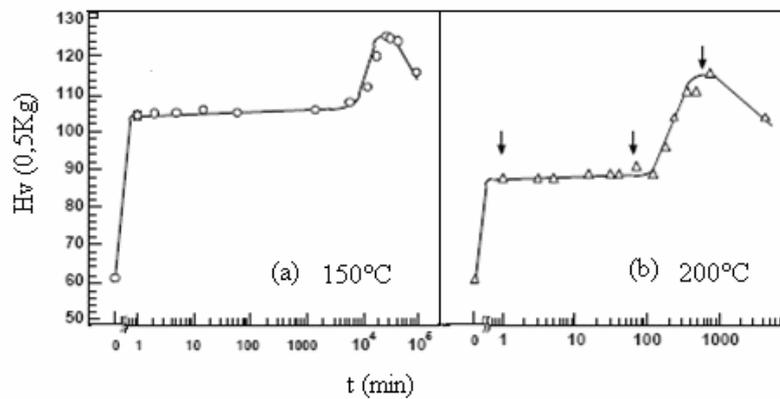
### I.2-2 Première approche phénoménologique de l'étude de la cinétique de précipitation.

La cinétique de précipitation a été préétablie par l'évolution du durcissement structural des matériaux. En effet, le durcissement des alliages Al-Cu-Mg dépend notablement des phases qui précipitent pendant le vieillissement. De ce fait, La variation de la microdureté avec le temps de vieillissement peut fournir des renseignements sur les phases précipitées. Les figures I-3, I-4 et I-5 montrent des courbes de l'évolution de la microdureté pour des vieillissements de 150°C, 190°C et 200°C réalisés sur des alliages appartenant au domaine ( $\alpha$ +S) du diagramme d'équilibre [5,6,7]. Il apparaît deux stades de durcissement : le durcissement initial rapide qui définit le stade I, suivi d'un plateau indiquant la stabilité de la

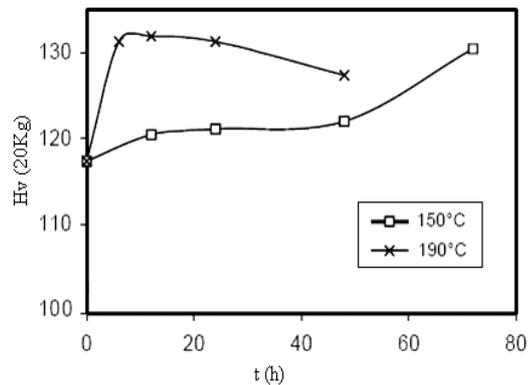
microdureté, puis d'un pic de durcissement appelé stade II. L'établissement d'une relation entre les stades de durcissement et la cinétique de précipitation reste néanmoins controversé.



**Fig. I-3 :** Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage Al-2,81%Cu-1,05%Mg-0,41%Mn (en poids) vieilli à 190°C et à 150°C [5].



**Fig. I-4 :** Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage Al-1,7%Mg-1,1%Cu (at %) vieilli à 150°C et à 200°C [6]



**Fig. I-5 :** Variation de la microdureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage Al-1,2% Cu-0.5%Mg (at%) [7].

Précédemment, vers 1960 le premier stade était généralement attribué à la formation des zones GPB, et le deuxième à la formation de la phase d'équilibre S [8, 9]. Par contre, Cuisiat [10] a observé la formation de la phase transitoire S'' dans le deuxième stade.

Récemment à l'aide de la technique 3 DAP (tree dimensional atome probe), Ringer *et al.* (1997) [11] ont proposé que le premier stade serait dû aux rassemblements des atomes Cu-Mg sous forme d'amas appelés clusters, et que le stade II serait dû à la formation des zones de Guiner-preston-Bagayaraski.

D'autre part, Charai *et al.* [12], par une étude basée sur les résultats obtenus par analyse HREM (Microscopie électronique à haute résolution) et DSC (Analyse calorimétrique différentielle), ont proposé que les clusters Mg-Mg apparaissent avant les clusters Cu-Cu et Cu-Mg et ce, à cause de l'énergie d'interface Mg/lacune élevée ainsi qu'à la basse énergie d'activation de la diffusion des atomes Mg dans l'aluminium.

Par contre, en 1999, Reich *et al.* [6] dans une étude de l'alliage Al-1,1 Cu-1,7 Mg (at. %), vieilli à 150°C pendant quelques minutes, ont montré que le premier stade serait dû aux interactions des dislocations avec la solution solide [13, 14, 15]. Les co-clusters apparaîtraient ultérieurement. L'apparition des zones GPB est associée au deuxième stade de durcissement. Enfin, la phase S apparaît dans le stade d'adoucissement.

Wang et Starink [3, 16] et Kovarik *et al.* [17, 18] ont observé la formation des co-clusters Cu-Mg et de la phase S'' ou GPB2 dans le premier stade et la formation de la phase S'/S dans le deuxième stade.

Nous remarquons que les phases associées aux deux stades de la courbe de microdureté sont différentes d'un auteur à l'autre. Le tableau I-1 rassemble donc les différentes propositions de certains auteurs sur les phases précipitées dans ces stades.

Auteurs	Stade 1	Stade 2	Références
Silcock	Zones GPB	S	[9]
Cuisiat	Zones GPB	S''	[10]
Ringer <i>et al.</i>	co-clusters Cu-Mg	Zones GPB	[11, 19]
Reich <i>et al.</i> Ratchev <i>et al.</i> Raviprasad <i>et al.</i> Novelo <i>et al.</i>	Interaction entre les dislocations et la solution	co-clusters Cu-Mg	[6, 13, 14, 15]
Wang <i>et al.</i> Kovarik <i>et al.</i> Yan <i>et al.</i>	co-clusters Cu-Mg, GPB2 ou S''	S	[3, 16, 17, 18, 20]

**Tableau. I-1 :** Les différentes phases associées aux deux stades de durcissement.

### I.2-3 Séquences de précipitation.

Diverses séquences de précipitation sont proposées dans les alliages Al-Cu-Mg. Chaque séquence décrit un nombre et un modèle de structures cristallines des phases précipitées. Les phases les plus citées pour un alliage Al-Cu-Mg sont : les zones de Guiner-Preston-Bagayaratsky, les co-clusters Cu-Mg, les phases S''/GPB2, la phase métastable S' et la phase d'équilibre S, toutes dans un domaine de basses températures (100°C-200°C).

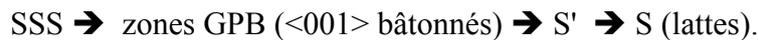
Il est important de noter, qu'en général, il n'y a pas de séquences différentes de précipitation dans un même domaine du diagramme d'équilibre contenant la phase S.

En 1952, selon Bagayaratsky [8], si le rapport massique Cu/Mg est supérieur ou égal à deux, la phase S précipite selon la séquence :



où SSS est la solution solide sursaturée, GPB sont les zones de Guiner-Preston-Bagayaratsky, S'', S' et S sont les phases qui apparaissent en fin de séquence.

Plus tard, en 1961, Silcok [9] affirme ne pas avoir observé la présence de la phase S'' par diffraction X, il a donc proposé la séquence suivante :



Récemment, plusieurs auteurs ont montré qu'un rapport massique Cu/Mg faible (de l'ordre de 1) est suffisant pour la précipitation de la phase S [3, 6, 16, 17.19].

Ringer *et al.* [21] dans une étude sur la précipitation, dans le premier stade de durcissement de l'alliage Al-1,1 Cu-1,7 Mg (at. %), montrent que le durcissement est notable, si l'alliage est vieilli plus de 60 s à une température supérieure à 130°C. Il semble que ce sont les clusters (dominants dans ce stade) qui sont responsables du durcissement. Ces clusters se développent pour former des précipités sous forme de bâtonnets considérés comme des zones GPB riches en Cu et Mg. Ensuite, ces zones vont croître pour se transformer en phase S qui apparaît de manière hétérogène sur les dislocations. Les auteurs proposent la séquence suivante:



En 1999, Riech *et al.* [6] n'observent pas les zones GPB au début de la précipitation, mais observent les clusters de Cu-Mg. D'après ces auteurs, les zones GPB apparaissent ultérieurement selon la séquence suivante :



D'autre part, en 2004, Wang et Starink [16], par la corrélation entre les résultats obtenus par MET (Microscopie électronique en transmission) et par DSC, ont confirmé l'existence des co-clusters Cu-Mg et de la phase nommée GPB2/S". En effet, ils ont étudié la ségrégation des atomes de soluté Cu et Mg en agrégats appelés co-clusters et que les zones GPB sont considérées comme une phase transitoire formant la phase S" selon la séquence suivante :



En 2007 [22], les mêmes auteurs, dans un travail différent effectué sur deux alliages contenant en plus du Cu et du Mg, une faible quantité de Silicium: Al- 2,4%Cu-1,5%Mg - 0,6%Mn-0,5%Si et Al-2,4%Cu-1,5%Mg-0,6%Mn-0,08%Si (en poids), ont confirmé l'existence de deux types de précipités de la phase S: type 1 et type 2 qui se différencient par les relations d'orientation avec la matrice; ces auteurs proposent la séquence:



En 2008, Khan *et al.* [23] dans une étude sur la cinétique de durcissement dans l'alliage 2024 de composition Al-4,2%Cu-1,36%Mg-0,58%Mn-0,06%Si-0,08%Fe (en poids), ont utilisé la séquence suivante :



*Nous remarquons que chaque étape différente des séquences proposées mérite d'être étudiée plus en détail.*

### **I.2-3-1 Co-clusters et/ou zones GPB (Guiner-Preston-Bagayaratsky).**

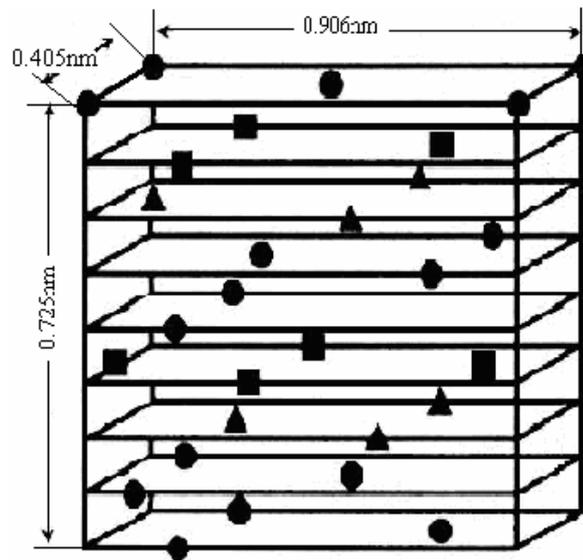
En 1943, Perlitz et Westgren [24] ont proposé la formation des zones GP au début de la précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg. D'abord, il y a la ségrégation des éléments d'addition sous forme d'amas cohérents avec la matrice, au moins dans les directions a et b. Ensuite, ces zones prennent une structure tétragonale [24], avec les paramètres cristallins suivants : a = b = 4,05Å, c = 8,10Å. Ces résultats sont confirmés récemment par Wolverton [25].

Bagayaratsky [8] a considéré les zones GP comme une petite rangée d'atomes de soluté Cu et Mg posés sur une des directions <100> de la matrice d'aluminium.

Selon Mondolfo [2], la solution solide se décompose pour former les zones GPB (appelées par Silcok GPB car elles semblent différentes des zones classiques observées dans les systèmes binaires Al-Cu [9]). Il a proposé une structure orthorhombique de ces zones GPB avec les paramètres cristallins suivants : a = 4,05Å, b = 9,06Å, c = 7,25Å (Fig. I-6). Ce modèle a été vérifié plus tard par Pérez-Landazábal *et al.* [26].

D'après Wang et Starink [16], l'absence des taches de diffraction relatives aux zones

GPB sur les diagrammes obtenus par MET ou par HREM, peut être due à la taille des atomes des solutés Cu et Mg. Ils considèrent que c'est la formation des clusters Cu-Mg qui est dominante dans ce stade et non pas les zones GPB; c'est ce qui a déjà été proposé par Reich *et al.* [6], et Ringer *et al.* [11,19].

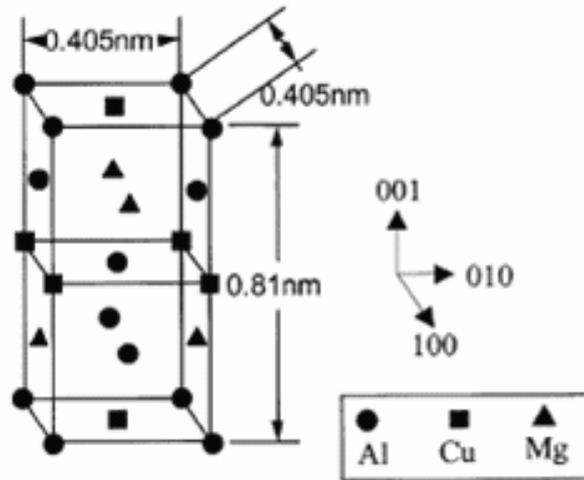


**Fig. I-6** : La structure cristallographique des zones GPB proposée par Mondolfo [2].

### I.2-3-2 Précipitation de la phase intermédiaire S''/GPB2.

Les zones GPB ou les clusters s'ordonnent pour donner la nouvelle phase transitoire S'' ou GPB2. La structure de cette phase n'est pas nettement définie et plusieurs modèles sont proposés [8, 11, 12, 17, 18, 25, 27]. Par ailleurs, d'autres travaux ne confirment pas l'existence de cette phase [6, 8, 19,28].

Bagayaratsky introduit en 1952 [8] la possibilité d'existence d'une phase S'' avec une structure orthorhombique. Plus tard, Cuisiat [10] a proposé S'' comme une phase "précurseur" de S', avec les paramètres cristallins  $a = 4,05 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,05 \text{ \AA}$ ,  $c = 8,10 \text{ \AA}$  et un groupe d'espace  $Im2m$  (Fig. I-7). Au contraire, ce modèle a été proposé par Yan *et al.* [28] comme une structure de la phase S' et non pas de la phase S''.



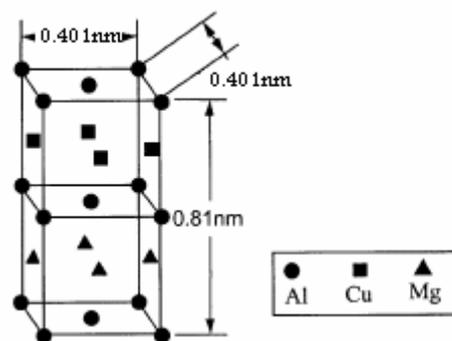
**Fig. I-7** : Structure cristallographique de la phase S''/GPB2 proposée par Cuisait [10].

La phase S'' est encore cohérente avec la matrice et se présente sous forme d'aiguilles orientées suivant les directions  $\langle 100 \rangle$  de la matrice  $\alpha$ ; elle serait désorientée de quelques degrés par rapport à la phase S' (ou S) [24].

Shchegoleva et Buinov [29] supposent que la phase S'' présente les mêmes paramètres cristallins que la phase S, mais qu'elle aurait une structure monoclinique avec l'angle  $\alpha$  égal à  $88,6^\circ$ , afin de satisfaire les relations suivantes :

$$[100]_{S''} // [100]_{\alpha}, [010]_{S''} // [0,7,17]_{\alpha}, [001]_{S''} // [0,13,\bar{5}]_{\alpha}$$

Shih *et al.* [30] ont appelé zones GPB2 la phase S'' et lui en donné une structure tétragonale dont les paramètres sont :  $a = 5,80 \text{ \AA}$  et  $c = 8,10 \text{ \AA}$ . De même, Wolverton [25] propose la structure tétragonale pour les zones GPB2 avec les paramètres :  $a = b = 4,01 \text{ \AA}$  et  $c = 8,10 \text{ \AA}$  (Fig. I-8).

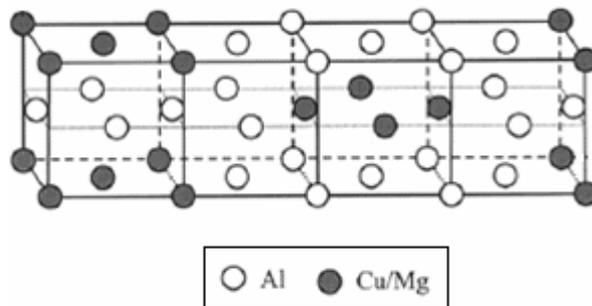


**Fig. I-8** : Structure cristallographique des zones GPB2 proposée par Wolverton [25].

En 2000, Charai *et al.* [12] ont étudié les phénomènes de précipitation dans un alliage Al-0.9%Cu-1.4%Mg (at.%) par HREM et par DSC. Ces auteurs ont montré, pour la première fois, qu'au environ de  $200^\circ\text{C}$ , il y a coexistence des quatre phases citées précédemment : (i)

des amas de forme ellipsoïdale, de taille nanométrique, partiellement ordonnés, riches en magnésium; (ii) des zones GPB ordonnées sur un plan atomique; (iii) la phase S'' semi-cohérente de structure monoclinique ( $a = 3.20\text{\AA}$ ,  $b = 4.05\text{\AA}$   $c = 2.54\text{\AA}$  et  $\beta = 91.7^\circ$ ) et enfin (iv) la phase S' semi-cohérente de structure orthorhombique. Cette dernière phase évolue vers la phase d'équilibre S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) incohérente et, même à la température ambiante, les amas (riches en magnésium) précipitent avant les zones GPB (riches en cuivre). Ces auteurs affirment que les amas peuvent être considérés comme les précurseurs de la phase S' alors que ce sont les GPB qui se transforment en S''.

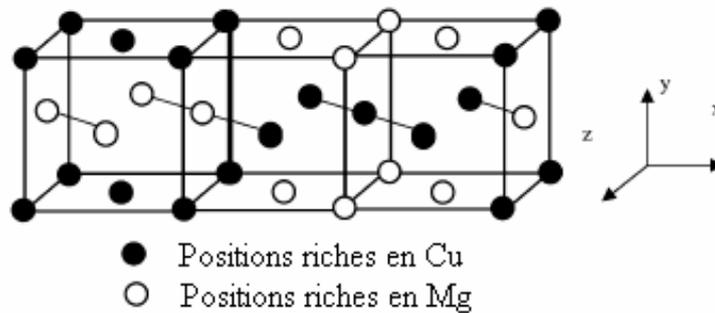
En 2006, Wang et Starink [5], dans une étude effectuée à l'aide de la technique 3DAP, indiquent la formation des co-clusters Cu-Mg pendant le premier stade de vieillissement. Il y a formation de la phase nommée GPB2 ou S'' pour un quantité de cuivre supérieure à 1% (at.%), quantité à partir de laquelle il y a évolution du durcissement. Ces mêmes auteurs, en 2004 [16], dans une analyse de la proposition de Charai *et al.* [12] ont suggéré que la structure monoclinique n'est pas conforme à la coupe du réseau réciproque (ou diagramme de diffraction) obtenue par transformation de Fourier (TF) ou par la simulation de l'image de HREM. Ces auteurs proposent plutôt la structure orthorhombique de composition stoechiométrique  $\text{Al}_{10}\text{Cu}_3\text{Mg}_3$  qui est à environ 90% Al. Elle est cohérente avec la matrice avec un groupe d'espace Imm2. Les paramètres sont les suivants :  $a = 4,05\text{\AA}$ ,  $b = 1,62\text{\AA}$ ,  $c = 4,05\text{\AA}$  (Fig. I-9). Les relations d'orientation avec la matrice sont :  $\langle 100 \rangle_{\text{GPB2/S''}} // \langle 100 \rangle_{\alpha}$ ,  $\langle 010 \rangle_{\text{GPB2/S''}} // \langle 010 \rangle_{\alpha}$ .



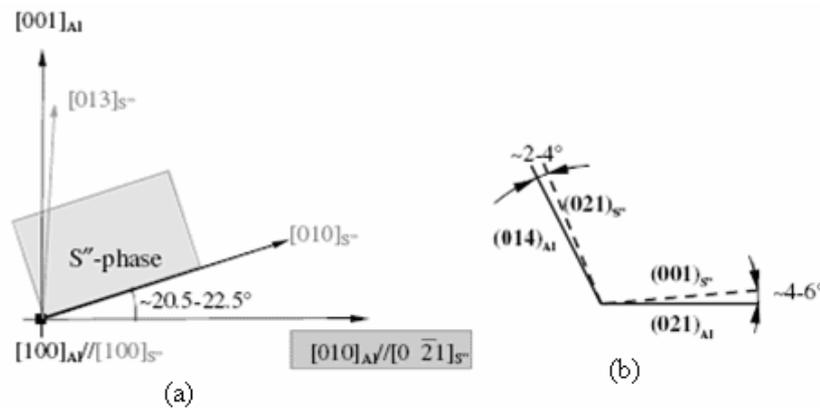
**Fig. I-9:** Structure cristallographique des zones GPB2 proposée par Wang *et al.* [15].

Kovarik *et al.* en 2004 [18], ont observé une phase complètement cohérente avec la matrice, dans une étude de l'alliage Al-0.4%Cu-3%Mg-0.12%Si (en poids), qui est différente de la phase GPB2/S'' proposée par Wang et Starink 2004 [16]. Cette nouvelle phase aurait une structure orthorhombique avec un groupe d'espace Cmmm et les paramètres  $a = 12,1\text{\AA}$ ,  $b = 4,04\text{\AA}$ ,  $c = 4,00\text{\AA}$  (Fig. I-10). Les mêmes auteurs dans un autre travail, en 2006 [31], ont

proposé un schéma représentatif de la désorientation de la phase S'' avec la matrice (Fig. I-11) et les relations d'orientations suivantes :  $(001)_{S''} // (021)_{\alpha}$  et  $(021)_{S''} // (014)_{\alpha}$ .



**Fig. I-10** : Structure cristallographique des zones GPB2 proposée par Kovarik *et al.* [17].



**Fig. I-11** : Schéma représentatif de la désorientation entre a) les directions b) les plans de la phase S'' avec la matrice d'aluminium [31].

Par ailleurs, Alexyev *et al.* [32] fournissent les relations d'orientation entre S'' et la matrice suivantes :  $[100]_{S''} // [100]_{\alpha}$ ,  $[0\bar{1}\bar{1}]_{S''} // [0\bar{5}3]_{\alpha}$ ,  $[013]_{S''} // [011]_{\alpha}$ .

Li et Yan [33 cité dans 5] à l'aide de la matrice de transformation entre la phase  $\alpha$  et la phase S'', aboutissent aux relations suivantes:  $[100]_{S''} // [100]_{\alpha}$ ,  $[010]_{S''} // [05\bar{2}]_{\alpha}$ ,  $[001]_{S''} // [025]_{\alpha}$ .

Le tableau I-2 rassemble plusieurs structures des zones GPB et de la phase S''/GPB2 proposées dans la littérature :

Structure cristallographique	composition	nom	Technique	Références
Rangé des atomes Cu et Mg posés sur les plans $\{100\}_{Al}$	$Al_xCuMg_0$	GPB	DRX	[8]
Orthorhombique, $a = 4,05\text{\AA}$ , $b = 9,06\text{\AA}$ , $c = 7,25\text{\AA}$ m	$Al_2CuMg$	GPB	proposition	[2]
Tétragonal, $a = 4,05\text{\AA}$ , $b = 8,1\text{\AA}$	$Al_2CuMg$	GPB	FPTEC(*)	[25]
Tétragonal, $a = 5,5\text{\AA}$ , $c = 4,04\text{\AA}$	$Al_2CuMg$	GPB	DRX	[9]
Monoclinique, $a = 4,00\text{\AA}$ , $b = 9,25\text{\AA}$ , $c = 7,18\text{\AA}$ , $\alpha = 88,6^\circ$	$Al_2CuMg$	S''	DRX	[29]
Orthorhombique, $a = 4,05\text{\AA}$ , $b = 4,05\text{\AA}$ , $c = 8,1\text{\AA}$ , Imm2	$Al_2CuMg$	S''	MET	[10]
Monoclinique, $a = 3,2\text{\AA}$ , $b = 4,05\text{\AA}$ , $c = 2,54\text{\AA}$ , $\beta = 91,7^\circ$	inconnue	S''	HREM	[12]
Orthorhombique $a = 12,1\text{\AA}$ , $b = 4,04\text{\AA}$ , $c = 4,00\text{\AA}$ ,	$Al_2CuMg$	S''	HREM	[18]
Cubique, $a = 8,27\text{\AA}$	$Al_5Cu_5Mg_2$	S''	DRX	[9]
Orthorhombique $a = 4,05\text{\AA}$ , $b = 1,62\text{\AA}$ , $c = 4,05\text{\AA}$ ,	$Al_{10}Cu_3Mg_3$	GPB2/S''	HREM TF	[16]

**Tableau. I-2 :** Les différentes structures rapportées et proposées dans la littérature pour

les zones GPB et S''. (\*) FPTEC: First-Principles Total Energy Calculations.

### I.2-3-3 Précipitation de la phase d'équilibre S'/S.

Dans une étude du phénomène de précipitation dans l'alliage Al-1,1%Cu-1,2%Mg (at%), Perlitz et Westgren "PW", en 1943 [24], ont attribué, pour la première fois, le nom et la structure de la phase S dont la composition stoechiométrique est  $Al_2CuMg$ : la structure de cette phase est orthorhombique avec un groupe d'espace Cmc<sub>2</sub>m et les paramètres du réseau cristallin sont :  $a = 4,00\text{\AA}$ ,  $b = 9,23\text{\AA}$  et  $c = 7,14\text{\AA}$  (Fig. I-12 a).

Récemment, plusieurs travaux sur la phase S ont été effectués. Radmilovik *et al.*, en 1999 [34], ont observé la même structure que celle de Perlitz et Westgren [24], mais avec un changement de position des atomes Cu et Mg.

Wolverton [25] a rapporté que la structure de la phase S est plus proche du modèle de Perlitz et Westgren [24] plutôt que de celui de Radmilovik *et al.* [34].

D'autre part, une étude comparative des deux modèles est effectuée par Kim et Ringer [35]. Les auteurs ont considéré un précipité S de paramètres  $(30\sim 100)a_S \times (3\sim 5)b_S \times (3\sim 5)c_S$  avec les paramètres cristallins suivants:  $a_S = 4,05\text{\AA}$ ,  $b_S = 9,23\text{\AA}$ ,  $c_S = 7,13\text{\AA}$  et ont calculé le facteur de structure ( $F^2_{200}$ ) pour la réflexion  $(200)_S$ .

Le tableau I-3 résume les estimations qualitatives des intensités de diffraction de la phase S:

hkl	I <sub>ob</sub>	PW	RaVel	hkl	I <sub>ob</sub>	PW	RaVel	hkl	I <sub>ob</sub>	PW	RaVel
002	w+	5.6	5.5	060*	-	0.6	6.2	114	w-	2.4	6.1
004	s-	31.7	30.6	110	m	1.3	0.4	220*	m+	9.1	0.1
006	W	18.0	17.2	111	m	1.6	0.9	221	m-	1.1	1.1
020*	s	27.2	7.4	112	s+	35.8	49.5	222	w	1.8	0.5
040*	w	5.0	16.4	113*	s	32.8	10.2	223*	m	5.8	18.2

**Tableau I-3:** Intensité observée I<sub>ob</sub> pour les réflexions hkl : s+, s, s-, m+, m, m-, w+, w, w-.

Les valeurs,  $|F(hkl)/F(200)|^2 \times 100$  sont listées pour les deux modèles PW [24] et RaVel [31]. (s: strong, m: medium, w : weak).

D'après les auteurs les résultats confirment le modèle de PW [24].

Pour Mondolfo [2], la phase S' est orthorhombique, appartenant au groupe d'espace Cmc<sub>2</sub>m et dont les paramètres cristallins sont les suivants : a = 4,05Å, b = 9,06Å, c = 7,24Å (Fig. I-12 b). La maille élémentaire contient 16 atomes (Al : Cu : Mg = 8 : 4 : 4). Cette phase est semi-cohérente avec la matrice et se transforme en phase incohérente et stable S. Ce modèle est adopté par plusieurs auteurs [11,26].

Yan *et al.* [28] proposent un autre modèle pour la phase S' qui serait de structure orthorhombique avec les mêmes paramètres que ceux de Mondolfo mais ne contenant que 6 atomes dans la cellule unitaire de proportion Al : Cu : Mg = 4 : 1 : 1.

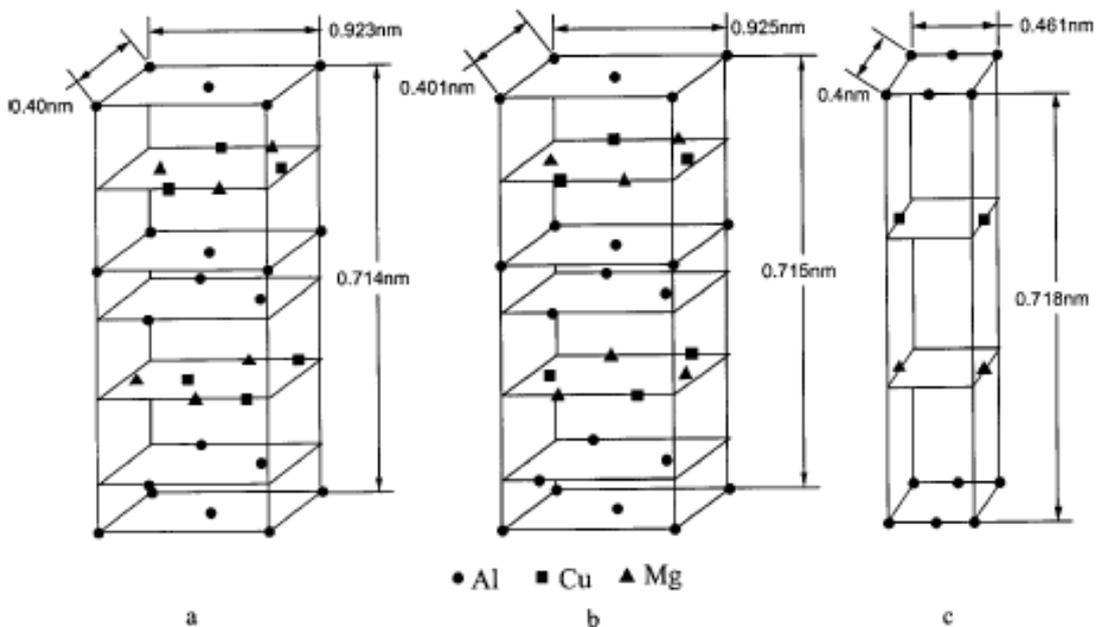
D'après Ratchev *et al.* [13], les paramètres seraient les suivants : a<sub>S'</sub> = 4,04 Å, b<sub>S'</sub> = 9,25Å et c<sub>S'</sub> = 7,18Å.

Morphologiquement, la phase semi-cohérente S' précipite sous forme d'aiguilles ou de bâtonnets parallèles aux directions <100> de la matrice, avec des faces orientées parallèlement aux plans {120}<sub>α</sub>. Elle reste cohérente avec la matrice au moins dans les directions a et b [2].

Les deux phases S' et S ont la même composition stoechiométrique et la même structure cristallographique mais présentent une légère différence de paramètres cristallins. En effet, plusieurs travaux récents ont considéré qu'il n'y a pas de distinction entre les deux phases S' et S. Les auteurs de ces travaux pensent que l'apparition des deux phases est associée au même stade et par conséquent, ils concluent qu'il n'y a pas de différence entre les

deux phases [3, 9, 10, 24, 33-38]. Pour cela, nous avons considéré le nom de S'/S basé sur la proposition donnée par Khan *et al.* [23].

Quant au phénomène de durcissement structural du matériau, on montre que pour les traitements thermiques favorisant l'existence de la phase S', le matériau est plus dur que lorsqu'il contient la phase d'équilibre S [10,39].



**Fig. I-12** : Structure cristallographique de la phase S proposée par a) Perlitz et Westgren [21] b) Mondolfo [2] c) Jin *et al.* [40].

#### I-2-4 Germination et la croissance de la phase S'/S dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg.

Wilson et Partidge [37] sont les premiers à étudier la germination des précipités S'/S dans un alliage Al-2,5%Cu-1,2%Mg (en poids) vieilli à 190°C. Les auteurs ont montré que cette phase précipite et grossit de façon hétérogène sur les boucles de dislocations, sous forme de chevrons et de lattes dans les plans  $\{210\}_\alpha$ , qui se dirigent suivant les directions  $\langle 100 \rangle_\alpha$ . La germination peut être également homogène et les précipités croissent en aiguilles orientées suivant les directions  $\langle 100 \rangle_\alpha$ .

Une étude similaire a été réalisée par Gupta *et al.* [38] avec des rapports Cu/Mg voisins de ce qui précède. Les auteurs ont montré que le vieillissement à 190°C d'un alliage Al-1.53%Cu-0.79%Mg (en poids) entraîne la précipitation de la phase S'/S sous forme de bâtonnets parallèles aux directions  $\langle 100 \rangle_\alpha$ , avec une légère tendance à former des lattes sur les plans  $\{110\}_\alpha$  ou  $\{210\}_\alpha$ . Les auteurs concluent que la morphologie des phases précipitées dépend de la concentration en cuivre et en magnésium dans l'alliage. A titre d'exemple : pour une concentration (Cu+Mg) inférieure à 3,23%, les précipités ont la forme de bâtonnets

parallèles à  $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ , et pour une concentration plus élevée, de l'ordre de  $\sim 3,27\%$ , les précipités sont sous forme de lattes parallèles à  $\{210\}_{\alpha}$ .

Selon Cuisiat [10], le vieillissement de 18h à 240°C d'un alliage Al-3%Cu-1,5%Mg (en poids), fournit des précipités sous forme de chevrons (déjà observés par Wilson et Partidge [37]) attribués à la phase S'/S. L'auteur a observé également des précipités sous forme de bâtonnets dirigés suivant les directions  $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ . Lorsque la température augmente (18h à 300°C), la phase S'/S apparaît sous forme de trois familles de « plaquettes » dont les bords sont dirigés suivant les directions  $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ .

Par contre, l'auteur observe, aux premiers stades de vieillissement (30min à 130°C), que des petites plaquettes dirigées suivant les directions  $\langle 210 \rangle_{\alpha}$  se forment à l'endroit où, sur l'échantillon non traité, existent des boucles de dislocations. Ces petites plaquettes sont responsables, au stade ultérieur, de la formation des chevrons S.

La germination de la phase S' a principalement été étudiée par Aleksyev [41]. Il a suivie *in situ* la germination et la croissance d'un conglomérat du type Wilson et Partidge [38] (chevrons) à partir d'une boucle de dislocation. Par un chauffage dans la colonne du microscope jusqu'à une température de 250°C, l'auteur constate que la surface de la boucle diminue et la taille du précipité augmente au cours du temps.

Pour des vieillissements ne dépassant pas une heure à 190°C, Cuisiat *et al.* [42] ont observé par rayons X, comme par MET, la présence de nombreuses trainées diffusions caractéristique d'un stade de zones GP sous forme de « lobes ». Celles-ci ont été également observées pour de très longs vieillissements à la température ambiante. Pour ce traitement, les lobes se ramassent sur les directions  $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ . Pour un vieillissement de 4h à 190°C, l'apparition des taches de surstructure est attribuée à la phase S". Pour des vieillissements plus longs (une dizaine d'heures), on observe la présence de taches attribuables à la phase S'.

En 2008, Khan *et al.* [23] ont étudié la germination des précipités S dans un alliage 2024. En se basant sur la relation numérique de Wagner et Kamp-mann [43 cité dans réf 23] qui donne le taux de nucléation des précipités S valable dans les systèmes binaires, les auteurs ont choisi un rapport massique Cu/Mg égal à l'unité. Cette relation du taux de nucléation est la suivante :

$$J = N_v \frac{K_b T}{h} \exp\left(-\frac{4}{3} \frac{\pi \gamma_{\eta} r^{*2}}{RT} - \frac{E_a}{RT}\right)$$

où  $\gamma_{\eta}$ : énergie d'interface;  $E_a$ : énergie d'activation de la barrière de diffusion;  $K_b$ : constante de Boltzmann;  $h$ : constante de Planck;  $N_v$ : nombre de sites de nucléation par unité de volume

estimé par le nombre des atomes de soluté par unité de volume;  $r^*$ : taille critique des nucléons qui est évaluée par la relation de Gibbs-Thompson [44 cité dans Réf 23]:

$$c_i = c_e \exp\left(\frac{2\gamma V_m}{rRT}\right)$$

Où:  $c_i$ : la concentration des solutés aux interfaces précipité/matrice;  $V_m$ : volume molaire des précipités;  $c_e$ : la concentration des atomes de solutés à l'équilibre.

Le rayon critique est calculé par la relation de Gibbs-Thompson.

$$r^* = \frac{2\gamma_\eta V_m}{c_\beta RT} \left[ \ln\left(\frac{\bar{c}}{c_e}\right) \right]^{-1}$$

Un modèle de germination des précipités S a été donné par :

$$dr = \frac{D}{r} \frac{\bar{c} - c_i}{c_\beta - c_i} dt$$

Où  $c_\beta$ : la concentration des atomes de solutés dans la précipité,  $D$ : coefficient de diffusion,  $r$ : le rayon du précipité.

Le modèle théorique (Fig. I-13) représente la variation du flux de chaleur au cours du temps; ce flux est proportionnel à la variation par rapport au temps, du volume des particules S. Les résultats expérimentaux de l'alliage Al- 4.2%Cu-1.36%-Mg-0.58 %Mn-0.06%Si et 0.08%Fe vieilli 96h et 720h à 190°C sont reportés sur cette figure par un carré et un triangle. On remarque que les tailles mesurées correspondent bien aux tailles prévues par le modèle théorique.

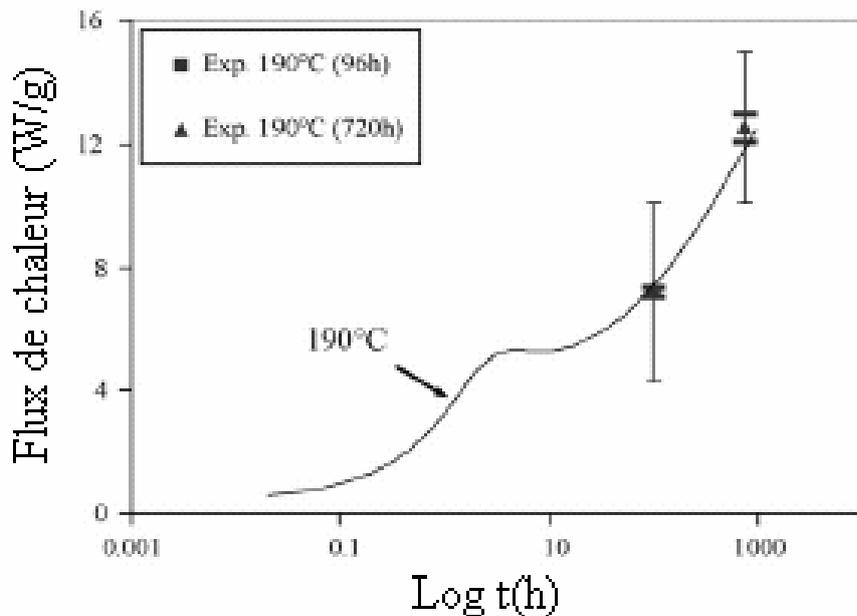


Fig. I-13 : Rayons mesurés (symboles) de la phase S (aiguilles) après un vieillissement à

190°C comparé avec le modèle prédit (courbe). Les barres d'erreurs indiquent la déviation standard des mesures [23].

### I-3 Précipitation dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.

Les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg appartiennent à la série 8000; comme nous l'avons déjà signalé, la phase S/S précipite également dans ces alliages à cause de présence du cuivre et du magnésium.

Le lithium est l'élément le plus léger des éléments métalliques. Sa présence est responsable d'une part, de la précipitation des phases  $Al_3Li$  ( $\delta'$ ) et  $AlLi$  ( $\delta$ ) et d'autre part, de l'amélioration considérable des propriétés physique et mécanique de l'alliage. En effet, l'addition de 1% de lithium dans un alliage d'aluminium, réduit sa densité d'environ 3%, et augmente son module d'élasticité d'environ 3-6% [34]. Ces deux caractéristiques rendent les alliages Al-Li plus attractifs que les alliages conventionnels d'aluminium.

#### I-3-1 Diagramme d'équilibre quaternaire Al-Li-Cu-Mg.

La figure I-14 présente le diagramme d'équilibre quaternaire isotherme à 190°C. Ce diagramme montre les phases à l'équilibre selon la concentration des éléments d'addition. Il apparaît différents types de précipités :  $\delta'$  ( $Al_3Li$ ),  $\delta$  ( $AlLi$ ),  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ),  $T_2$  ( $Al_6CuLi_3$ ), S/S ( $Al_2CuMg$ ).

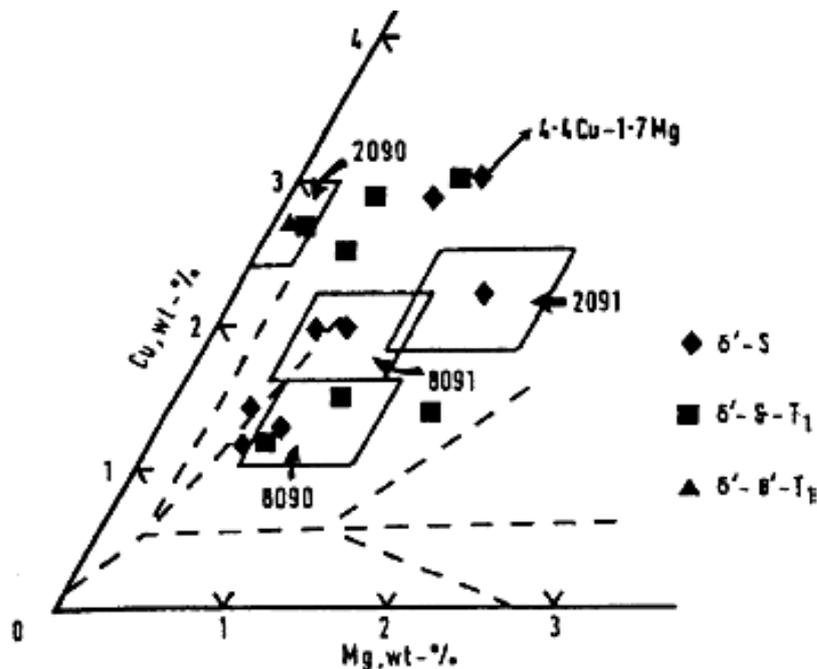


Fig. I-14 : Diagramme d'équilibre quaternaire Al-Cu-Mg-(Li) section isotherme à 190°C [3].

## **I-3-2 Précipitation des phases $\delta'$ ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) et $\delta$ ( $\text{AlLi}$ ) dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.**

### **I-3-2-1 Séquence de précipitation.**

L'addition du lithium à un alliage à base d'aluminium Al-Cu-Mg augmente le nombre des phases précipitées [46, 47, 48]. Dans les grains précipitent  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ),  $S'$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) et  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ . Dans les joints de grains précipitent  $T_2$  ( $\text{Al}_6\text{CuLi}_3$ ) et  $\delta$  ( $\text{AlLi}$ ). La concentration des trois éléments d'additions détermine le type de précipitation.

La phase métastable  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) est présente dans les alliages Al-Li dès les premiers stades de la trempe ou au début de vieillissement. Elle apparaît sur les joints de grains d'une façon hétérogène ou d'une façon homogène dans la matrice  $\alpha$ , tant que le cuivre et magnésium n'ont pas d'influence sur la précipitation de cette phase [49]. La séquence de précipitation est la suivante : Al-Li :  $\text{SSS} \rightarrow \delta' (\text{Al}_3\text{Li}) \rightarrow \delta (\text{AlLi})$ .

Cette phase présente une structure cubique à faces centrées ordonnée de type  $L1_2$ , de paramètre  $a=4,038\text{\AA}$  [9], de forme sphérique, complètement cohérente avec la matrice et présente les relations d'orientation suivantes :  $(100)_\alpha // (100)_{\delta'}$ ,  $(010)_\alpha // (010)_{\delta'}$ ,  $(001)_\alpha // (001)_{\delta'}$ .

Selon Che *et al.* [50], la forme de précipités  $\delta'$  est sphérique et se conserve même pour de très grandes tailles. Cette phase présente une cohérence presque parfaite avec la matrice  $\alpha$ . L'écart à la cohérence ( $\epsilon = (a_p - a_\alpha)/a_\alpha$ ) [51] est dû à la très faible différence entre les paramètres cristallins du précipité et de la matrice.

### **I-3-2-2 Germination et croissance de la phase $\delta'$ dans les alliages Al-Li-Cu-Mg.**

Plusieurs auteurs ont étudié par microscopie électronique à transmission (MET) la cinétique de précipitation de la phase  $\delta'$  dans les alliages quaternaires [52-55]. La cinétique de croissance de ces particules obéit à la relation  $r^3 \propto t$  [56], ce processus est gouverné par la loi cinétique en  $t^{1/3}$  de Lifshitz-Slyosov-Wagner (L.S.W) donnée par Poduri et Chen [57] :

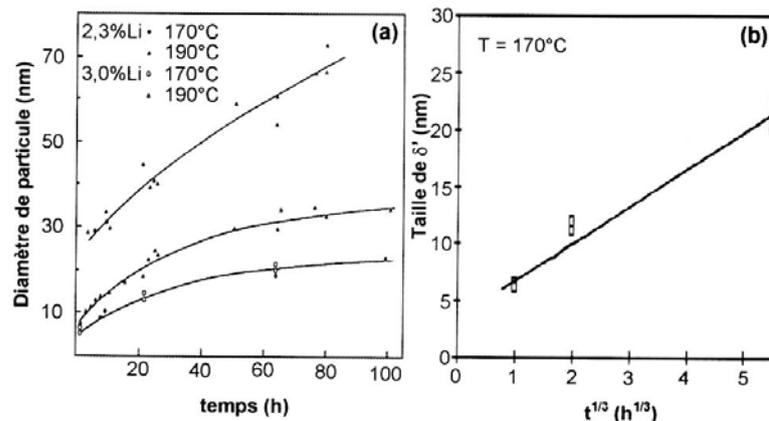
$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = K_{co} t$$

où  $\bar{r}_0$  et  $\bar{r}_t$  sont respectivement, le rayon moyen de la particule où commence la croissance, et le

rayon de la particule après un temps ( $t$ ) de vieillissement qui évolue avec la durée du traitement en  $t^{1/3}$  par diffusion à grande distance du soluté, et  $K_{co}$  est le taux constant de coalescence.

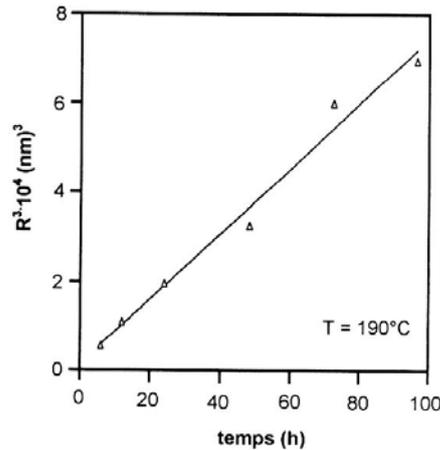
Après le vieillissement à 190°C d'un alliage Al-2,3%Li-1,22%Cu-0,5%Mg-0,12%Zr [58], la taille de  $\delta'$  est d'environ 28 nm après 5 heures (fig. I-15 (a)), augmente pour atteindre 40 nm après 20 h et 70 nm environ après 80 h de vieillissement. Pour l'alliage Al-3%Li-2%Mg-1,5%Cu-0,12%Zr, la taille de ces précipités à des durées courtes est d'environ 10 nm, augmente lentement, par rapport à l'état précédent, jusqu'à l'obtention d'une valeur d'environ 30 nm à partir de 60 h.

Le vieillissement à 170°C donne presque les mêmes valeurs de la taille de  $\delta'$ . Pour ces deux alliages, elle augmente légèrement avec le temps de vieillissement à partir d'une valeur de 5 nm jusqu'à 20 nm. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats obtenus par Starink et Gregson (Fig. I-15 (b)) [55], qui montrent qu'une quantité considérable de la phase  $\delta'$  se forme avec un diamètre d'environ 4 nm dans l'alliage Al-2,34%Li-1,25%Cu-1,04%Mg-0,11%Zr trempé. Ensuite, le diamètre augmente avec le temps de vieillissement.



**Fig. I-15 :** Croissance du précipité  $\delta'$  dans les alliages : Al-3%Li-2%Mg-1,5%Cu-0,12%Zr et Al-2,3%Li-1,22%Cu-0,5%Mg-0,12%Zr vieillis à 170°C et à 190°C [58] (a) et un alliage 8090 vieilli à 170°C [55] (b).

La figure I-16 montre l'évolution de  $R^3$  (où  $R$  représente le rayon moyen des particules  $\delta'$ ) en fonction du temps. Cette variation est linéaire et passe par l'origine. Ces résultats supposent que le rayon de pré-croissance est négligeable. La valeur de la pente ( $K$ ) obtenue est  $2,05 \cdot 10^{-22} \text{ cm}^3/\text{s}$ . Elle dépend de la quantité du lithium et par conséquent de la fraction volumique de ces précipités  $\delta'$  [52].



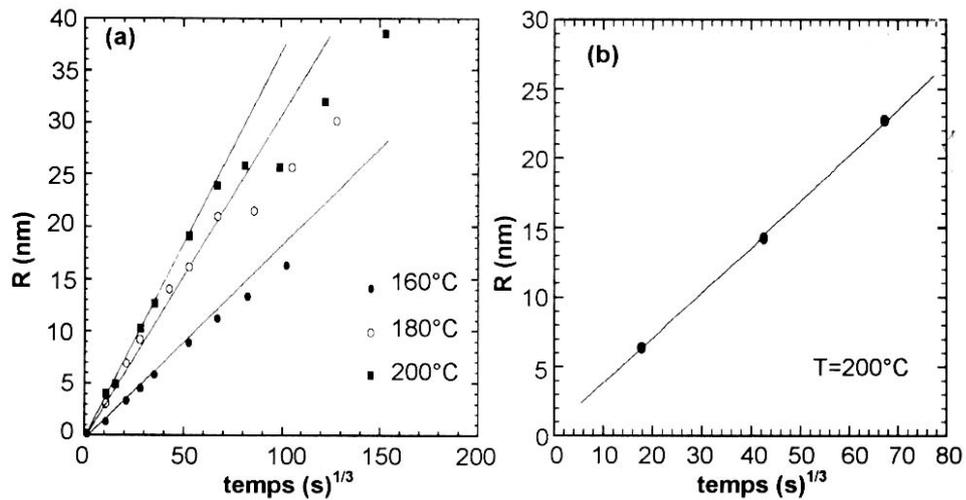
**Fig. I-16** : Variation de  $R^3$  (R est le rayon moyen des particules) en fonction du temps de vieillissement [52].

La valeur du coefficient de diffusion D du lithium pour l'alliage quaternaire est  $1,74 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$ , calculée en supposant que la croissance des particules  $\delta'$  dans le système Al-Li-Cu-Mg (Zr) n'est pas considérablement affectée par la présence des deux éléments cuivre et magnésium [52].

D'autres travaux montrent qu'après un vieillissement de 12 h à  $190^\circ\text{C}$  d'un alliage Al-Li-Cu-Mg de type 8090, le diamètre des précipités  $\delta'$  est évalué à  $200 \text{ \AA}$  [39]. Ce traitement correspond au maximum de durcissement de l'alliage. Pour un état sur-vieilli (18 heures à  $210^\circ\text{C}$ ), le diamètre a été estimé à  $500 \text{ \AA}$ .

Gregson et Flower [58] ont étudié l'effet du cuivre et du magnésium sur les paramètres de  $\delta'$  et  $\delta$  dans des alliages ternaires. Ils ont déterminé le paramètre de la matrice ( $4,045 \text{ \AA}$ ) et de  $\delta'$  ( $4,043 \text{ \AA}$ ) dans l'alliage Al-Li-Cu. Ces résultats sont en accord avec ceux de l'alliage binaire ( $a_\alpha = 4,046 \text{ \AA}$ ). Par ailleurs, il semble que le cuivre et le magnésium n'ont pas d'influence sur la précipitation de  $\delta'$ . Cependant, il a été suggéré que la présence de magnésium réduit la solubilité du lithium dans l'aluminium, s'incorpore dans  $\delta'$  et de ce fait augmente sa fraction volumique. Le paramètre de la phase  $\delta$  (AlLi) dans ces deux systèmes Al-Li-Cu et Al-Li-Mg, reste le même que dans l'alliage binaire Al-Li ( $6,36 \text{ \AA}$ ) [2], ce qui indique que ces deux éléments n'entrent pas dans  $\delta$ .

Pérez-Landazábal *et al.* [53] ont étudié l'évolution du rayon de la phase  $\delta'$  à  $160^\circ\text{C}$ ,  $180^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C}$  pendant des temps de vieillissement différents par la méthode de diffraction des rayons X (Fig.I-17 (a)) et par microscopie électronique à transmission MET (Fig.I-17(b)). Les résultats obtenus par les deux méthodes semblent être en bon accord.



**Fig. I-17 :** Etude de la variation du rayon moyen des précipités  $\delta'$  en fonction du temps de vieillissement d'un alliage 8090 par diffraction des rayons X (a) et par MET (b) [53].

### I-3-3 Précipitation de la phase S'/ S dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.

#### I-3-3-1 Séquences de précipitation.

Selon Davin *et al.* [60], deux séquences peuvent exister :



( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ )

Dans d'autres travaux effectués par Lou *et al.* [61] et par Gaber et Affify [48], la séquence de précipitation dans ce type d'alliage est la suivante :



Avec le prolongement du vieillissement, la phase  $\delta'$  se dissout autour les joints de grains et est remplacée éventuellement par la phase intermétallique S' ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ), ensuite par la phase d'équilibre S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). La cinétique de précipitation de  $\delta'$  et S', dans un alliage quaternaire, est analogue à celle qui se produit dans les deux alliages Al-Li et Al-Cu-Mg respectivement.

Janot *et al.* [62], dans une étude sur un alliage de même composition que notre alliage, montrent que la séquence de précipitation est la suivante :



Starink *et al.*, en 1999 [47], pensent que des quantités considérables des zones GPB apparaissent avant et pendant la formation de S'. Pour cette raison, ils affirment que la formation de S' est lente par rapport à celle dans l'alliage ternaire. Ces mêmes auteurs ont montré que les variations des fractions volumiques des précipités S' observés pour l'alliage 8090, sont presque exclusivement dues au nombre des sites de germination et à la vitesse de diffusion des éléments cuivre et magnésium. Du point de vue taille, d'après Khireddine *et al.* [39], la phase S' peut dépasser 150 nm de longueur moyenne et 3nm d'épaisseur, selon le traitement thermique de vieillissement du matériau.

Par ailleurs, selon Miller [63], la prédominance de l'une des deux phases S' (Al<sub>2</sub>CuMg) et T<sub>1</sub> (Al<sub>2</sub>CuLi) dans les alliages de type 8090 dépend des concentrations relatives des trois éléments d'addition :

- pour des teneurs relatives Li/Mg et Li/Cu élevées, il y a une prédominance de S' (par exemple, des quantités de magnésium  $\geq 0,5\%$  (en poids) sont nécessaires pour la dominance de S' dans les alliages qui contiennent plus de 2,7%Li et 1,4%Cu).
- pour des teneurs relatives Mg/Cu et Mg/Li élevées il y a une prédominance de la phase semi-cohérente T<sub>1</sub>.

La phase S'/S dans les alliages quaternaires semble identique à celle des alliages ternaires. En effet, elle a une composition stoechiométrique Al<sub>2</sub>CuMg et une structure orthorhombique avec les paramètres  $a = 4,00\text{\AA}$ ,  $b = 9,25\text{\AA}$  et  $c = 7,15\text{\AA}$ .

### **I-3-3-2 Germination et croissance des précipités S'/S dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg.**

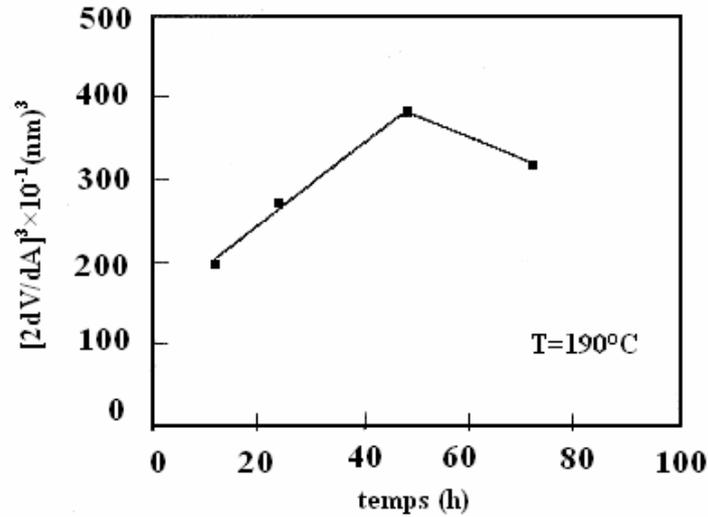
Certains travaux signalent que dans les alliages quaternaires la densité des défauts de trempe (dislocations et hélices) est faible [52] ce qui entraînerait une précipitation quasi-homogène de la phase S'/S. Ces résultats sont en accord avec ceux reportés par Gregson *et al.* [58]. Le rayon effectif R<sub>e</sub> d'une particule précipitée S'/S dans un système quaternaire Al-Cu-Mg, selon Wagner [43], est donné par la relation suivante :

$$R_e = 2 \frac{dV}{dA}$$

où V : volume moyen occupé par la particule, A : aire pour un traitement donné.

La figure I-18 montre la variation de  $(2dV/dA)^3$  en fonction du temps de vieillissement à 190°C. Il est bien clair que la variation est linéaire jusqu'à 48 h de vieillissement où la

valeur de la pente K est de  $1,40 \cdot 10^{-25}$  selon la théorie de Wagner. Après ce temps, le taux de coalescence est réduit.



**Fig. I-18 :** Variation de  $(2dV/dA)^3$  en fonction du temps de vieillissement à 190°C (étude de la coalescence des lattes S'/S) [52].

La fraction de volume transformé des précipités a été étudiée par Starink *et al.* [47]. Ils ont défini le volume transformé comme étant le volume d'un domaine imaginaire entourant de le précipité. Si tous les volumes transformés croissent sans chevauchement (ce que les auteurs appellent l'approche de volume élargi), le volume total transformé est donné par  $V_{\text{ext}}(t)$ . La relation qui donne la fraction transformée  $\alpha$  est la suivante :

$$\alpha = 1 - \left( \frac{\alpha_{\text{ext}}}{\eta_i} + 1 \right)^{-\eta_i}$$

où  $\alpha_{\text{ext}} = V_{\text{ext}}/V_0$ ,  $V_0$  le d'échantillon, et  $\eta_i$  est le paramètre de "non chauvechement".

Le tableau I-4 montre les paramètres des phases S' et  $\delta'$  obtenus [47] :

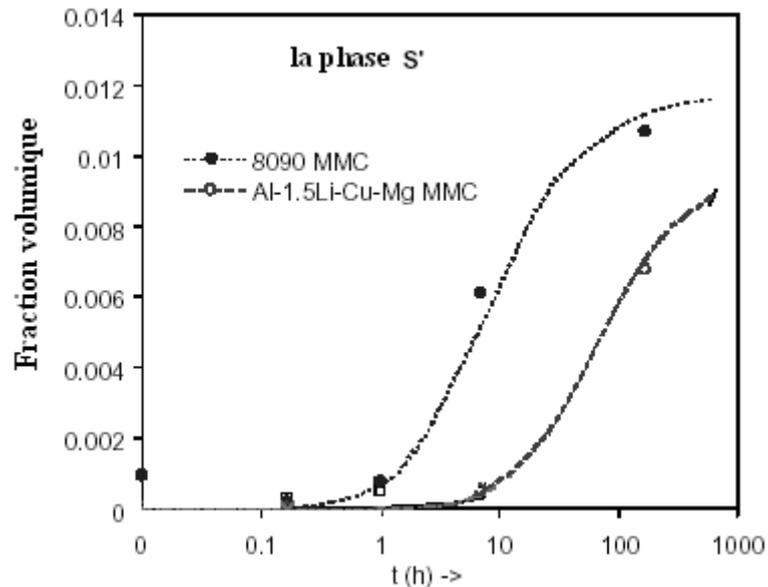
Alliage	Al-1,49%Li-1,22%Cu-0,75%Mg-0,1%Zr (en poids)			Al-2,4%Li-1,16%Cu-0,75%Mg-0,1%Zr (en poids) MMC		
	1	8	168	1	8	168
Temps de vieillissement (h)	1	8	168	1	8	168
Phase $\delta'$ diamètre (nm)	-	-	-	4.1	11.2	27.7
s.d. (nm)	-	-	-	1.0	2.4	6.0
Phase S' rayon* (nm)	2.8**	4.2	10	-	2.1	6.3
Longueur* (nm)	24	36	147	-	42	119

**Tableau. I-4 :** Paramètres des précipités  $\delta'$  et S' donnés par Starink *et al.* [47].

s.d.= Erreur absolue sur le calcul de la taille de  $\delta'$ , \* pour la germination hétérogène de S'.

\*\* Longueur des précipités S' calculée en supposant que le rapport d'aspect n'a pas changé de 1 h à 8 h de vieillissement.

La figure I-19 représente la fraction volumique de phase S' présente dans deux alliages du type 8090 vieillis à 170°C. On observe que cette fraction augmente avec le temps de vieillissement puis prend une valeur constante.



**Fig. I-19 :** Fraction volumique de la phase S' présente dans les deux alliages 8090 et 8090 MMC vieillis à 170°C [54].

La présence du lithium dans les alliages 8090 influe principalement sur la précipitation de S' (en terme de quantité) par la réduction de la solubilité des atomes de Cu et Mg. De ce fait, on augmente la quantité de la phase riche en Cu/Mg telle que S' [60]. D'autre part, cet élément peut ségréger à l'interface précipité/matrice et réduire l'énergie interfaciale, ce qui cause une croissance lente de la phase S' [52].

Cependant, il est montré que durant un vieillissement à 190°C d'un alliage Al-Li-Cu-Mg, les précipités S' sont observés le long des joints de grains et croissent sous forme de bâtonnets suivant les directions  $\langle 100 \rangle_\alpha$  et s'élargissent sous forme de lattes sur les plans  $\{210\}_\alpha$  [64]. Ce qui est en accord avec les résultats de croissance de S' dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg, et par conséquent, il semblerait que le lithium n'influe pas sur la forme de S'.

Selon Khireddine [65], après un vieillissement au pic de durcissement (12 h à 190°C) d'un alliage Al-2,7%Li-1,4%Cu-1%Mg (en poids), la longueur moyenne des bâtonnets S' est d'environ 1500Å ( $\leq 1500\text{\AA}$  [62]) avec une épaisseur moyenne de 30 Å, la distance moyenne entre les bâtonnets S' est d'environ 700 Å suivant la direction  $\langle 110 \rangle$  de la matrice. Pour un état sur-vieilli {18 heures à 210°C} la longueur moyenne a été estimée à 3500 Å avec une épaisseur moyenne de 100 Å, la distance moyenne entre les bâtonnets S' est d'environ 2000 Å.

Par ailleurs, La présence du cuivre et du magnésium serait responsable de l'élimination de la formation des PFZ (precipitate free zone : zone dépourvue des précipités  $\delta'$ ) près des joints de grains. Cependant, ces zones sont observées dans les alliages 8090 au niveau de joints de grains à forte désorientation contenant parfois des précipités  $\delta$  [39, 55]. Par exemple, ces zones sont observées dans ce type d'alliage après un revenu de 16 h à 190°C, avec une largeur de l'ordre de 0,2  $\mu\text{m}$ , pour une désorientation du joint d'environ 11° [39].

#### **I.4 Relations d'orientation de la phase S'/S avec la matrice d'aluminium.**

En 1952, Bagayaratski [8] a proposé les relations d'orientation suivantes entre la phase S et la matrice d'aluminium  $\alpha$  :

$$[100]_{\alpha} // [100]_S, [0\bar{1}2]_{\alpha} // [010]_S, [012]_{\alpha} // [001]_S.$$

Depuis, plusieurs relations sont données dans la littérature. Majimel *et al.* [66] ont étudié l'alliage Al-2.66Cu-1.85Mg-0.2Fe-0.21Si-0.34Mn-0.23Ni-0.09Ti (en poids %) (AA2650). Ils proposent des relations d'orientation variant de 4 à 6° par rapport aux relations de Bagayaratsky [8]. Ces relations sont les suivantes :

$$[100]_{S'/S} // [100]_{\alpha}, [010]_{S'/S} // [05\bar{2}]_{\alpha}, [001]_{S'/S} // [020]_{\alpha}$$

Radmilovic *et al.* [34] réalisent une étude sur la morphologie et une analyse cristallographique de la phase S par microscopie à haute résolution quantitative. Les auteurs observent deux types distincts de la phase S : le type I possède des interfaces avec la matrice telle que  $(021)_{\alpha} // (001)_S$ , et le type II a des interfaces avec la matrice telle que  $(021)_{\alpha} // (043)_S$ .

Les deux types de précipités mènent, d'une part, à une désorientation des axes des lattes d'environ 5°, et d'autre part, à une différence au niveau des paramètres cristallins.

En 2007, Winkelman *et al.* [36], dans une étude sur deux alliages Al-0.2%Cu-1.7%Mg et Al-0.8%Cu-1.7%Mg (en poids), précisent des relations d'orientation de la phase S'/S avec la matrice  $\alpha$ , en affirmant que S a une structure cubique à faces centrées et les deux relations d'orientation (RO) sont les suivantes:

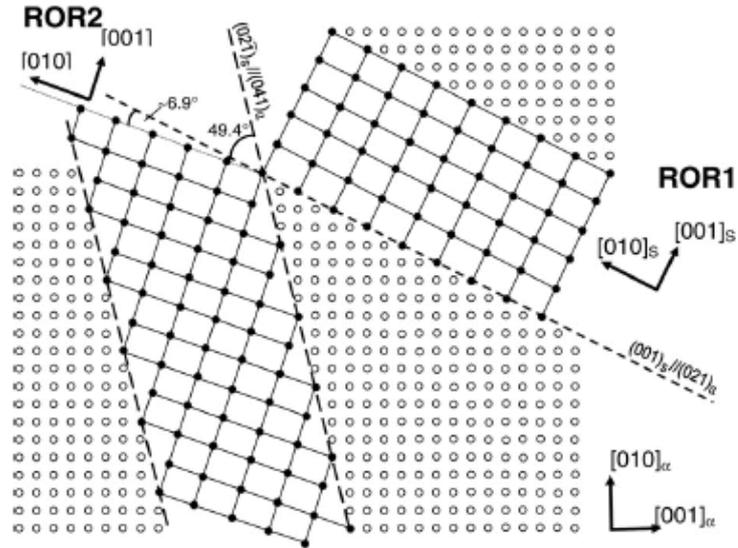
$$a/ \quad (001)_S // (021)_{\alpha}, [100]_S // [100]_{\alpha}. \quad (\text{RO1})$$

avec les paramètres de la phase S:  $a_S = a_\alpha = 4.05\text{\AA}$ ,  $b_S = 9.056\text{\AA}$ ,  $c_S = 7.245\text{\AA}$ .

b/  $(0\bar{2}1)_{S/S'} // (014)_\alpha, [100]_{S/S'} // [100]_\alpha$  (RO2)

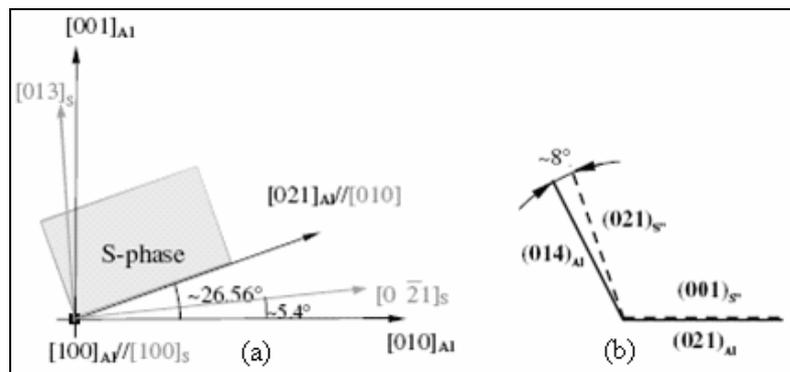
avec les paramètres de la phase S:  $a_S = a_\alpha = 4.05\text{\AA}$ ,  $b_S = 7.04\text{\AA}$ ,  $c_S = 9.321\text{\AA}$ .

La figure I-20 représente schématiquement les orientations de la phase S par rapport à la matrice  $\alpha$ .



**Fig. I-20** : Schéma représentatif des relations d'orientation de S avec la matrice RO1 et RO2 [36].

Kovarik *et al.* [31] ont fourni un schéma représentatif des relations d'orientation avec la matrice (Fig. I-21). Ils proposent que l'angle entre  $[010]_\alpha$  et  $[010]_{S/S}$  est égal à  $26.56^\circ$ , et que l'angle entre  $[010]_\alpha$  et  $[0\bar{2}1]_{S/S}$  est égal à  $5.4^\circ$ .



**Fig. I-21** : Schéma représentatif des désorientations entre la phase S avec la matrice d'aluminium a) directions b) plans [31].

En fait, en partant des relations données par Bagayaratsky [8], la direction  $[100]_{S/S'}$  peut être parallèle à une des trois directions équivalentes  $[100]$ ,  $[010]$ ,  $[001]$  de la matrice  $\alpha$ . Pour chaque cas, les autres directions  $[010]$  et  $[001]$  de S/S vont être parallèles à une direction de la famille  $\langle 120 \rangle_\alpha$ , ce qui mène à douze variants de S/S et chacun présentant une orientation précise avec la matrice. De plus, plusieurs travaux [3, 12, 16, 38, 65] sont en accord avec les relations fournies par Bagayaratsky [8]. Gupta *et al.* [38], Khireddine *et al.* [65] ont proposé l'existence de 12 variants différents de bâtonnets S/S en utilisant les relations d'orientation de Bagayaratsky [8]. Les résultats sont rassemblés dans le tableau I-5 :

$(100)_S //$	$[010]_S //$			
$(100)_\alpha$	$[021]_\alpha$ S <sub>1</sub>	$[012]_\alpha$ S <sub>2</sub>	$[0\bar{1}2]_\alpha$ S <sub>3</sub>	$[0\bar{2}1]_\alpha$ S <sub>4</sub>
$(010)_\alpha$	$[102]_\alpha$ S <sub>5</sub>	$[201]_\alpha$ S <sub>6</sub>	$[\bar{2}01]_\alpha$ S <sub>7</sub>	$[10\bar{2}]_\alpha$ S <sub>8</sub>
$(001)_\alpha$	$[210]_\alpha$ S <sub>9</sub>	$[120]_\alpha$ S <sub>10</sub>	$[\bar{1}20]_\alpha$ S <sub>11</sub>	$[\bar{2}10]_\alpha$ S <sub>12</sub>

**Tableau I-5 :** Les douze variants de S' avec les relations d'orientation correspondantes [65].

En 2005, Wang et Starink [3] ont effectué une étude sur l'indexation des taches qui apparaissent sur le diagramme de diffraction électronique d'un alliage ternaire Al-Cu-Mg, basé sur les relations d'orientation proposées par Bagayaratsky [8]. Ils ont utilisé la méthode de calcul de la matrice de transformation proposé par Li et Yan [33 cité dans 5]. Les résultats sont montrés dans le tableau I-6 :

Variant	Relation d'orientation équivalente	$[100]_{\alpha}$ par rapport à une direction de S'/S
1	$[100]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [02\bar{1}]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [012]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[100]_{S'/S} (0^{\circ})$
2	$[\bar{1}00]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [021]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [01\bar{2}]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[\bar{1}00]_{S'/S} (0^{\circ})$
3	$[100]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [0\bar{1}\bar{2}]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [02\bar{1}]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[100]_{S'/S} (0^{\circ})$
4	$[\bar{1}00]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [01\bar{2}]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [0\bar{2}\bar{1}]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[\bar{1}00]_{S'/S} (0^{\circ})$
5	$[001]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [2\bar{1}0]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [120]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[021]_{S'/S} (5.4^{\circ})$
6	$[00\bar{1}]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [210]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [1\bar{2}0]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[021]_{S'/S} (5.4^{\circ})$
7	$[0\bar{1}0]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [\bar{2}01]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [\bar{1}0\bar{2}]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S'/S} (5.4^{\circ})$
8	$[010]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [\bar{2}0\bar{1}]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [\bar{1}02]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[0\bar{2}\bar{1}]_{S'/S} (5.4^{\circ})$
9	$[00\bar{1}]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [1\bar{2}0]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [2\bar{1}0]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[01\bar{3}]_{S'/S} (3.3^{\circ})$
10	$[001]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [\bar{1}\bar{2}0]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [2\bar{1}0]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[0\bar{1}3]_{S'/S} (3.3^{\circ})$
11	$[010]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [\bar{1}02]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [201]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[0\bar{1}3]_{S'/S} (3.3^{\circ})$
12	$[0\bar{1}0]_{\alpha} // [100]_{S'/S}, [102]_{\alpha} // [010]_{S'/S}, [\bar{2}01]_{\alpha} // [001]_{S'/S}$	$[01\bar{3}]_{S'/S} (3.3^{\circ})$

**Tableau. I-6:** Les 12 relations d'orientations équivalentes entre la phase S et la matrice Al [3].

*Par ailleurs, signalons que notre étude est basée sur les relations d'orientation entre la phase orthorhombique  $Al_2CuMg$  et la matrice d'aluminium CFC, et comme il n'y a qu'une légère différence entre les paramètres de S' et S, nous considérons donc que l'utilisation de la phase S' ou S dans les calculs mène pratiquement aux mêmes résultats. Nous la noterons S'/S.*

## *CHAPITRE II*

## **CHAPITRE II**

### ***MISE EN EVIDENCE DE LA PHASE $Al_2CuMg$ (S/S) PAR DIFFERENTES METHODES EXPERIMENTALES***

Plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées, dans la littérature, pour mettre en évidence la phase  $Al_2CuMg$  précipitant dans les alliages contenant du Cu et du Mg (mesure de la dureté, diffraction des rayons X, analyse calorimétrique différentielle, microscopie électronique en transmission ordinaire ou en haute résolution et parfois même l'analyse dilatométrique...). Parmi ces méthodes, nous exposons dans ce chapitre, les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle et de l'analyse par microscopie électronique en transmission.

#### **II.1- Analyse calorimétrique différentielle (DSC).**

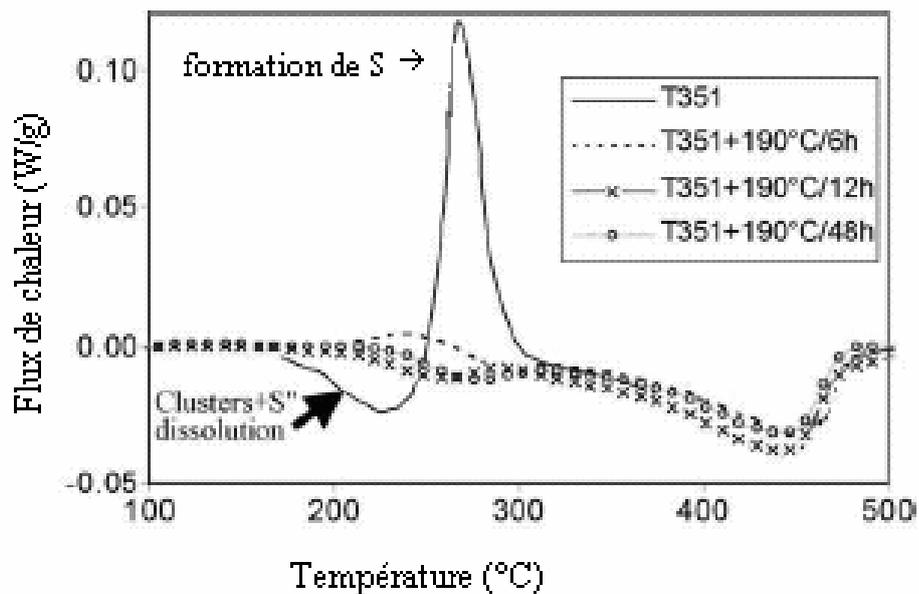
*L'ANALYSE CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE DSC DONNE LA CHALEUR DEGAGEE OU ABSORBEE PAR LE MATERIAU SUITE A DES TRANSFORMATIONS DE PHASES (FORMATION, DISSOLUTION) SE PRODUISANT LORS DU CHAUFFAGE D'UN ECHANTILLON A VITESSE CONSTANTE [67].*

*UN SYSTEME EST EN EQUILIBRE STABLE QUAND SON ENERGIE LIBRE A LA PLUS FAIBLE VALEUR POSSIBLE COMPATIBLE AVEC LES CONDITIONS EXTERIEURES IMPOSEES. DONC, LA PRECIPITATION D'UNE PHASE D'EQUILIBRE, A PARTIR D'UNE SOLUTION SOLIDE SURSATUREE, MENE A UN DEGAGEMENT DE CHALEUR (CE SONT LES PICS EXOTHERMIQUES OBSERVES SUR LES COURBES DSC). PAR CONTRE, LA DISSOLUTION D'UNE PHASE PREEXISTANTE MENE A UNE ABSORPTION DE CHALEUR (PICS ENDOTHERMIQUES). CES DONNEES RENSEIGNENT DE MANIERE PRECISE SUR LES CINETIQUES DE PRECIPITATION DES PHASES SUSCEPTIBLES DE SE FORMER DANS LES ALLIAGES.*

## II.1-1- Cas du système ternaire Al-Cu-Mg.

Wang *et al.* [5] ont étudié la cinétique de précipitation et de dissolution des précipités dans un alliage de composition Al–2.81%Cu–1.05%Mg–0.41% Mn (en poids) par différentes méthodes, parmi lesquelles la DSC. Ils s'intéressent à l'influence du vieillissement préalable sur l'allure des courbes DSC par comparaison à des échantillons vieillis à 150°C et des échantillons vieillis à 190°C, à des durées variables.

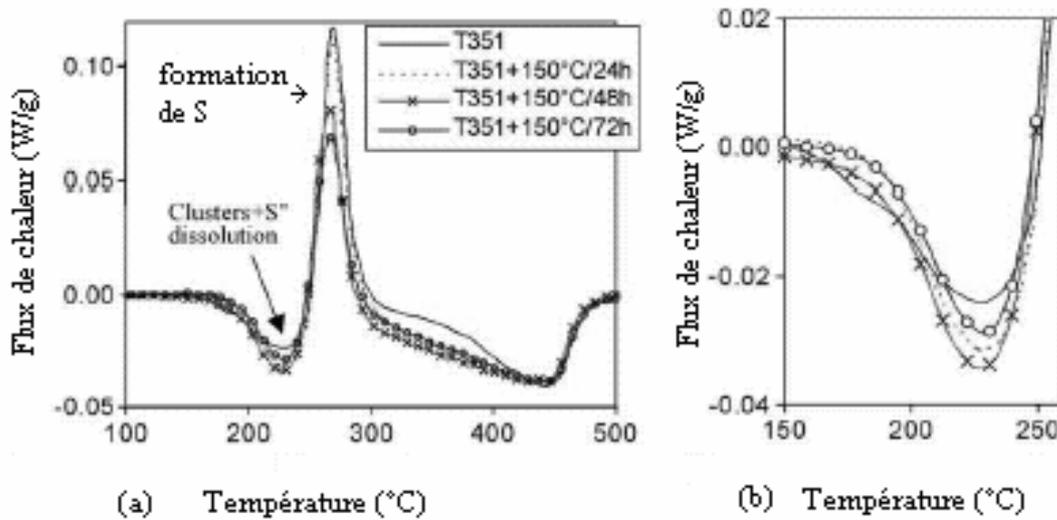
Les échantillons sont déformés 2,5% et mûris des mois à la température ambiante. Ce traitement définit la condition T351. Le vieillissement à 190°C pendant 6 heures avant l'essai, indique, sur les courbes DSC, que seule la phase S précipite et que les clusters Cu-Mg et la phase GPB2/S'' sont déjà formés pendant le vieillissement précédent l'essai DSC. D'autre part, 6 heures sont suffisantes pour la formation de la phase d'équilibre S. Après 12h et 48h de vieillissement, aucune transformation n'a été détectée par l'analyse DSC, ce qui indique que la phase d'équilibre S est complètement formée avant l'essai DSC (Fig. II-1).



**Fig. II-1:** Courbe DSC d'un alliage Al–2.81%Cu–1.05%Mg–0.41% Mn (en poids) trempé et traité à T351, puis vieilli 6h, 12h et 48h à 190°C [5].

Le vieillissement à 150°C pendant 24h, 48h et 72h résulte en une diminution du pic de précipitation de la phase S lorsque la durée du vieillissement augmente. En effet, les échantillons vieillis plus longtemps contiennent plus de précipités S' avant l'essai DSC. Le pic endothermique (200°C-250°C) de la figure II-2 est attribué à la dissolution des zones GPB2/S'' et des clusters; il est porté au maximal à environ 48 heures puis diminue à 72 h.

Cela signifie, pour l'auteur, que la quantité maximale de S''/GPB2 formée correspond à un vieillissement de 48h. Par ailleurs, l'auteur observe également que l'alliage est au maximum de sa dureté (qu'il associe à la formation d'une phase orthorhombique  $\Omega$  ( $Al_2Cu$ )). Cette phase peut se former pour des traitements assez longs de maturation ou pour l'existence d'une fraction volumique élevée de S''/GPB2.



**Fig. II-2:** Courbe DSC d'un alliage Al-2.81%Cu-1.05%Mg-0.41% Mn (en poids) trempé et traité à T351, puis vieilli 24 h, 48 h et 72 h à 150°C [5].

Une étude de l'évolution microstructurale et du durcissement pendant le vieillissement des alliages Al-1.2%Cu-0.5%Mg (at%) et Al-1.2%Cu-1.2%Mg (at%) a été réalisée par Gao *et al.* [7]. Le vieillissement à 150°C conduit à un durcissement assez faible de l'alliage. Le vieillissement à 190°C résulte en une augmentation notable de la dureté.

Les résultats de DSC montrent que le durcissement à 150°C est associé à la formation des clusters avec des compositions variables dans le premier stade de vieillissement (< 24 h), et à la formation de la phase S dans le deuxième stade (fig. II-3, II-4). A 190°C, aucune zone ou clusters n'ont été détectés et seule la phase dominante S est mise en évidence (Fig. II-5).

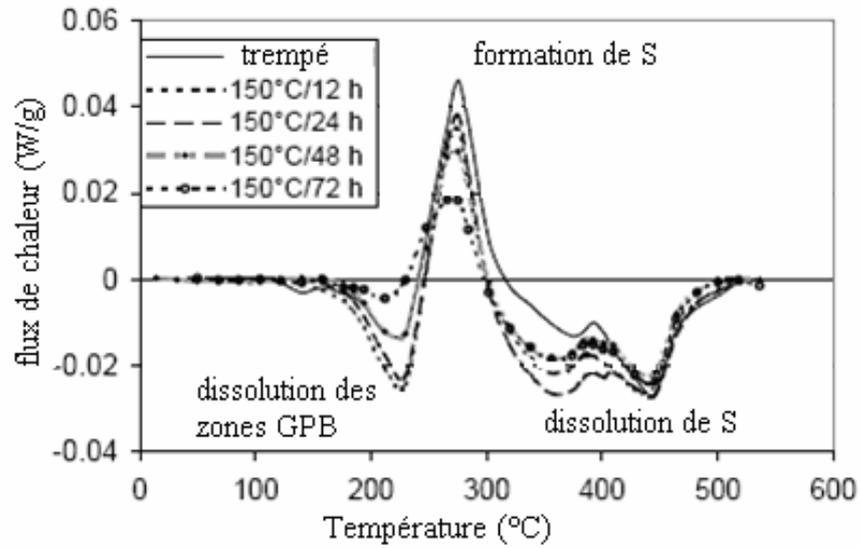


Fig. II-3 : Courbes DSC de l'alliage Al-1.2%Cu-0.5%Mg (at %) vieilli à 150°C [7].

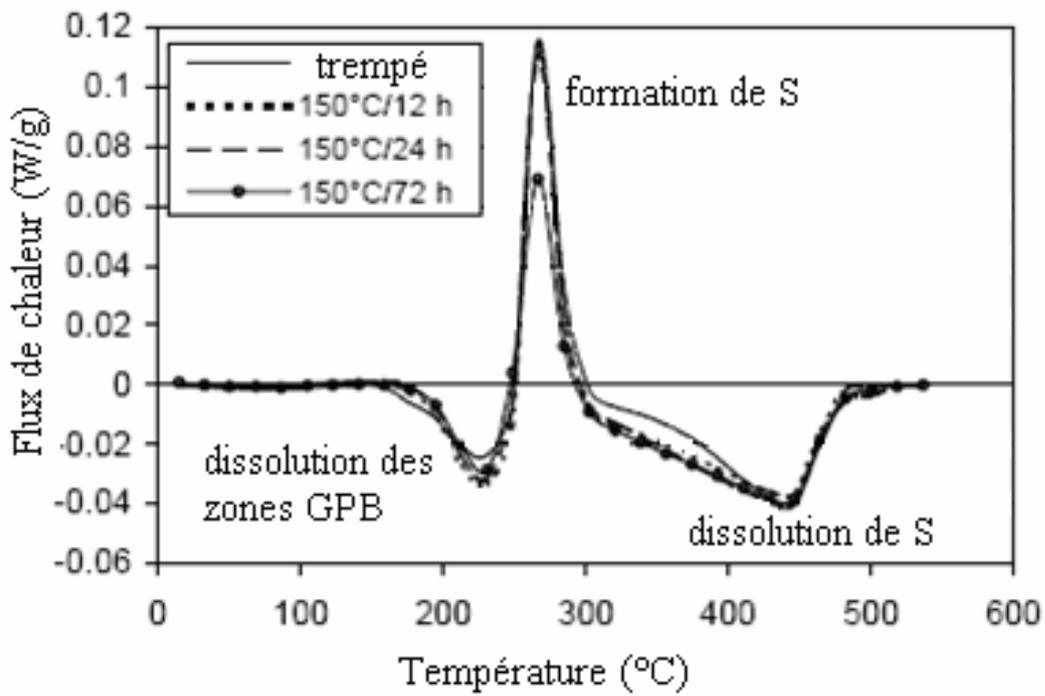
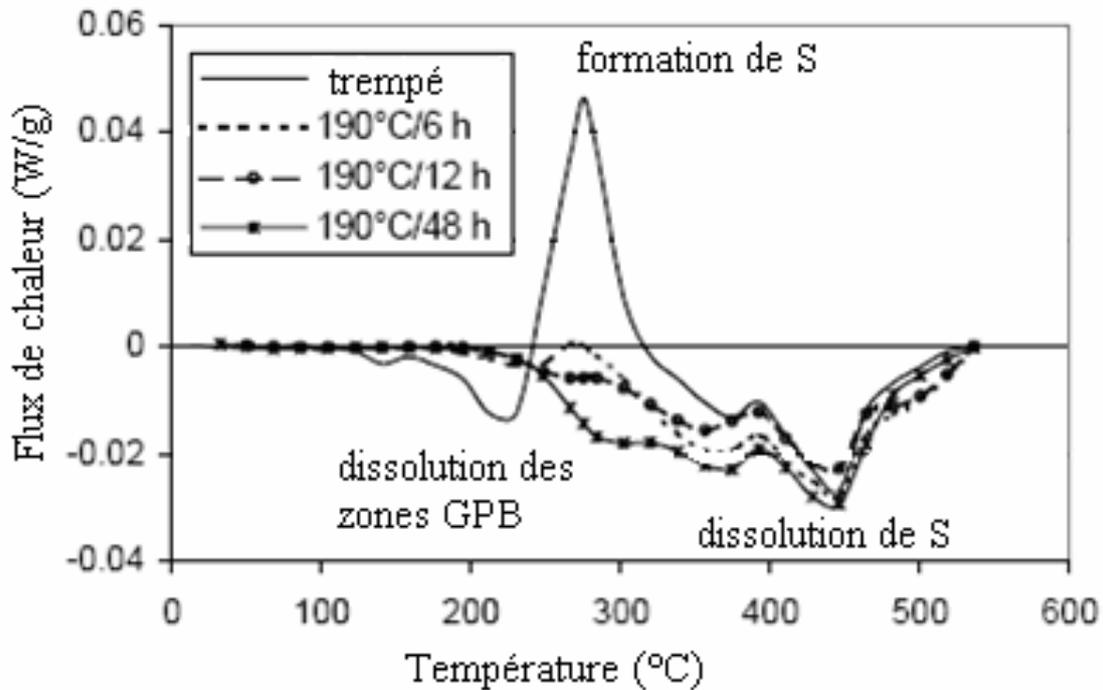


Fig. II-4 : Courbes DSC de l'alliage Al-1.2%Cu-1.2%Mg (at %) vieilli à 150°C [7].

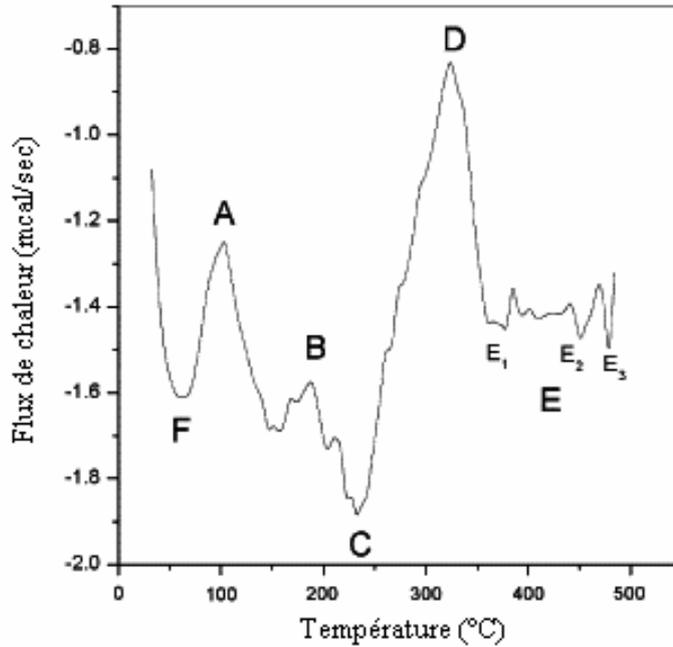


**Fig. II-5 :** Courbes DSC de l'alliage Al-1.2%Cu-0.5%Mg (at %) vieilli à 190°C [7].

### II.1-2 Cas du système quaternaire Al-Li-Cu-Mg.

Ce type d'alliage a beaucoup été étudié ces dernières années, à cause des phases complexes qui y précipitent en fonction du rapport de composition des éléments principaux Li, Cu, Mg [68, 47, 69].

En 2006, Ghosh *et al.* [69] ont utilisé l'analyse DSC pour examiner la formation des zones GPB, la précipitation des phases  $\delta'$ ,  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $S'$  et  $\delta$  et leurs dissolutions dans un alliage 8090 de composition Al-2.29%Li-1.24%Cu-0.82%Mg-0.12%Zr-0.09%Fe-0.044%Si (en poids) pendant le chauffage de 20°C jusqu'à 500°C, avec une vitesse de chauffage égale à 10°C/min (Fig. II-6).



**Fig. II-6 :** Courbes DSC d'un alliage 8090 trempé et vieilli 24 heures à 170°C [69].

Le thermogramme de la figure II-6 montre trois pics exothermiques A, B et D, et trois autres endothermiques, indiquant les séquences de précipitation et de dissolution des différentes phases. Ces résultats sont confirmés par les travaux de Starink *et al.* [47] et Luo *et al.* [61].

Le pic A est un pic exothermique attribué à la formation des zones GPB.

Le pic B est attribué à la précipitation de la phase  $\delta'$ .

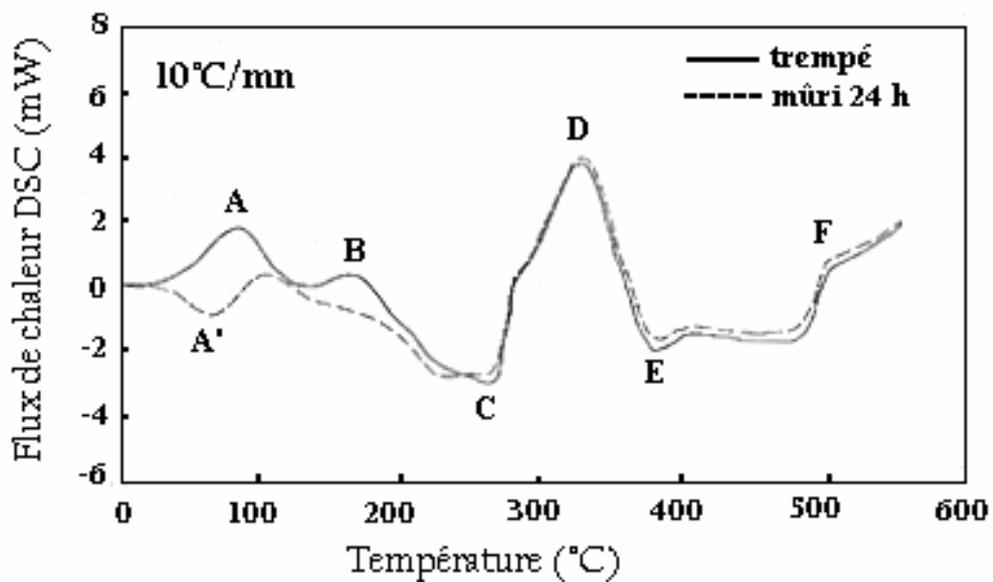
Réellement, la formation des zones GPB et la précipitation de  $\delta'$  commencent à la température ambiante; il est donc important de dire que le pic A résulte de deux phénomènes (formation des zones GPB et précipitation de  $\delta'$ ) comme cela a déjà été signalé dans la littérature.

Le pic C est dû à la dissolution des zones GPB et la phase  $\delta'$ .

Le pic D, selon Ghosh *et al.* [69], est dû à la précipitation des phases S' ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ),  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ),  $T_2$  ( $\text{Al}_6\text{CuLi}_3$ ) et  $\delta$  ( $\text{AlLi}$ ) [47, 61]. La phase S' précipite d'une façon homogène et hétérogène dans la matrice.  $T_1$ ,  $T_2$  et  $\delta$  précipitent dans les grains et sur les joints de grains [70, 63]. La formation des phases S' et  $T_1$  dépend des concentrations relatives des trois constituants Li, Cu et Mg. On montre que plus de 0,5% (en poids) de magnésium fournit une dominance de la phase S' dans un alliage qui contient plus de 2,7% de lithium et 1,4% de cuivre [63]. Cependant, avec une concentration élevée de Cu et de Li par rapport à la concentration de Mg, il y a une prédominance de la phase  $T_1$ .

Luo *et al.* [61] ont également utilisé l'analyse DSC pour étudier la cinétique de précipitation dans un alliage 8090 de composition Al-2,47%Li-1,24%Cu-0,77%Mg-0,10%Zr (en poids). Ces auteurs ont déterminé la vitesse de chauffage appropriée pour bien observer les pics résultants des différentes réactions par comparaison entre un échantillon trempé et un autre mûri 24h à la température ambiante. Il en résulte que 10°C est la vitesse la plus appropriée pour ce genre d'étude.

Les thermogrammes de DSC présentent trois pics exothermiques de précipitation (A, B et D) et deux pics endothermiques de dissolution (C et E), en plus d'un autre pic endothermique A' de dissolution pour l'état mûri. (Fig. II-7).



**Fig. II-7 :** Courbes de DSC d'un alliage 8090 pour deux états : trempé et mûri 24 h à la température ambiante [61].

Le premier pic exothermique A, pour l'état de trempé, correspond à la formation des zones GPB, les pics B et C sont des pics composés. Par exemple, le pic B est faiblement détectable aux basses vitesses de traitement puisqu'il chevauche partiellement avec le pic de dissolution des zones GPB. Le pic C est attribué à la dissolution des zones GPB et de la phase  $\delta'$ . Le pic D est attribué à la précipitation des phases S'(S) et  $\delta$  qui se dissolvent aux hautes températures (pic E). Les oxydes qui apparaissent au-dessus de 500°C (effet F) sont  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  et  $\text{LiAlO}_2$ .

Le pic A', dans l'état mûri, a été observé sur les courbes DSC pour un alliage binaire Al-Li; il est attribué à la dissolution des zones de "roulement" du lithium (Li bearing zones) [71].

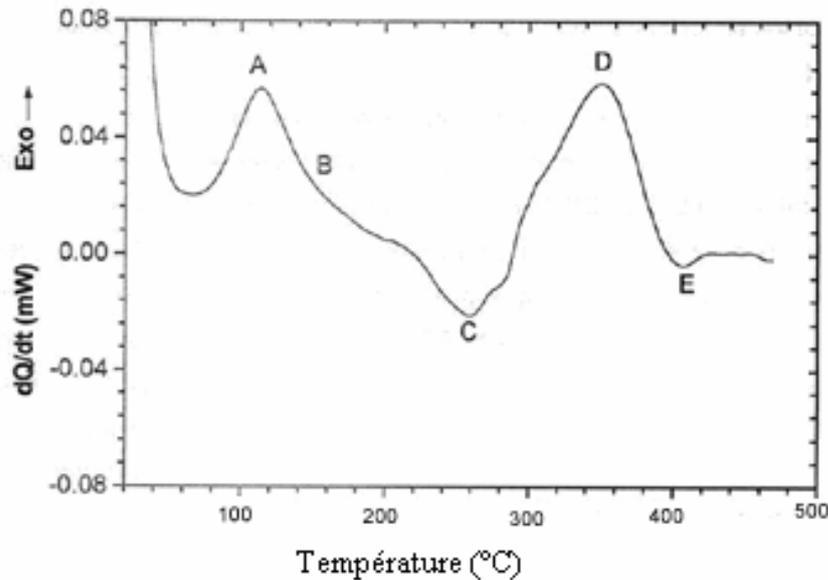
Une étude similaire a été réalisée pour notre alliage par Benaskeur [72]. Des échantillons trempés et vieillis à 190°C pendant 30 mn, 45 mn, 1h, 2h, 3h, 6h, 12h, et 18h sont étudiés. L'auteur a suivi les cinétiques de précipitation, la coalescence, la dissolution ou la transformation d'une phase à une autre, pendant le chauffage à partir de 20°C jusqu'à 500°C avec une vitesse de chauffage égale à 10°C/min.

- **Cas de l'alliage trempé.**

Pour l'état trempé, les différentes réactions des courbes DSC sont présentées dans le tableau I-1. Pour les différents pics, sont attribuées les nominations A, B, C, D, E données dans la littérature. L'auteur a observé que le pic exothermique (pic B) correspondant à la précipitation de la phase  $\delta'$  chevauche avec le pic exothermique (pic A) de formation des zones GPB. Cet état va servir comme état de référence des résultats obtenus pour les différents temps de vieillissement à 190°C. Le tableau suivant récapitule tous les résultats obtenus dans la figure II-8.

Effet	Exo ou Endo	Intervalle de température (°C)	Pic situé à la température (°C)	Réaction
A	Exo	70-170	110	Précipitation $\delta'$ et GPB
B	x	x	x	x
C	Endo	180-296	258-276	Dissolution $\delta'$ et GPB
D	Exo	298-380	300-350	Précipitation de $\delta$ et S'/S
E	Endo	398-420	400	Dissolution des précipités

**Tableau II-1** : Les différentes réactions exothermiques (Exo) et endothermiques (Endo) correspondantes aux pics de la courbe DSC de l'alliage 8090 trempé (Fig. II-8) [72].



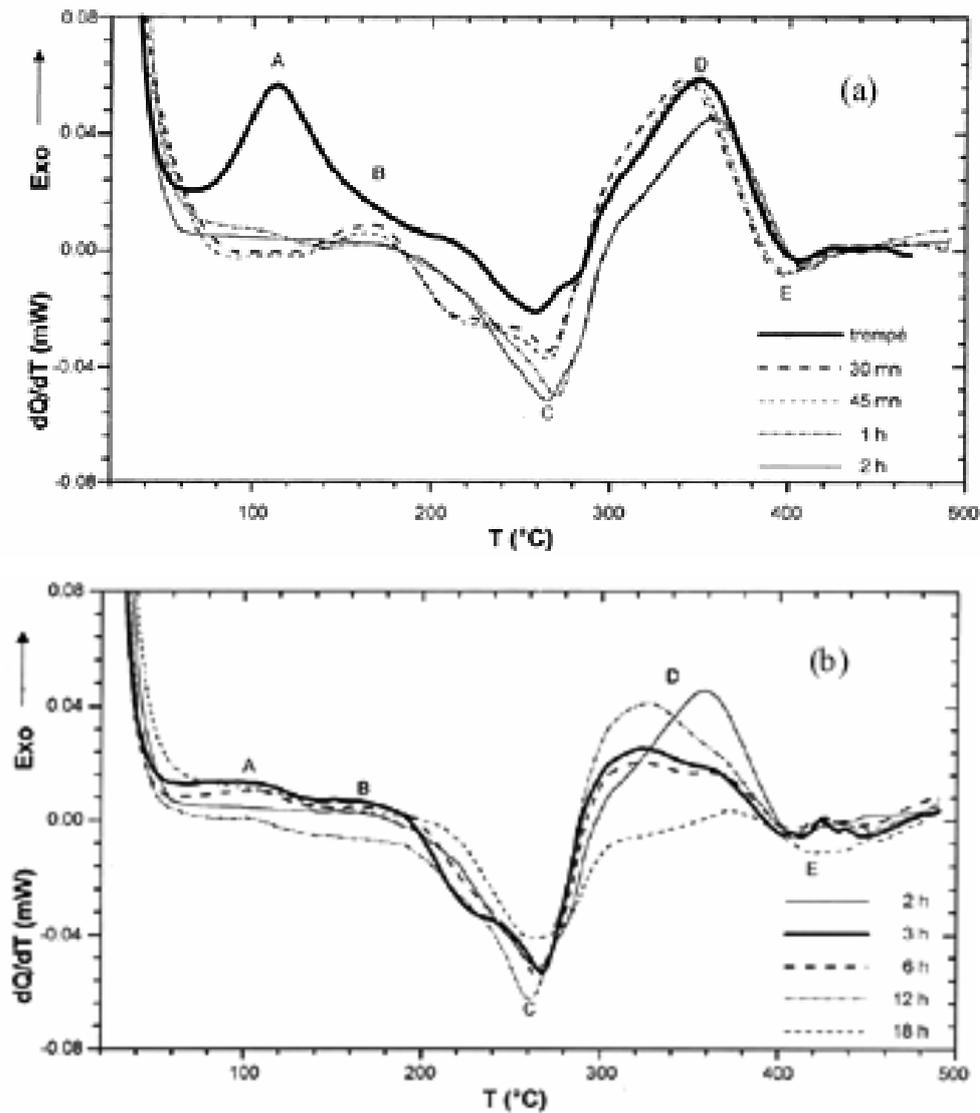
**Fig. II-8 :** Courbe DSC de l'alliage 8090 homogénéisé 1 heure à 500°C et trempé [72].

- **Cas des échantillons vieillis à 190°C.**

Après un vieillissement de 30 mn à 190°C (Fig. II-9 (a)), on observe un pic exothermique de faible intensité dans l'intervalle 130-180°C, correspondant à la précipitation de la phase  $\delta'$ . L'auteur conclut que le premier pic de l'état de trempé est dû à l'effet combiné de la formation des zones GPB et de la précipitation de la phase  $\delta'$ , alors que dans ce cas, la formation des zones GPB est complète après 30 mn à 190°C, et il ne restera que l'effet dû à la précipitation de  $\delta'$ . Pour un vieillissement de 45 mn (Fig. II-9(b)) à la même température, l'auteur observe un comportement tout à fait similaire au précédent.

Après 1 h de vieillissement, le pic de précipitation  $\delta'$  devient faible et s'annule à partir de 2 h de vieillissement; donc l'effet A (dans l'intervalle 70-180°C) a disparu complètement, ce qui témoigne de la précipitation complète des zones GPB et  $\delta'$  pendant le vieillissement précédent l'essai. Pour les températures supérieures à 180°C, et pour les différents temps de vieillissement, nous remarquons, de manière générale, que :

- le pic endothermique, dans l'intervalle 180-290°C, est dû à l'effet combiné de dissolution GPB et  $\delta'$  (pic C). L'intensité de ce pic augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement, ce qui indique que pendant des durées de vieillissement croissantes, les quantités des zones GPB et  $\delta'$  qui se forment sont de plus en plus grandes, ce qui engendre des pics de dissolution de plus en plus importants, car l'énergie supplémentaire absorbée par le matériau est proportionnelle à la quantité d'éléments à dissoudre.



**Fig. II-9** : Courbes DSC de l'alliage 8090 homogénéisé 1h à 500°C, trempé et vieilli à 190°C pendant 30mn, 45 min, 2h (a) et pour 3h, 6h, 12h et 18h après trempe (b) [72].

- le pic exothermique, dans l'intervalle 290-380°C, correspond à l'effet de précipitation des deux phases S' et  $\delta$  (pic D). L'intensité de ce pic diminue progressivement à partir de 1 h de vieillissement à 190°C à cause des quantités croissantes de ces deux phases précipitées pendant le vieillissement initial.

- l'effet E correspond à la dissolution des phases précipitées et n'est pas affecté par le vieillissement à 190°C, ce qui est en accord avec les résultats de Starink *et al.* [74].

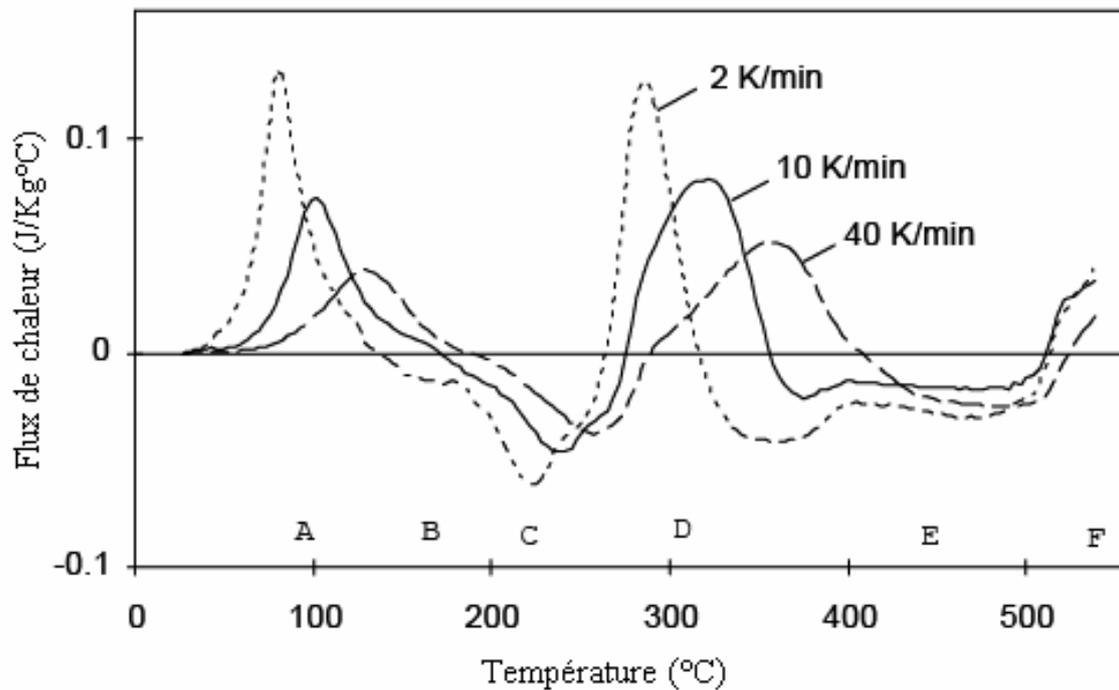
En 1995, Starink et Gegson [68] ont effectué la même étude sur un alliage de composition Al-2,34%Li-1,25%Cu-1,04%Mg-0,11%Zr (en poids). Ils ont enregistré l'existence des mêmes stades sur la courbe DSC (Fig. 32), et leurs interprétations sont

identiques à celles de Luo *et al.* [61]. Les résultats d'analyse DSC sont reportés dans le tableau II-2.

Effet	Endothermique (Exo) ou exothermique (Endo)	Identification
A : 60-150°C	Exo	Formation des zones GPB.
B	Exo	Formation de $\delta'$ .
C : 185-285°C	Endo	Dissolution des zones GPB et $\delta'$ .
D autour de 300°C	Exo	Précipitation de S'.
E	Endo	Dissolution de S'.
F	Exo	Oxydation de la surface.

**Tableau II-2 :** Identification des effets observés dans les courbes précédentes de DSC de l'alliage 8090 [68, 55].

Enfin, Starink *et al.* [47] ont effectué une étude complète sur les développements microstructuraux, pendant le vieillissement d'un alliage 8090 de composition Al-2.3%Li-1.2%Cu-1%Mg-0.1%Zr (en poids), de toutes les phases qui y précipitent pendant le vieillissement (Fig. II-10).



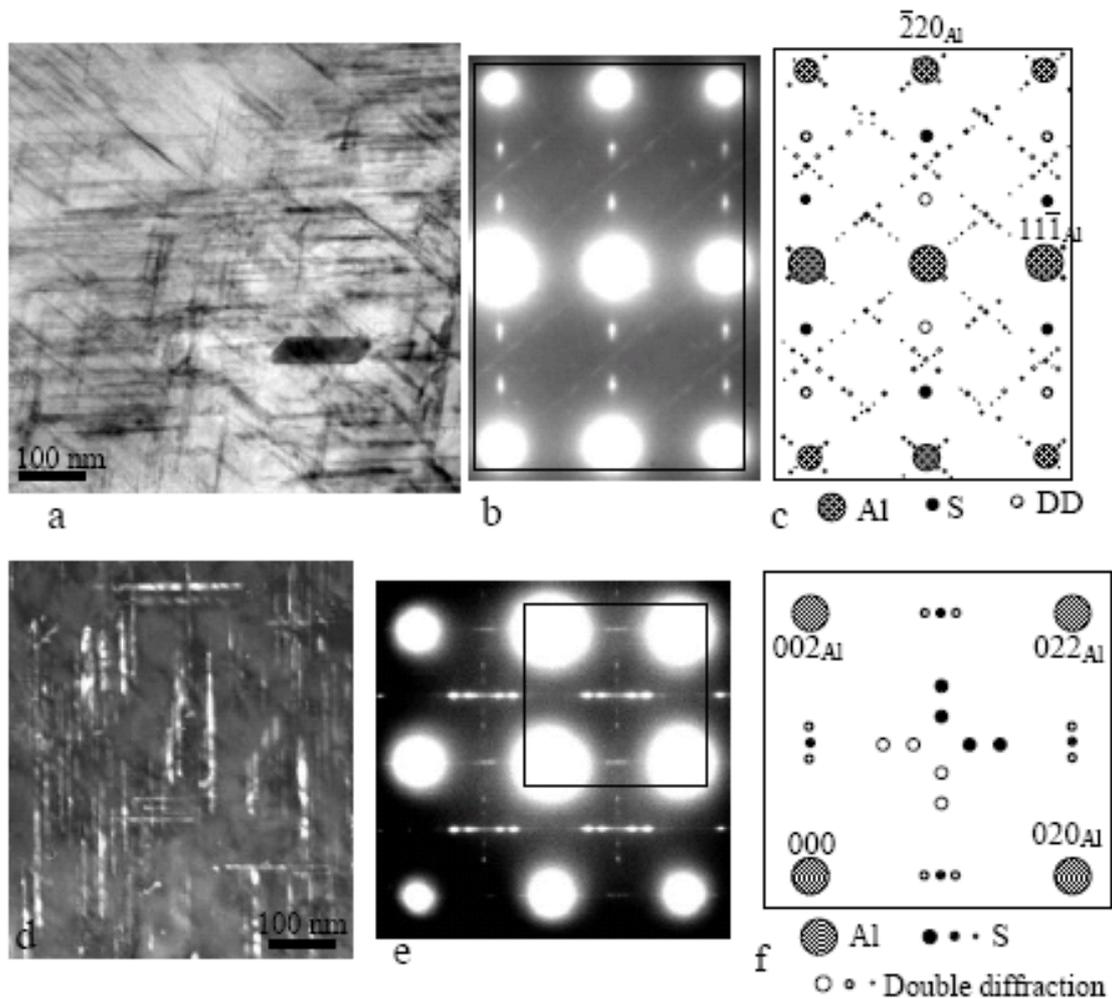
**Fig. II-10 :** Courbes DSC d'un alliage 8090 trempé pour différentes vitesses de chauffage [47, 55, 68].

## II.2 Analyse par microscopie électronique en transmission (MET).

### II.2-1 Cas du système ternaire Al-Cu-Mg.

La microscopie électronique en transmission a été utilisée dans plusieurs travaux pour étudier la forme, la taille, et les relations d'orientation de la phase S/S précipitée dans un alliage ternaire de type Al-Cu-Mg.

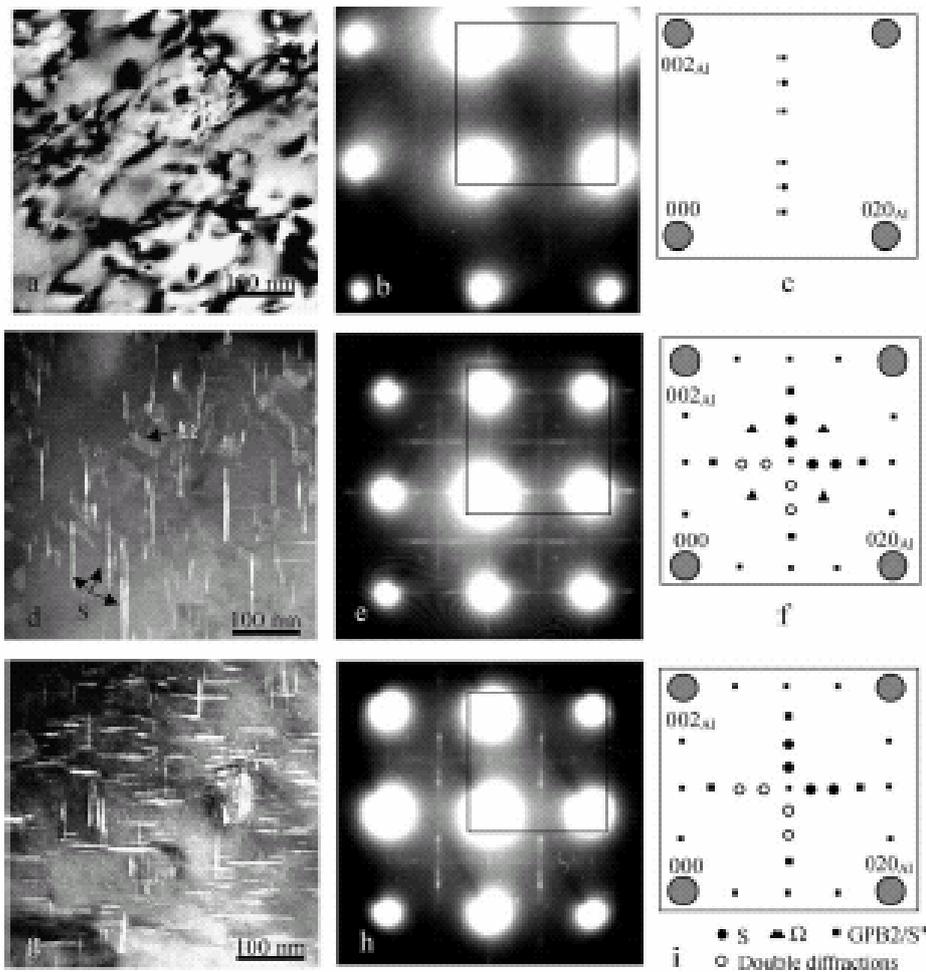
Wang *et al.* [5] ont utilisé le MET pour étudier la séquence de précipitation dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg vieillis artificiellement. Le matériau utilisé est de composition Al-2.81%Cu-1.05%Mg-0.41% Mn (en poids). Les échantillons sont traités à 495°C, trempés à l'eau, déformés à 2.5%, mûris à la température ambiante pendant quelques mois, puis vieillis pendant 12-72h à 150°C et à 6-48h à 190°C.



**Fig. II-11 :** Micrographies obtenues par microscopie électronique en transmission et les coupes de diffraction correspondantes pour l'alliage Al-2.81%Cu-1.05%Mg-0.41% Mn (en poids) trempé et vieilli à 190°C pendant (a-c) 6h; (d-f) 12 h. (a) champ clair; coupe  $[112]_{\alpha}$ ; (c) même coupe simulée; (d) champ sombre; (e) coupe  $[100]_{\alpha}$ ; (f) même coupe simulée [5].

Les figures II-11 (a) et (d) représentent respectivement les micrographies en champ clair et sombre d'un état vieilli 6 h à 190°C (a) et 12 h à 190°C (d). Les auteurs ont observé des précipités sous forme de lattes dans les deux conditions. Afin d'identifier la phase formée par ces lattes, la diffraction en sélection d'aire SAD a été réalisée (Fig. II-11 : c, f). Conformément au modèle de Perlitz et Westgren [24], la comparaison des diagrammes obtenus expérimentalement et simulés indiquent que la phase précipitée observée est la phase S, et qu'elle est seule après 6 h de vieillissement à 190°C.

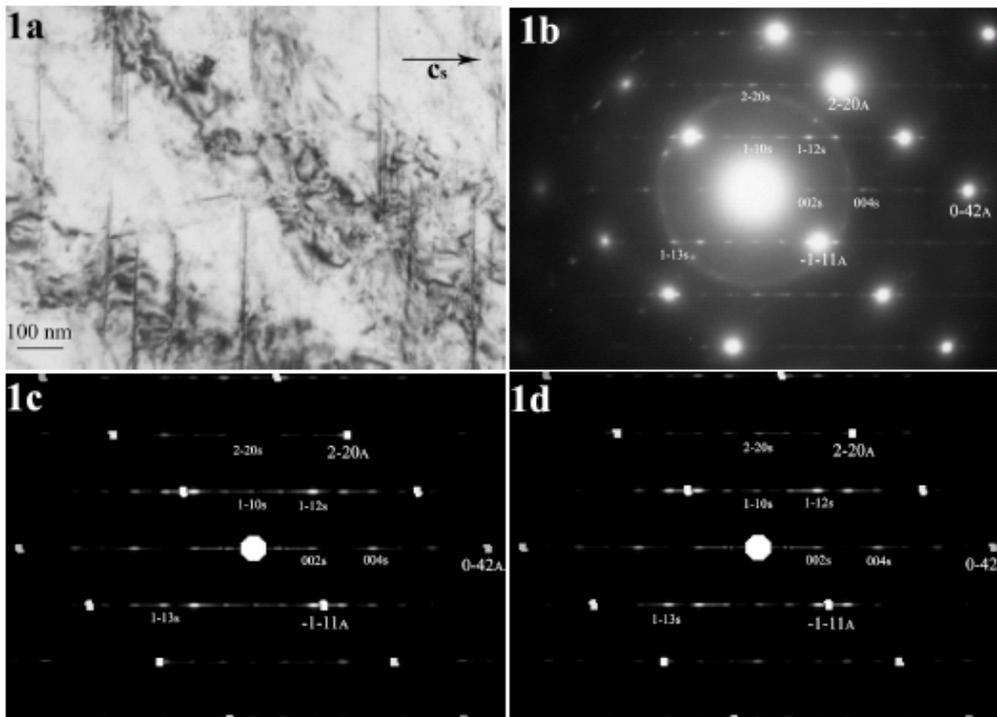
Dans le deuxième cas, les échantillons sont vieillis à 150°C. La figure II-12 (a) montre une micrographie en champ clair d'un échantillon vieilli 24 h à 150°C. Cette image met en évidence beaucoup de défauts, mais aucune autre phase que la matrice n'est détectée sur le digramme réalisé en SAD ou par simulation. Cela signifie, d'après les auteurs, que les clusters Cu-Mg détectés par la DSC sont dominants pour ce traitement.



**Fig. II-12 :** Images en MET (champ sombre et clair), coupes de diffraction  $[100]_{\alpha}$  et leur simulation pour l'alliage Al-2.81%Cu-1.05%Mg-0.41% Mn (en poids) trempé et vieilli à 150°C (a-c) 24 h; (d-f) 48 h et (g-i) 72 h [5].

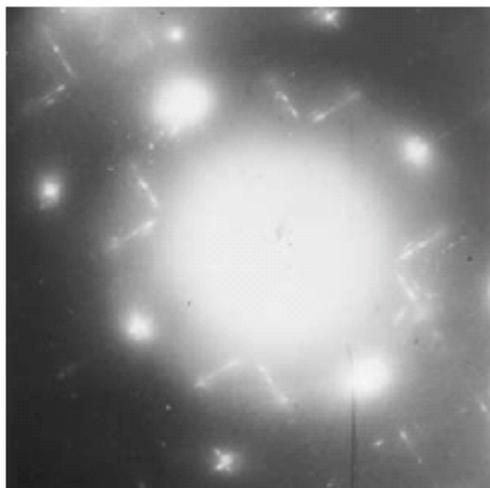
Après 48h de vieillissement à 150°C, les auteurs montrent qu'il y a présence simultanée des réflexions des phases S''/GPB2 et S sur le diagramme  $[100]_{\alpha}$ . Après 72h de vieillissement à la même température, les auteurs remarquent moins de réflexions de S'' et plus de réflexions de S.

La figure II-13 (a) [35] représente la micrographie en champ clair de l'alliage Al-1.1%Cu-1.7%Mg (at%) trempé à l'eau et vieilli 500 h à 150°C. Sur cette image, apparaissent des précipités de la phase S sous forme des lattes. Sur le diagramme de diffraction, les auteurs ont indexé les taches apparaissant sur les zones  $[112]_{\alpha} // [110]_S$ . Les auteurs utilisent les modèles de Perlitz et Westgren [24], Radmilovic *et al.* [34] pour effectuer l'indexation de ces taches et notent que c'est le modèle de Perlitz et Westgren [24] qui est le plus en accord avec leur indexation.

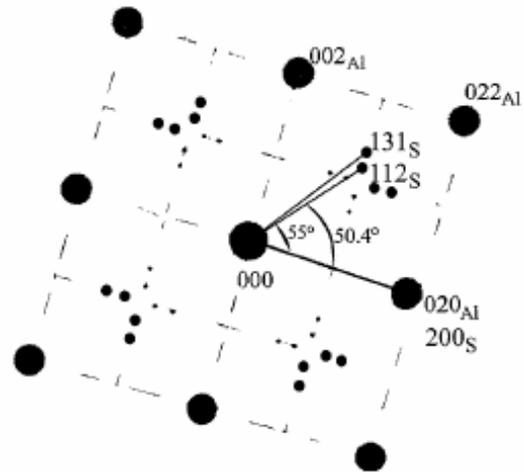


**Fig. II-13:** a) Micrographie électronique en champ clair de l'alliage Al-1.1Cu 1.7Mg (at%) [35] vieilli 500h à 150°C montrant les lattes de S. b) Diagramme de diffraction coupe  $[112]_{\alpha} // [110]_S$ . c) et d) Simulation correspondant aux deux modèles.

Eskin [73] effectue une étude sur les phases précipitées dans un alliage Al-Cu-Mg contenant du silicium. La figure II-14 montre le diagramme de diffraction électronique en coupe  $(100)_{\alpha}^*$  de l'alliage Al-4.5%Cu-1.2%Mg-0.13%Si (en poids) vieilli 20 h à 170°C. Les taches qui apparaissent sur cette figure sont associées à la matrice (grands cercles) et à la phase S' (petits cercles). L'auteur a indexé les taches de la phase S' qui entourent le nœud éteint  $[011]_{\alpha}$ . Ces taches sont  $[112]_S$  et  $[131]_S$ . Il a également défini les angles : 55° entre  $[131]_S$  et  $[020]_S // [200]_{\alpha}$ , et 50.4° entre  $[112]_S$  et  $[020]_S // [200]_{\alpha}$ .



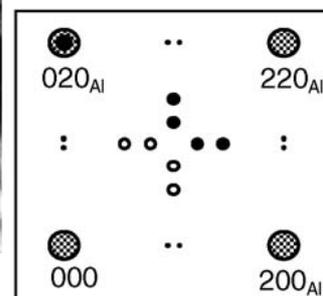
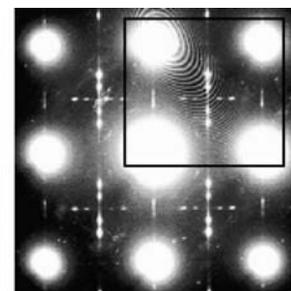
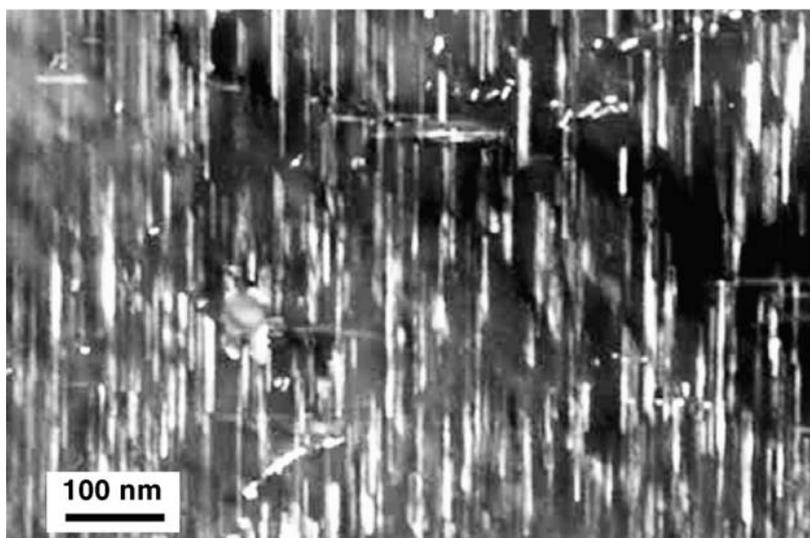
(a)



(b)

**Fig. II-14 :** a) Diagramme de diffraction électronique coupe  $(100)_\alpha$  de l'alliage Al-4.5%Cu-1.2%Mg-0.13%Si (en poids) vieilli 20h à 170°C. b) Schéma d'indexation de la coupe  $(100)_\alpha$  pour la phase S' [73].

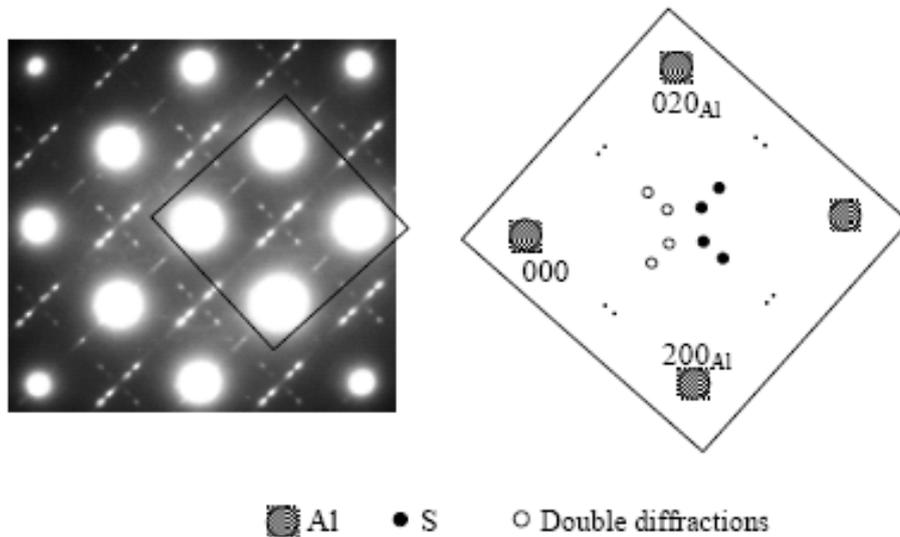
D'autre part, Starink *et al.* [74] ont étudié l'alliage Al-4.34%Cu -1.37% Mg-0.42%Mn (en poids) vieilli 12h à 190°C. Le champ sombre met en évidence les aiguilles de la phase S dont les réflexions apparaissent sur le diagramme de diffraction électronique en transmission (Fig. II-15).



● Al ● S  
○ Double diffraction

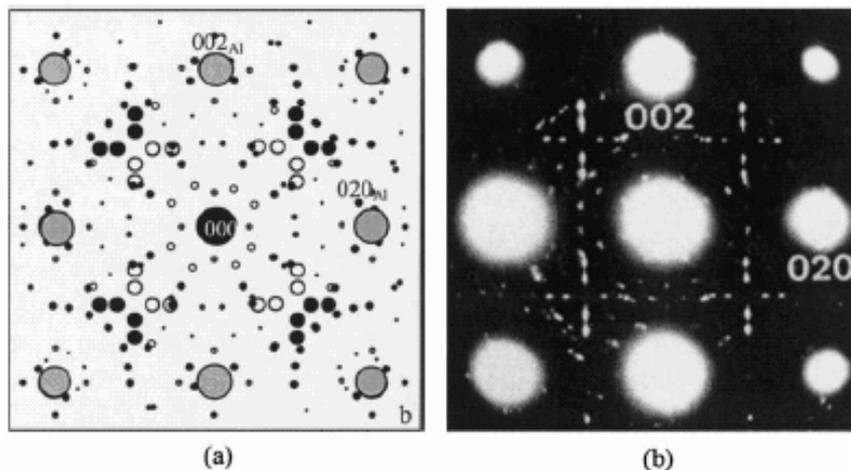
**Fig. II-15 :** MET en champ sombre, et diffraction électronique coupe  $[100]_\alpha$  de l'alliage Al-4.34%Cu -1.37%Mg-0.42%Mn (en poids) vieilli 12h à 190°C montrant la phase S [18].

Le même alliage a été étudié par Kamp *et al.* [75]. La figure II-16 met en évidence la distribution des réflexions de la phase S dans la matrice sans indexation des taches.



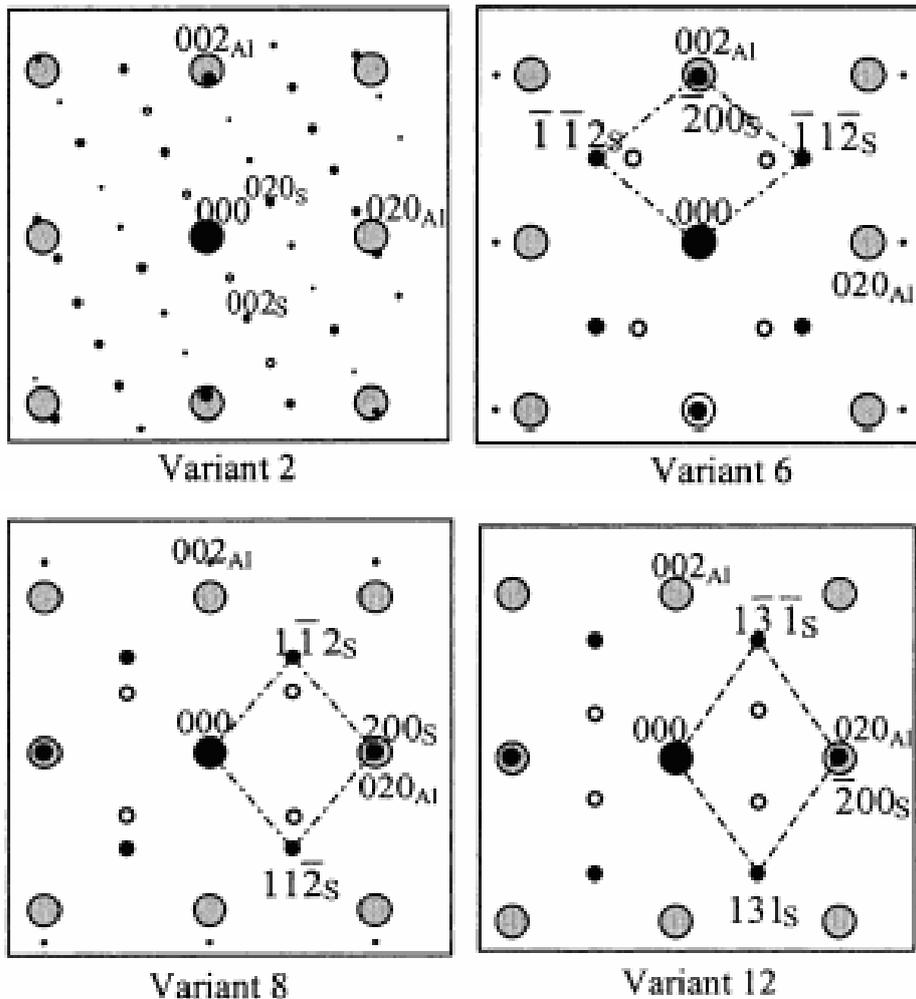
**Fig. II-16 :** Diffraction électronique de l'alliage Al-4.34%Cu -1.37% Mg-0.42%Mn (en poids) vieilli 12h à 190°C, coupe (100)\*<sub>α</sub> [75].

Par ailleurs, Zhang *et al.* [76] ont simulé des diagrammes de diffraction pour trouver les douze variants de la phase S. Les taches les plus intenses sont attribuées à la matrice  $\alpha$  et sont représentées par des "grands cercles gris". Les taches de diffraction de la phase S sont représentées par des "petits cercles noirs". Les "petits cercles blancs" indiquent les taches provenant de la double diffraction (Fig. II-17).



**Fig. II-17 :** a) Coupe de diffraction simulée pour les 12 variants de la phase S'/S; la matrice (gros cercles), la phase S (petits cercles pleins) et la double diffraction (petits cercles vides) (a) coupe de diffraction pour l'alliage Al-4.34%Cu-2%Mg-0.53%Mn (en poids) vieilli 6 h à 250°C (b) [76].

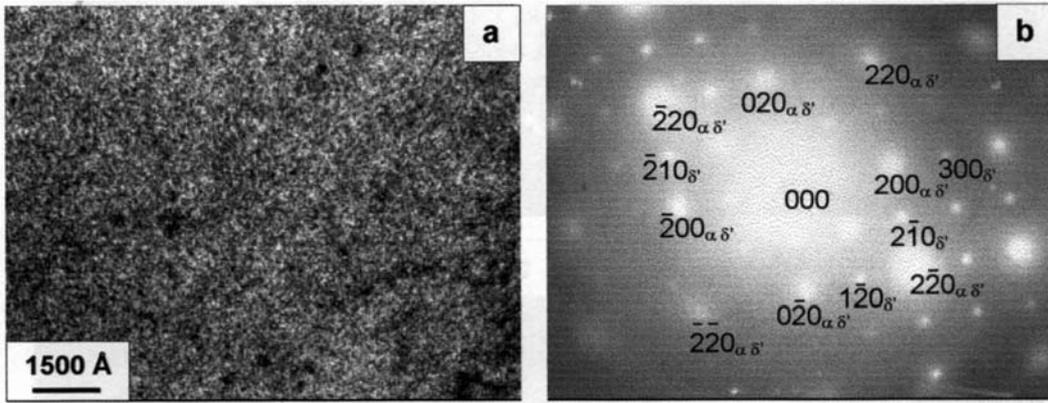
En 2005, Wang et Starink [3] ont indexé les taches qui apparaissent sur les diagrammes de diffraction correspondant aux 12 variants de la phase S'/S, observés sur la coupe  $(100)_\alpha$ . Les diagrammes sont obtenus par simulation en utilisant le "Diffract 1.2a Software" (Fig. II-18). Les réflexions intenses des différents variants sont situées autour du noeud éteint  $110_{Al}$  et peuvent être indexées par  $112_S$ ,  $131_S$  et la double diffraction. Cette interprétation a déjà été proposée par Gupta *et al.* [38].



**Fig. II-18 :** Indexation de quelques taches sur des coupes simulées de la phase S'/S dans un alliage ternaire Al-Cu-Mg [3].

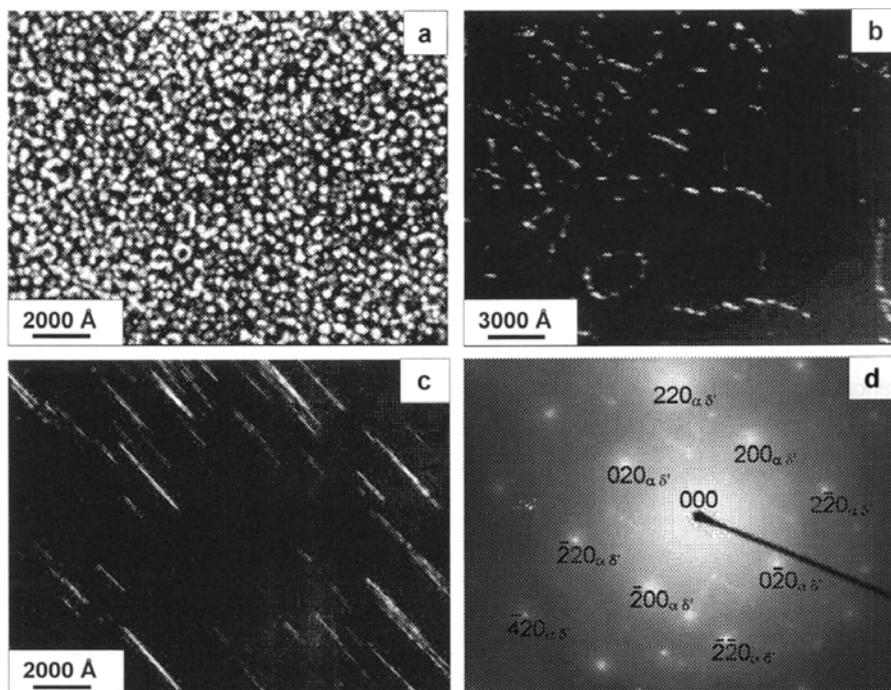
### II.2-2 Cas du système quaternaire Al-Li-Cu-Mg.

Une étude a été réalisée par Benaskeur [72] sur un alliage 8090 vieilli à 160°C, 190°C et 210°C pour des durées différentes. L'auteur conclut que 2h30min à 160°C n'est pas suffisant pour l'apparition des précipités S' (Fig. II-19). Pour ce traitement, le diagramme de diffraction électronique coupe  $(001)_\alpha$  montre la présence des taches de différentes formes correspondant aux réflexions de la matrice d'Al CFC et aux réflexions de la structure  $L1_2$  ( $\delta'$ ).



**Fig. II-19** : Image par MET en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 2h30 mn à 160°C, montrant une très fine précipitation de la phase  $\delta'$  (a). Diffraction coupe (001)\* sur laquelle apparaissent les réflexions de  $\delta'$  (b) [72].

Après 12 h de vieillissement à 190°C, les micrographies de MET montrent des précipités sphériques de  $\delta'$  plus gros que pour l'état vieilli à 160°C (Fig. II-20 (a)) et des précipités de la phase S/S sous forme de bâtonnets d'épaisseur 30Å, de longueur 1500Å et de distance inter-précipités moyenne 700Å (Fig. II-20 (c)). Sur le diagramme de diffraction (Fig. II-20 (d)), on aperçoit les taches de diffraction de la phase S/S autour du nœud de surstructure  $110_{\delta'}$ .

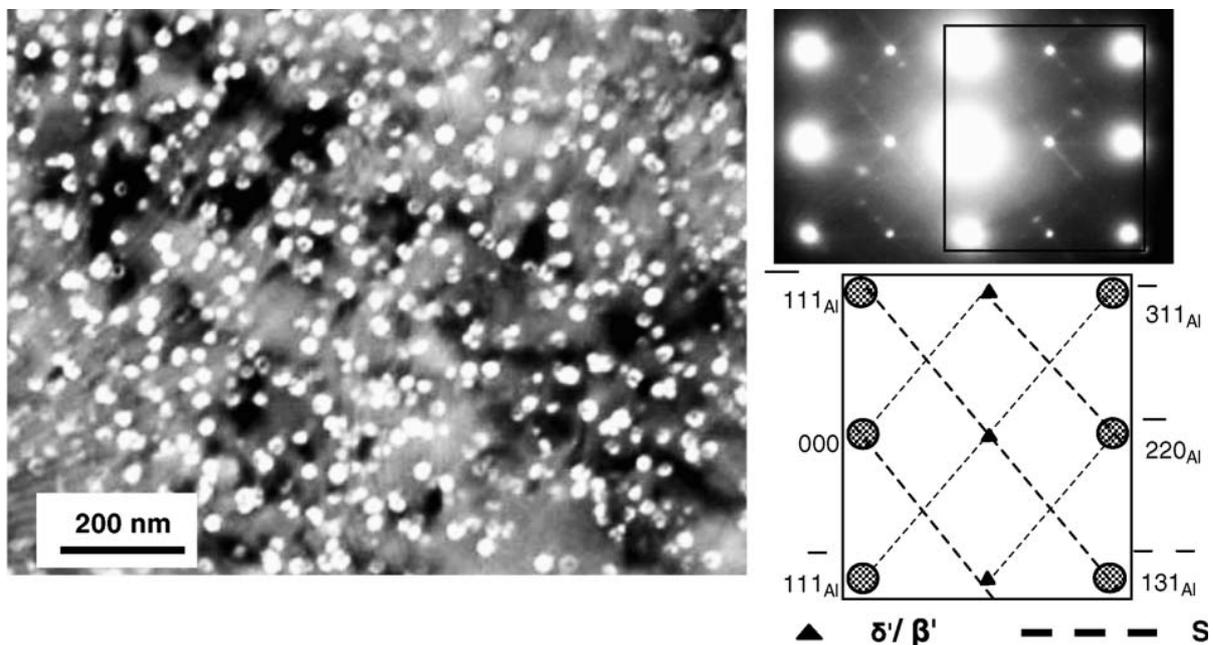


**Fig. II-20** : Images MET en champ sombre de l'alliage 8090 vieilli 12h à 190°C montrant: a) des précipités  $\delta'$  dans la matrice, b) des bâtonnets S' sur les dislocations, c) des bâtonnets de S' dans le grain, d) le diagramme de diffraction électronique coupe (001)\* $_{\alpha}$  : positif indexé [72].

Pour un vieillissement à 210°C, la taille des précipités S augmente, leur épaisseur est de 100 Å, leur longueur est de 2800 Å pour une distance inter-précipités moyenne de 2000 Å.

Starink *et al.* [47] ont observé la phase S sous forme des lattes sur les dislocations pour un alliage 8090 mûri 7 jours à 170°C.

Plus tard, en 2006, Starink *et al.* [74] ont étudié l'alliage 8090 contenant du Zr et du Mn : Al-1.65%Li-2.27%Cu-1.03%Mg-0.01%Mn-0.11%Zr (en poids). Sur les micrographies de l'état vieilli 72 h à 150°C, ils ont observé, en champ sombre, la forme sphérique des précipités  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li). Le diagramme SAD (sélection d'aire) représente la répartition de la diffraction de la phase S (Al<sub>2</sub>CuMg),  $\beta'$  (Al<sub>3</sub>Zr) et  $\delta'$  (Al<sub>3</sub>Li) (Fig. II-21).



**Fig. II-21** : Micrographie électronique en transmission en champ sombre et la diffraction électronique coupe  $[112]_{\alpha}$  de l'alliage Al-1.65%Li-2.27%Cu-1.03%Mg- 0.01%Mn-0.11%Zr (en poids) vieilli 72h à 150°C [74].

*Signalons que les taches provenant de la phase S/S ont été identifiées mais pas encore indexées dans les alliages quaternaires.*

# *CHAPITRE III*

## ***CHAPITRE III***

### ***MATERIAU ET TECHNIQUE EXPERIMENTALE D'OBTENTION DES DIAGRAMMES DE DIFFRACTION ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION. METHODE GENERALE D'INDEXATION***

#### **III.1 Matériau étudié.**

Le but de notre travail est l'indexation des réflexions relatives à la phase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (S'/S) qui apparaissent dans les alliages d'aluminium contenant du cuivre et de magnésium. Ces réflexions obtenues par le phénomène de diffraction électronique en transmission, apparaissent en plus des réflexions de la matrice CFC de l'aluminium et de la phase cohérente et ordonnée  $\delta'$ . Ces phases existent dans les alliages quaternaires du type 8090.

La composition de l'alliage utilisé est la suivante : Al-2,7%Li-1,4%Cu-1%Mg-0,11%Zr (en poids). Pour la mise en évidence des phases précipitées, nous faisons subir à nos échantillons différents traitements thermiques de vieillissement, après homogénéisation à  $500^\circ\text{C}$  et trempe à l'eau. Les vieillissements de ces échantillons se font d'une part, à  $160^\circ\text{C}$  pendant 2 h30 mn, à  $190^\circ\text{C}$  pendant des durées dépassant 2 h qui correspond au seuil d'apparition de la phase S'/S [72] et, d'autre part, à  $210^\circ\text{C}$ , ce qui correspond à l'état sur-vieilli. La présence du lithium dans l'alliage étudié entraîne la précipitation de la phase cohérente et ordonnée  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ).

Signalons, tout de même, que le matériau provient de la société française Pechiney.

#### **III.2 Technique expérimentale.**

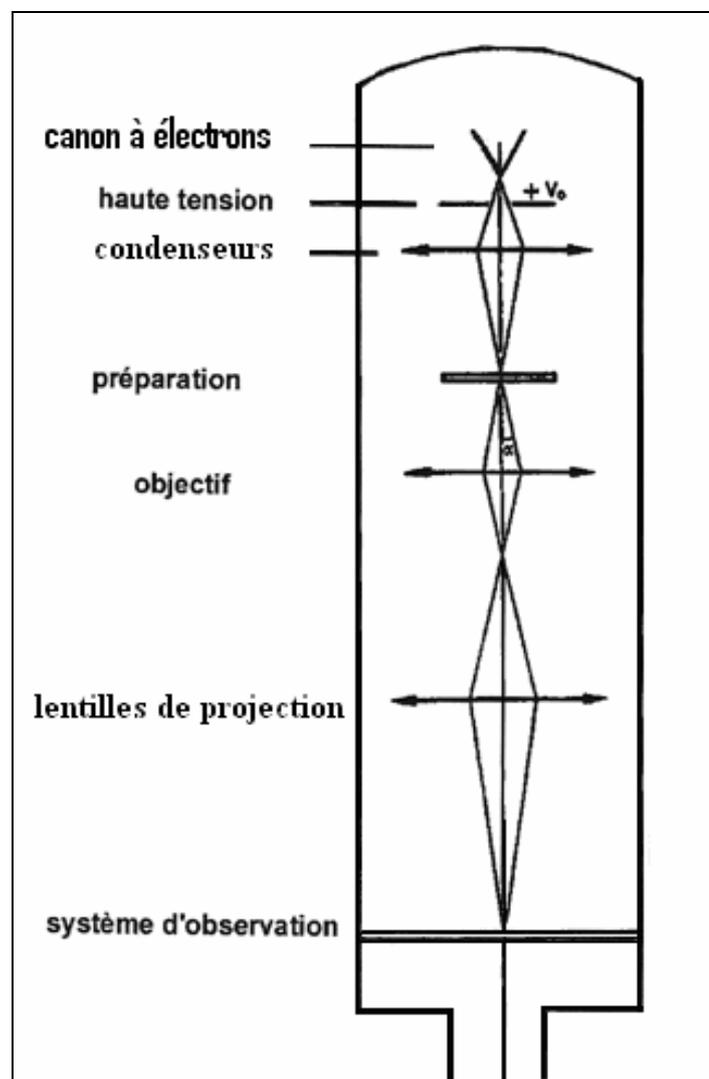
##### **III.2-1 Microscopie électronique en transmission (MET).**

Le microscope électronique en transmission est un instrument puissant de caractérisation des matériaux par de multiples approches. Nous l'avons utilisé pour tenter de caractériser notre matériau tant du point de vue microstructure de précipitation que pour l'étude de la diffraction électronique de la phase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , en particulier. L'appareil utilisé

pour l'obtention des images est un JOEL100C fonctionnant sous une tension de 100 KV (du génie Mécanique de l'UTC : Université de Technologie de Compiègne).

Cet appareil est formé généralement de différents systèmes optiques (Fig. III-1):

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



**Fig. III-1** : Représentation schématique de la colonne optique du MET.

### III.2-2 Préparation des lames minces.

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

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

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

- 1<sup>er</sup> étape : Dans les éprouvettes massives, on procède à un découpage de petits échantillons d'environ 2mm d'épaisseur à l'aide d'une micro-tronçonneuse à scie diamantée. Une réduction à des pastilles circulaires de 3 mm de diamètre par polissage mécanique des bords est effectuée.
- 2<sup>ème</sup> étape : Un amincissement mécanique manuel des pastilles jusqu'à une épaisseur d'environ 0,05 mm par polissage des deux faces au papier abrasif 800, 1000 puis à la pâte diamantée 3  $\mu\text{m}$ .
- 3<sup>ème</sup> étape : Un amincissement électrolytique dans une cellule Struers Tenupol dans laquelle la lame subit un amincissement simultané des deux faces par un double jet d'électrolyte. Les conditions et la solution de l'amincissement sont les suivantes :
  - **Electrolyte :**
    - 1/3 d'acide nitrique.
    - 2/3 d'alcool Méthylque.
  - **❖ Conditions :**
    - température entre :  $-18^{\circ}\text{C}$  et  $-23^{\circ}\text{C}$ .
    - tension : 8 à 12 Volts.

- vitesse du microjet : 1 à 2 sur l'échelle Struers.
- durée : n'excède pas 5 mn.
- nettoyage et conservation : acétone.

### **III.2-3 Principe de la technique de formation de l'image et de la diffraction en MET.**

Un faisceau d'électrons sensiblement monocinétique et de vecteurs d'ondes parallèles (donc un faisceau monochromatique), interagit avec la matière dont est constitué l'échantillon (la lame mince) qu'il traverse au niveau de l'objectif. A la sortie de la lame, les caractéristiques du faisceau d'électrons incidents sont modifiées par l'interaction électron-matière :

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

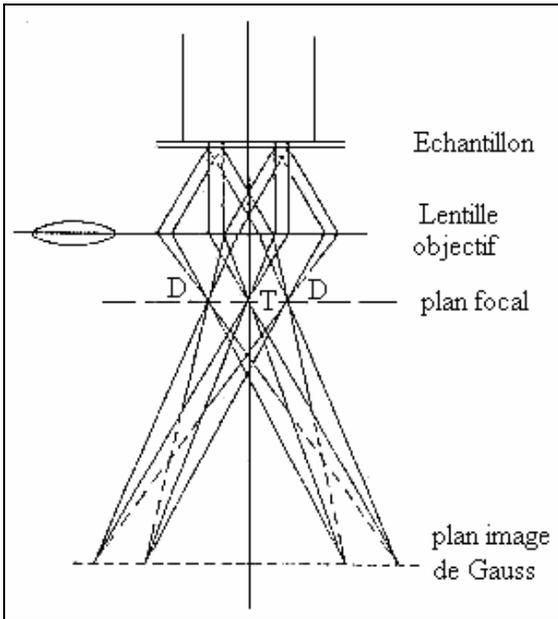
Pour faciliter l'interprétation de la distribution des intensités électroniques du faisceau émergent, nous adoptons les hypothèses de la théorie cinématique :

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

#### **III.2-3-1 Formation des images**

L'existence d'un diaphragme de contraste dans le plan focal de l'objectif (Fig. III.2) qui sélectionne les rayons transmis ou diffractés est nécessaire pour la formation des images avec des contrastes différents pour deux points voisins de la lame mince.

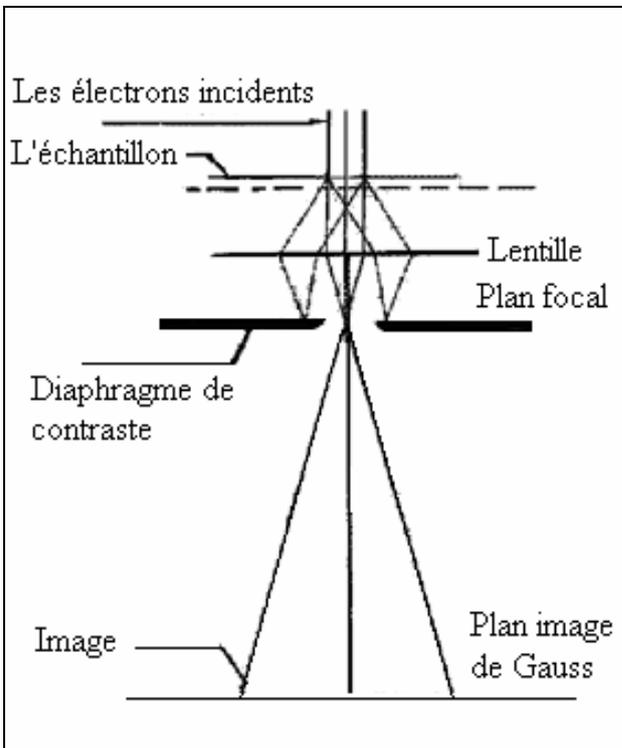
La première image de la lame mince se forme dans le plan image de Gauss de l'objectif puis elle est agrandie par un système de grandissement qui est principalement constitué des lentilles intermédiaire et de projection. Selon la position de ce diaphragme, il existe deux types d'images : image en champ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



**Fig. III-2 :** Formation du diagramme de diffraction et de l'image en MET.  
 T : faisceau transmis,  
 D : faisceau diffracté.

- **Image en champ clair.**

Le diaphragme de contraste qui est placé dans le plan focal image de l'objectif est centré sur la tache centrale transmise. L'image est donc formée avec le faisceau transmis (Fig. III.3). Sur les photos (positifs), les zones claires sont celles qui diffractent peu. Sur le film (négatif), les zones sombres (fortement impressionnées) sont celles où l'intensité du faisceau transmis est élevée : ce sont les zones éclairées du positif.

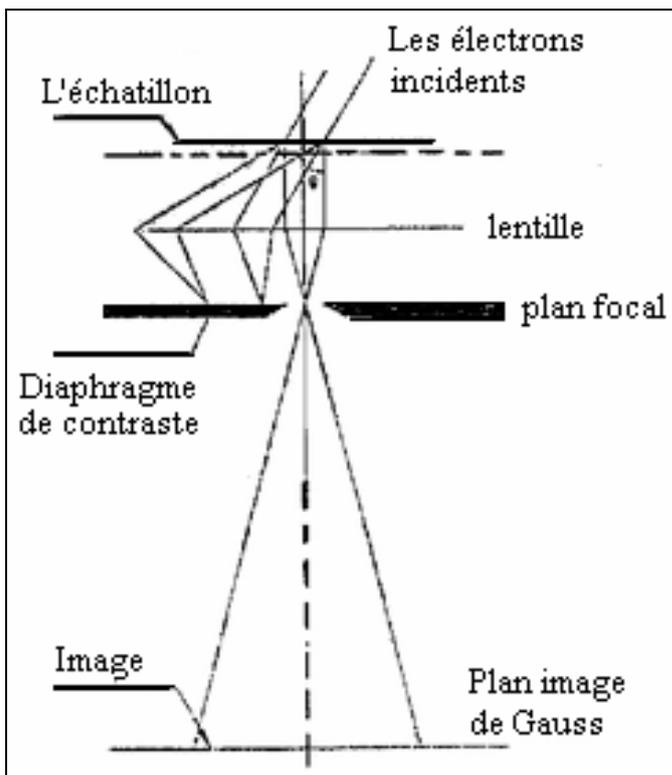


**Fig. III-3 :** Utilisation du diaphragme de contraste : image en champ clair.

- **Image en champ sombre.**

Le diaphragme est centré sur un faisceau diffracté (hkl) (Fig. III.4); seuls les rayons qui correspondent à la réflexion sélective hkl contribuent à la formation de l'image. Le cristallite responsable de la diffraction apparaît clair sur fond sombre: c'est l'image dite en champ sombre. Pratiquement, au lieu de déplacer le diaphragme de contraste pour le placer autour de la tache diffractée, on incline le faisceau incident de  $2\theta$  pour amener la tache diffractée sur l'axe optique et minimiser ainsi les aberrations des lentilles électromagnétiques.

Dans notre étude, nous devons mettre en évidence deux types de précipités  $\delta'$  et S'/S. Pour bien mettre en évidence les précipités  $\delta'$ , nous avons utilisé des champs sombres réalisés avec une tache de diffraction de la sur-structure de cette phase ordonnée et cohérente avec la matrice. Dans le cas des précipités S'/S, les champs sombres sont réalisés avec une tache de cette phase (tache autre que celles de la matrice et que celles de la phase  $\delta'$ ). Dans chaque cas, on utilise les taches les plus rapprochées du centre (faisceau transmis).

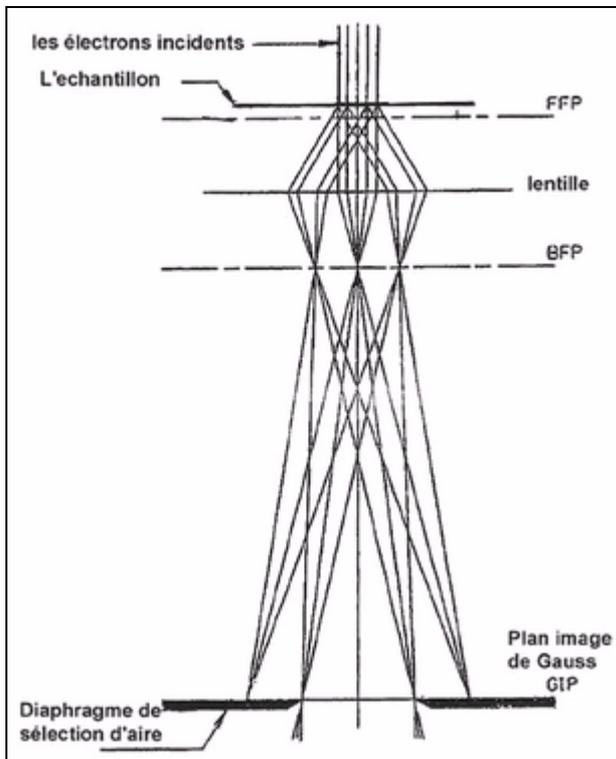


**Fig. III-4 :** Formation des images en champ sombre.

**b) Formation du diagramme de diffraction.**

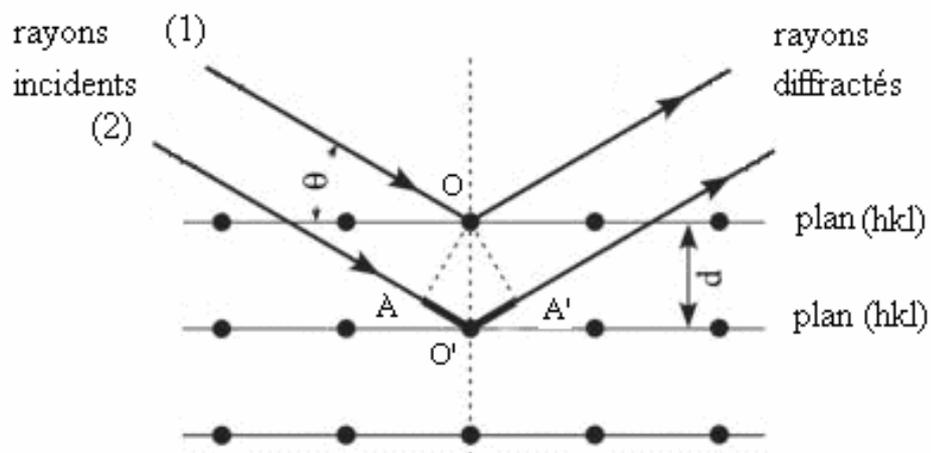
Le système de projection est mis au point sur le plan focal de l'objectif (Fig. III.5). Le diagramme de diffraction présente des taches pour les monocristaux ou des anneaux pour les polycristaux. Une zone de l'échantillon est sélectionnée par l'utilisation du diaphragme de sélection d'aire qui est placé dans le plan image de Gauss de l'objectif (Fig. III.6). Le rôle de

ce diaphragme est d'arrêter tous les rayons qui n'appartiennent pas à la zone sélectionnée. Il sert en particulier à réaliser de la microdiffraction sur un seul grain ou sur une seule phase sélectionnée.



**Fig. III-5 :** Utilisation du diaphragme de sélection d'aire.

Pour l'obtention des diagrammes de diffraction, il faut que la loi de Bragg soit vérifiée : un ensemble de plans cristallographiques (hkl) de distances inter-réticulaires  $d_{hkl}$  diffracte les rayons incidents si ces plans sont en position favorable (Fig. III.6).



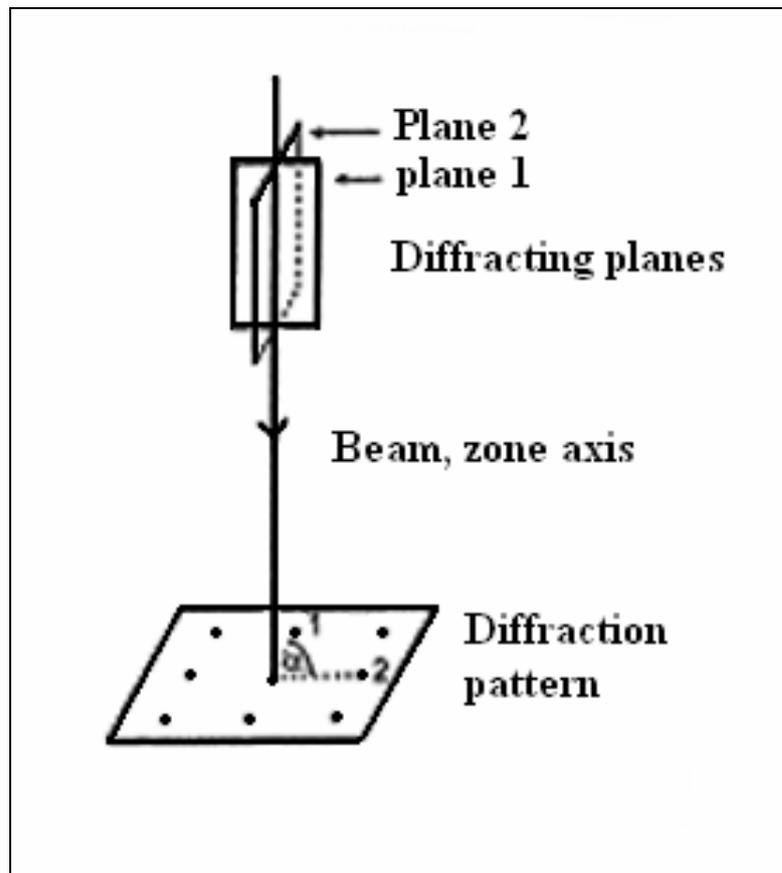
**Fig. III-6 :** Schéma représentatif des plans cristallographiques en position de diffraction.

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

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

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

La loi de Bragg devient  $n\lambda = 2d_{hkl}\theta$  en diffraction électronique à cause des valeurs de  $\lambda$  qui sont très faibles par rapport à celles des rayons X. A titre d'exemple, considérons l'aluminium dont le paramètre est égal à 4,04 Å. Pour une tension d'accélération des électrons de 100 kV, la valeur de  $\theta$  est de 0,26°. Cela signifie que les plans en position de Bragg, doivent être presque parallèles à l'axe optique du microscope ou au faisceau incident (Fig. III.7) : on dit que les plans diffractants sont presque debout.



**Fig. III-7** : Formation du diagramme de diffraction du monocristal.

### III.3 Méthode d'indexation des diagrammes de diffraction des monocristaux monophasés.

#### III.3-1 Relation entre diagramme de diffraction et réseau réciproque du matériau.

Un diagramme de taches de diffraction représente un plan du réseau réciproque du matériau. Ces taches proviennent de plans (hkl) du réseau direct, appartenant à une même zone. Ces taches constituent, en fait, les nœuds du plan correspondant du réseau réciproque.

Le centre du diagramme de diffraction est constitué par le lieu de convergence du faisceau d'électrons transmis et est considéré comme l'origine du plan du réseau réciproque, indexée (000). Si l'axe de zone des plans (hkl) diffractants sur le même diagramme est [uvw], le plan du réseau réciproque formé par ce diagramme est appelé la coupe (uvw)\* d'origine (000), la position du transmis.

Chaque nœud de la coupe (uvw)\* (donc du diagramme) est repéré par un vecteur position  $\vec{g}_{hkl}$  par rapport à l'origine.  $\vec{g}_{hkl}$  est exprimé dans le repère  $(\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$  formé par les vecteurs de la maille réciproque.

Pour les systèmes orthogonaux :

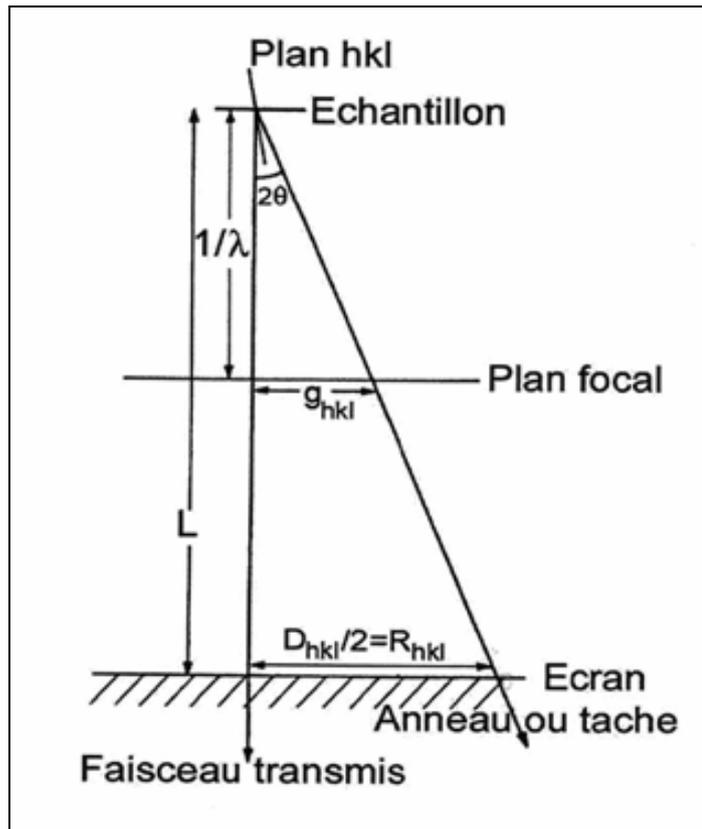
$$a^* = \frac{1}{a}, b^* = \frac{1}{b}, c^* = \frac{1}{c} \quad \text{et} \quad \begin{aligned} \alpha^* &= \alpha = 90^\circ \\ \beta^* &= \beta = 90^\circ \\ \gamma^* &= \gamma = 90^\circ \end{aligned}$$

En général, la relation entre  $g_{hkl}$  et  $d_{hkl}$  définit la condition de Laue :  $g_{hkl} = 1/d_{hkl}$  (sur le plan focal), donc :  $\vec{g}_{hkl} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$ .

Pratiquement, les distances des nœuds du réseau réciproque par rapport à l'origine, sont mesurées sur le film (placé au niveau de l'écran d'observation). Cela signifie que les distances  $g_{hkl}$  du plan focal sont agrandies et projetées sur l'écran d'observation. Elles sont notées  $R_{hkl}$  et sont reliées à  $d_{hkl}$  par la relation suivante (Fig. III.8) :

$$R_{hkl} = \frac{\lambda L}{d_{hkl}}$$

où  $\lambda L$  est appelée la constante du microscope ou la constante de caméra (pour une excitation donnée des lentilles).



**Fig. III-8 :** Représentation géométrique des taches ou anneaux de diffraction électronique sur l'écran.

Le diagramme de diffraction représente en fait, l'intersection d'un plan du réseau réciproque avec la sphère d'Ewald (de rayon  $k_0 = 1/\lambda$ ). Ainsi, lorsque le faisceau d'électrons incidents a son vecteur d'onde  $\vec{k}_0$  parallèle à une rangée  $[uvw]$  du réseau direct, le diagramme de diffraction sera constitué par le plan réciproque  $(uvw)^*$  passant par l'origine et les taches observées correspondent aux réflexions  $(hkl)$  telles que :  $hu + kv + lw = \pm N$ .  $[uvw]$  représente alors l'axe de zone de tous les plans  $(hkl)$  qui diffractent.

Une seule coupe est insuffisante pour déterminer la structure. Pour cela, le porte-objet peut effectuer différents mouvements permettant d'explorer plusieurs coupes du réseau réciproque du matériau.

**Remarque:** Comme les échantillons à étudier sont souvent des polycristaux, le microscope électronique à transmission est toujours muni d'un diaphragme de sélection d'aire et d'une gamme de grossissements suffisante pour pouvoir travailler à l'échelle d'un seul grain (monocristal) ou d'une seule phase, et arriver ainsi à mieux caractériser l'objet.

### III.3-2 Procédure d'indexation.

### III.3-2-1 Cas du cristal connu : système cubique.

- Classer dans l'ordre croissant les mesures  $R_{hkl}$  de la distance à l'origine de 3 taches de diffraction, les plus proches du centre et formant un parallélogramme avec ce dernier.
- Calculer les distances inter-réticulaires correspondantes (via la constante  $\lambda L$ ).
- Consulter la table des distances inter-réticulaires appropriée à la structure du cristal (CC, CFC,...) et trouver la série de taches d'indices les plus faibles permettant une indexation cohérente du réseau.
- Mesurer les angles entre les taches de diffraction choisies, les comparer aux valeurs tabulées ou calculées théoriquement.
- Définir les indices exacts en choisissant les signes – ou +. Ceci en faisant les sommations des vecteurs.

Exemple :

$$\vec{R}_{h_1 k_1 l_1} + \vec{R}_{h_2 k_2 l_2} = \vec{R}_{h_3 k_3 l_3} \Rightarrow \begin{cases} h_1 + h_2 = h_3 \\ k_1 + k_2 = k_3 \\ l_1 + l_2 = l_3 \end{cases}$$

- L'indexation se poursuit ainsi en continuant les séquences sur les directions importantes puis en sommant pour les taches intermédiaires.

### III.3-2-2 Cas du cristal connu : non cubique.

On ne peut résoudre facilement le problème d'indexation dans ce cas. On peut indexer tache par tache, à condition de connaître la constante du microscope  $\lambda L$ . Il suffit de se reporter à une table donnant la succession de  $d_{hkl}$  du matériau (par exemple, fiche ASTM). On peut également construire pour ce corps un atlas de coupes du réseau réciproque qui permettra une inspection immédiate des motifs et des angles. L'indexation d'un nombre limité de taches permettra ensuite la détermination exacte du diagramme.

Remarque :

- Il y a aussi le cas du matériau inconnu pour lequel la procédure d'indexation est difficile et que nous ne développerons pas ici.
- La détermination de l'axe de zone  $[uvw]$  de la coupe, revient à rechercher les indices de l'axe de zone  $[uvw]$  des plans diffractants. On effectue le produit vectoriel de deux réflexions quelconques; soient deux taches  $(h_1 k_1 l_1)$  et  $(h_2 k_2 l_2)$  :

$$[uvw] = [h_1 k_1 l_1] \wedge [h_2 k_2 l_2]$$
$$u = h_1 l_2 - k_2 l_1 ; v = l_1 h_2 - l_2 h_1 ; w = h_1 k_2 - k_1 h_2$$

- Tous les indices des taches proches du centre du diagramme doivent satisfaire :

$hu + kv + lw = 0$  (la relation de zone d'ordre zéro).

Pour les autres, on considère la relation :  $hu + kv + lw = \pm 1, \pm 2, \dots$

### **III.3-3 Corrélation entre réseau réciproque et projection stéréographique.**

#### **III.3-3-1 Principe de la projection stéréographique.**

Un plan du cristal est représenté soit par un pôle (projection stéréographique de sa normale) (Fig. III-9 (a, b)), soit par sa trace (grand cercle contenant les projections de toutes les directions du plan). Pour passer du pôle à la trace, on place le pôle sur l'équateur du réseau de Wulff (Fig. III-9 (c)) (par rotation du calque autour du centre du digramme); la trace du plan est le grand cercle (méridien) qui fait un angle de  $90^\circ$  avec le pôle (angle mesuré sur l'équateur). Pour passer de la trace au pôle, on place la trace sur un méridien de réseau de Wulff; le pôle se trouve sur l'équateur à  $90^\circ$  de la trace.

Pour mesurer l'angle entre deux droites ou entre deux plans, on effectue une rotation du calque autour du centre du réseau de Wulff; on amène les p.s. des deux droites sur un même méridien. On lit l'angle entre ces deux droites sur ce méridien.

L'angle entre deux plans est l'angle entre leurs normales. On construit donc les pôles des plans et on est ramené au problème précédent.

#### **III.3-3-2 Relation entre projection stéréographique et réseau réciproque.**

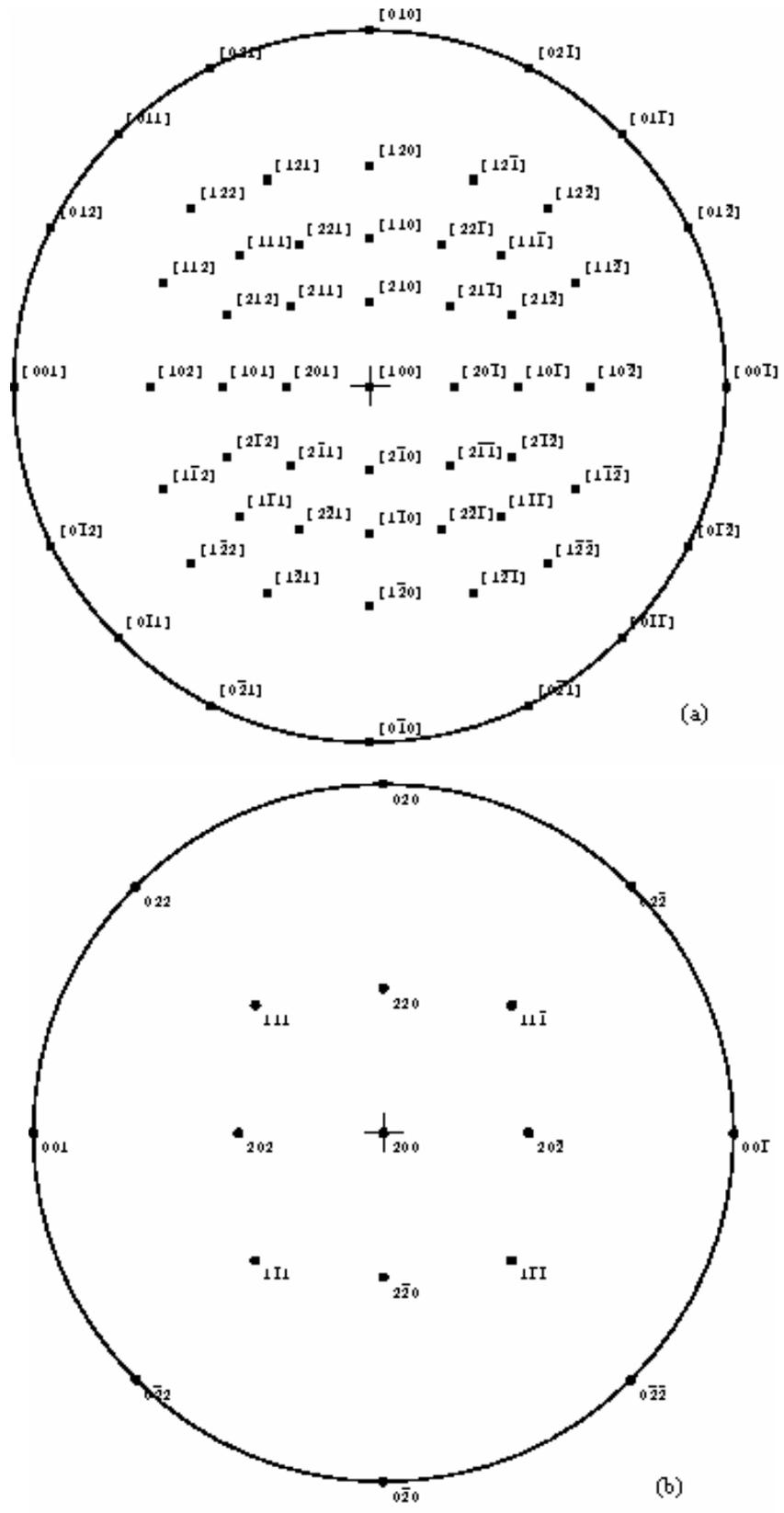
En fait, un grand cercle de la projection stéréographique est appelée une zone  $[uvw]$  qui est un ensemble de plans  $(hkl)$  du réseau direct ayant comme axe de zone  $[uvw]$ . Cet axe est représenté par le pôle situé à  $90^\circ$  du grand cercle. La projection planaire d'un grand cercle ou d'une zone  $[uvw]$  n'est donc autre qu'un plan du réseau réciproque perpendiculaire à l'axe  $[uvw]$ . Les directions de ce plan du réseau réciproque sont les pôles  $hkl$  contenus sur la zone  $[uvw]$  (Fig. III-9).

Les indices de Miller du plan du réseau réciproque sont les mêmes indices de l'axe de zone  $[uvw]$  qui n'est autre que la normale à ce plan.

#### Remarques :

- 1/ Les indices des plans  $(hkl)$  appartenant à une même zone doivent vérifier la relation de zone.
- 2/ L'indexation des diagrammes de diffraction peut être aisément effectuée en utilisant la projection stéréographique du matériau : un diagramme de diffraction est une coupe du réseau réciproque qui est une zone de la projection stéréographique (via le facteur de structure  $F_{hkl} \neq 0$ ).





**Fig. III-10 :** Projection stéréographique du CFC, (a) zone [100] du réseau direct, (b) zone [100] du réseau réciproque [77].

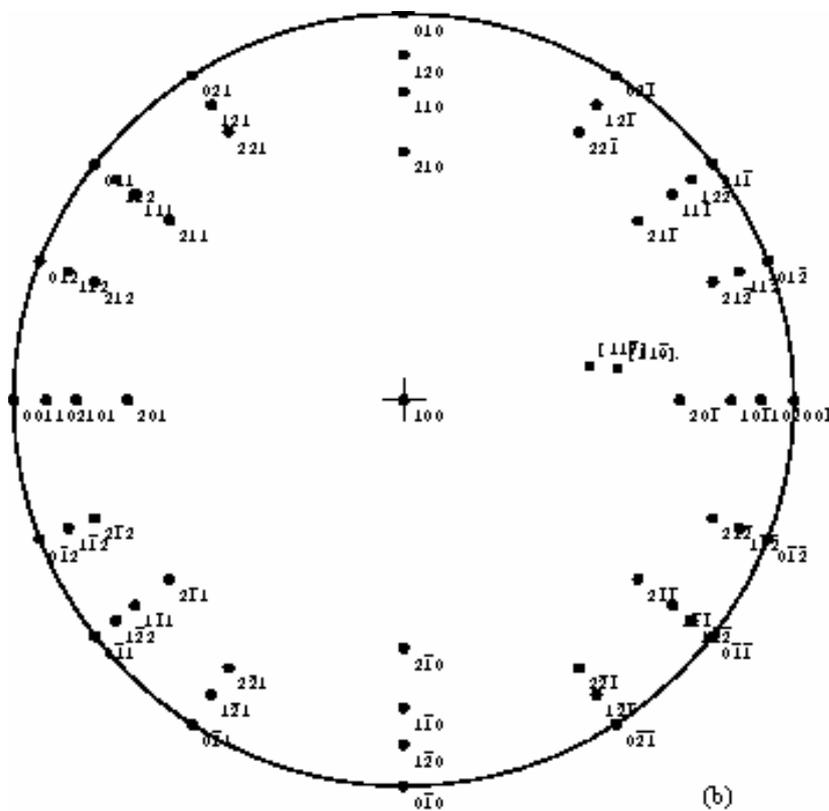
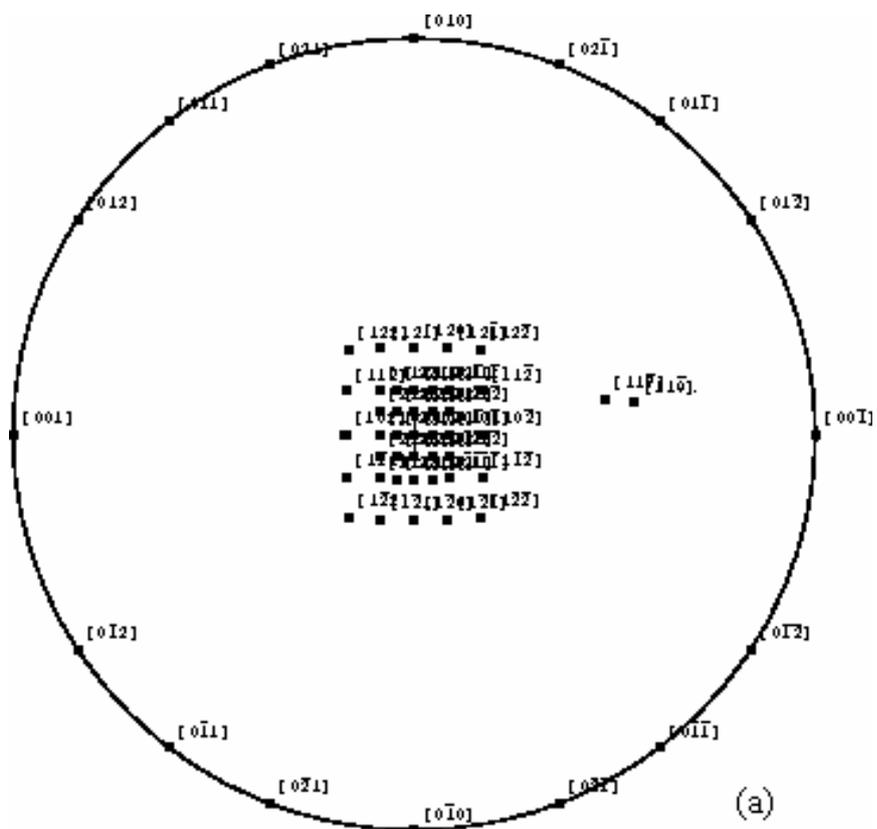


Fig. III-11 : Projection stéréographique du système orthorhombique  
 (a) (100) réseau direct, (b) réseau réciproque [77].

### III.3-4 Etude des facteurs de structure $F_{hkl}$ .

Les intensités relatives aux diverses réflexions dépendent du contenu de la maille : nombre, position et distribution des atomes de la maille. L'intensité  $I$  est proportionnelle au produit  $F_{hkl} \cdot F_{hkl}^*$ , où  $F_{hkl}$  est appelé facteur de structure et qui représente l'amplitude du faisceau électronique diffracté par une maille du cristal considéré. Il est indépendant de la forme du cristal, mais dépend fortement du contenu atomique de la maille ( $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ ).

#### III.3-4-1 Facteur de structure de la maille CFC de la matrice $\alpha$ .

La matrice d'aluminium ( $\alpha$ ) est considérée comme une phase monoatomique. La maille d'Al contient 4 atomes de positions :  $(0\ 0\ 0)$ ,  $(1/2\ 1/2\ 0)$ ,  $(1/2\ 0\ 1/2)$  et  $(0\ 1/2\ 1/2)$  (Fig. III-12).

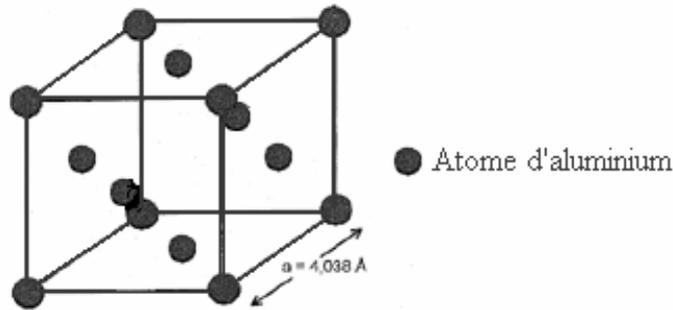


Fig. III-12 : Maille de la structure cubique d'aluminium  $\alpha$ .

L'expression du facteur de structure  $F_{hkl}$  est la suivante :

$$\begin{aligned}
 F_{hkl} &= \sum_j f_j \exp(-i2\pi(x_j h + y_j k + z_j l)) \\
 &= f_{Al} \left[ 1 + e^{-i2\pi(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})} + e^{-i2\pi(\frac{h}{2} + \frac{l}{2})} + e^{-i2\pi(\frac{k}{2} + \frac{l}{2})} \right] \\
 &= f_{Al} \left[ 1 + e^{-i\pi(h+k)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(k+l)} \right]
 \end{aligned}$$

où  $f_{Al}$  est le facteur de diffusion atomique pour les électrons de l'aluminium. Il représente, en fait, l'amplitude des ondes associées aux électrons diffusées par un seul atome d'aluminium.

Nous remarquons que  $F_{hkl} = 0$ , lorsque  $h$ ,  $k$  et  $l$  sont de parités différentes. Cela signifie que les ondes diffractées par des plans  $(hkl)$  dont les indices sont de parités différentes, arrivent en opposition de phases, ce qui entraîne une amplitude nulle (pas de tache de diffraction) au point où l'on calcule cette intensité.

Autrement dit, pour avoir une intensité diffractée, il faut que les indices  $h$ ,  $k$  et  $l$  des plans diffractants soient de même parité.

### III.3-4-2 Facteur de structure de la phase cohérente et ordonnée $\text{Al}_3\text{Li}$ ( $\delta'$ ).

Le contenu atomique de la maille de la phase  $\delta'$  est le suivant : un atome de lithium en (0 0 0) et 3 atomes d'aluminium aux centres des faces du cube :  $(1/2 \ 1/2 \ 0)$ ,  $(1/2 \ 0 \ 1/2)$  et  $(0 \ 1/2 \ 1/2)$  (Fig. III-13).

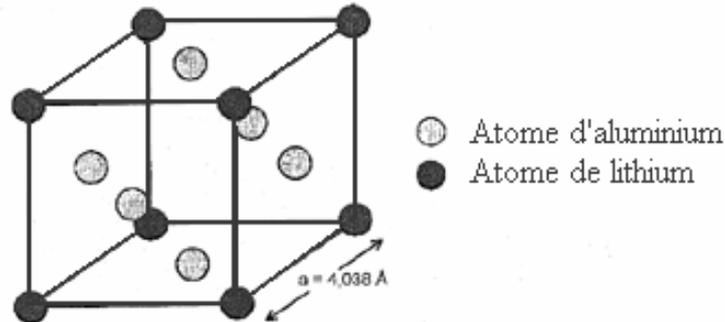


Fig. III-13 : Maille de la structure  $L1_2$  de  $\delta'$  ordonnée.

L'expression du facteur de structure  $F_{hkl}$  est :

$$F_{hkl} = f_{Li} + f_{Al} \left[ e^{-i\pi(h+k)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(k+l)} \right]$$

Si  $h$ ,  $k$  et  $l$  sont de parités différentes :  $F_{hkl} = f_{Li} - f_{Al}$  (Taches de faibles intensités).

Si  $h$ ,  $k$  et  $l$  sont de même parité :  $F_{hkl} = f_{Li} + 3f_{Al}$  (Taches de fortes intensités).

Signalons que, comme la phase  $\delta'$  a le même paramètre que la phase  $\alpha$ , les taches de fortes intensités de  $\delta'$  coïncident avec les taches de la matrice. Les taches de faibles intensités de  $\delta'$  s'appellent des taches de surstructure (caractérisant l'ordre).

### III.3-4-3 Facteur de structure de la phase semi-cohérente $\text{Al}_2\text{CuMg}$ (S'/S).

C'est une phase de structure orthorhombique contenant 16 atomes par maille : 8 atomes d'Al, 4 atomes de Cu et 4 atomes de Mg. L'expression du facteur de structure sera donnée en utilisant la maille du Mondolfo [2].

Les coordonnées des atomes du motif de la maille de la phase S'/S, exprimées dans la base  $(\vec{a}', \vec{b}', \vec{c}')$ , sont obtenues comme suit (Fig. III-14) :

Dans le plan 1 : 2 atomes d'Al  $(0 \ 0 \ 0)$  et  $(1/2 \ 1/2 \ 0)$ .

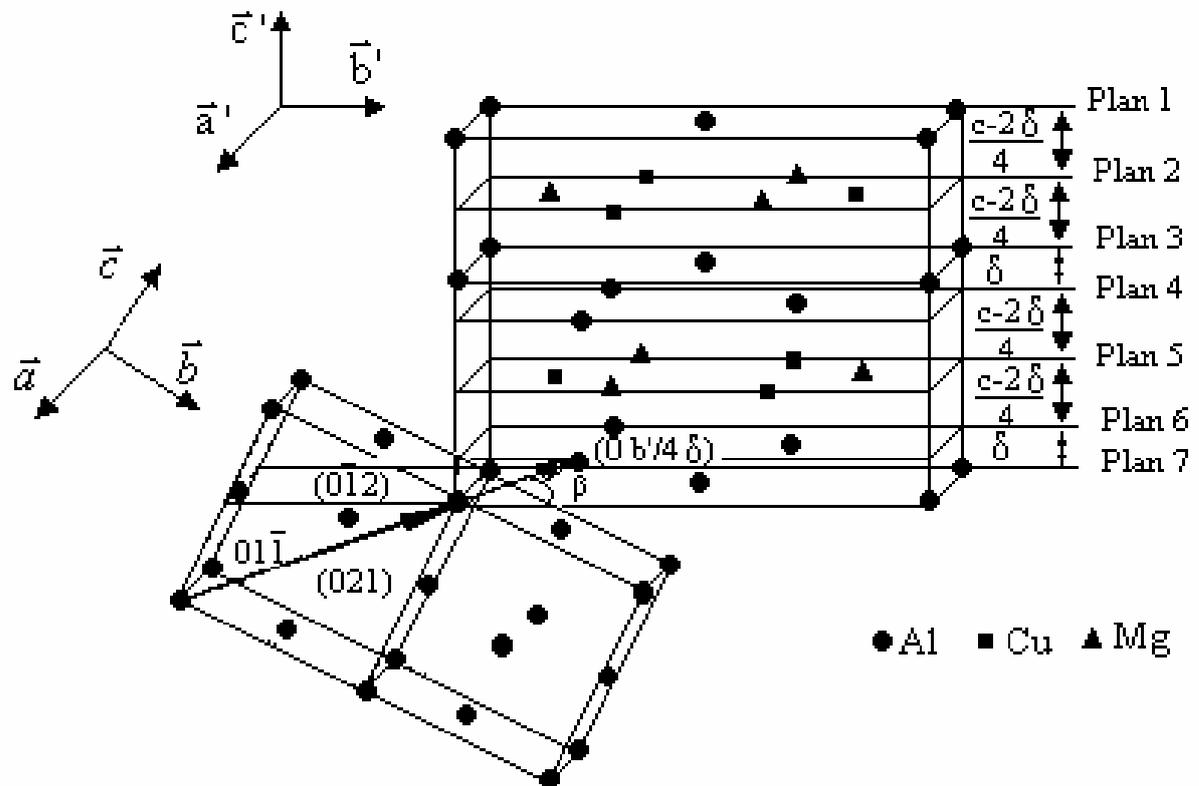
Dans le plan 2 : 2 atomes de Cu  $(0 \ 1/3 \ \frac{3+2\delta/c'}{4})$  et  $(1/2 \ 5/6 \ \frac{3+2\delta/c'}{4})$ , 2 atomes de Mg  $(1/2 \ 1/6 \ \frac{3+2\delta/c'}{4})$  et  $(1/2 \ 2/3 \ \frac{3+2\delta/c'}{4})$ .

Dans le plan 3 : 2 atomes d'Al ( $0 \ 0 \ \frac{1+3\delta/c'}{2}$ ) et ( $1/2 \ 1/2 \ \frac{1+3\delta/c'}{2}$ ).

Dans le plan 4 : 2 atomes d'Al ( $0 \ 1/4 \ 1/2$ ) et ( $1/2 \ 3/4 \ 1/2$ ).

Dans le plan 5 : 2 atomes de Cu ( $1/2 \ 1/6 \ \frac{1-2\delta/c'}{4}$ ) et ( $0 \ 2/3 \ \frac{1-2\delta/c'}{4}$ ), 2 atomes de Mg ( $0 \ 1/3 \ \frac{1-2\delta/c'}{4}$ ) et ( $1/2 \ 5/6 \ \frac{1-2\delta/c'}{4}$ ).

Dans le plan 6 : 2 atomes d'Al ( $1/2 \ 3/4 \ \frac{\delta}{c'}$ ) et ( $0 \ 1/4 \ \frac{\delta}{c'}$ ).



**Fig. III-14 :** Maille de la structure orthorhombique de la phase S'/S du modèle proposé par Mondolfo [2].

Pour calculer le facteur de structure  $F_{hkl}$  des différents plans, nous calculons d'abord le paramètre  $\delta$  comme suit :

Par continuité entre la direction  $[01\bar{1}]$  de la matrice  $\alpha$  et  $[0 \ b/4 \ \delta]$ , l'angle  $\beta$  est égal à :

$$\beta = \pi/4 - \arctan 1/2 = \pi/4 - 26,56 = 18,435^\circ$$

$$\delta = b/4 \tan \beta \Rightarrow \delta = 0,77 \text{ \AA}.$$

Donc l'expression générale du facteur de structure de la phase S'/S est la suivante:

$$\begin{aligned}
 F_{hkl} = f_{Al} & \left[ 1 + e^{-i2\pi\left(\frac{h+k}{2}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{h}{2} + \frac{3k}{4} + \frac{\delta l}{c'}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{k}{4} + \frac{\delta l}{c'}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{k}{4} + \frac{l}{2}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{h}{2} + \frac{3k}{4} + \frac{l}{2}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{(1+3\delta/c')}{2}l\right)} \right. \\
 & + e^{-i2\pi\left(\frac{h+k}{2} + \frac{(1+3\delta/c')}{2}l\right)} \left. \right] + f_{Cu} \left[ e^{-i2\pi\left(\frac{h}{2} + \frac{k}{6} + \frac{(1-2\delta/c')}{4}l\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{2k}{3} + \frac{(1-2\delta/c')}{4}l\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{k}{3} + \frac{(3+2\delta/c')}{4}l\right)} + \right. \\
 & e^{-i2\pi\left(\frac{h}{2} + \frac{5k}{6} + \frac{(3+2\delta/c')}{4}l\right)} \left. \right] + f_{Mg} \left[ e^{-i2\pi\left(\frac{k}{3} + \frac{(1-2\delta/c')}{4}l\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{h}{2} + \frac{5k}{6} + \frac{(1-2\delta/c')}{4}l\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{h+k}{2} + \frac{(3+2\delta/c')}{4}l\right)} + \right. \\
 & \left. e^{-i2\pi\left(\frac{2k}{3} + \frac{(3+2\delta/c')}{4}l\right)} \right].
 \end{aligned}$$

Le rapport  $\delta/c' = 0,1077 \sim 1/10$ ; si on le néglige, l'expression du facteur  $F_{hkl}$  serait :

$$\begin{aligned}
 F_{hkl} = f_{Al} & \left[ 1 + e^{-i\pi(h+k)} + e^{-i\pi\left(h+\frac{k}{2}\right)} + e^{-i\pi\frac{k}{2}} + e^{-i\pi\left(\frac{k}{2}+l\right)} + e^{-i\pi\left(h+\frac{3k}{2}+l\right)} + e^{-i\pi \cdot ll} \right. \\
 & + e^{-i\pi(h+k+l)} \left. \right] + f_{Cu} \left[ e^{-i\pi\left(h+\frac{k}{3}+\frac{l}{2}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{2k}{3}+\frac{l}{4}\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{k}{3}+\frac{3}{4}l\right)} + e^{-i\pi\left(h+\frac{5}{3}k+\frac{3}{2}l\right)} \right] \\
 & + f_{Mg} \left[ e^{-i2\pi\left(\frac{k}{3}+\frac{l}{4}\right)} + e^{-i\pi\left(h+\frac{5k}{3}+\frac{l}{2}\right)} + e^{-i\pi\left(h+\frac{k}{3}+\frac{2}{2}l\right)} + e^{-i2\pi\left(\frac{2}{3}k+\frac{3}{4}l\right)} \right].
 \end{aligned}$$

Cette relation nous permet de calculer les valeurs du facteur de structure pour différents plans de la phase S'/S et à titre d'exemple, nous donnons les valeurs suivantes :

$$\begin{aligned}
 F_{100} & = f_{Al} \left[ 1 + e^{-i\pi} + e^{-i\pi} + 1 + 1 + e^{-i\pi} + 1 + e^{-i\pi} \right] + f_{Cu} \left[ e^{-i\pi} + 1 + 1 + e^{-i\pi} \right] + f_{Mg} \left[ 1 + e^{-i\pi} + e^{-i\pi} + 1 \right] \\
 & = 4f_{Al} \left[ 1 + e^{-i\pi} \right] + (2f_{Cu} + 2f_{Mg}) \left[ 1 + e^{-i\pi} \right] \\
 & = (4f_{Al} + 2f_{Cu} + 2f_{Mg}) (1 + e^{-i\pi}) \\
 & = (4f_{Al} + 2f_{Cu} + 2f_{Mg}) (1 + \cos \pi - i \sin \pi)
 \end{aligned}$$

$$F_{100} = 0.$$

$$\begin{aligned}
 F_{010} & = f_{Al} \left[ 2 + 2e^{-i\pi} + 3e^{-i\pi/2} + e^{-i\pi 3/2} \right] + (f_{Cu} + f_{Mg}) \left[ e^{-i\pi/3} + e^{-i\pi 2/3} + e^{-i\pi 5/3} \right] \\
 & = f_{Al} (-2i) + (f_{Cu} + f_{Mg}) (0)
 \end{aligned}$$

$$F_{010} = -2if_{Al} \neq 0.$$

$$F_{110} = 4f_{Al} + 2(f_{Cu} + f_{Mg}).$$

$$F_{101} = 0.$$

$$F_{011} = 0.$$

Au lieu de calculer le facteur de structure pour chaque plan, il est préférable de se référer à la fiche ASTM de la phase  $Al_2CuMg$  (Tableau III-1).

28-0014					Wavelength= 1.54050					C
Al <sub>2</sub> CuMg										
Aluminum Copper Magnesium										
2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l	
19.194	90	0	2	0	60.894	2	1	5	2	
22.901	14	0	2	1	61.476	1	0	6	1	
24.920	30	0	0	2	62.723	12	2	4	1	
27.248	60	1	1	1	63.977	3	2	2	3	
31.599	18	0	2	2	64.573	1	1	3	4	
35.007	60	1	1	2	65.908	8	0	6	2	
38.772	3	1	3	0	67.138	10	2	4	2	
38.938	100	1	3	1	68.250	1	1	5	3	
40.989	30	0	4	1	68.648	2	0	2	5	
42.630	7	0	2	3	70.596	6	2	0	4	
44.924	30	1	3	2	72.799	2	3	1	1	
45.327	90	1	1	3	73.061	5	0	6	3	
46.735	20	0	4	2	73.924	3	2	2	4	
49.609	9	2	2	0	74.195	3	2	4	3	
51.068	12	0	0	4	75.722	10	1	7	0	
51.343	3	2	2	1	78.950	4	3	1	2	
52.387	8	2	0	2	77.245	10	1	3	5	
53.679	16	1	3	3	77.995	1	1	5	4	
54.614	4	1	5	0	78.607	3	0	4	5	
55.040	4	0	2	4	79.387	6	3	3	1	
55.292	4	0	4	3	79.545	4	2	6	1	
56.212	7	1	5	1	80.509	3	0	0	6	
56.287	7	2	2	2	81.186	2	1	7	2	
57.281	3	1	1	4	82.604	1	0	6	4	
Rad.: CuKα1: 1.54050 Filter: d-sp: Calculated Cut off: Int.: Calculated Moor.: Ref: Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands, ICDD Grant-In-Aid, (1975) Sys.: Orthorhombic S.G.: Cmm (63) a: 4.000 b: 9.250 c: 7.150 A: 0.4324 C: 0.7730 α: β: γ: Z: 4 mp: Ref: Peritz, Westgren, Ark. Kemi. Mineral. Geol., 16B, 13 (1943) Dx: 3.581 Dm: SS/FCM: F <sub>30</sub> = 78(0106, 36) Peak height intensity, θ CuKα type, C.D. Cell: a=7.160, b=9.250, c=4.000, a/b=0.7730, c/b=0.4324, S.G.=Cmm(63). PSC: oC16, Mwt 141.81, Volume[CD]: 284.55.										
2θ	Int	h	k	l						
83.389	3	3	3	2						
83.743	9	0	2	6						
84.919	1	0	8	1						
86.133	2	2	2	5						
 © 1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved PCPDFWIN v. 1.30										

Tableau III-1 : Fiche ASTM de la phase orthorhombique Al<sub>2</sub>CuMg.

# *CHAPITRE IV*

## **CHAPITRE IV**

# **ETUDE THEORIQUE DE LA DIFFRACTION PAR MET D'UN MATERIAU CONTENANT TROIS PHASES DIFFERENTES. APPLICATION AU DEPOUILLEMENT DE DEUX DIAGRAMMES PRATIQUES : COUPE $(100)^*_\alpha$ ET COUPE $(112)^*_\alpha$**

### **Introduction.**

Le but de l'étude théorique est de montrer comment on peut identifier les taches de différentes phases contenues dans le matériau. Ces taches apparaissent souvent sur un même diagramme de diffraction.

Nous nous appuyons dans ce travail, d'une part, sur des calculs de diagrammes théoriques réalisés en utilisant les relations d'orientation entre les différentes phases, et d'autre part, nous comparons ces diagrammes calculés avec des diagrammes expérimentaux correspondant à une même orientation du faisceau d'électrons incidents. Nous avons considéré 2 diagrammes à indexer, qui nous semble être intéressants et abordables: le diagramme  $(100)^*_\alpha$  et le diagramme  $(112)^*_\alpha$ . Pour cela, nous devons procéder comme suit :

1. Indexer les taches principales de la matrice  $\alpha$  CFC pour chaque diagramme.
2. Indexer les taches principales et de surstructure de la phase ordonnée  $\delta'$  pour chaque diagramme.
3. Etudier une possibilité d'indexation des taches de la phase (S'/S). Travail qui semble, au premier abord, assez compliqué.

### **IV.1 Etude de la diffraction de la matrice $\alpha$**

Dans cette partie, les deux coupes de diffraction  $(100)^*_\alpha$  et  $(112)^*_\alpha$  de la structure CFC vont être indexées.

#### **IV.1-1 Indexation de la coupe $(100)^*_\alpha$ (seule).**

Tout d'abord, la normale au plan  $(100)^*_\alpha$  porte les mêmes indices de Miller, soit  $[100]_\alpha$ . Cette normale est parallèle au faisceau d'électrons incidents et en même temps, elle

représente l'axe de zone des plans diffractants sur la coupe  $(100)_\alpha^*$  du réseau réciproque (Fig. IV-1(a)). Les plans diffractant  $(hkl)$  doivent donc vérifier la relation de zone :  $hu + kv + lw = 0$ . De plus, le choix des indices  $h, k$  et  $l$  doit satisfaire la condition  $F_{hkl} \neq 0$  de la structure de la matrice  $\alpha$ , donc du CFC.

Le plan  $(100)_\alpha^*$  contient deux directions principales  $[010]_\alpha^*$  et  $[001]_\alpha^*$  perpendiculaires entre elles (Fig. IV-1) et vérifiant la relation de zone avec la normale  $[100]_\alpha$  au plan  $(100)_\alpha^*$ . Cette coupe aura tous ses nœuds portant des indices  $(0kl)$  tels que :  $k \cdot 0 + l \cdot 0 = 0$  avec  $k$  et  $l$  pairs (0 étant considéré comme un chiffre pair) pour satisfaire  $F_{hkl} \neq 0$ .

Sachant que la tache transmise est l'origine du plan  $(100)_\alpha^*$  et est indexée  $(000)$ , nous calculons les distances des premières taches à l'origine  $R_{020}$  et  $R_{002}$  sur les deux directions principales (Fig. IV-1(b)) :

$$R_{020} = R_{002} = 1/d_{020} = 1/d_{002} = 0,50 \text{ \AA}^{-1}.$$

Les autres taches du diagramme sont indexées en faisant des sommations vectorielles.

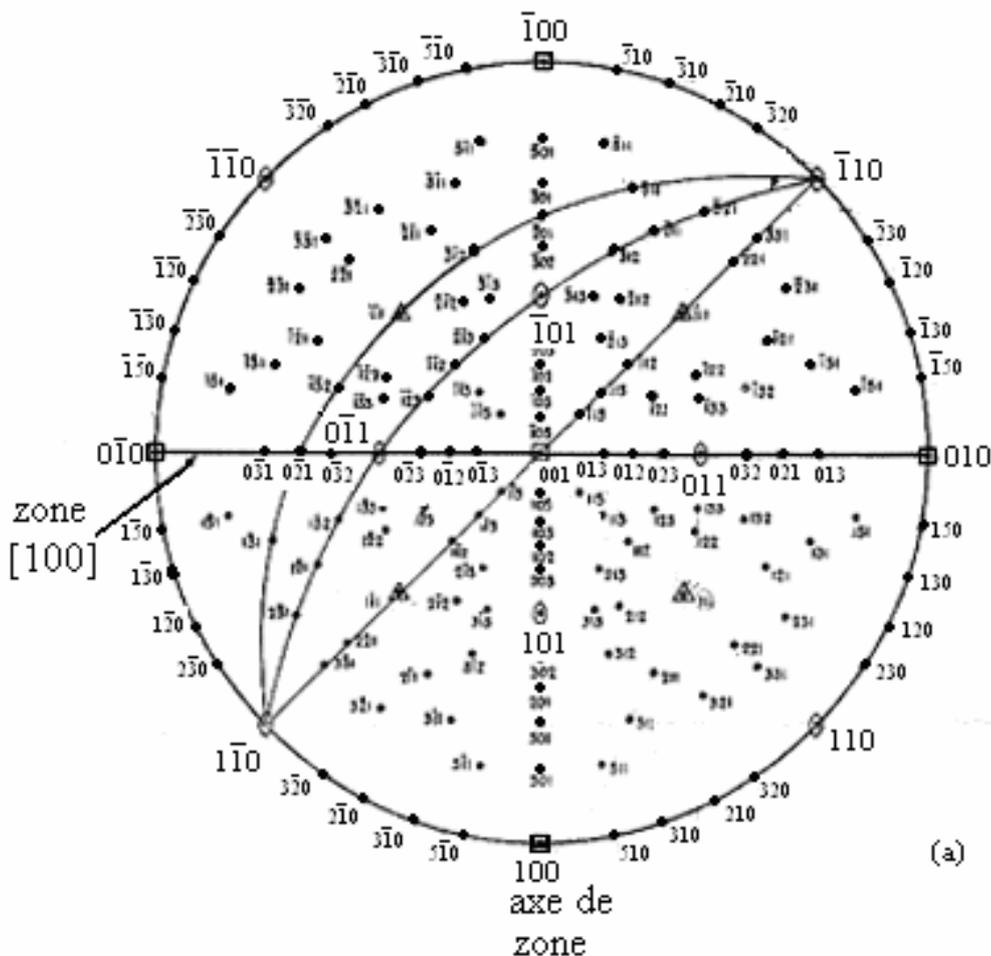


Fig. IV-1(a) : Coupe  $(100)_\alpha^*$  : désignation de la zone  $[100]_\alpha$ .

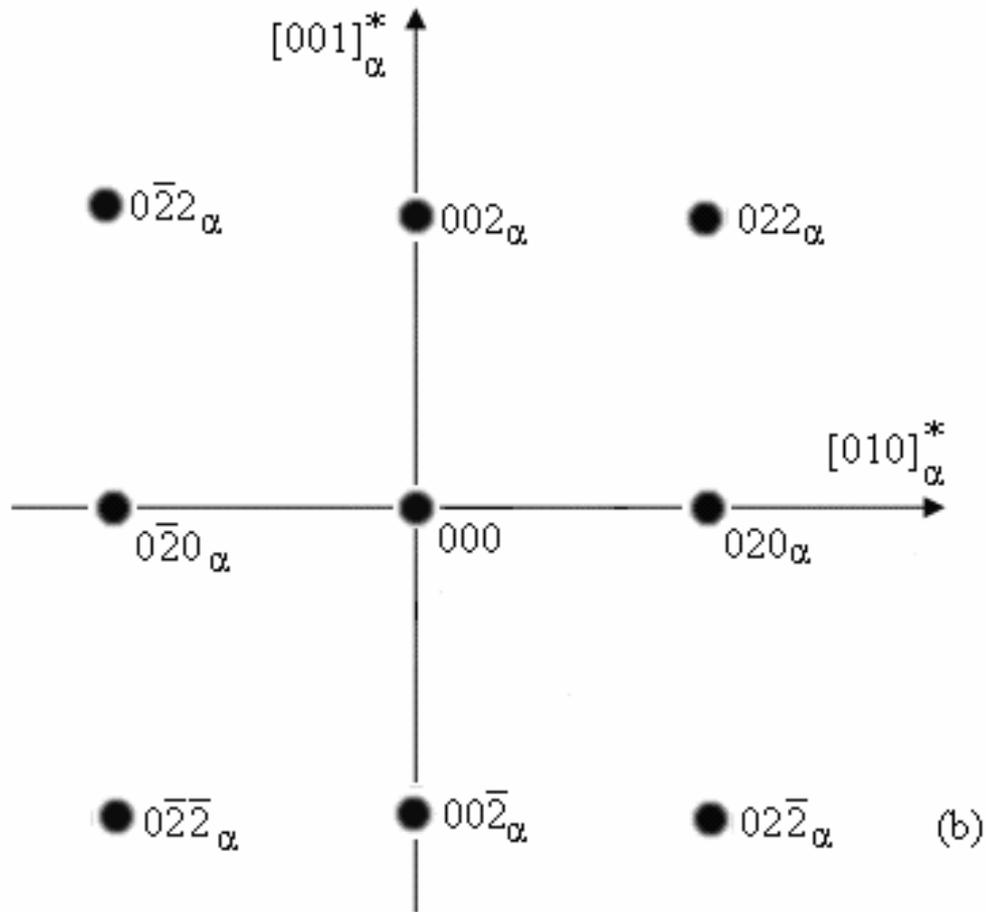


Fig. IV-1(b) : Coupe  $(100)^*_\alpha$  : indexation.

#### IV.1-2 Indexation de la coupe $(112)^*_\alpha$ .

De la même façon que pour le diagramme précédent, la normale au plan  $(112)^*_\alpha$  du réseau réciproque représente l'axe de zone des plans diffractants qui doivent donc vérifier la relation de zone :  $h + k + 2l = 0$ . En plus, les indices  $h$ ,  $k$  et  $l$  doivent être de même parité ( $F_{hkl} \neq 0$ ).

Le plan  $(112)^*_\alpha$  contient deux directions principales perpendiculaires entre elles (Fig.IV-2) :  $[1\bar{1}0]^*_\alpha$  et  $[11\bar{1}]^*_\alpha$ .

Il faut donc calculer  $R_{1\bar{1}0}$  et  $R_{11\bar{1}}$ , qui sont :

$$R_{1\bar{1}0} = \frac{1}{d_{1\bar{1}0}} = 0,349 \text{ \AA}^{-1} \text{ et } R_{11\bar{1}} = \frac{1}{d_{11\bar{1}}} = 0,433 \text{ \AA}^{-1}.$$

Sur la direction  $[1\bar{1}0]^*_\alpha$ , la première tache permise est  $2\bar{2}0$ , située à  $0,698 \text{ \AA}^{-1}$  de  $000$ .

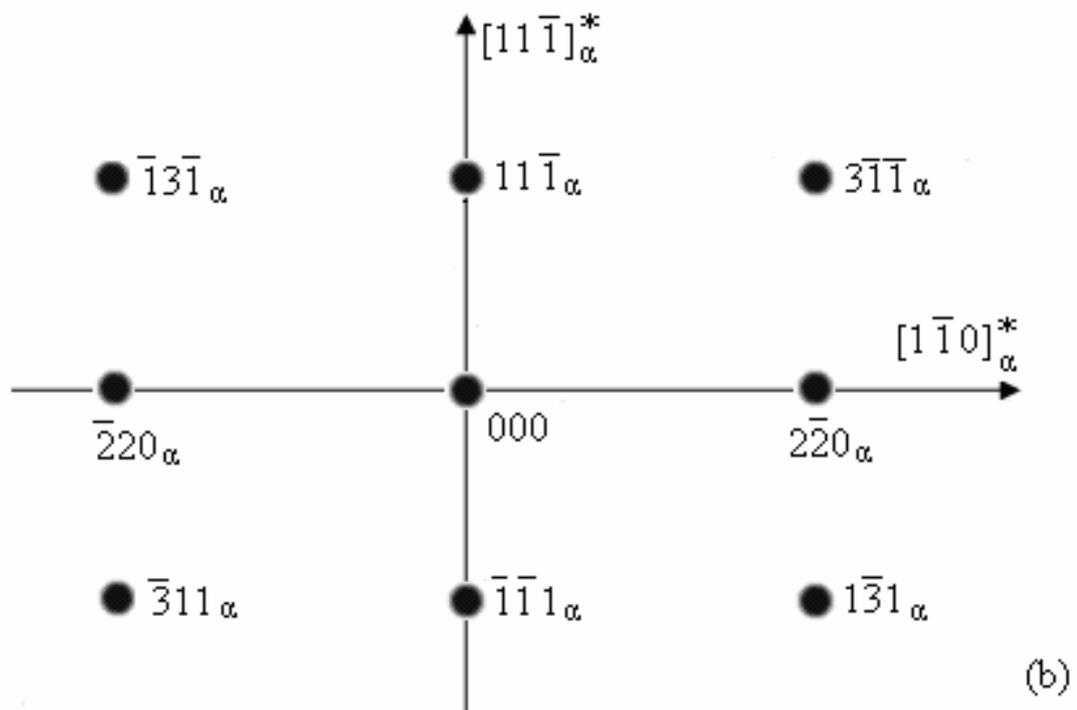
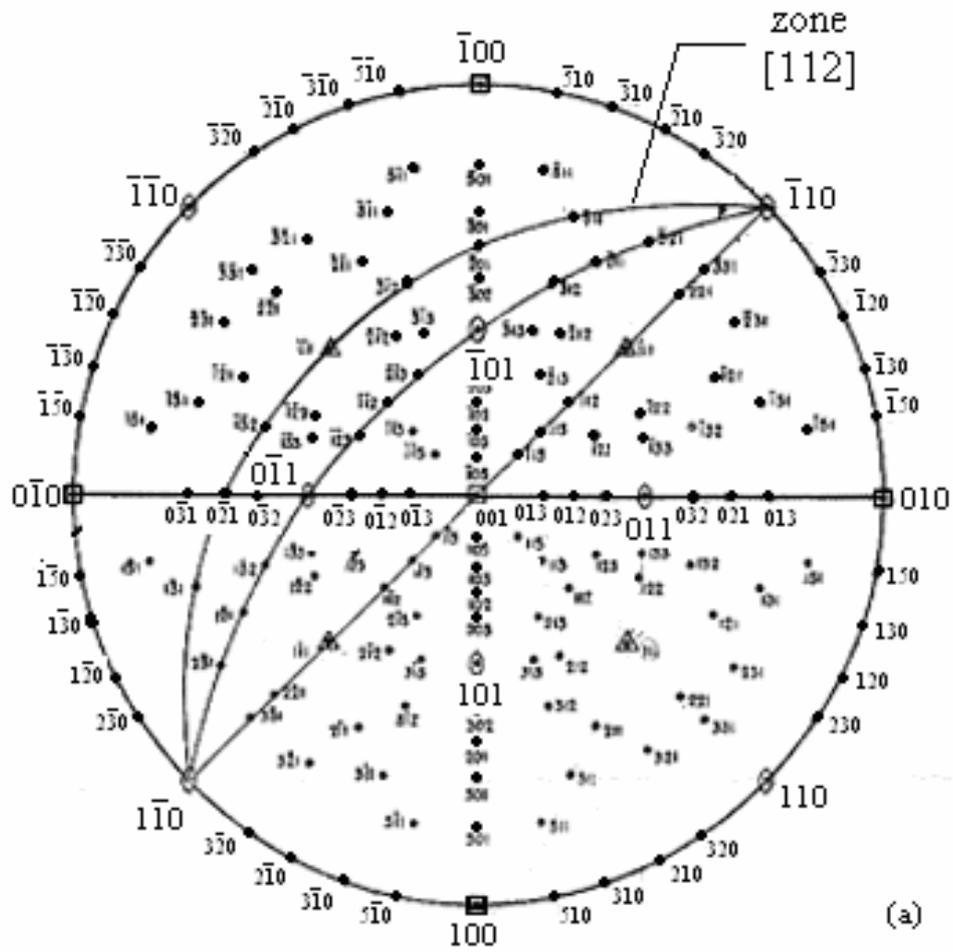


Fig. IV-2 : Coupe  $(112)^*_{\alpha}$  : (a) désignation de la zone  $[112]$  et (b) indexation.

## IV.2 Etude de la diffraction de la phase $\delta'$ ordonnée.

La phase  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) est de structure CFC telle que  $1/8$  de l'atome du lithium occupe chaque sommet de la maille et les trois atomes de l'aluminium occupent les centres des faces ( $6 \times 1/2$ ); dans ce cas, nous avons montré que le facteur de structure est toujours différent de zéro (voir chapitre III, §3-4-2).

### IV.2-1 Indexation de la coupe $(100)^*_{\delta'}$ .

Comme, les paramètres  $a_\alpha$  et  $a_{\delta'}$  sont les mêmes, les distances  $R_{020}$  et  $R_{002}$  sont les mêmes. En plus entre 000 et 020, il y a la tache de surstructure 010. De même, entre 000 et 002, il y a la tache 001. Les taches 010 et 001 sont interdites pour la matrice CFC.

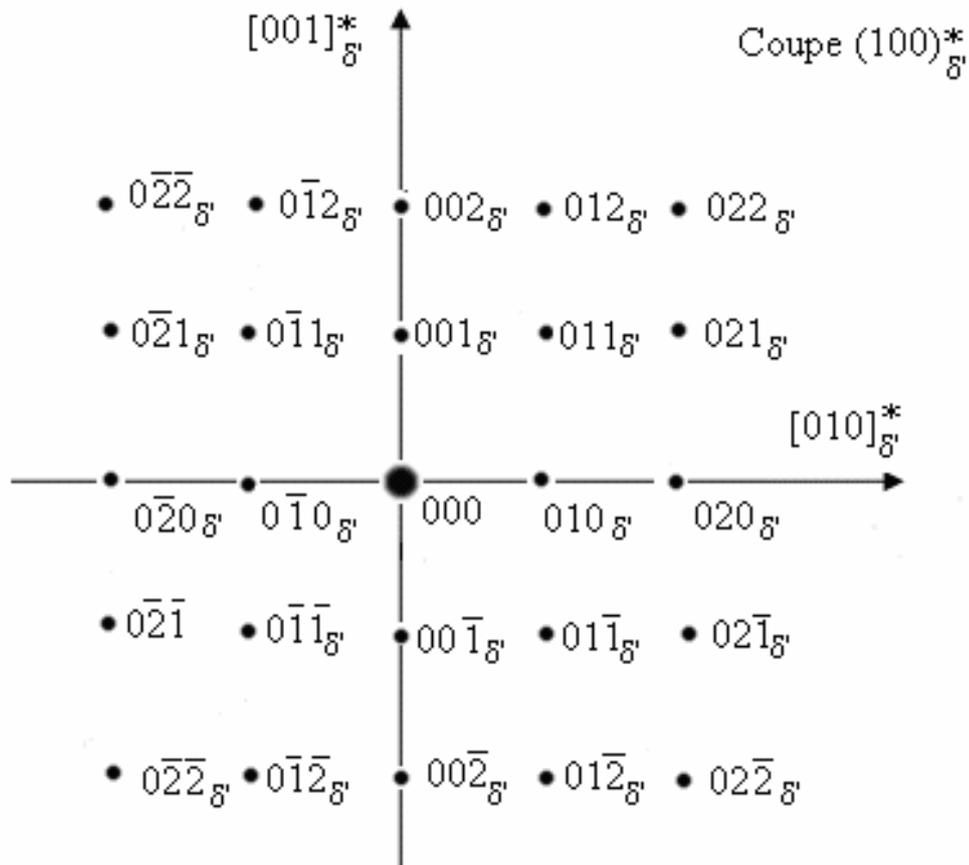


Fig. IV-3 : Coupe  $(100)^*_{\delta'}$  indexée.

### IV.2-2 Indexation de La coupe $(112)^*_{\delta'}$ .

Les distances  $R_{hkl}$  sont les suivantes :

$$R_{1\bar{1}0}(\delta') = \frac{1}{d_{1\bar{1}0}^2} = 0,347 \text{ \AA}^{-1} \text{ et } R_{11\bar{1}}(\delta') = \frac{1}{d_{11\bar{1}}^2} = 0,455 \text{ \AA}^{-1}.$$

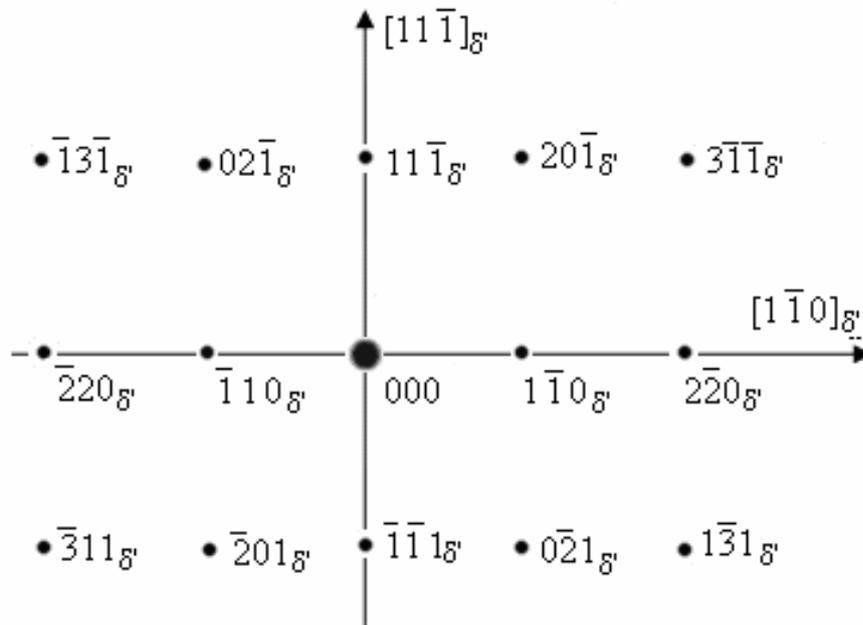


Fig. IV-3 : Coupe  $(112)^*_{\delta'}$  indexée.

Remarque :

Concernant la phase  $Al_3Zr$  ( $\beta'$ ), qui est parfaitement cohérente avec la matrice  $\alpha$ , elle engendre les mêmes taches de diffraction électronique que la phase  $Al_3Li$  ( $\delta'$ ), à savoir, des taches principales coïncidant parfaitement avec les taches de la matrice et des taches de surstructure coïncidant avec celles de  $\delta'$ , et ce, sur les deux diagrammes  $(100)^*_\alpha$  et  $(112)^*_\alpha$ .

**IV.3 Contribution à l'étude de la diffraction de la phase S'/S.**

Une étude cristallographique concernant les orientations des aiguilles de la phase S'/S dans la matrice CFC est nécessaire afin d'indexer les réflexions propres à cette phase qui apparaissent sur les diagrammes de diffraction, en plus des réflexions de la matrice et de  $\delta'$ .

**IV.3-1 Correspondance entre plans et directions cristallographiques de la phase S'/S et de la matrice d'aluminium  $\alpha$ .**

**IV.3-1-1 Relation d'orientation entre matrice d'aluminium-phase S'/S.**

Considérons tout d'abord, les relations d'orientation fournies dans la littérature par Bagayratsky [8] :

La première relation d'orientation est :  $[100]_{S'/S} // [100]_\alpha$ .

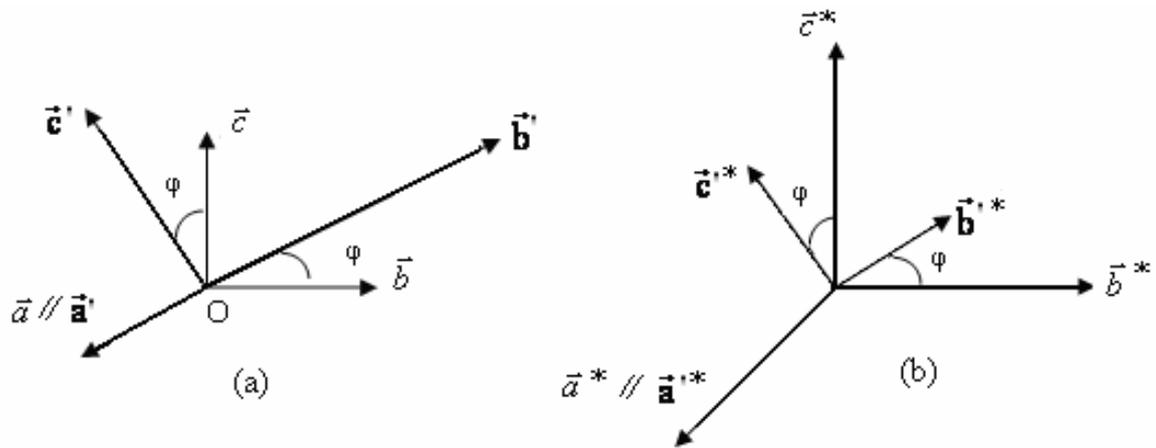
La deuxième relation d'orientation est :  $[010]_{S'/S} // [012]_\alpha$ .

Soient  $a$ ,  $b$  et  $c$  les paramètres cristallins de maille de la structure CFC de la matrice  $\alpha$  tels que :  $a = b = c = 4,049 \text{ \AA}$  ;  $a'$ ,  $b'$ ,  $c'$  représentent les paramètres cristallins de la maille

orthorhombique de la phase S/S tels que :  $a' = 4.00 \text{ \AA}$ ,  $b' = 9.25 \text{ \AA}$ ,  $c' = 7.15 \text{ \AA}$ .

Par ailleurs,  $a^*, b^*, c^*$  et  $a'^*, b'^*, c'^*$  représentent les paramètres cristallins de la maille du réseau réciproque de la matrice  $\alpha$  et de la phase S/S respectivement.

D'après la première relation d'orientation, le vecteur  $\vec{a}'$  de la phase S/S peut être parallèle à l'un des trois vecteurs équivalents  $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$  de la matrice cubique de l'aluminium. La figure IV.4 représente le cas où  $\vec{a}' // \vec{a}$ ;  $\vec{b}, \vec{b}'$  et  $\vec{c}, \vec{c}'$  sont séparés par un angle  $\varphi$  dans le plan  $(\vec{b}, \vec{c})$ .



**Fig. IV-4 :** Orientation des vecteurs  $(\vec{a}', \vec{b}', \vec{c}')$  de maille la phase S/S par rapport aux vecteurs  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  de maille de la matrice. a) Réseau direct, b) Réseau réciproque.

#### IV.3-1-2 Calcul de la matrice de passage d'un plan $(hkl)$ de la phase $\alpha$ à un plan $(h'k'l')$ parallèle de la phase S/S.

Le travail consiste, ici, à indexer des taches de diffraction de la phase S/S qui apparaissent sur les diagrammes  $(100)^*$  et  $(112)^*$  de la phase mère  $\alpha$ . Cela veut dire qu'il faille rechercher les plans du réseau réciproque de S/S qui vont se superposer au plan  $(100)^*_\alpha$  ou au plan  $(112)^*_\alpha$ .

Par conséquent, tous les calculs des matrices de passage d'un plan  $(hkl)_\alpha$  à un plan parallèle  $(h'k'l')_{S/S}$  seront effectués dans les réseaux réciproques respectifs.

#### Remarque.

Pour simplifier l'écriture, parfois on omet de marquer le symbole \* sur les plans ou sur les directions :  $(hkl)^* \equiv (hkl)$  ou  $[uvw]^* \equiv [uvw]$ . Cependant, c'est toujours du réseau réciproque dont il s'agit.

#### IV.3-1-2-1 Normale au plan (hkl)\* (RR) dans le cas de la structure cubique.

La structure cristallographique de la matrice d'aluminium est cubique à faces centrées. Les vecteurs  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  de la maille sont décrits dans le repère orthonormé du réseau direct  $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$  de la manière suivante :

$$\begin{cases} \vec{a} = a\vec{i} \\ \vec{b} = b\vec{j} \\ \vec{c} = c\vec{k} \end{cases}$$

Dans le réseau réciproque, nous écrivons :

$$\begin{cases} \vec{a}^* = \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{\vec{a}(\vec{b} \wedge \vec{c})} = \|\vec{a}^*\| \vec{j}^* = \frac{1}{a} \vec{i}^* = \frac{1}{a} \vec{i} = \frac{1}{a^2} \vec{a} \\ \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{\vec{b}(\vec{c} \wedge \vec{a})} = \|\vec{b}^*\| \vec{j}^* = \frac{1}{b} \vec{j}^* = \frac{1}{b} \vec{j} = \frac{1}{b^2} \vec{b} \\ \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{\vec{c}(\vec{a} \wedge \vec{b})} = \|\vec{c}^*\| \vec{k}^* = \frac{1}{c} \vec{k}^* = \frac{1}{c} \vec{k} = \frac{1}{c^2} \vec{c} \end{cases}$$

$$\text{avec : } \vec{i}^* = \frac{\vec{j} \wedge \vec{k}}{\vec{i}(\vec{j} \wedge \vec{k})} = \vec{i}, \quad \vec{j}^* = \frac{\vec{k} \wedge \vec{i}}{\vec{j}(\vec{k} \wedge \vec{i})} = \vec{j} \quad \text{et} \quad \vec{k}^* = \frac{\vec{i} \wedge \vec{j}}{\vec{k}(\vec{i} \wedge \vec{j})} = \vec{k}$$

Sachant que, dans le réseau réciproque la normale au plan (hkl) est donnée par le vecteur portant les mêmes indices, nous écrivons :  $\vec{r}^* = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$ ,

$$\text{ou : } \vec{r}^* = \frac{h}{a^2} \vec{a} + \frac{k}{b^2} \vec{b} + \frac{l}{c^2} \vec{c}$$

#### IV.3-1-2-2 Normale au plan (hkl)\* (RR) dans le cas de la structure orthorhombique.

De la même manière, la normale au plan (h'k'l') de l'orthorhombique est représenté par

$$\text{le vecteur : } \vec{r}^* = h'\vec{a}'^* + k'\vec{b}'^* + l'\vec{c}'^* = \frac{h'}{a'^2} \vec{a}' + \frac{k'}{b'^2} \vec{b}' + \frac{l'}{c'^2} \vec{c}'$$

A partir des relations d'orientation de la phase orthorhombique S'/S avec la matrice  $\alpha$ , nous pouvons exprimer ce vecteur  $\vec{r}^*$  dans la base  $(\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$  ou  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  de la matrice.

La relation d'orientation principale fournie dans la littérature est :  $(100)_{S'/S} // (100)_\alpha$  (ou  $[100]_{S'/S} // [100]_\alpha$ ). Nous remarquons que le plan  $(100)_{S'/S}$  peut être parallèle indifféremment à l'un des plans équivalents du cube  $(100)_\alpha, (010)_\alpha$  ou  $(001)_\alpha$ . De même, la direction  $[100]_{S'/S}$  peut être parallèle à  $[100]_\alpha, [010]_\alpha$  ou  $[001]_\alpha$ .

Nous nous proposons d'étudier les trois cas :

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

Soit le repère orthonormé  $(\vec{i}', \vec{j}', \vec{k}')$  où les vecteurs de la maille orthorhombique

$$\text{s'écrivent : } \begin{cases} \vec{a}' = a' \vec{i}' \\ \vec{b}' = b' \vec{j}' \\ \vec{c}' = c' \vec{k}' \end{cases}$$

Les relations de passage entre les repères  $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$  associé à  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  et  $(\vec{i}', \vec{j}', \vec{k}')$  associé à  $(\vec{a}', \vec{b}', \vec{c}')$  est la suivante :

$$\begin{cases} \vec{i}' = \vec{i} \\ \vec{j}' = \cos \varphi \vec{j} + \sin \varphi \vec{k} \\ \vec{k}' = -\sin \varphi \vec{j} + \cos \varphi \vec{k} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} a' \vec{i}' = a' \vec{i} \\ b' \vec{j}' = b' \cos \varphi \vec{j} + b' \sin \varphi \vec{k} \\ c' \vec{k}' = -c' \sin \varphi \vec{j} + c' \cos \varphi \vec{k} \end{cases}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} \vec{a}' = a' \vec{i} \\ \vec{b}' = b' \cos \varphi \vec{j} + b' \sin \varphi \vec{k} \\ \vec{c}' = -c' \sin \varphi \vec{j} + c' \cos \varphi \vec{k} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \vec{a}' = \frac{a'}{a} a \vec{i} \\ \vec{b}' = \frac{b'}{b} b \cos \varphi \vec{j} + \frac{b'}{c} c \sin \varphi \vec{k} \\ \vec{c}' = -\frac{c'}{b} b \sin \varphi \vec{j} + \frac{c'}{c} c \cos \varphi \vec{k} \end{cases}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} \vec{a}' = \frac{a'}{a} \vec{a} \\ \vec{b}' = \frac{b'}{b} \cos \varphi \vec{b} + \frac{b'}{c} \sin \varphi \vec{c} \\ \vec{c}' = -\frac{c'}{b} \sin \varphi \vec{b} + \frac{c'}{c} \cos \varphi \vec{c} \end{cases}$$

Passons maintenant dans le réseau réciproque :

$$\vec{a}'^* = a'^* \vec{i}'^* = a'^* \vec{i} = a'^* \frac{\vec{a}}{a} = \frac{\vec{a}}{a' a}$$

$$\vec{b}'^* = \frac{1}{b' b} \cos \varphi \vec{b} + \frac{1}{c' b'} \sin \varphi \vec{c}$$

$$\vec{c}'^* = -\frac{1}{c' b} \sin \varphi \vec{b} + \frac{1}{c' c} \cos \varphi \vec{c}$$

Soit  $\vec{r}'^*$  la normale au plan (h'k'l') du réseau réciproque de la phase S'/S:

$$\vec{r}'^* = h' \vec{a}'^* + k' \vec{b}'^* + l' \vec{c}'^* .$$

Ce vecteur peut également s'écrire, dans la base  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  de la phase  $\alpha$ :

$$\vec{r}^{**} = \frac{h'}{a.a'} \vec{a} + \left( \frac{k'}{b.b'} \cos \varphi - \frac{l'}{c'.b} \sin \varphi \right) \vec{b} + \left( \frac{k'}{b'.c} \sin \varphi + \frac{l'}{c.c'} \cos \varphi \right) \vec{c}$$

Dans cette relation, nous faisons apparaître les paramètres des deux phases. Nous en déduisons la relation entre les deux plans  $(hkl)^*_\alpha$  et  $(h'k'l')^*_{S'/S}$  : considérons deux plans  $(hkl)^*_\alpha$  et  $(h'k'l')^*_{S'/S}$  : ils seront parallèles si leurs normales sont parallèles, donc si  $\vec{r}^{**} = \lambda \cdot \vec{r}^*$  où  $\lambda$  est un nombre réel différent de zéro.

Pour simplifier, considérons  $\lambda$  égal à 1 : donc,  $\vec{r}^{**} = \vec{r}^*$  et nous en déduisons les relations suivantes :

$$\begin{cases} \frac{h}{a^2} = \frac{h'}{a.a'} \\ \frac{k}{b^2} = \frac{k'}{b.b'} \cos \varphi - \frac{l'}{c'.b} \sin \varphi \\ \frac{l}{c^2} = \frac{k'}{b'.c} \sin \varphi + \frac{l'}{c'.c} \cos \varphi \end{cases}$$

Finalement, on obtient les relations entre les indices h, k et l d'un plan du RR de la matrice  $\alpha$  et les indices h', k' et l' d'un plan parallèle du RR de la phase S'/S :

$$\begin{cases} h = \frac{a}{a'} h' \\ k = \frac{b}{b'} \cos \varphi k' - \frac{b}{c'} \sin \varphi l' \\ l = \frac{c}{b'} \sin \varphi k' + \frac{c}{c'} \cos \varphi l' \end{cases}$$

$$\text{Donc : } \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{a}{a'} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{b}{b'} \cos \varphi & -\frac{b}{c'} \sin \varphi \\ 0 & \frac{c}{b'} \sin \varphi & \frac{c}{c'} \cos \varphi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = T_1 \cdot \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix}$$

Si la matrice  $T_1$  représente la matrice de transformation d'un plan  $(h'k'l')^*$  de la phase S'/S vers un plan  $(hkl)$  parallèle de la matrice  $\alpha$ , elle s'écrira :

$$T_1 = \begin{bmatrix} \frac{a}{a'} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{b}{b'} \cos \varphi & -\frac{b}{c'} \sin \varphi \\ 0 & \frac{c}{b'} \sin \varphi & \frac{c}{c'} \cos \varphi \end{bmatrix}$$

Inversement, pour trouver la matrice de transformation d'un plan (hkl)\* de la phase  $\alpha$  vers un plan (h'k'l')\* parallèle dans la phase S/S, il faut utiliser la matrice inverse  $T_1^{-1}$  et on la note  $M_1 = T_1^{-1}$ , donc :

$$T_1^{-1} = M_1 = \begin{bmatrix} \frac{a'}{a} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{b'}{b} \cos \varphi & \frac{b'}{c} \sin \varphi \\ 0 & -\frac{c'}{b} \sin \varphi & \frac{c'}{c} \cos \varphi \end{bmatrix}$$

La relation entre les indices de plans (hkl)\* $_{\alpha}$  et (h'k'l')\* $_{S/S}$  est :

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = M_1 \cdot \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \Rightarrow \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{a'}{a} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{b'}{b} \cos \varphi & \frac{b'}{c} \sin \varphi \\ 0 & -\frac{c'}{b} \sin \varphi & \frac{c'}{c} \cos \varphi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$$

En notant :  $\alpha = \frac{a'}{a}$ ,  $\beta = \frac{b'}{b} = \frac{b'}{c}$  et  $\gamma = \frac{c'}{b} = \frac{c'}{c}$ , la matrice  $M_1$  s'écrit comme suit :

$$M_1 = \begin{bmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta \cos \varphi & \beta \sin \varphi \\ 0 & -\gamma \sin \varphi & \gamma \cos \varphi \end{bmatrix}$$

En remplaçant les différents paramètres par leurs valeurs numériques respectives, nous obtenons :

$$\alpha = \frac{a'}{a} = \frac{4.00}{4.0494} = 0.9878, \quad \beta = \frac{b'}{b} = \frac{b'}{c} = \frac{9.25}{4.0494} = 2.28428,$$

$$\text{et } \gamma = \frac{c'}{b} = \frac{c'}{c} = \frac{7.15}{4.0494} = 1.76569.$$

Donc :

$$M_1 = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & 2.28428 \cos \varphi & 2.28428 \sin \varphi \\ 0 & -1.76569 \sin \varphi & 1.76569 \cos \varphi \end{bmatrix}$$

**b)  $[100]_{S'/S} // [010]_{\alpha}$ .**

De même, dans ce cas on calcule la matrice de transformation d'un plan de la matrice  $\alpha$  vers un plan parallèle de la phase S'/S.

$$\begin{cases} \vec{i}' = \vec{j} \\ \vec{j}' = \sin \varphi \vec{i} + \cos \varphi \vec{k} \\ \vec{k}' = \cos \varphi \vec{i} - \sin \varphi \vec{k} \end{cases}$$

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = M_2 \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \Rightarrow \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & \frac{a'}{b} & 0 \\ \frac{b'}{a} \sin \varphi & 0 & \frac{b'}{c} \cos \varphi \\ \frac{c'}{a} \cos \varphi & 0 & -\frac{c'}{c} \sin \varphi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$$

Donc la matrice  $M_2$  est :

$$M_2 = \begin{bmatrix} 0 & \alpha & 0 \\ \beta \sin \varphi & 0 & \beta \cos \varphi \\ \gamma \cos \varphi & 0 & -\gamma \sin \varphi \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0.9878 & 0 \\ 2.28428 \sin \varphi & 0 & 2.28428 \cos \varphi \\ 1.76569 \cos \varphi & 0 & -1.76569 \sin \varphi \end{bmatrix}$$

**c)  $[100]_{S'/S} // [001]_{\alpha}$ .**

Dans ce cas, nous avons les relations suivantes :

$$\begin{cases} \vec{i}' = \vec{k} \\ \vec{j}' = \cos \varphi \vec{i} + \sin \varphi \vec{j} \\ \vec{k}' = -\sin \varphi \vec{i} + \cos \varphi \vec{j} \end{cases}$$

Ce qui nous mène à l'écriture suivante :

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = M_3 \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \Rightarrow \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & \alpha \\ \frac{b'}{a} \cos \varphi & \frac{b'}{b} \sin \varphi & 0 \\ -\frac{c'}{a} \sin \varphi & \frac{c'}{b} \cos \varphi & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$$

Donc, la matrice de transformation vaut dans ce cas :

$$M_3 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & \alpha \\ \beta \cos \varphi & \beta \sin \varphi & 0 \\ -\gamma \sin \varphi & \gamma \cos \varphi & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0.9878 \\ 2.28428 \cos \varphi & 2.28428 \sin \varphi & 0 \\ -1.76569 \sin \varphi & 1.76569 \cos \varphi & 0 \end{bmatrix}$$

Remarque:

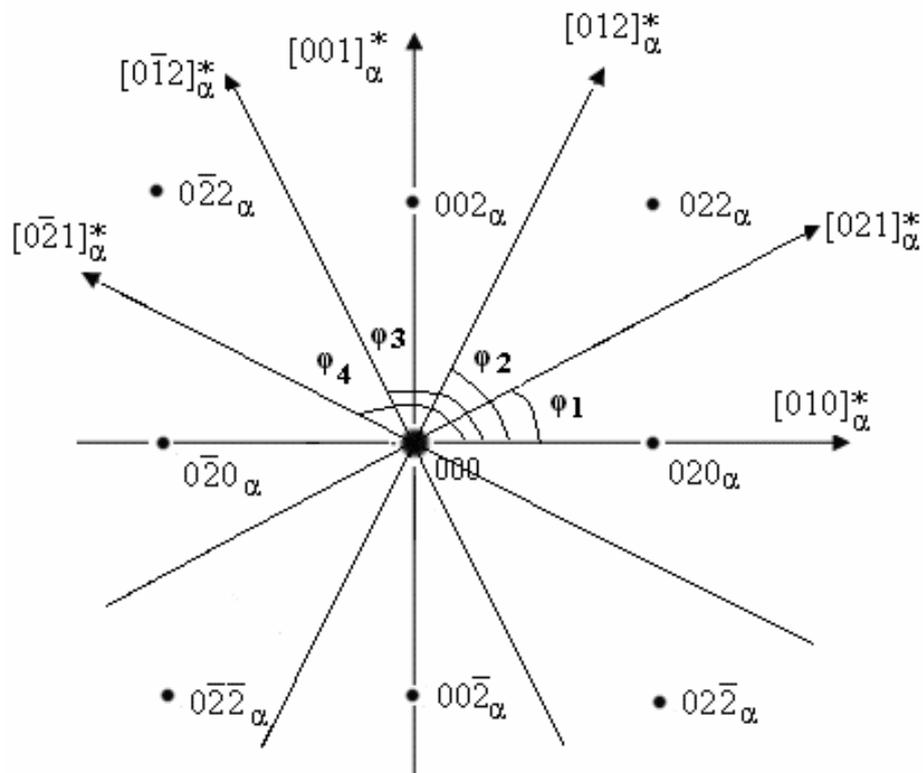
Signalons que ces trois matrices, qui nous permettent de trouver des plans parallèles  $(hkl)_\alpha^*$  et  $(h'k'l')_{S'/S}^*$ , nous permettent également de transformer n'importe quelle direction  $[uvw]_\alpha^*$  en direction parallèle  $[u'v'w']_{S'/S}^*$  dans leurs réseaux réciproques respectifs.

**IV-3-2 Calcul de l'angle  $\varphi$  de chaque matrice de transformation.**

Nous allons utiliser la deuxième relation de Bagayaratsky [8]. En effet, cette relation montre que la direction  $[010]_{S'/S}$  est parallèle à la direction  $[012]_\alpha$ . Cependant, comme il y a douze directions  $\langle 010 \rangle_\alpha$  cristallographiquement équivalentes (en fait, dans chaque plan de la famille  $\{100\}_\alpha$  il y a quatre directions équivalentes de la famille  $\langle 012 \rangle_\alpha$ ), il en résulte douze systèmes différents de la phase S'/S, qui sont déterminés en considérant, simultanément, les deux relations de Bagayaratsky [8].

**IV-3-2-1  $(100)_{S'/S} // (100)_\alpha$  ou  $[100]_{S'/S} // [100]_\alpha$**

Sachant que le plan  $(100)_\alpha^*$  contient les quatre directions  $[021]^*$ ,  $[012]^*$ ,  $[0\bar{1}2]^*$  et  $[0\bar{2}1]^*$ , la directions  $[010]_{S'/S}$  peut être parallèle indifféremment à l'une de ces directions équivalentes.



**Fig. IV-5 :** Directions  $\langle 021 \rangle^*$  du plan  $(100)_\alpha^*$ .

**a/**  $[010]_{S'/S} // [021]_{\alpha}$  noté S1 (système 1) :

Calculons l'angle  $\varphi_1$  entre  $[010]^*_{\alpha}$  et  $[021]^*_{\alpha}$  qui est parallèle  $[010]^*_{S'/S}$ . Cet angle est donné dans le cas du système cubique par la relation suivante :

$$\cos \varphi_1 = \cos([h_1 k_1 l_1]^*_{\alpha}, [h_2 k_2 l_2]^*) = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

$$\cos \varphi_1 = \cos([010]^*_{\alpha}, [021]^*_{\alpha}) = \frac{2}{\sqrt{5}} = 0.98 \Rightarrow \varphi_1 = 26.56^\circ.$$

$$\text{Donc : } M_1 = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & 2.04321 & 1.02138 \\ 0 & -0.789639 & 1.57935 \end{bmatrix}$$

**b/**  $[010]_{S'/S} // [012]_{\alpha}$  noté S2 (système 2) :

Notons  $\varphi_2$  l'angle entre  $[010]^*_{\alpha}$  et  $[012]^*_{\alpha} // [010]^*_{S'/S}$  :

$$\cos \varphi_2 = \frac{1}{\sqrt{5}} = 0.44 \Rightarrow \varphi_2 = 63.43^\circ.$$

$$\text{Donc : } M_2 = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & 1.02138 & 2.04321 \\ 0 & -1.57935 & 0.78767 \end{bmatrix}$$

**c/**  $[010]^*_{S'/S} // [0\bar{1}2]^*_{\alpha}$  noté S3 (système 3) :

Notons  $\varphi_3$  l'angle entre  $[010]^*_{\alpha}$  et  $[0\bar{1}2]^*_{\alpha} // [010]^*_{S'/S}$  :

$$\cos \varphi_3 = -\frac{1}{\sqrt{5}} = 0.44 \Rightarrow \varphi_3 = 116.56^\circ.$$

$$\text{Donc : } M_3 = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & -1.02138 & 2.04321 \\ 0 & -1.57935 & -0.78963 \end{bmatrix}$$

**d/**  $[010]^*_{S'/S} // [0\bar{2}1]^*_{\alpha}$  noté S4 (système 4) :

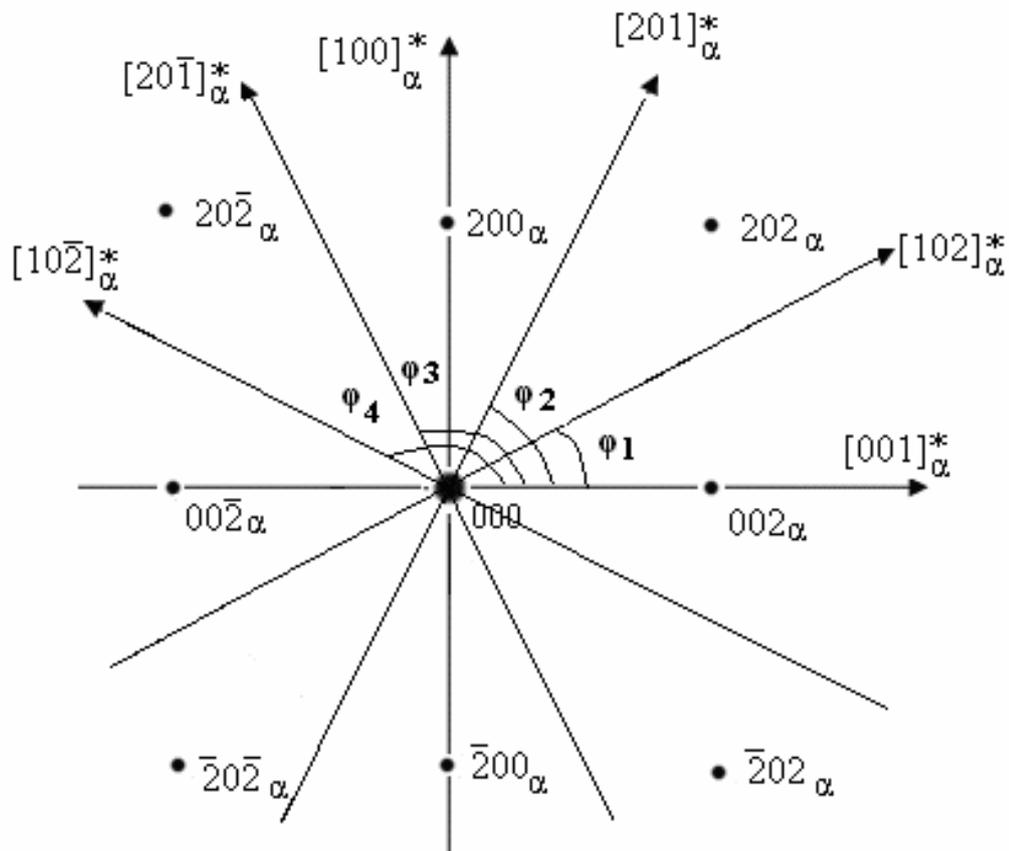
Notons  $\varphi_4$  entre  $[010]^*_{\alpha}$  et  $[0\bar{2}1]^*_{\alpha} // [010]^*_{S'/S}$  :

$$\cos \varphi_4 = -\frac{2}{\sqrt{5}} = 0.89 \Rightarrow \varphi_4 = 153.43^\circ$$

Donc : 
$$M_4 = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & -2.04321 & 1.02138 \\ 0 & -0.78963 & -1.57935 \end{bmatrix}.$$

**IV-3-2-2 (100)<sub>S/S</sub> // (010)<sub>α</sub> ou [100]<sub>S/S</sub> // [010]<sub>α</sub>.**

Le plan (010)<sub>α</sub>\* contient les directions  $[\bar{1}02]_{\alpha}^*$ ,  $[\bar{2}01]_{\alpha}^*$ ,  $[\bar{2}0\bar{1}]_{\alpha}^*$  et  $[\bar{1}0\bar{2}]_{\alpha}^*$  qui peuvent être parallèles à  $[010]_{S/S}^*$ .



**Fig. IV-6 :** Directions  $\langle 012 \rangle_{\alpha}^*$  du plan  $(010)_{\alpha}^*$ .

**a/**  $[010]_{S/S}^* // [102]_{\alpha}^*$  noté S5 (système 5) :

Notons  $\varphi_5 \equiv \varphi_1$  l'angle entre  $[001]_{\alpha}^*$  et  $[102]_{\alpha}^*$  qui est parallèle à  $[010]_{S/S}^*$  :

$\varphi_5 = 26.56^\circ$

$$M_5 = \begin{bmatrix} 0 & 0.9878 & 0 \\ 1.02138 & 0 & 2.04321 \\ 1.57935 & 0 & -0.78963 \end{bmatrix}$$

**b/**  $[010]^*_{S/S} // [201]^*_\alpha$  noté S6 (système 6) :

Notons  $\varphi_6 \equiv \varphi_2$  l'angle entre  $[001]^*_\alpha$  et  $[201]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S/S}$  :

$$\varphi_6 = 63.43^\circ \quad ; \quad M_6 = \begin{bmatrix} 0 & 0.9878 & 0 \\ 2.04303 & 0 & 1.021737 \\ 0.78963 & 0 & -1.57935 \end{bmatrix}$$

**c/**  $[010]^*_{S/S} // [20\bar{1}]^*_\alpha$  noté S7 (système 7) :

Notons  $\varphi_7 \equiv \varphi_3$  l'angle entre  $[001]^*_\alpha$  et  $[20\bar{1}]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S/S}$  :

$$\varphi_7 = 116.56^\circ \quad ; \quad M_7 = \begin{bmatrix} 0 & 0.9878 & 0 \\ 2.04303 & 0 & -1.021737 \\ -0.78963 & 0 & -1.57935 \end{bmatrix}$$

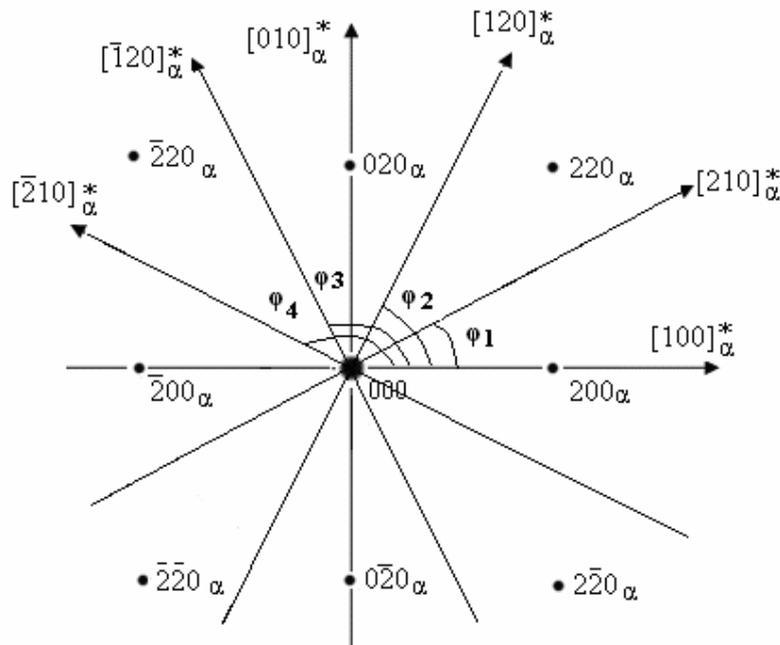
**d/**  $[010]^*_{S/S} // [10\bar{2}]^*_\alpha$  noté S8 (système 8) :

Notons  $\varphi_8 \equiv \varphi_4$  l'angle entre  $[001]^*_\alpha$  et  $[10\bar{2}]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S/S}$  :

$$\varphi_8 = 153.43^\circ \quad ; \quad M_8 = \begin{bmatrix} 0 & 0.9878 & 0 \\ 1.02138 & 0 & -2.04321 \\ -1.57935 & 0 & -0.78963 \end{bmatrix}$$

#### IV-3-2-3 $(100)_{S/S} // (001)_\alpha$ ou $[100]_{S/S} // [001]_\alpha$ .

Le plan  $(001)_\alpha$  contient les directions  $[210]^*_\alpha$ ,  $[120]^*_\alpha$ ,  $[\bar{1}20]^*_\alpha$  et  $[\bar{2}10]^*_\alpha$  qui peuvent être parallèles à  $[010]^*_{S/S}$ .



**Fig. IV-7 :** Directions  $\langle 012 \rangle^*$  du plan  $(001)_\alpha^*$ .

**a/**  $[010]^*_{S'/S} // [210]^*_\alpha$  noté S9 (système 9) :

Notons  $\varphi_9 \equiv \varphi_1$  l'angle entre  $[100]^*_\alpha$  et  $[210]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S'/S}$  :

$$\varphi_9 = 26.56^\circ \quad ; \quad M_9 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0.9878 \\ 2.04303 & 1.02173 & 0 \\ -0.78963 & 1.57935 & 0 \end{bmatrix}$$

**b/**  $[010]^*_{S'/S} // [120]^*_\alpha$  noté S10 (système 10) :

Notons  $\varphi_{10} \equiv \varphi_2$  l'angle entre  $[100]^*_\alpha$  et  $[120]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S'/S}$  :

$$\varphi_{10} = 63.43^\circ \quad ; \quad M_{10} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0.9878 \\ 1.02138 & 2.04303 & 0 \\ -1.57935 & 0.78963 & 0 \end{bmatrix}$$

**c/**  $[010]^*_{S'/S} // [\bar{1}20]^*_\alpha$  noté S11 (système 11) :

Notons  $\varphi_{11} \equiv \varphi_3$  l'angle entre  $[100]^*_\alpha$  et  $[\bar{1}20]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S'/S}$  :

$$\varphi_{11} = 116.56^\circ \quad ; \quad M_{11} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0.9878 \\ -1.02138 & 2.04303 & 0 \\ -1.57935 & -0.78963 & 0 \end{bmatrix}$$

**d/**  $[010]^*_{S'/S} // [\bar{2}10]^*_\alpha$  noté S12 (système 12) :

Notons  $\varphi_{12} \equiv \varphi_4$  l'angle entre  $[100]^*_\alpha$  et  $[\bar{2}10]^*_\alpha$  qui est parallèle à  $[010]^*_{S'/S}$  :

$$\varphi_{12} = 153.43^\circ \quad ; \quad M_{12} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0.9878 \\ -2.04303 & 1.02173 & 0 \\ -0.78963 & -1.57935 & 0 \end{bmatrix}$$

Résumons les différents systèmes  $S_i$  et les angles  $\varphi_i$  dans le tableau IV-1 :

$[100]^*_{S'/S}$	$[010]^*_{S'/S}$			
$[100]_\alpha$	$[021]_\alpha$ (S1)	$[012]_\alpha$ (S2)	$[0\bar{1}2]_\alpha$ (S3)	$[0\bar{2}1]_\alpha$ (S4)
$[010]_\alpha$	$[102]_\alpha$ (S5)	$[201]_\alpha$ (S6)	$[20\bar{1}]_\alpha$ (S7)	$[10\bar{2}]_\alpha$ (S8)
$[001]_\alpha$	$[210]_\alpha$ (S9)	$[120]_\alpha$ (S10)	$[\bar{1}20]_\alpha$ (S11)	$[\bar{2}10]_\alpha$ (S12)
$\varphi$	$26,56^\circ$	$63,43^\circ$	$116,56^\circ$	$153,43^\circ$

**Tableau. IV-1** : Les 12 variants de S'/S avec les relations d'orientation correspondantes.

### IV-3-3 Exemple de calcul de plans ou directions parallèles

Chacune de ces matrices va nous permettre de transformer des plans  $(hkl)_\alpha$  en plans parallèles de l'un des systèmes de la phase S'/S.

Le tableau IV-2 donne des exemples de calcul de directions parallèles de la matrice d'aluminium et la phase S'/S. Dans le cas du système 1 (S1), on a:

$$\begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix}_{S1} = M_1 \cdot \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}_\alpha \Rightarrow \begin{bmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.9878 & 0 & 0 \\ 0 & 2.04321 & 1.02138 \\ 0 & -0.789639 & 1.57935 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$$

$[hkl]_\alpha$	h'	k'	l'	$[hkl]_{S/S}$	à $\Delta\theta$ près
[010]	0	2.04276	-0.789639	$[02\bar{1}]$	5.43°
[100]	0.9878	0	0	[100]	0°
[001]	0	1.02156	1.57905	[012]	6.33°
[011]	0	3.06432	0.78942	[031]	3.98°
[101]	0.9878	1.02156	1.57905	[112]	6.74°
[110]	0.9878	2.04275	-0.78963	$[12\bar{1}]$	4.96°
$[0\bar{1}1]$	0	-1.021196	2.36868	$[0\bar{1}2]$	3.24°
$[\bar{1}01]$	-0.9878	1.02156	1.57905	$[\bar{1}12]$	6.75°
$[\bar{1}10]$	-0.9878	2.04275	-0.78963	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4.96°
[111]	0.9878	3.06432	0.78942	[131]	3.81°
$[\bar{1}\bar{1}1]$	-0.9878	3.06432	0.78942	$[\bar{1}\bar{1}31]$	3.81°
$[1\bar{1}1]$	0.9878	-1.02119	2.36868	$[1\bar{1}2]$	4.33°
$[11\bar{1}]$	0.9878	1.02119	-2.36868	$[11\bar{2}]$	4.33°
[201]	1.9756	1.02119	1.57905	[212]	6.46°
[210]	1.9756	2.04275	-0.78963	$[22\bar{1}]$	4.046°
[021]	0	5.107072	0	$[050] \equiv [010]$	0°
[012]	0	4.08587	2.36846	$[042] \equiv [021]$	3.53°
[120]	0.9878	4.08587	-1.57927	$[14\bar{2}]$	5.30°

[102]	0.9878	2.04275	3.15832	[123]	1.09°
$[\bar{2}01]$	-1.9756	1.02119	1.57927	$[\bar{2}12]$	6.49°
$[\bar{2}10]$	-1.9756	2.04275	-0.78963	$[\bar{2}\bar{2}\bar{1}]$	4.13°
$[02\bar{1}]$	0	3.06395	3.15832	$[033] \equiv [011]$	0.9°
$[0\bar{1}2]$	0	0	3.94773	$[004] \equiv [001]$	0°
$[\bar{1}20]$	-0.9878	4.08587	1.57927	$[\bar{1}42]$	5.30°
$[\bar{1}02]$	-0.9878	2.04275	3.15832	$[\bar{1}23]$	1.09°
[113]	0.9878	5.107072	3.94773	[054]	8.75°
[131]	0.9878	7.14982	-0.78963	$[07\bar{1}]$	8.03°
[311]	2.9634	3.06432	0.78963	$[330] \equiv [110]$	10.53°
$[\bar{1}\bar{1}3]$	-0.9878	5.107072	3.94773	$[\bar{1}54]$	0.96°
$[1\bar{1}3]$	0.9878	1.02198	5.52678	[116]	1.18°
$[\bar{1}31]$	-0.9878	7.14982	-0.78963	$[\bar{1}7\bar{1}]$	1.82°
$[1\bar{3}1]$	0.9878	-5.107072	3.94773	$[1\bar{5}4]$	0.96°
$[3\bar{1}1]$	2.9634	-1.02198	2.36868	$[3\bar{1}2]$	7.36°
[122]	0.9878	6.12863	1.57927	[162]	3.94°
[212]	1.9756	4.08587	2.36868	$[242] \equiv [121]$	3.530
[221]	1.9756	5.107072	0	[250]	0.65°
$[12\bar{2}]$	0.9878	2.04275	-4.73737	$[12\bar{5}]$	1.52°
$[2\bar{1}2]$	1.9756	0	3.94773	$[204] \equiv [102]$	0.02°
$[22\bar{1}]$	1.9756	3.06395	-3.15832	$[23\bar{3}]$	1.32°
[123]	0.9878	7.14982	3.15832	[173]	0.68°
[312]	2.9634	4.08587	2.36868	[342]	3.44°
$[1\bar{2}3]$	0.9878	-1.02198	6.31639	$[1\bar{1}6]$	0.6°

**Tableau IV-2 :** Exemple de calcul des directions de la phase S'/S parallèles à des directions données de la phase d'aluminium du système S1.

Dans ce tableau,  $\Delta\theta$  représente l'angle entre les valeurs de h', k', l' obtenues par calcul et les valeurs h', k', l' arrondies à des valeurs entières. Nous pouvons dire également que  $\Delta\theta$  est l'angle entre  $[h'k'l']_{S'/S}$  et  $[hkl]_{\alpha}$  qui lui est presque parallèle.

Pour les douze systèmes, nous avons fait les mêmes calculs pour obtenir les plans de la phase S'/S qui sont parallèles à un ensemble des plans de la matrice  $\alpha$ .

Le tableau IV-3 résume les orientations entre les axes de la maille de la phase orthorhombique S'/S et ceux de la maille CFC de l'aluminium.

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

**Tableau IV-3 :** Relations d'orientation entre les axes principaux de S'/S et la matrice  $\alpha$ .

#### IV.4 Indexation des taches de la phase S'/S qui apparaissent sur des diagrammes de diffraction de la matrice $\alpha$ .

##### IV.4 -1 Indexation de la coupe $(100)^*_\alpha$ : identification des taches de $\delta'$ et de S'/S.

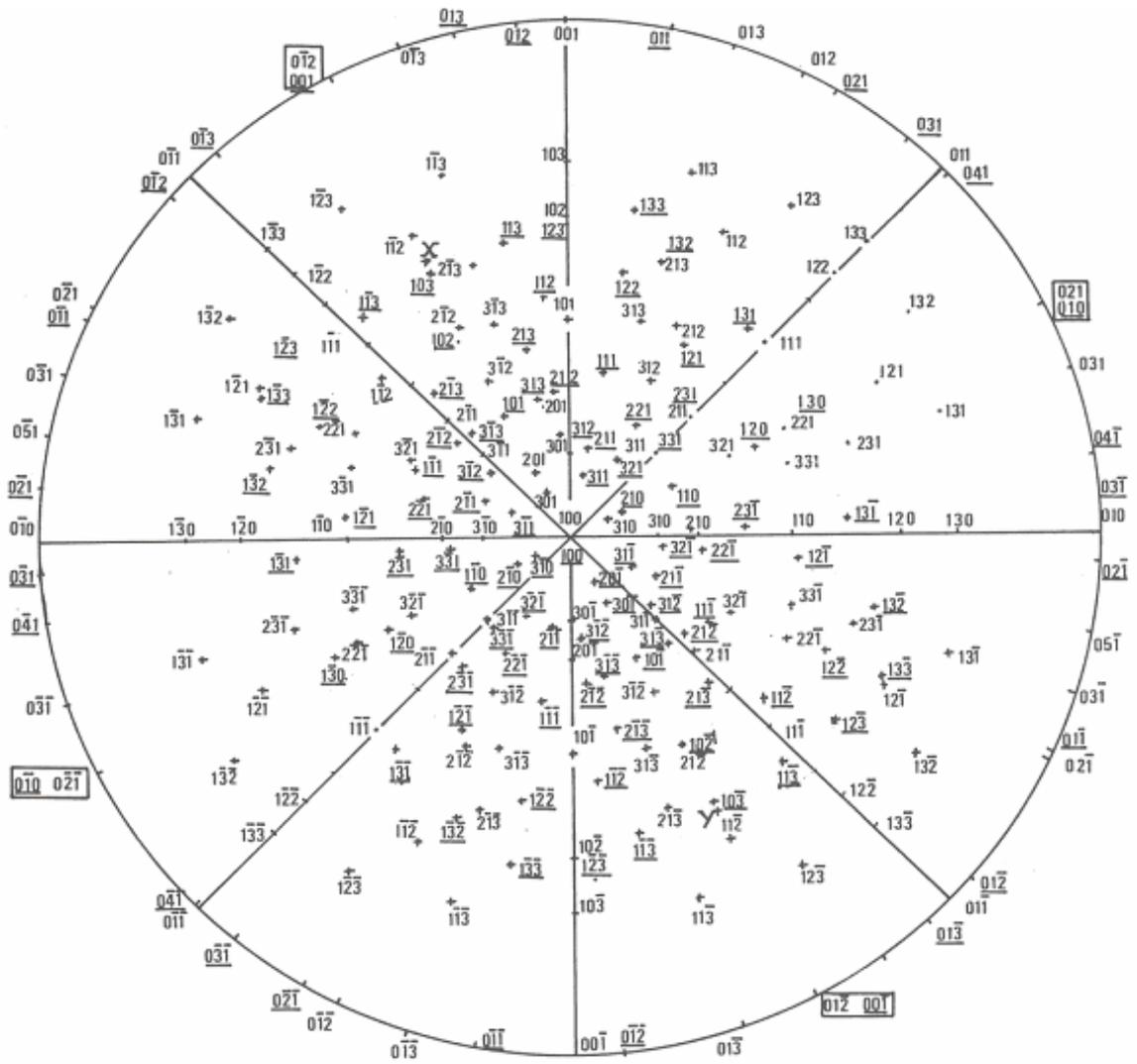
##### IV.4-1-1 Etude théorique de l'indexation des taches de S'/S de la coupe $(100)^*_\alpha$ .

Pour identifier les taches sur un diagramme de diffraction électronique, d'une manière générale, nous traçons, tout d'abord, la coupe théorique de la matrice qui correspond au diagramme de diffraction expérimental susceptible de contenir les diffractions des trois phases. Nous plaçons ensuite, les taches de surstructure de la phase cohérente et ordonnée  $\delta'$ . A la fin, à l'aide des matrices de transformation, nous calculons les coupes du réseau réciproque de S'/S qui se superposent à ce diagramme, et ce, pour tous les systèmes. Des projections stéréographiques de la phase mère et de la phase orthorhombique S'/S, ont été superposées et utilisées pour vérifier nos résultats (Fig. IV-8).

Nous allons calculer successivement, les directions des différents systèmes de S'/S, qui sont parallèles à  $[100]^*_\alpha$  (la normal au plan  $(100)^*_\alpha$ ), à  $[010]^*_\alpha$  et à  $[001]^*_\alpha$ . Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau. IV-4.

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

**Tableau. IV-4 :** Correspondance entre les directions de la coupe  $(100)^*_\alpha$  et les systèmes de la phase S'/S (par calcul).



**Fig. IV.8 :** Superposition des projections stéréographiques  $(100)_\alpha$  et  $(100)_{S/S}$  (pour le système S1) [65].

Nous avons utilisé, à titre de vérification, la projection stéréographique de la figure IV-8 pour établir un tableau de correspondance entre les directions parallèles des deux phases (Tableau IV-5).

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

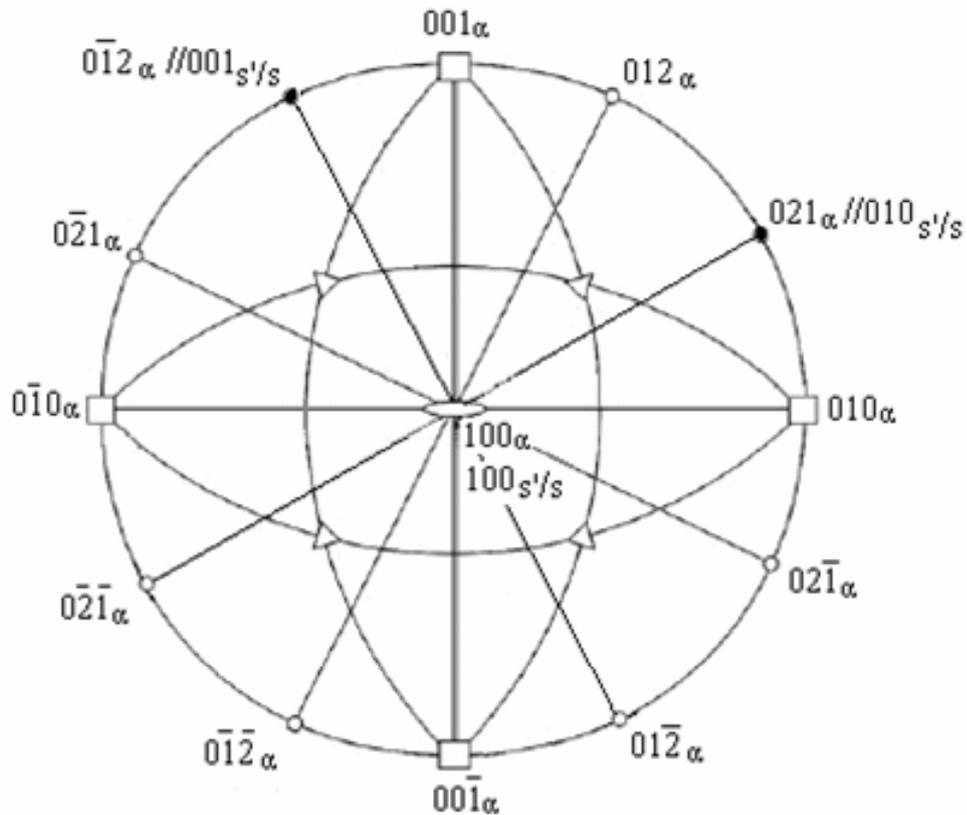
**Tableau. IV-5 :** Directions principales de la coupe  $(100)^*_\alpha$  et directions correspondantes dans les systèmes de la phase S'/S (projection stéréographique).

**a/ Le système S1 :**

Nous avons les relations d'orientation suivantes :

$$[100]_{S1} // [100]_{\alpha}, [010]_{S1} // [021]_{\alpha}, [001]_{S1} // [0\bar{1}2]_{\alpha}$$

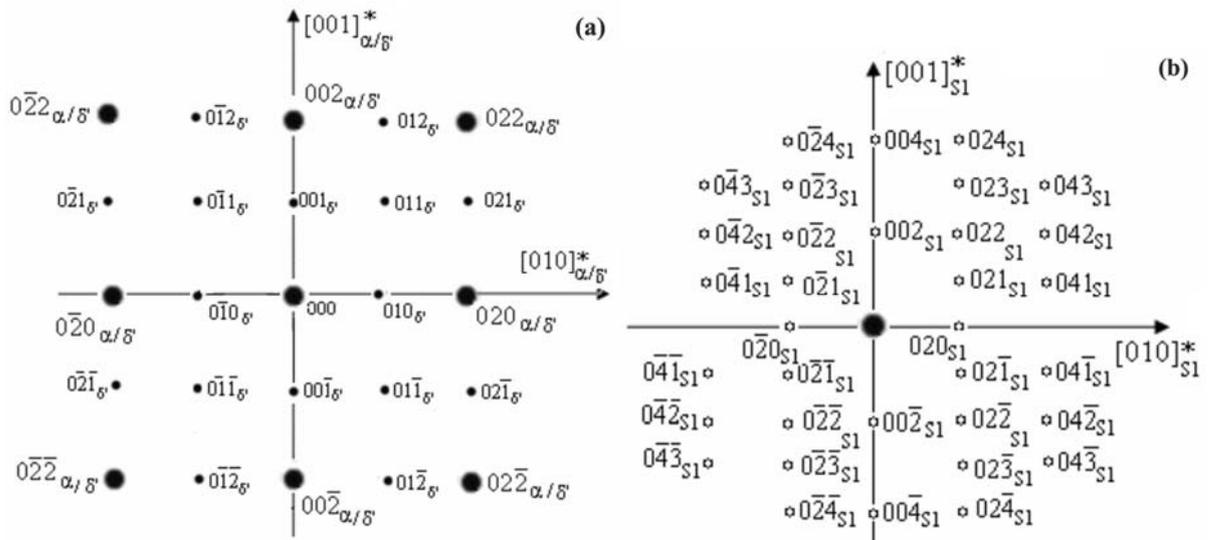
Cela veut dire que la coupe  $(100)_{\alpha}^*$  (Fig. IV-1) est superposée à la coupe  $(100)_{S1}^*$  qui est constituée de deux directions principales  $[010]_{S1}^*$  et  $[001]_{S1}^*$ . Avec la superposition des projections stéréographiques  $(100)_{\alpha}$  et  $(100)_{S/S}$ , nous remarquons que les taches qui vont apparaître sur le diagramme de diffraction de la coupe  $(100)_{S/S}^*$  sont situés sur le grand cercle de la projection stéréographique (zone  $[100]_{S/S}$ ) (Fig. IV-9).



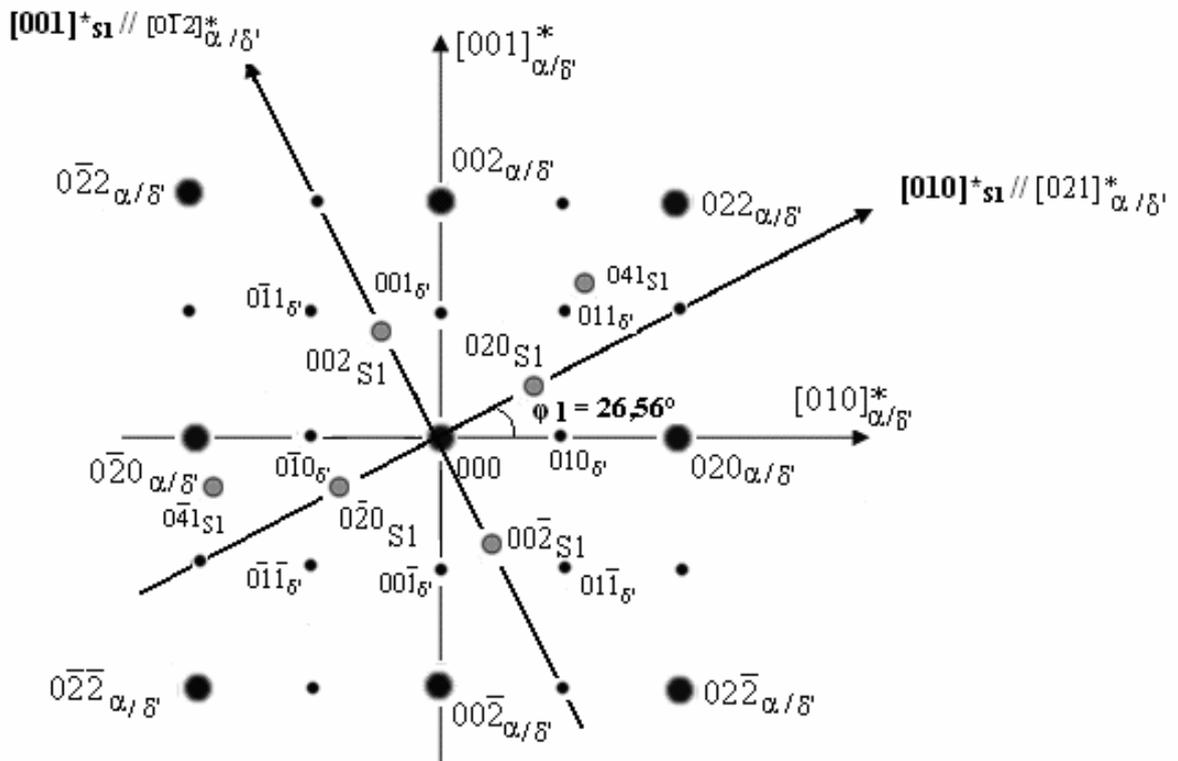
**Fig. IV-9 :** Superposition des projections stéréographiques simplifiées du cubique et de l'orthorhombique montrant l'orientation du système S1.

Pour tracer la coupe  $(100)_{S1}^*$ , nous calculons les distances  $R_{hkl}$  des deux taches principales :  $R_{020_{S'/S}} = 0,2161 \text{ \AA}^{-1}$  et  $R_{002_{S'/S}} = 0,279741 \text{ \AA}^{-1}$ . Nous utilisons l'échelle suivante :  $2 \text{ cm} \equiv 0,25 \text{ \AA}^{-1}$ .

D'après la fiche ASTM, les taches du système S1 de la phase S'/S permises seraient : 020, 002, 021, 022, 041, 042, 004, 024, 043,  $04\bar{1}$ ,  $0\bar{4}1$ ,  $0\bar{4}2$ ,  $0\bar{2}1$ ,  $0\bar{2}2$  et leurs symétriques par rapport au centre 000 (Tableau. III-1). Ainsi, sur la coupe  $(100)_{\alpha}^*$  et pour le système S1, seules les taches les plus intenses vont apparaître : 020, 002, 041 (Fig. IV-10).



**Fig. IV-10 (a et b) :** Coupe  $(100)^*_{\alpha} + (100)^*_{\delta'}$  (a) ; coupe  $(100)^*_{S1}$  correspondant au système S1 seul (b).



**Fig. IV-10(c) :** Coupe  $(100)^*_{\alpha} + (100)^*_{\delta'}$  superposée à la coupe  $(100)^*_{S1}$  correspondant au système S1 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

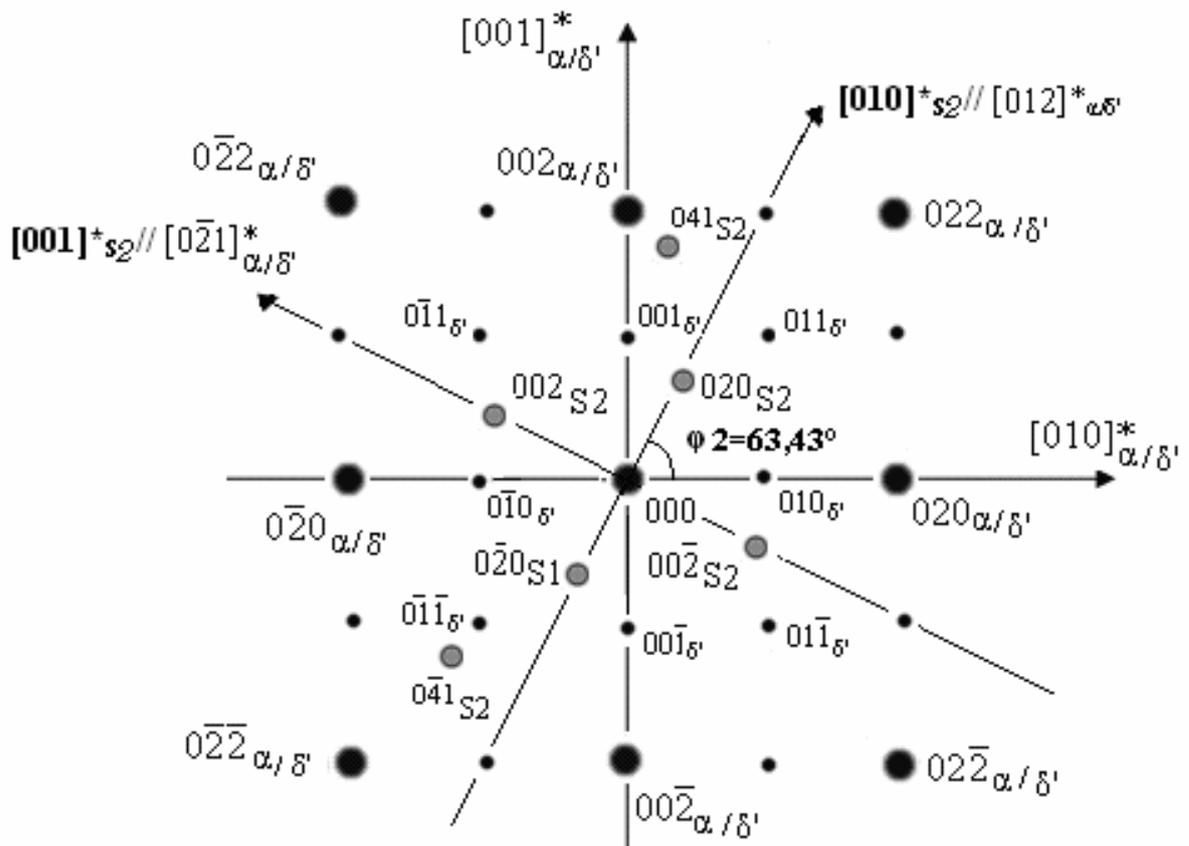
De la même manière, dans les onze cas suivants, nous avons utilisé les matrices de transformation et la superposition des projections stéréographiques correspondantes et nous avons obtenu les résultats suivants :

**b/ Le système S2 :**

Les relations d'orientation avec la phase  $\alpha$  sont :

$$[100]_{S2} // [100]_{\alpha}, [010]_{S2} // [012]_{\alpha}, [001]_{S2} // [0\bar{2}1]_{\alpha}.$$

Nous avons superposé la coupe  $(100)^*_{S/S}$  du système S2 à la coupe  $(100)^*_{\alpha}$ . Nous remarquons que les taches qui apparaissent dans ce cas sont les mêmes que dans le premier cas, donc situées à des distances égales de  $(000)$  (Fig.IV-11).



**Fig. IV-11 :** Coupe  $(100)^*_{\alpha} + (100)^*_{\delta\prime}$  superposée à la coupe  $(100)^*_{S/S}$  correspondant au système S2 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.

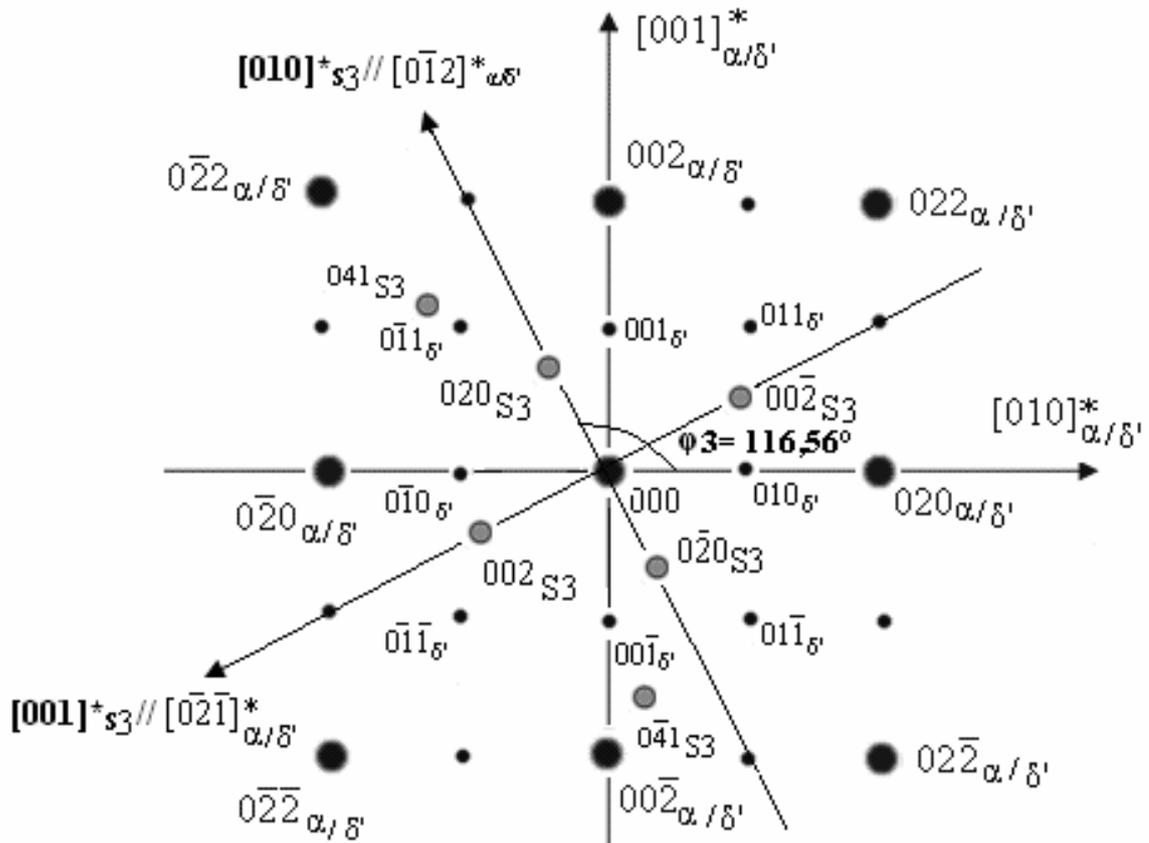
Les taches visibles dans ce système sont : 020, 002, 041 et leurs symétriques par rapport au centre (Fig. IV-11).

**c/ Le système S3 :**

Les relations d'orientation sont :

$$[100]_{S3} // [100]_{\alpha}, [010]_{S3} // [0\bar{1}2]_{\alpha}, [001]_{S3} // [0\bar{2}\bar{1}]_{\alpha}.$$

Pour ce système, nous avons superposé la coupe  $(100)_{S/S}^*$  à la coupe  $(100)_{\alpha}^*$ , et les mêmes taches apparaissent (Fig. IV-12).



**Fig. IV-12 :** Coupe  $(100)_{\alpha}^* + (100)_{\delta'}^*$  superposée à la coupe  $(100)_{S/S}^*$  correspondant au système S3 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

Les taches visibles dans ce système sont : 020, 002, 041 et leurs symétriques par rapport au centre (Fig. IV-12).

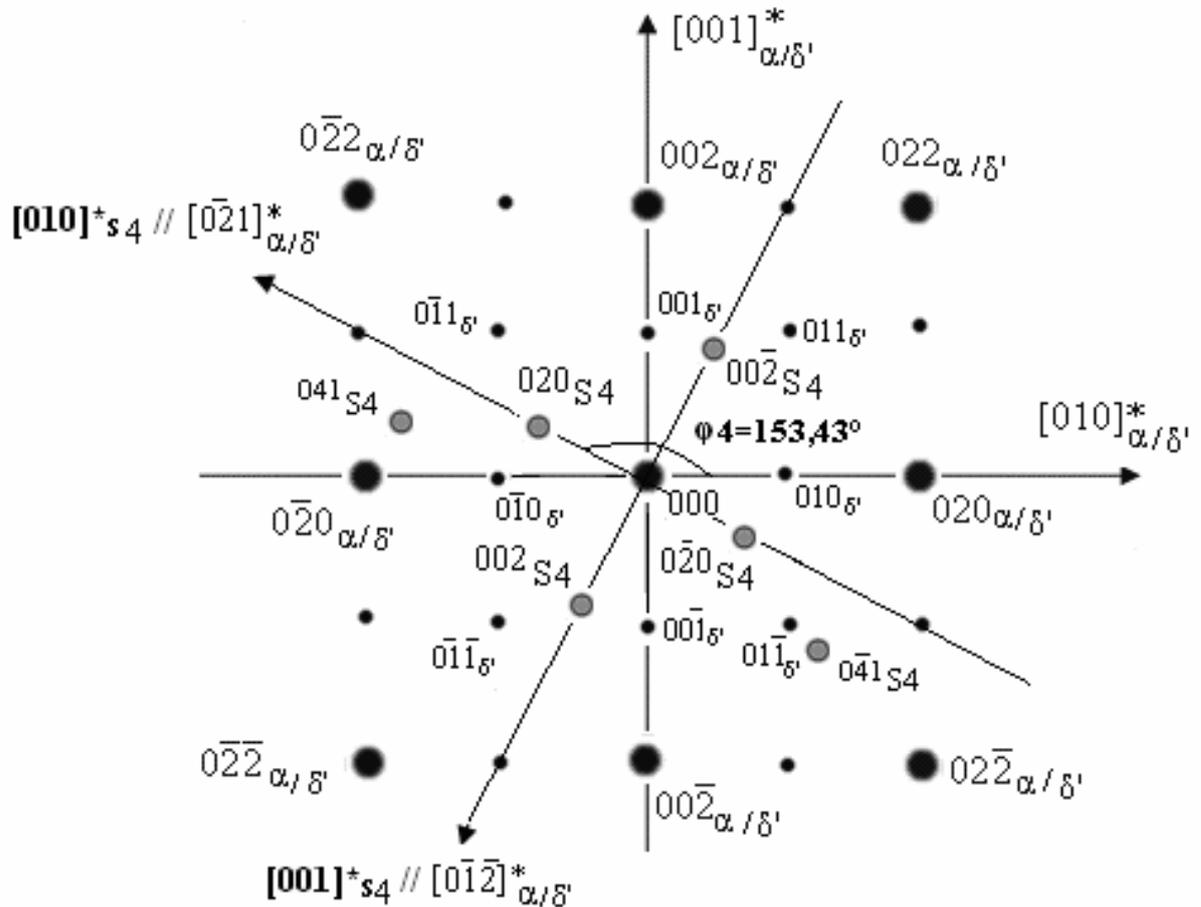
**d/ Le système S4 :**

Nous avons les relations d'orientation suivantes :

$$[100]_{S4} // [100]_{\alpha}, [010]_{S4} // [0\bar{2}\bar{1}]_{\alpha}, [001]_{S4} // [0\bar{1}\bar{2}]_{\alpha} :$$

Nous avons superposé la coupe  $(100)_{S/S}^*$  à la coupe  $(100)_{\alpha}^*$  dans le cas du système S4. Les mêmes taches apparaissent (Fig. IV-13).

Les taches visibles dans ce système sont : 020, 002, 041 et leurs symétriques par rapport au centre (Fig. IV-13).



**Fig. IV-13** : Coupe  $(100)_\alpha^* + (100)_\delta^*$  superposée à la coupe  $(100)_{S/S}^*$  correspondant au système S4 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.

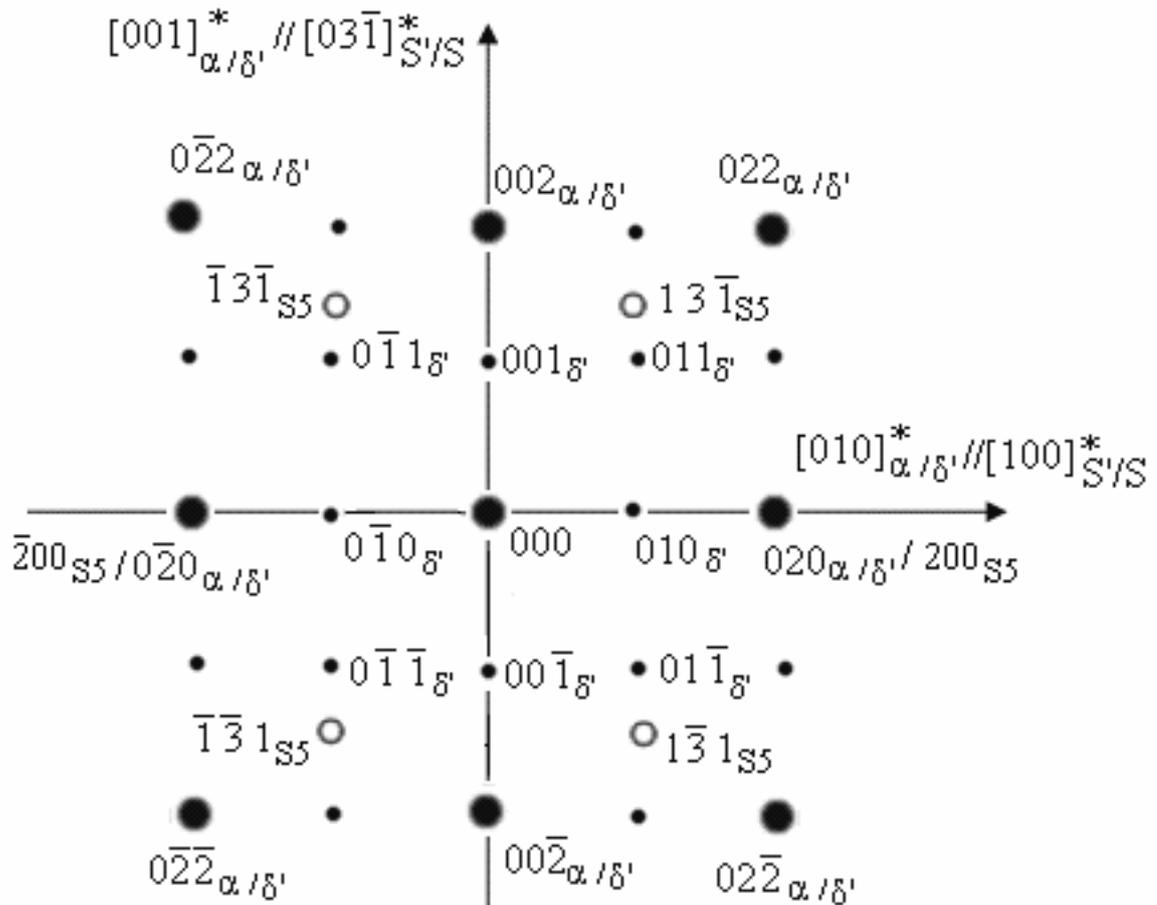
**e/ Le système S5 :**

Nous avons les relations d'orientation suivantes :

$$[100]_{S5} // [010]_\alpha, [010]_{S5} // [102]_\alpha, [001]_{S5} // [20\bar{1}]_\alpha.$$

En utilisant la matrice de transformation de plans, les calculs montrent que c'est le plan  $(012)_{S5}^*$  qui est parallèle à  $(100)_\alpha^*$ .





**Fig. IV-15 :** Coupe  $(100)^*_\alpha + (100)^*_\delta$  superposée à la coupe  $(013)^*_{S'/S}$  correspondant au système S5 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.

Les réflexions visibles de la phase S'/S dans ce système sont donc:  $13\bar{1}$ ,  $\bar{1}3\bar{1}$ , 200 et leurs symétriques par rapport au centre.

**f/ Le système S6 :**

Nous avons :

$$[100]_{S6} // [010]_\alpha, [010]_{S6} // [201]_\alpha, [001]_{S6} // [10\bar{2}]_\alpha :$$

De même, nous avons utilisé la matrice de calcul et la superposition des projections stéréographiques des deux phases dans les conditions du système S6.

Nous avons trouvé, par calcul,  $[100]_\alpha // [021]_{S6}$ . Par ailleurs, avec la projection stéréographique (Fig.IV-16),  $[100]_\alpha$  serait proche de  $[021]_{S6}$  ou  $[031]_{S6}$ .



Les réflexions visibles de la phase S/S dans ce système sont donc:  $11\bar{2}$ ,  $\bar{1}1\bar{2}$ , 200 et leurs symétriques par rapport au centre.

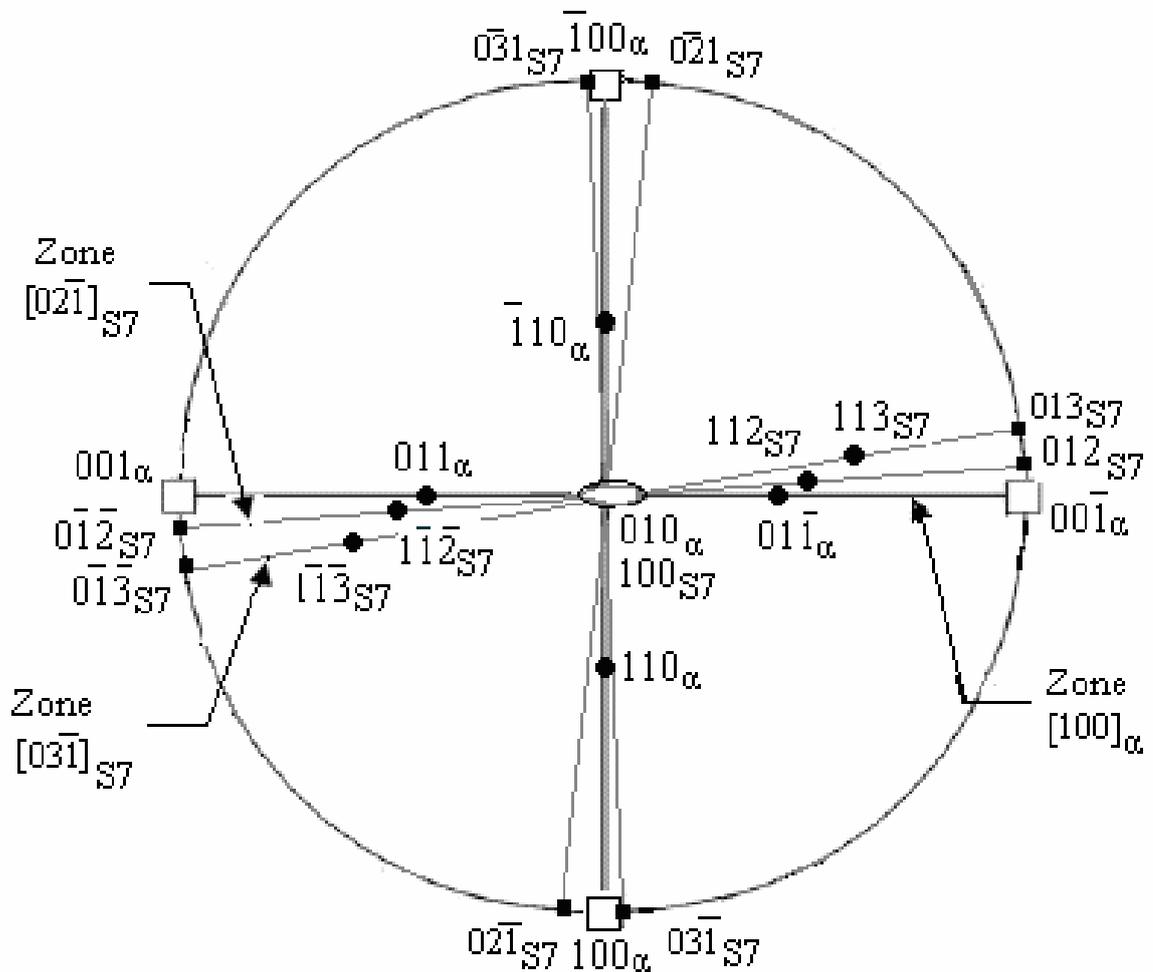
**g/ Le système S7 :**

Les relations d'orientation sont :

$$[100]_{S7} // [010]_{\alpha}, [010]_{S7} // [20\bar{1}]_{\alpha}, [001]_{S7} // [\bar{1}0\bar{2}]_{\alpha} :$$

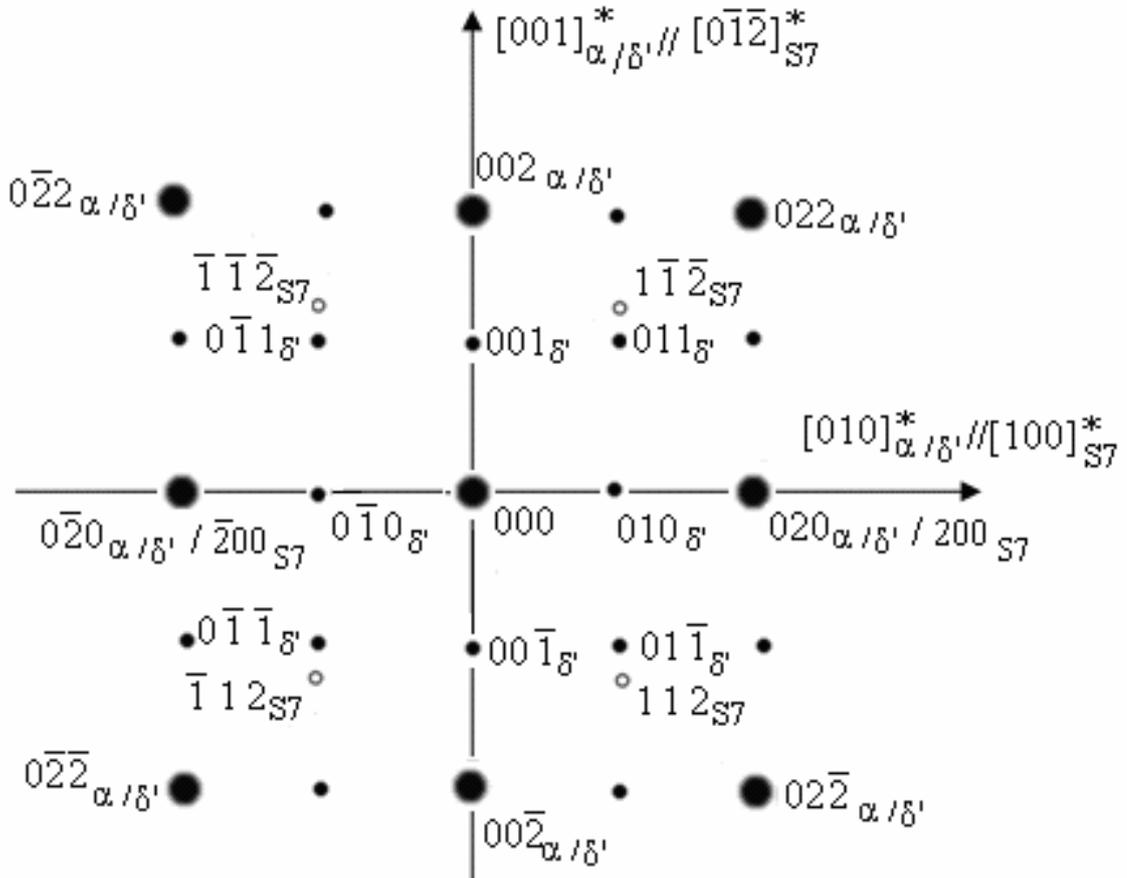
De même, nous avons utilisé la matrice de calcul et la superposition des projections stéréographiques des deux phases dans les conditions du système S7.

Par calcul, nous avons trouvé que  $[100]_{\alpha} // [02\bar{1}]_{S7}$ . La projection stéréographique montre que  $[100]_{\alpha}$  serait proche de  $[02\bar{1}]_{S7}$  ou  $[03\bar{1}]_{S7}$ .



**Fig. IV-18 :** Superposition des projections stéréographiques pour le système S7.

Nous considérons la zone la plus proche de la zone  $[100]^*_\alpha$ , donc  $[02\bar{1}]^*_{S7}$ : les réflexions visibles sont  $112_{S7}$  et  $1\bar{1}\bar{2}_{S7}$ ,  $200_{S7}$  (Fig. IV-19).



**Fig. IV-19 :** Coupe  $(100)^*_\alpha + (100)^*_{\delta'}$  superposée à la coupe  $(02\bar{1})^*_{S7}$  correspondant au système S7 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

**h/ Le système S8 :**

Il est caractérisé par les relations :

$$[100]_{S8} // [010]_\alpha, [010]_{S8} // [10\bar{2}]_\alpha, [001]_{S8} // [\bar{2}0\bar{1}]_\alpha :$$

Les calculs montrent que  $(100)^*_\alpha // (01\bar{2})^*_{S8}$  et les projections stéréographiques que  $(100)^*_\alpha$  est proche de  $(01\bar{2})^*_{S8}$  ou de  $(01\bar{3})^*_{S8}$ .

Si nous considérons  $(100)^*_\alpha // (01\bar{2})^*_{S8}$ , les taches qui pourraient apparaître sont du type  $121$  et  $1\bar{2}\bar{1}_{S8}$ . Or, ces réflexions sont interdites d'après la fiche ASTM.

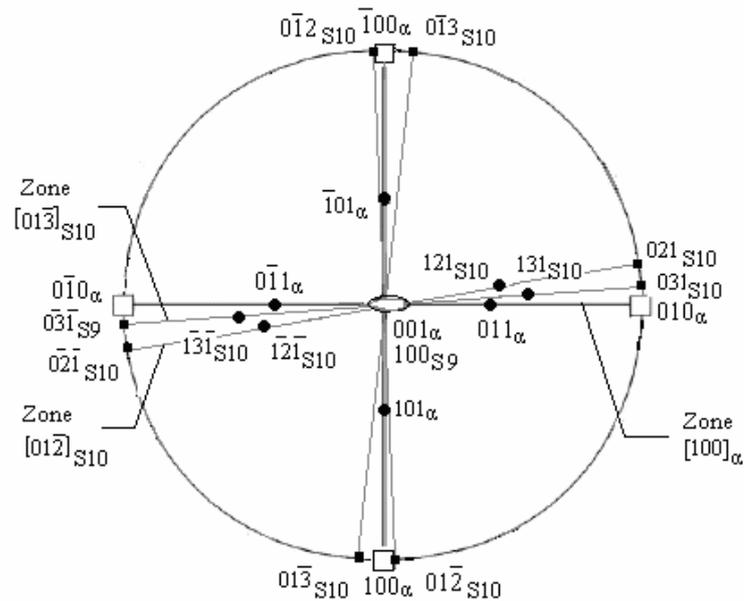




**j/ Le système S10 :**

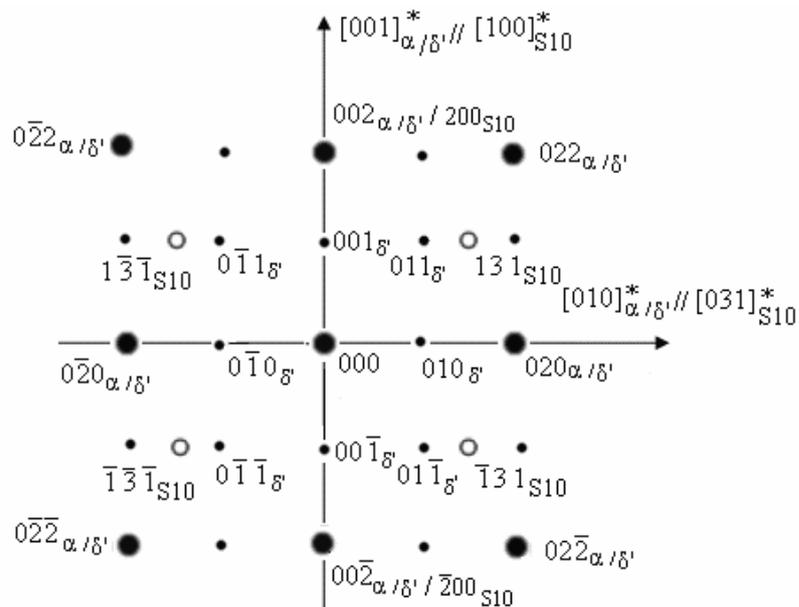
Nous avons :  $[100]_{S10} // [001]_{\alpha}, [010]_{S10} // [120]_{\alpha}, [001]_{S10} // [\bar{2}10]_{\alpha}$

Les calculs montrent que  $(100)^*_{\alpha}$  est parallèle à  $(01\bar{2})^*_{S10}$ . D'après les projections stéréographiques,  $(100)^*_{\alpha}$  est proche de  $(01\bar{2})^*_{S10}$  ou  $(01\bar{3})^*_{S10}$  (Fig. IV-24).



**Fig. IV-24 :** Superposition des projections stéréographiques pour le système S10.

On considère la zone la plus proche de  $[100]_{\alpha}$ , donc  $[031]_{S10}$ : les réflexions visibles sont  $131_{S10}$  et  $1\bar{3}\bar{1}_{S10}$ ,  $200_{S10}$  (Fig. IV-25).



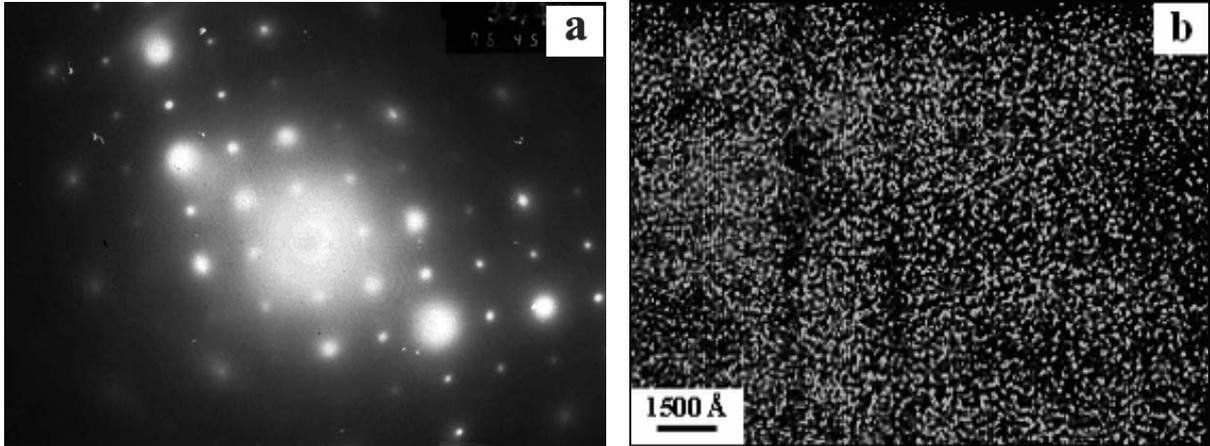
**Fig. IV-25 :** Coupe  $(100)^*_{\alpha} + (100)^*_{\delta'}$  superposée à la coupe  $(01\bar{3})^*_{S'/S}$  correspondant au système S10 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.







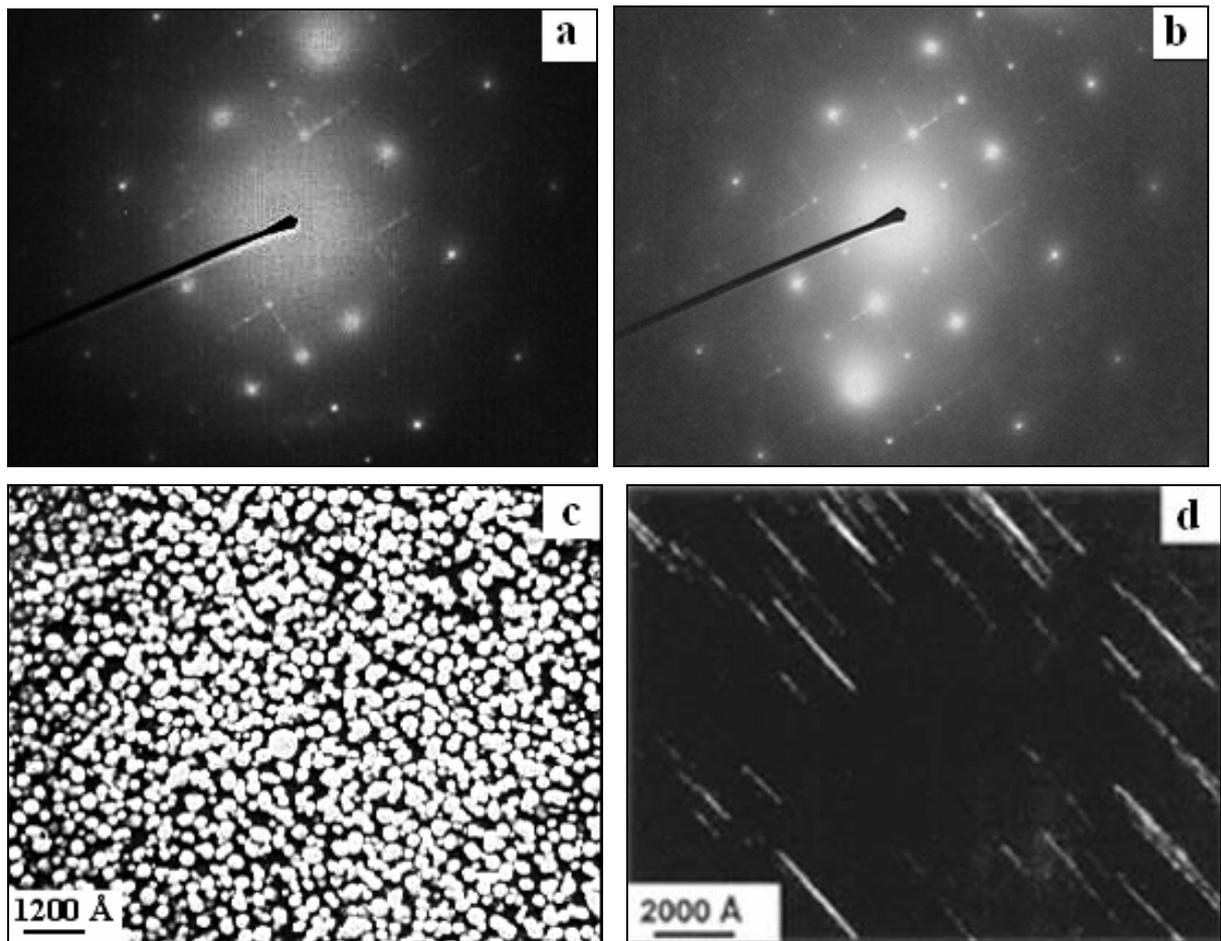
Pour le traitement de 2h 30mn à 160°C, le diagramme de diffraction (100)\* (Fig. IV.31-a) ne présente que les réflexions provenant de la matrice CFC et de la phase cohérente et ordonnée Al<sub>3</sub>Li ( $\delta'$ ). La figure IV.31-b montre un champ sombre réalisé sur la phase  $\delta'$ .



**Fig. IV-31** : Diffraction électronique coupe (100)\* <sub>$\alpha$</sub>  montrant les réflexions de la phase  $\delta'$  (a). Micrographie électronique à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 2 h 30 mn à 160°C montrant une très fine précipitation de la phase  $\delta'$  (b) [72].

Pour le traitement de 12 h à 190°C, les résultats sont représentés sur la figure IV.32. Le diagramme de diffraction (Fig. IV-32-a, b), toujours de la coupe (100)\* <sub>$\alpha$</sub> , montre des domaines de diffraction autour des réflexions 110 <sub>$\delta$</sub> , appartenant à la phase S'/S.

Des champs sombres sont réalisés respectivement, avec une tache de  $\delta'$  (Fig. IV-32-c) et une tache de S'/S (Fig. IV-32-d) confirment la présence de ces deux phases. Un vieillissement de 16 h à 190°C met en évidence les mêmes résultats que le traitement précédent. Ces résultats sont représentés sur la figure IV.33.



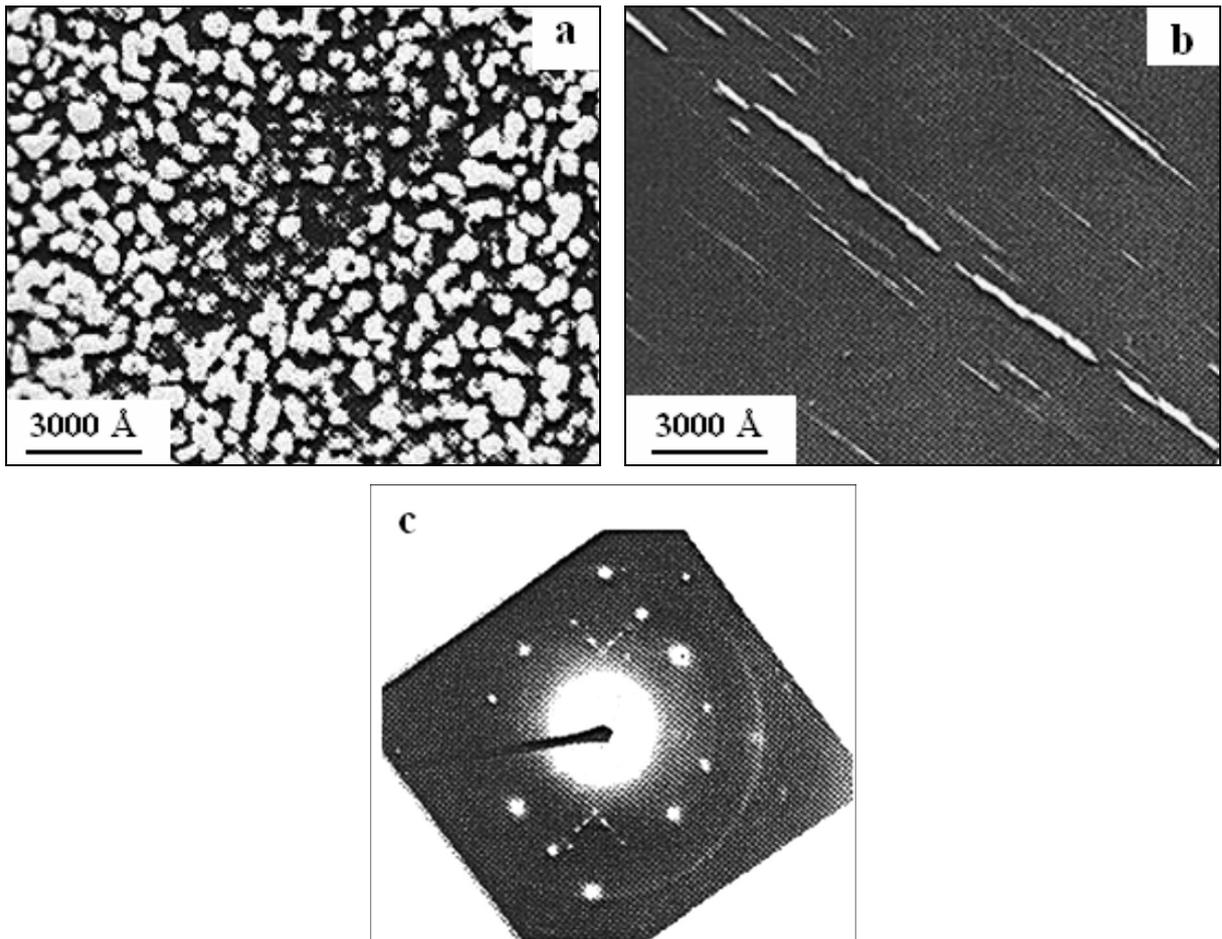
**Fig.IV-32** : Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 vieilli

12 h à 190°C montrant :

a, b) les diagrammes de diffraction électronique coupe  $(100)_{\alpha}$ .

b) des précipités  $\delta'$  dans la matrice (en champ sombre).

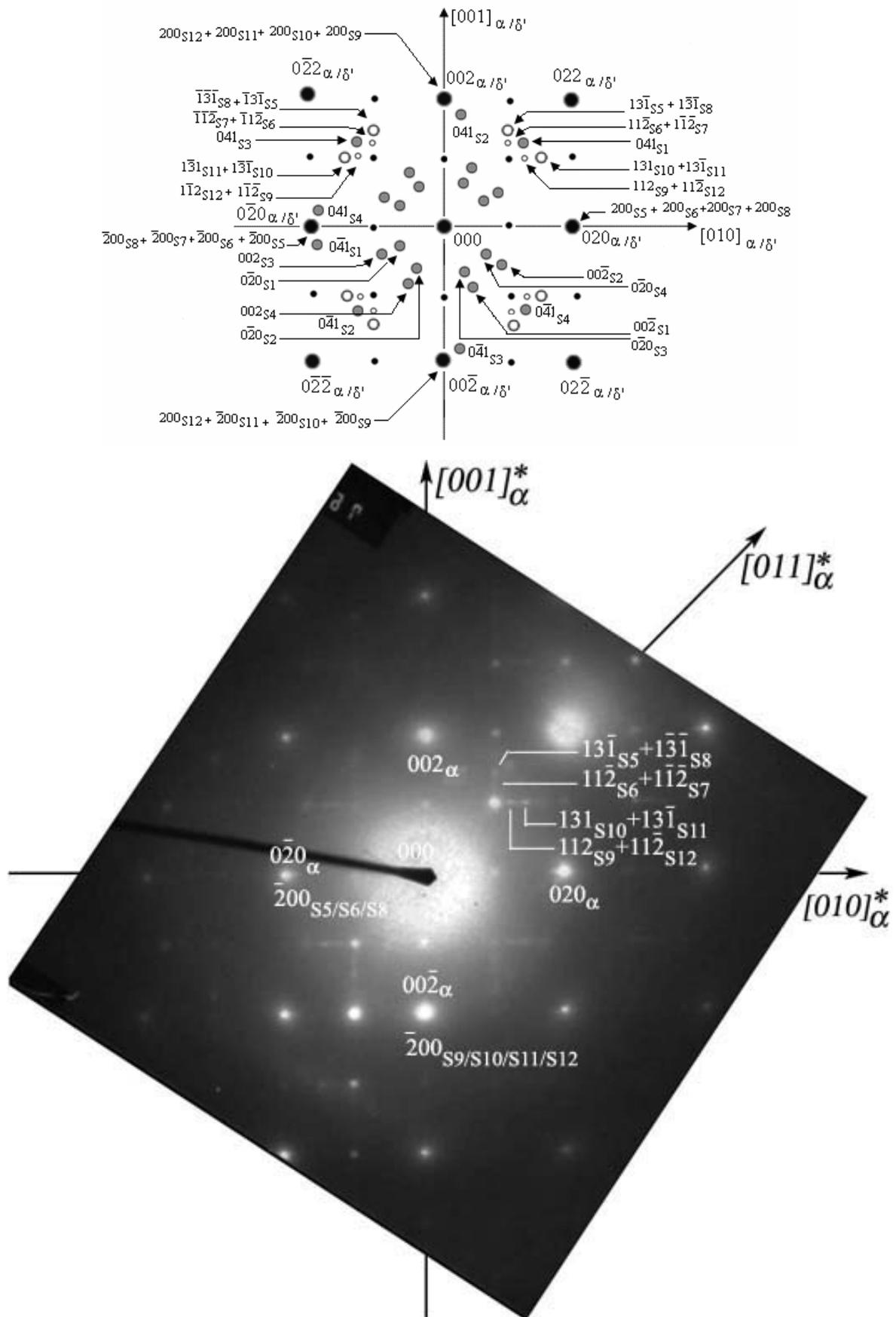
c) des bâtonnets de S' dans le grain (en champ sombre).



**Fig. IV-33 :** Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 16 h à 190°C montrant la phase  $\delta'$  (a), la phase S'/S (b) et le diagramme de diffraction électronique coupe  $(100)^*_\alpha$  (c).

Nous allons maintenant comparer, le diagramme  $(100)^*_\alpha$  théorique (Fig. IV-30) avec les diagrammes expérimentaux obtenus pour les traitements 12 h et 16 h à 190°C (Fig. IV-34 et IV.35 respectivement).

En effet, nous remarquons que toutes les réflexions les plus intenses des différents systèmes de la phase S'/S sont présentes. Nous pouvons donc procéder à leur reconnaissance et indexation sur ces diagrammes expérimentaux.



**Fig. IV-34 :** Comparaison des diagrammes théorique et expérimental  $(100)_{\alpha}^*$  : indexation des taches de la phase S/S les plus intenses de l'alliage 8090 vieilli à 12 h à 190°C.



#### IV.4-2 Indexation de la coupe $(112)^*_\alpha$ : identification des taches de $\delta'$ et de S'/S.

##### IV.4-2-1 Etude théorique de l'indexation de la coupe $(112)^*_\alpha, \delta'$ .

Considérons le diagramme expérimental  $(112)^*_\alpha$ . Il contient des taches de la matrice, des taches de surstructure de la phase cohérente et ordonnée  $\delta'$  (déjà identifiées précédemment) et également les taches provenant des différents systèmes de la phase orthorhombique S'/S.

Pour l'indexation des taches de la phase S'/S, nous procédons de la même manière que pour l'indexation de la coupe  $(100)^*_\alpha$ . A l'aide des matrices de passage d'une phase à l'autre, nous calculons les plans du réseau réciproque de la phase S'/S qui se superposent au plan  $(112)^*_\alpha$  de la phase  $\alpha$ . Nous suivrons la méthode suivante :

Le plan  $(112)^*_\alpha$  contient deux directions principales perpendiculaires entre elles :  $[1\bar{1}0]^*_\alpha$  et  $[11\bar{1}]^*_\alpha$ . Nous allons calculer successivement, les directions des différents systèmes de S'/S qui sont parallèles à  $[112]^*_\alpha$  (la normale au plan  $(112)^*_\alpha$ ), à  $[1\bar{1}0]^*_\alpha$  et à  $[11\bar{1}]^*_\alpha$ . Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau IV-6.

Système	La normale $[112]^*_\alpha //$ (au plan $(112)^*_\alpha$ )	$[1\bar{1}0]^*_\alpha //$	$[11\bar{1}]^*_\alpha //$
S1	$[142]^*_{S1}$	$[\bar{1}\bar{2}1]^*_{S1}$	$[11\bar{2}]^*_{S1}$
S2	$[150]^*_{S2}$	$[1\bar{1}2]^*_{S2}$	$[1\bar{1}\bar{2}]^*_{S2}$
S3	$[1\bar{3}\bar{3}]^*_{S3}$	$[112]^*_{S3}$	$[1\bar{3}\bar{1}]^*_{S3}$
S4	$[10\bar{4}]^*_{S4}$	$[121]^*_{S4}$	$[1\bar{3}1]^*_{S4}$
S5	$[150]^*_{S5}$	$[\bar{1}12]^*_{S5}$	$[1\bar{1}2]^*_{S5}$
S6	$[14\bar{2}]^*_{S6}$	$[\bar{1}21]^*_{S6}$	$[112]^*_{S6}$
S7	$[10\bar{4}]^*_{S7}$	$[\bar{1}2\bar{1}]^*_{S7}$	$[131]^*_{S7}$
S8	$[1\bar{3}\bar{3}]^*_{S8}$	$[\bar{1}\bar{1}2]^*_{S8}$	$[13\bar{1}]^*_{S8}$
S9	$[231]^*_{S9}$	$[01\bar{2}]^*_{S9}$	$[\bar{1}31]^*_{S9}$
S10	$[23\bar{1}]^*_{S10}$	$[0\bar{1}\bar{2}]^*_{S10}$	$[\bar{1}31]^*_{S10}$
S11	$[21\bar{2}]^*_{S11}$	$[0\bar{3}\bar{1}]^*_{S11}$	$[1\bar{1}2]^*_{S11}$
S12	$[2\bar{1}\bar{2}]^*_{S12}$	$[0\bar{3}1]^*_{S12}$	$[112]^*_{S12}$

**Tableau. IV-6 :** Correspondance entre les directions de la coupe  $(112)^*_\alpha$  et les systèmes de la phase S'/S (par calcul).

Nous avons utilisé, à titre complémentaire et comparatif, la projection stéréographique de la figure IV-8, pour établir un tableau de correspondance entre directions parallèles des deux phases (Tableau IV-7) :

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

**Tableau. IV-7:** Correspondance entre les directions principales de la coupes  $(112)^*_{\alpha}$  et les directions proches des systèmes de la phase S/S (par projection stéréographique), où les angles indiqués sont définis comme suit:  $\theta^{(1)} = ([112]^*_{\alpha}, [uvw]^*_{S/S})$ ,  $\theta^{(2)} = ([\bar{1}\bar{1}0]^*_{\alpha}, [hkl]^*_{S/S})$  et  $\theta^{(3)} = ([11\bar{1}]^*_{\alpha}, [hkl]^*_{S/S})$ .

Il est plus commode, pour faciliter l'indexation, de chercher sur la projection stéréographique, les pôles d'un système S/S les plus proches du pôle  $1\bar{1}0_\alpha$  et  $11\bar{1}_\alpha$ . Sachant qu'un pôle correspond à une direction, nous pourrions ainsi représenter les directions du réseau réciproque, des différents systèmes, les plus proches de la direction  $[1\bar{1}0]_\alpha^*$  et de la direction  $[11\bar{1}]_\alpha^*$ . Par simple calcul des distances des premières réflexions sur chaque direction, nous pouvons indexer les diagrammes (Tableau. IV-8).

Les réflexions  $1\bar{1}0_\alpha$  et  $11\bar{1}_\alpha$  se trouvent respectivement à  $R_{1\bar{1}0_\alpha} = 0,35 \text{ \AA}^{-1}$  et  $R_{11\bar{1}_\alpha} = 0,43 \text{ \AA}^{-1}$  sur les directions correspondantes du réseau réciproque de la phase  $\alpha$ .

Système	$[1\bar{1}0]_\alpha^*$	$R_{hkl} (S/S)$	$[11\bar{1}]_\alpha^*$	$R_{hkl} (S/S)$
S1	$\bar{1}21$ $\bar{1}31$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$	$11\bar{2}$ $11\bar{3}$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$
S2	$1\bar{1}2$ $1\bar{1}3$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$	$1\bar{1}2$ $1\bar{1}3$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$
S3	$112$ $113$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$	$\bar{1}2\bar{1}$ $\bar{1}3\bar{1}$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S4	$121$ $131$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$	$\bar{1}2\bar{1}$ $\bar{1}3\bar{1}$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S5	$\bar{1}12$ $\bar{1}13$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$	$1\bar{1}2$ $1\bar{1}3$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$
S6	$\bar{1}21$ $\bar{1}31$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$	$112$ $113$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$
S7	$\bar{1}2\bar{1}$ $\bar{1}3\bar{1}$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$	$121$ $131$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S8	$\bar{1}12$ $\bar{1}13$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$	$12\bar{1}$ $13\bar{1}$	éteinte $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S9	$01\bar{2}$ $01\bar{3}$	Interdite Interdite	$\bar{1}21$ $\bar{1}31$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S10	$0\bar{1}2$ $0\bar{1}3$	Interdite Interdite	$\bar{1}2\bar{1}$ $\bar{1}3\bar{1}$	Interdite $0,43 \text{ \AA}^{-1}$
S11	$02\bar{1}$ $03\bar{1}$ $04\bar{1}$	Interdite Interdite $0,45 \text{ \AA}^{-1}$	$\bar{1}12$ $\bar{1}13$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$
S12	$0\bar{2}1$ $0\bar{3}1$ $0\bar{4}1$	Interdite Interdite $0,45 \text{ \AA}^{-1}$	$\bar{1}\bar{1}2$ $\bar{1}\bar{1}3$	$0,39 \text{ \AA}^{-1}$ $0,49 \text{ \AA}^{-1}$

**Tableau. IV-8 :** Distances des premières réflexions à l'origine (000) sur les directions des différents systèmes de la phase S/S proches de  $[1\bar{1}0]_\alpha^*$  et  $[11\bar{1}]_\alpha^*$ .



Les taches les plus intenses sont  $\bar{1}31_{S1}$ ,  $1\bar{1}3_{S1}$ ,  $1\bar{1}2_{S1}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

b/ Le système S2 (défini par :  $[100]_{S2} // [100]_{\alpha}, [010]_{S2} // [012]_{\alpha}, [001]_{S2} // [0\bar{2}1]_{\alpha}$ ).

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [150]_{S2}^*, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [1\bar{1}2]_{S2}^*; [11\bar{1}]_{\alpha} // [1\bar{1}2]_{S2}^*.$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-38) :

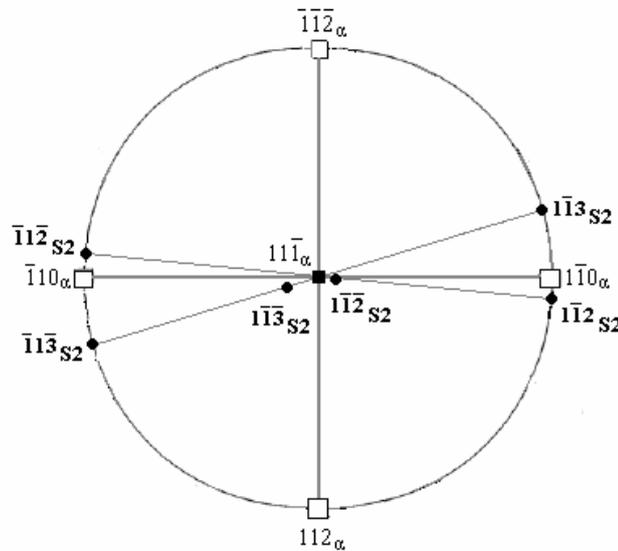


Fig. IV-38 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S2.

- Les taches permises pour le système S2 sont représentées sur la figure IV-38.

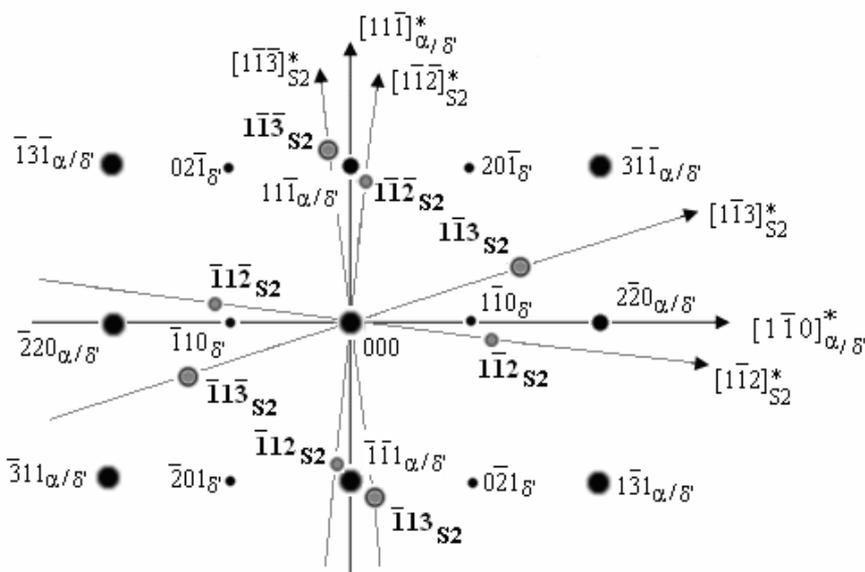


Fig. IV-38 : Coupe  $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*$  superposée à la coupe correspondant au système S2 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.





Les taches les plus intenses sont  $131_{S4}$ ,  $\bar{1}\bar{3}1_{S4}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

e/ Le système S5 (défini par :  $[100]_{S5} // [010]_{\alpha}$ ,  $[010]_{S5} // [102]_{\alpha}$ ,  $[001]_{S5} // [20\bar{1}]_{\alpha}$ ).

- Relations obtenues par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [150]_{S5}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [\bar{1}12]_{S5}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [1\bar{1}2]_{S5}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-43).

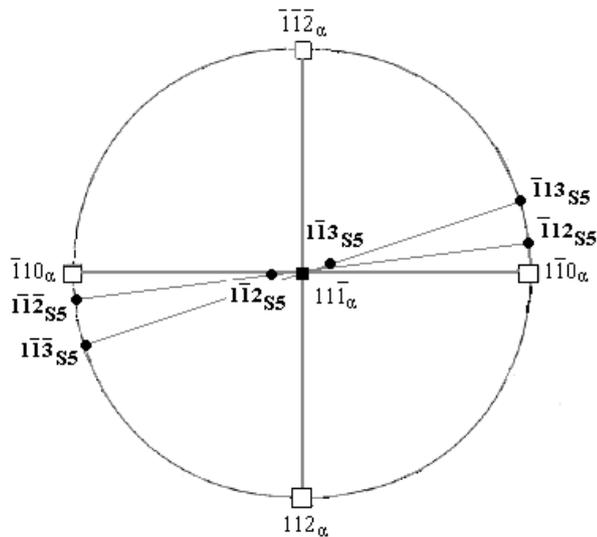


Fig. IV-43 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S5.

- Indexation des taches de S5 permises (Fig.IV-44).

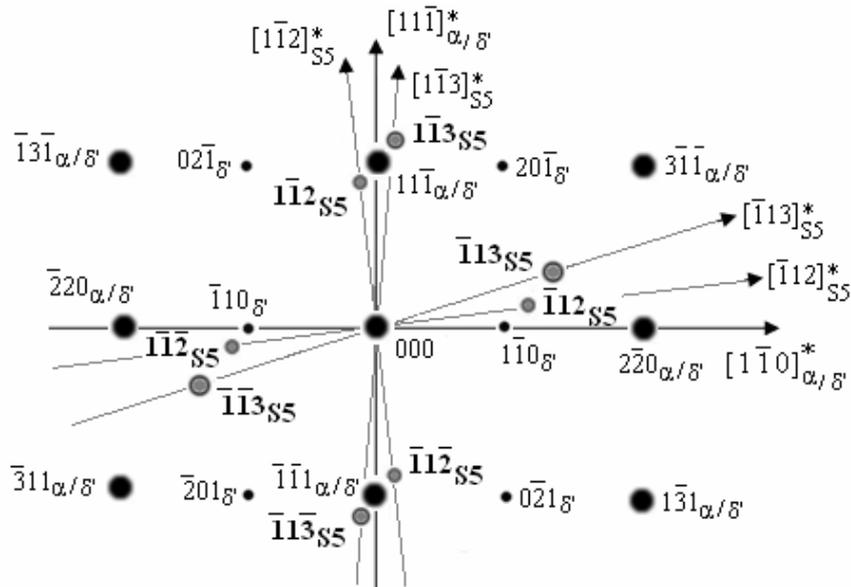


Fig. IV-44 : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S5 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.



Les taches les plus intenses sont  $\bar{1}31_{S6}$ ,  $113_{S6}$ ,  $112_{S6}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

**g/ Le système S7** (défini par :  $[100]_{S7} // [010]_{\alpha}$ ,  $[010]_{S7} // [20\bar{1}]_{\alpha}$ ,  $[001]_{S7} // [\bar{1}0\bar{2}]_{\alpha}$ ).

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [10\bar{4}]_{S7}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [\bar{1}2\bar{1}]_{S7}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [131]_{S7}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-47).

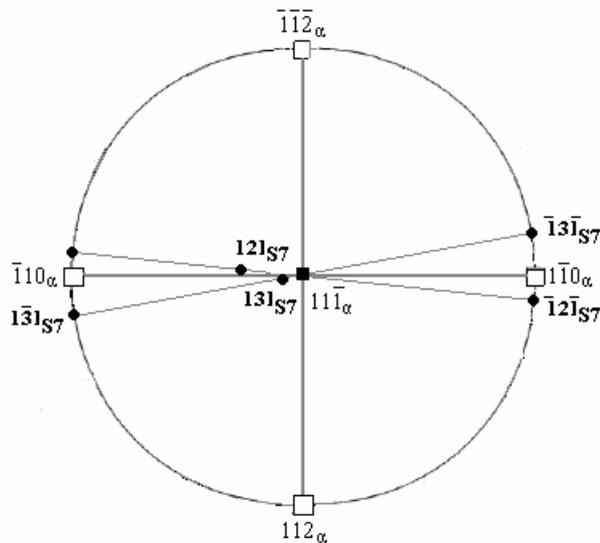


Fig. IV-47 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S7.

- Indexation des taches de S7 permises (Fig.IV-48).

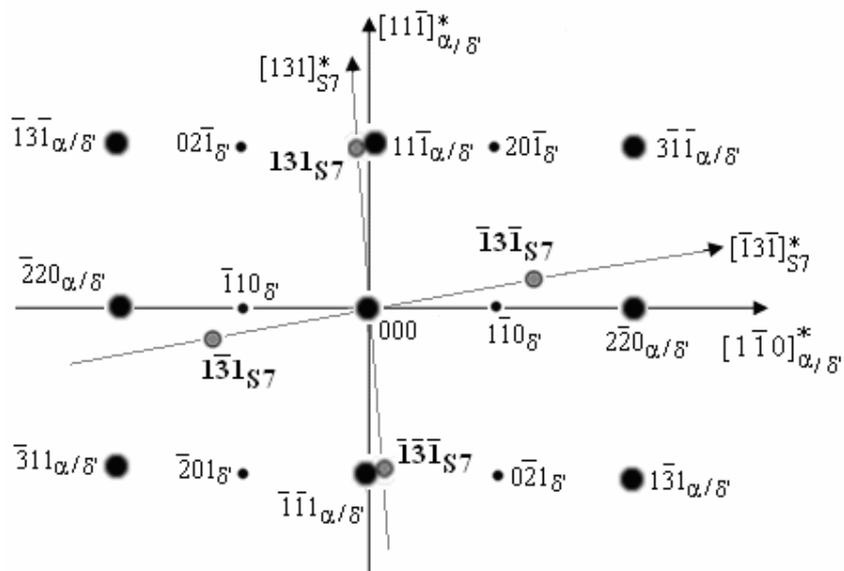


Fig. IV-48 : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S7 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

Les taches les plus intenses sont  $\bar{1}3\bar{1}_{S7}$ ,  $131_{S7}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

**h/ Le système S8** (défini par :  $[100]_{S8} // [010]_{\alpha}$ ,  $[010]_{S8} // [10\bar{2}]_{\alpha}$ ,  $[001]_{S8} // [\bar{2}0\bar{1}]_{\alpha}$ ).

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [1\bar{3}\bar{3}]_{S8}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [\bar{1}1\bar{2}]_{S8}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [13\bar{1}]_{S8}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-49).

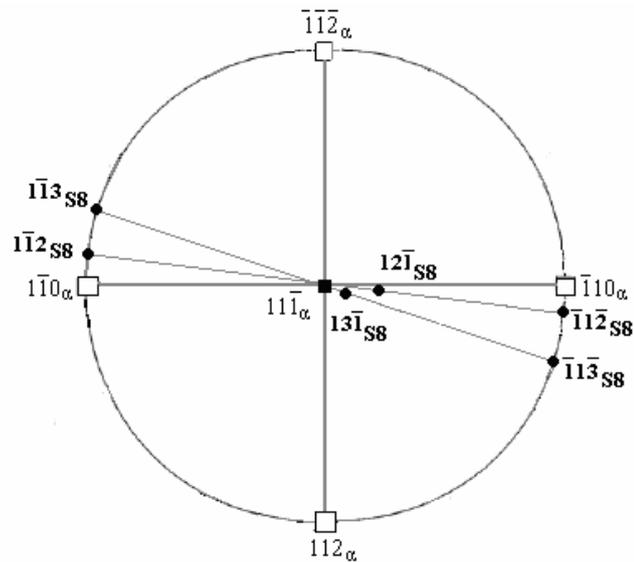
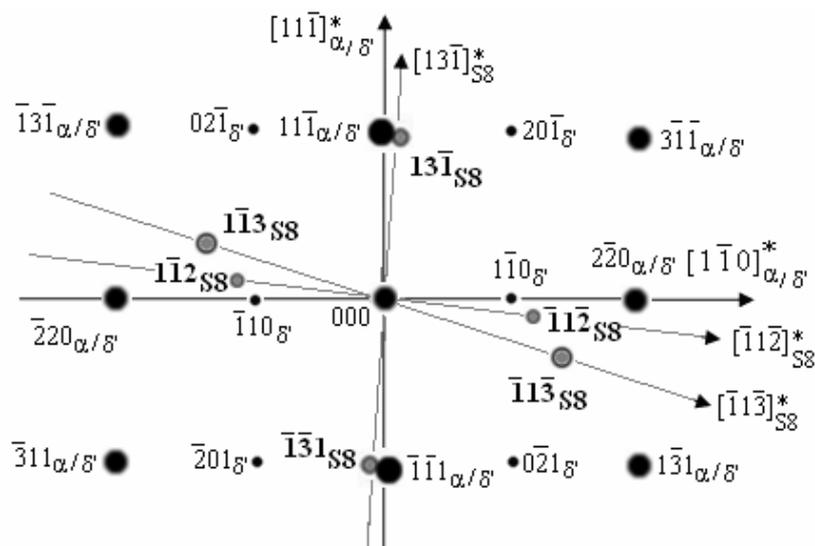


Fig. IV-49 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S8.

- Indexation des taches de S8 permises (Fig.IV-50).



**Fig. IV- 50** : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S8 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

Les taches les plus intenses sont  $13\bar{1}_{S8}$ ,  $\bar{1}1\bar{3}_{S8}$ ,  $\bar{1}1\bar{2}_{S8}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

i/ **Le système S9** (défini par :  $[100]_{S9} // [001]_{\alpha}, [010]_{S9} // [210]_{\alpha}, [001]_{S9} // [\bar{1}20]_{\alpha}$ ).

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [231]_{S9}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [01\bar{2}]_{S9}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [\bar{1}31]_{S9}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-51).

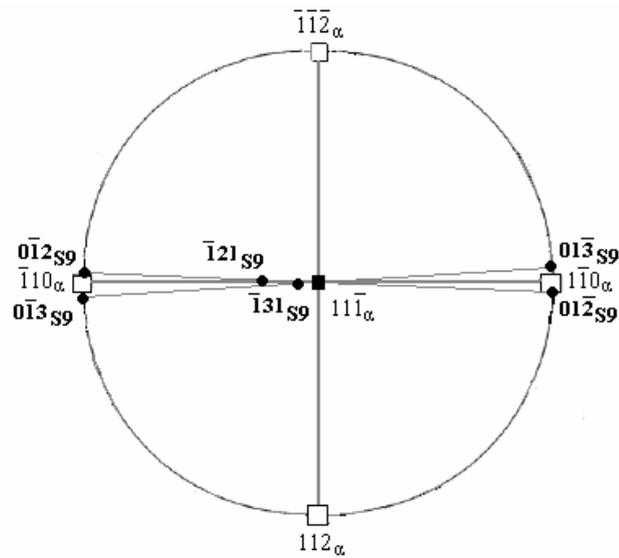


Fig. IV-51 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S9.

- Indexation des taches de S9 permises (Fig. IV-52).

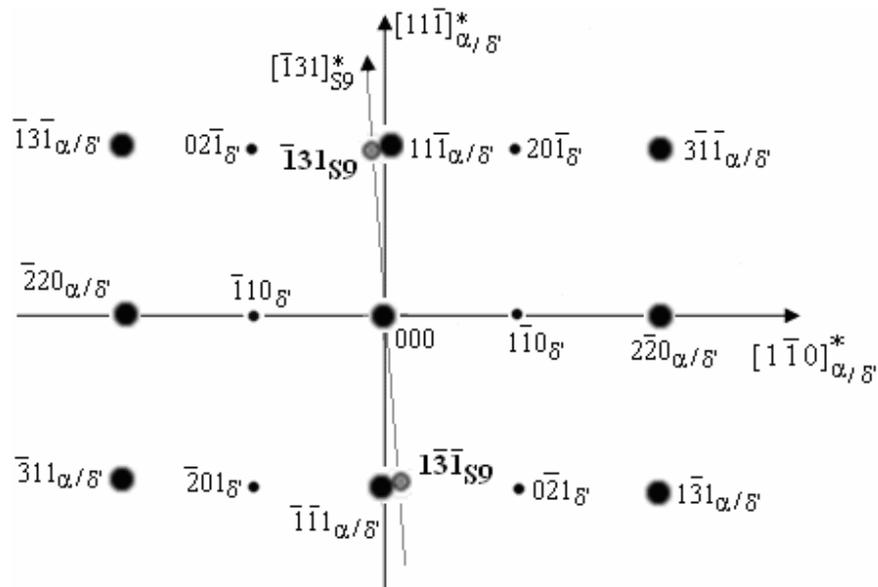


Fig. IV-52 : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S9 avec les taches de la phase S'/S les plus intenses.

La tache la plus intense est  $\bar{1}31_{S9}$  et sa symétrique par rapport au centre (000).

j/ Le système S10 (défini par :  $[100]_{S10} // [001]_{\alpha}, [010]_{S10} // [120]_{\alpha}, [001]_{S10} // [\bar{2}10]_{\alpha}$

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [23\bar{1}]_{S10}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [0\bar{1}\bar{2}]_{S10}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [\bar{1}31]_{S10}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-53).

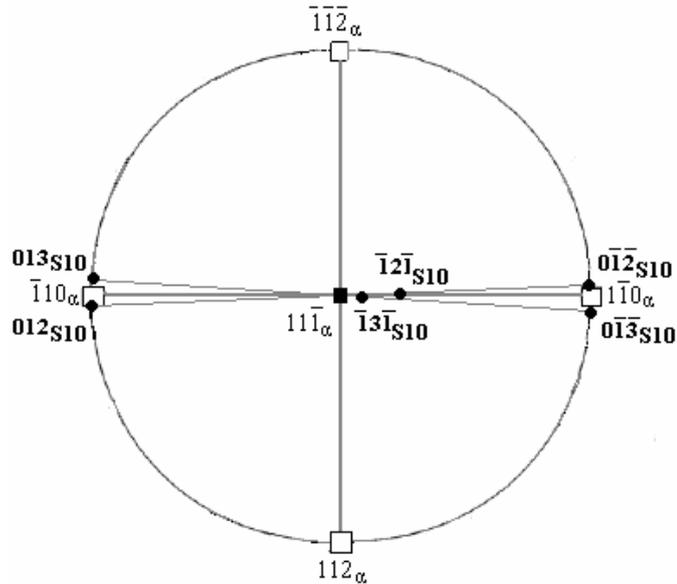


Fig. IV-53 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S10.

- Indexation des taches de S10 permises (Fig.IV-54).

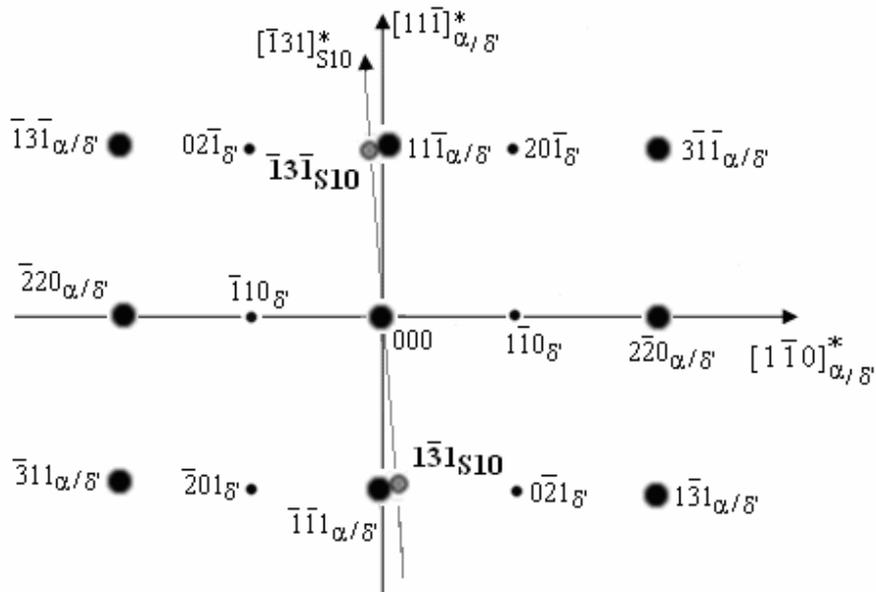


Fig. IV-54 : Coupe  $(112)_{\alpha}^* + (112)_{\delta'}^*$  superposée à la coupe correspondant au système S10 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

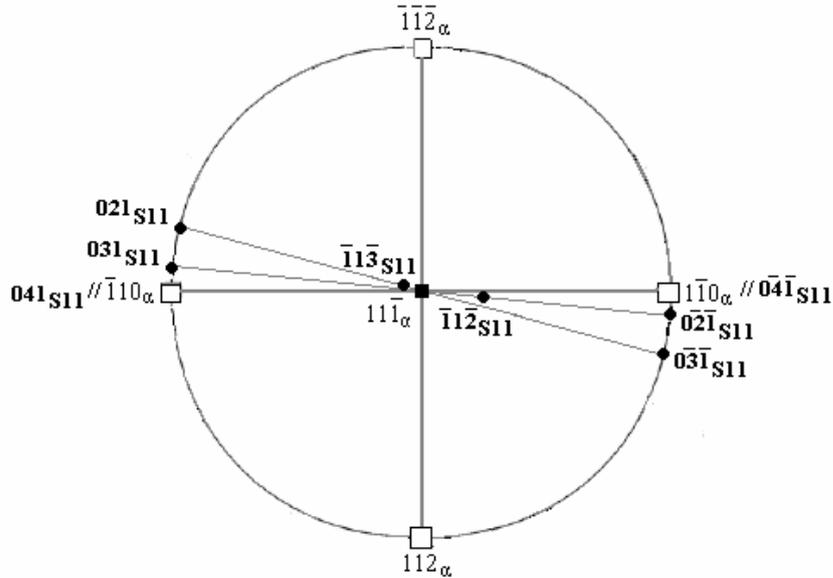
La tache la plus intense est  $\bar{1}3\bar{1}_{S10}$  et sa symétrique par rapport au centre (000).

**k/ Le système S11** (défini par :  $[100]_{S11} // [001]_{\alpha}, [010]_{S11} // [\bar{1}20]_{\alpha}, [001]_{S11} // [2\bar{1}0]_{\alpha}$ ).

- Relations obtenues par calcul :

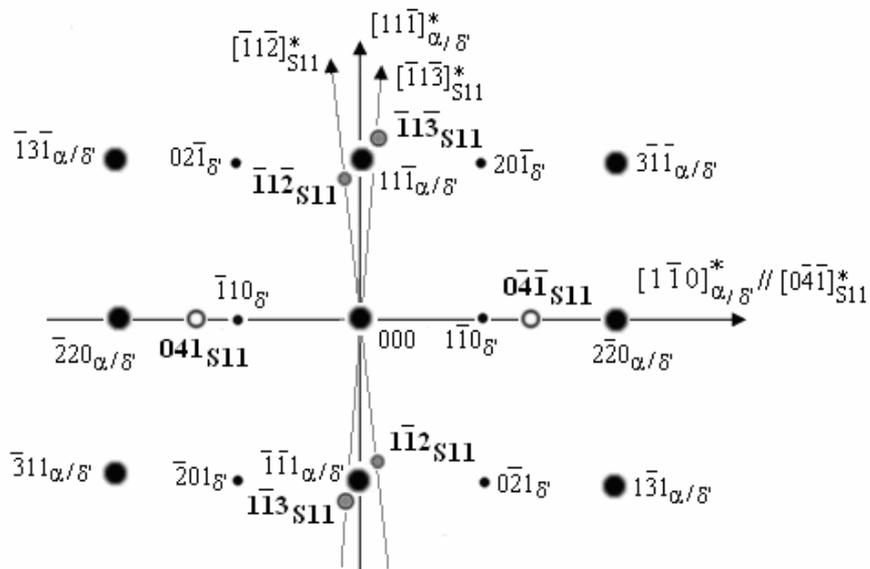
$$[112]_{\alpha} // [21\bar{2}]_{S11}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [0\bar{3}\bar{1}]_{S11}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [1\bar{1}2]_{S11}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-55).



**Fig. IV-55** : Superposition des projections stéréographiques pour le système S11.

- Indexation des taches de S11 permises (Fig.IV-56).



**Fig. IV-56** : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S11 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

Les taches les plus intenses sont  $\bar{1}1\bar{3}_{S11}$ ,  $\bar{1}1\bar{2}_{S11}$ ,  $0\bar{4}\bar{1}_{S11}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

I/ Le système S12 (défini par :  $[100]_{S12} // [001]_{\alpha}, [010]_{S12} // [\bar{2}10]_{\alpha}, [001]_{S12} // [\bar{1}\bar{2}0]_{\alpha}$ ).

- Résultats obtenus par calcul :

$$[112]_{\alpha} // [2\bar{1}\bar{2}]_{S12}, [1\bar{1}0]_{\alpha} // [0\bar{3}1]_{S12}; [11\bar{1}]_{\alpha} // [112]_{S12}$$

- Résultats obtenus par projection stéréographique (Fig. IV-57).

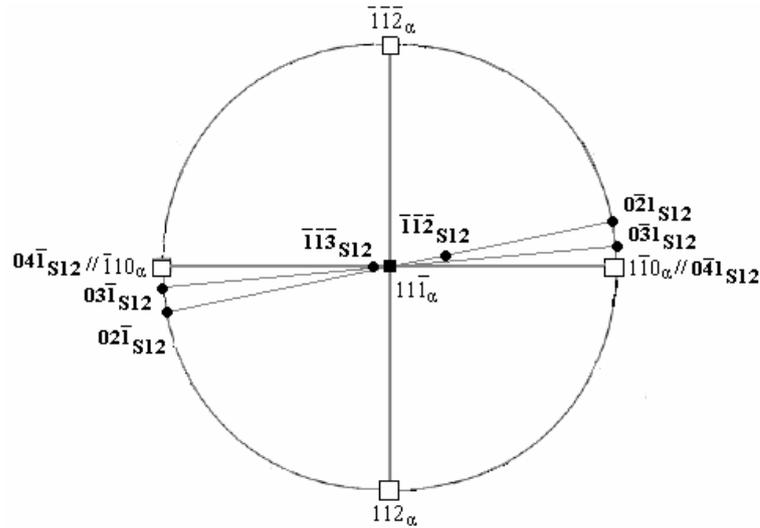


Fig. IV-57 : Superposition des projections stéréographiques pour le système S12.

- Indexation des taches de S12 permises (Fig.IV-58).

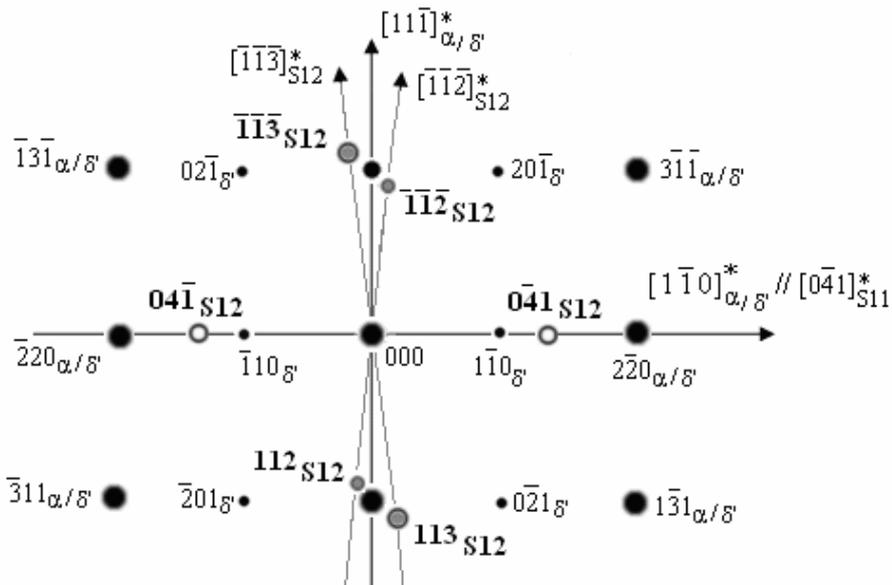
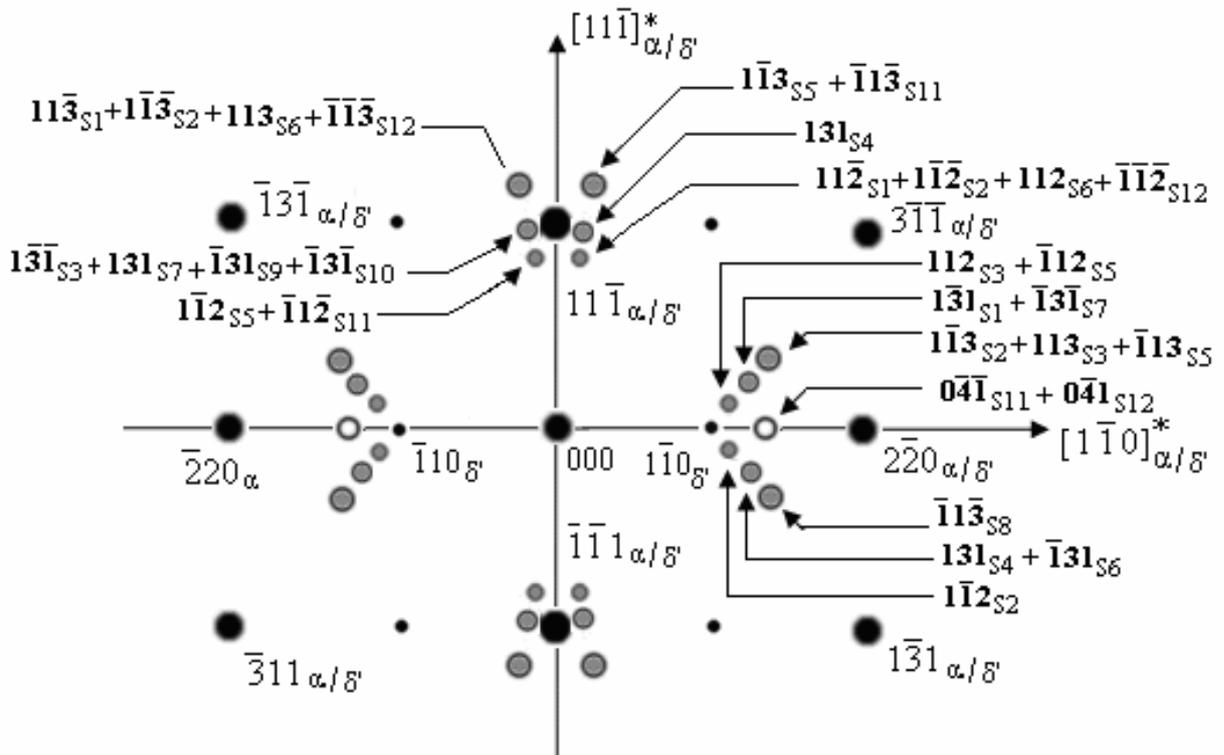


Fig. IV-58 : Coupe  $(112)^*_{\alpha} + (112)^*_{\delta}$  superposée à la coupe correspondant au système S12 avec les taches de la phase S/S les plus intenses.

Les taches les plus intenses sont  $\bar{1}\bar{1}\bar{3}_{S12}$ ,  $\bar{1}\bar{1}\bar{2}_{S12}$ ,  $0\bar{4}1_{S12}$  et leurs symétriques par rapport au centre (000).

La superposition des réflexions des différents systèmes (de S1 à S12) de la phase S'/S sur la coupe  $(112)^*_\alpha$  met en évidence différents types de taches visibles : 112, 113, 131, 041 de la phase S'/S. La figure IV-59 représente la coupe théorique  $[(112)^*_\alpha + (112)^*_{\delta'}]$  superposée aux douze coupes des différents systèmes de la phase S'/S.



**Fig. IV-59 :** Coupe  $(112)^*_\alpha + (112)^*_{\delta'}$  superposée aux douze coupes des différents systèmes de la phase S'/S.

#### IV.4-2-2 Etude du diagramme expérimental de la coupe $(112)^*_\alpha$ .

Nous avons réalisé la coupe  $(112)^*$  pour trois traitements de vieillissement du matériau : 2 h 30 mn à 160°C, 12 h à 190°C et 18 h à 210°C. Les résultats sont représentés sur les figures IV-60, IV-61 et IV-62 respectivement.

Notons l'absence des réflexions de S'/S pour le traitement de 2 h 30 mn à 160°C (Fig. IV-60). Ce résultat est confirmé par le traitement de Benaskeur [72] montrant que le seuil de précipitation de S'/S est obtenu pour un traitement d'environ 2 heures à 190°C.

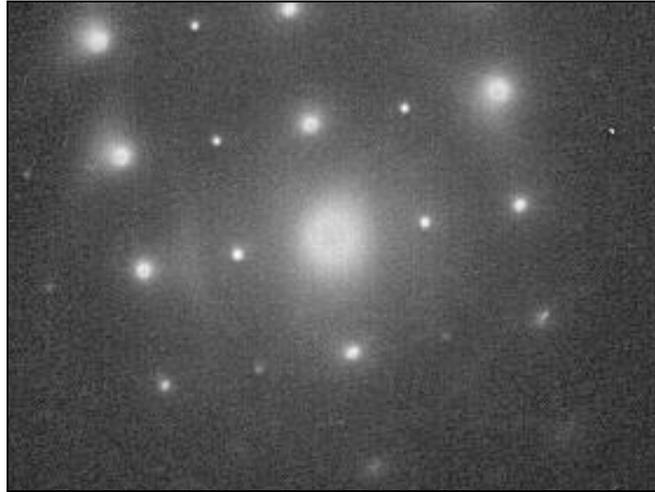


Fig. IV-60 : Diagramme de diffraction électronique coupe  $(112)^*$  de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 2 h 30 mn à  $160^\circ\text{C}$  montrant l'absence de la phase S'/S.

Pour un traitement de vieillissement de 12 h à  $190^\circ\text{C}$ , la figure IV-61-a montre un champ sombre réalisé avec une tache de la phase S'/S confirmant la présence de cette phase. La figure (Fig. IV-61-b) montre un diagramme de diffraction  $(112)^*_\alpha$  sur lequel nous observons des domaines de diffraction autour des réflexions  $110_\delta$ , appartenant à la phase S'/S.

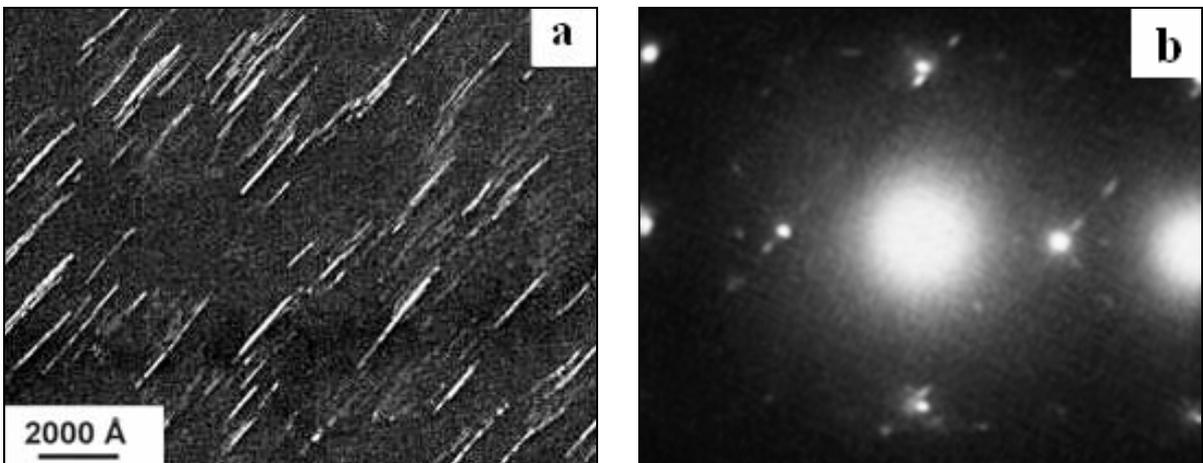


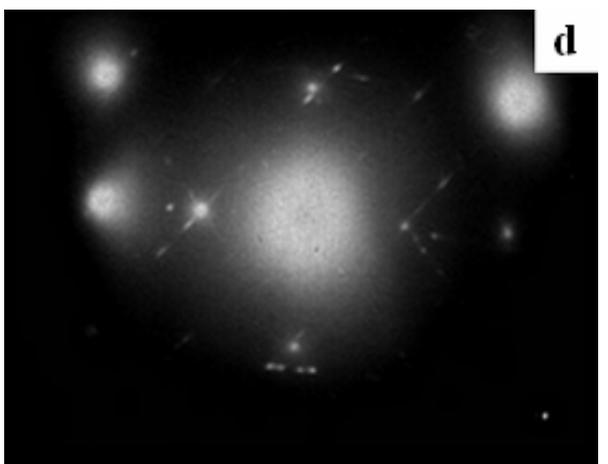
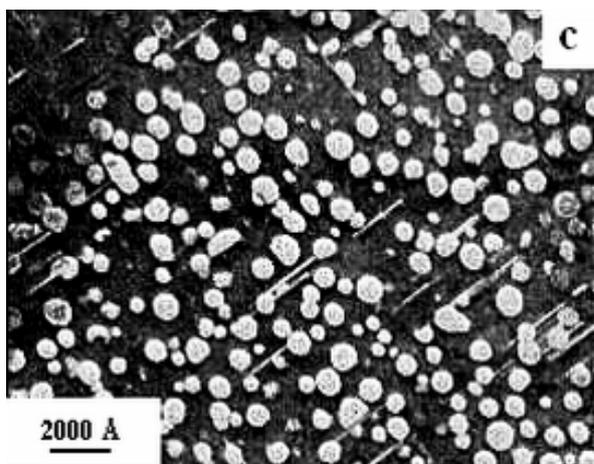
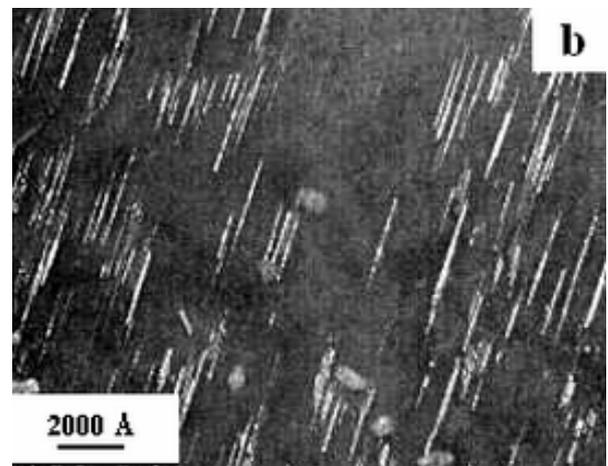
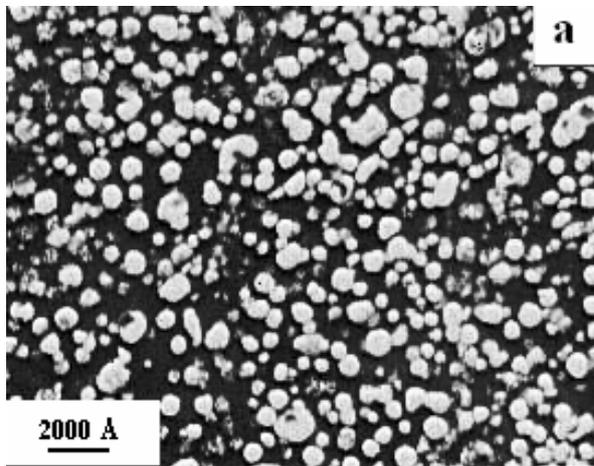
Fig. IV-61 : Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 12 h à  $190^\circ\text{C}$  montrant les bâtonnets de la phase S'/S (a) et le diagramme de diffraction électronique de la coupe  $(112)^*_\alpha$  (b).

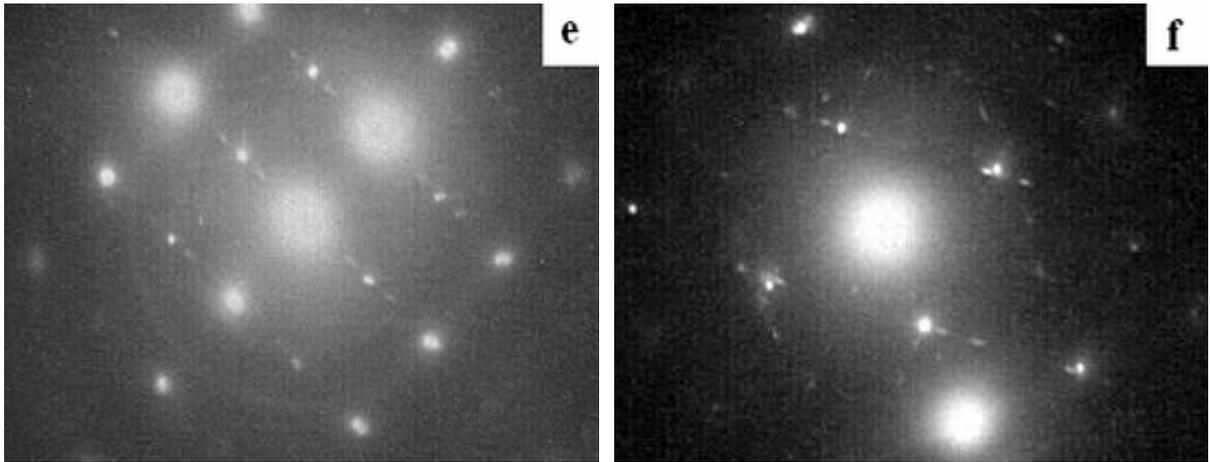
Pour le traitement de 18 h à  $210^\circ\text{C}$ , les résultats sont représentés sur la figure IV-62. La figure IV-62-a montre un champ sombre de la phase  $\delta'$  seule, la figure IV-62-b représente

un champ sombre de la phase S'/S seule et la figure IV-62-c montre le champ sombre des phases précipitées S'/S et  $\delta'$  ensemble. Ce champ sombre a été réalisé avec deux taches de  $\delta'$  et S'/S très voisines.

Du point de vue taille, nous remarquons que les précipités  $\delta'$  et S'/S présentent des dimensions plus importantes que dans le cas du traitement de 12 h à 190°C.

Les figures IV-62-d, e, f montrent des diagrammes de diffraction électronique coupe  $(112)_\alpha^*$  réalisés avec différents tilts. Nous observons la présence des taches appartenant à la phase S'/S autour des réflexions  $110_{\delta'}$  et  $111_{\alpha/\delta'}$ .

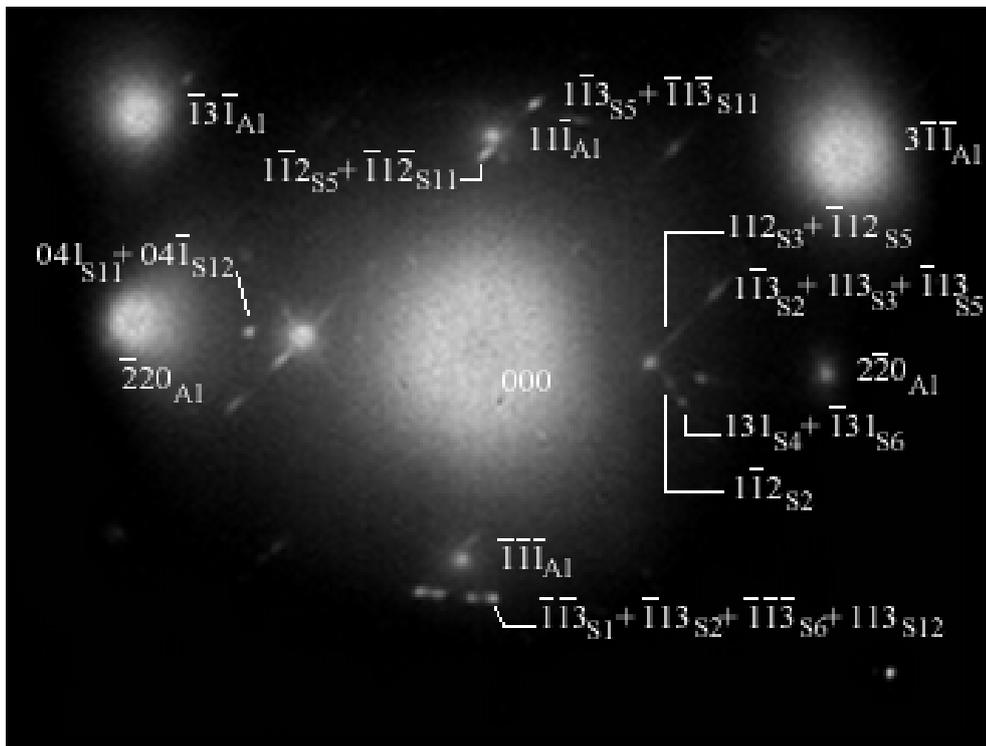




**Fig. IV-62 :** Images électroniques à transmission en champ sombre de l'alliage 8090 homogénéisé, trempé à l'eau et vieilli 18 h à 210°C montrant les phases S' et

$\delta'$  ensemble (a). Diagrammes de diffractions électroniques coupe (112)\* (d, e, f), réalisés avec différents tilts de l'échantillon.

Nous remarquons que toutes les réflexions les plus intenses des différents systèmes de la phase S'/S, sont présentes, comparativement au diagramme calculé. Nous pouvons donc procéder à leur indexation sur un diagramme expérimental.



**Fig. IV-63 :** Diagramme de diffraction électronique coupe (112)\*<sub>α</sub> de l'alliage 8090 vieilli 18h

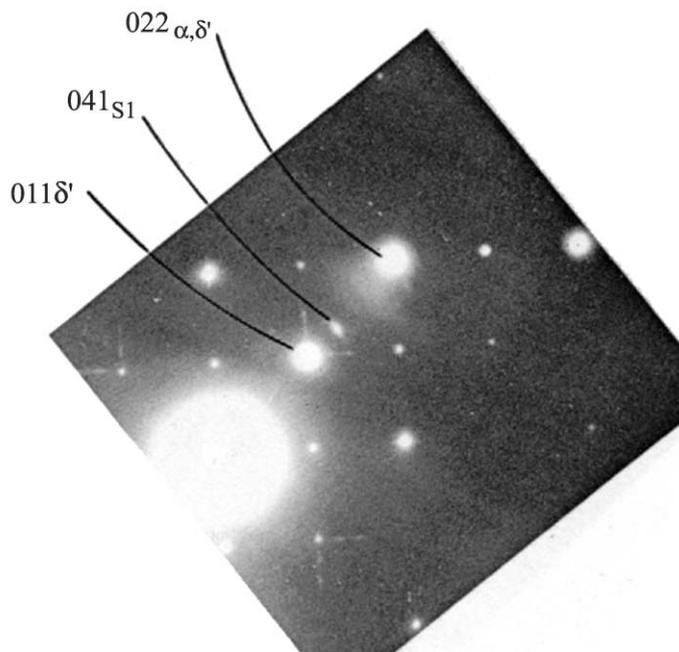
à 210°C avec l'indexation des taches de la phase S'/S les plus intenses.

#### IV.4-3 Discussion de l'indexation des taches de S'/S apparaissant sur la coupe (100)\*<sub>α</sub>.

L'indexation de la coupe (100)\*<sub>α</sub> a été étudiée dans un alliage ternaire Al-Cu-Mg, pour la première fois, par Gupta *et al.* [38] où les auteurs ont attribué les taches de diffraction autour des réflexions éteintes 110<sub>α</sub> à 112<sub>S</sub> et 113<sub>S</sub>, ce qui est en accord avec nos résultats obtenus pour un matériau quaternaire Al-Li-Cu-Mg.

En effet, le diagramme (100)\*<sub>α</sub> de diffraction électronique en transmission, pour un alliage Al-Li-Cu-Mg, montre l'existence des taches de diffraction appartenant à la matrice α et correspondant aux familles de plans réflecteurs suivantes : 020, 022... . Ces taches constituent également les réflexions intenses de la phase cohérente et ordonnée δ' en plus de ses réflexions de surstructure 010, 001, 011... . En ce qui concerne la phase orthorhombique S'/S, chaque système donne lieu à des réflexions différentes :

- Pour les systèmes S1 à S4, nous avons les taches 020, 002, 021, 002 et 041 (voir fiche ASTM). Signalons que la tache 041<sub>S1</sub> se trouve sur la direction [011]\*<sub>α</sub> à une distance R<sub>041</sub> égale à 0,45 Å de l'origine 000, donc juste après la tache 011<sub>δ'</sub> qui se trouve à R<sub>011</sub> égale à 0,35 Å<sup>-1</sup>, comme cela est montré sur la figure IV.64.



**Fig. IV-64 :** Diagramme de diffraction électronique coupe (100)\*<sub>α</sub> de l'alliage vieilli 16 h à 190°C mettant en évidence la réflexion 041 du système 1 de la phase S'/S.

La réflexion  $041_{S1,S4}$  apparaît pour des conditions données de l'orientation de l'échantillon. Les travaux précédents [3, 38], concernant l'indexation de la coupe  $(100)_\alpha$ , n'ont jamais signalé l'existence de cette réflexion 041 de la phase S'/S.

- Le système S5 donne :  $200, 13\bar{1}, \bar{1}3\bar{1}$  et leurs symétriques par rapport au centre 000.
- Le système S6 donne :  $200, 11\bar{2}, \bar{1}1\bar{2}$  et leurs symétriques.
- Le système S7 donne :  $200, 1\bar{1}\bar{2}, \bar{1}\bar{1}\bar{2}$  et leurs symétriques.
- Le système S8 donne :  $200, 1\bar{3}\bar{1}, \bar{1}\bar{3}\bar{1}$  et leurs symétriques.
- Le système S9 donne :  $200, 112, \bar{1}\bar{1}\bar{2}$  et leurs symétriques.
- Le système S10 donne :  $200, 131, \bar{1}\bar{3}\bar{1}$  et leurs symétriques.
- Le système S11 donne :  $200, 13\bar{1}, \bar{1}\bar{3}\bar{1}$  et leurs symétriques.
- Le système S12 donne :  $200, 11\bar{2}, \bar{1}\bar{1}\bar{2}$  et leurs symétriques.

Les réflexions 020, 002 et leurs symétriques n'apparaissent pas clairement sur le diagramme expérimental. En effet, le faisceau transmis 000 est très intense et cache souvent les taches diffractées qui lui sont proches. Ces taches se trouvent respectivement à  $R_{020} = 0,216 \text{ \AA}^{-1}$  et  $R_{002} = 0,279 \text{ \AA}^{-1}$ .

D'après les résultats de calcul, de projection stéréographique et d'indexation cohérente, nous résumons les différentes relations d'orientation entre les phases  $\alpha$  et S'/S dans le tableau IV-9.

système	Relations d'orientation $\alpha / S'(S)$
S1	$[100]_\alpha // [100]_{S1}, [02\bar{1}]_\alpha // [010]_{S1}, [001]_\alpha // [012]_{S1}$
S2	$[100]_\alpha // [100]_{S2}, [010]_\alpha // [01\bar{2}]_{S2}, [001]_\alpha // [021]_{S2}$
S3	$[100]_\alpha // [100]_{S3}, [010]_\alpha // [0\bar{1}\bar{2}]_{S3}, [001]_\alpha // [02\bar{1}]_{S3}$
S4	$[100]_\alpha // [100]_{S4}, [010]_\alpha // [0\bar{2}\bar{1}]_{S4}, [001]_\alpha // [01\bar{2}]_{S4}$
S5	$[001]_\alpha // [01\bar{3}]_{S5}, [010]_\alpha // [100]_{S5}, [001]_\alpha // [0\bar{3}1]_{S5}$
S6	$[001]_\alpha // [021]_{S6}, [010]_\alpha // [100]_{S6}, [001]_\alpha // [0\bar{1}2]_{S6}$
S7	$[100]_\alpha // [02\bar{1}]_{S7}, [010]_\alpha // [100]_{S7}, [001]_\alpha // [012]_{S7}$
S8	$[100]_\alpha // [01\bar{3}]_{S8}, [010]_\alpha // [100]_{S8}, [001]_\alpha // [031]_{S8}$
S9	$[100]_\alpha // [02\bar{1}]_{S9}, [010]_\alpha // [012]_{S9}, [001]_\alpha // [100]_{S9}$
S10	$[100]_\alpha // [01\bar{3}]_{S10}, [010]_\alpha // [031]_{S10}, [001]_\alpha // [100]_{S10}$

S11	$[100]_{\alpha} // [0\bar{1}\bar{3}]_{S11}, [010]_{\alpha} // [03\bar{1}]_{S11}, [001]_{\alpha} // [100]_{S11}$
S12	$[100]_{\alpha} // [0\bar{2}\bar{1}]_{S12}, [010]_{\alpha} // [01\bar{2}]_{S12}, [001]_{\alpha} // [100]_{S12}$

**Tableau IV-9:** Les douze relations d'orientation entre la matrice d'aluminium et la phase S'/S.

#### IV.4-4 Discussion de l'indexation des taches de S'/S apparaissant sur la coupe (112)\*<sub>α</sub>.

Commençons par signaler que l'indexation des taches de la phase S'/S visibles sur la coupe (112)\*<sub>α</sub>, n'a pas été réalisée pour les différents systèmes S1-S12. Seul Wang *et al.* [5] ont simulé cette coupe mais ne l'ont pas indexée.

Le diagramme (112)\*<sub>α</sub>, pour notre alliage, présente les réflexions de la matrice CFC de la forme :  $2\bar{2}0$ ,  $11\bar{1}$ ,  $3\bar{1}\bar{1}$ ... et leurs symétriques par rapport au transmis. Les réflexions de la phase cohérente et ordonnée sont de la forme :  $2\bar{2}0$ ,  $11\bar{1}$ ,  $3\bar{1}\bar{1}$ ..., en plus des réflexions de surstructure qui sont de la forme :  $1\bar{1}0$ ,  $20\bar{1}$ ...

Ce qui nous intéresse particulièrement sur cette coupe, c'est l'indexation des taches diffractées par la phase orthorhombique S'/S. A l'instar de la coupe (100)\*<sub>α</sub>, nous ne prendrons en compte que les réflexions les plus intenses :

- Pour le système S1, les taches sont :  $1\bar{3}1$ ,  $11\bar{3}$  et  $11\bar{2}$ .
- Pour le système S2 :  $1\bar{1}\bar{3}$ ,  $1\bar{1}\bar{2}$ ,  $1\bar{1}\bar{3}$  et  $1\bar{1}\bar{2}$ .
- Pour le système S3 :  $1\bar{3}\bar{1}$ ,  $113$  et  $112$ .
- Pour le système S4 :  $131$  et  $1\bar{3}1$ .
- Pour le système S5 :  $1\bar{1}3$ ,  $1\bar{1}2$ ,  $1\bar{1}\bar{3}$  et  $1\bar{1}\bar{2}$ .
- Pour le système S6 :  $1\bar{1}3$ ,  $113$  et  $112$ .
- Pour le système S7 :  $1\bar{3}\bar{1}$  et  $131$ .
- Pour le système S8 :  $13\bar{1}$ ,  $1\bar{1}\bar{3}$  et  $1\bar{1}\bar{2}$ .
- Pour le système S9 :  $1\bar{3}1$ .
- Pour le système S10 :  $1\bar{3}\bar{1}$ .
- Pour le système S11 :  $1\bar{1}\bar{3}$ ,  $1\bar{1}\bar{2}$  et  $04\bar{1}$ .
- Pour le système S12 :  $1\bar{1}\bar{3}$ ,  $1\bar{1}\bar{2}$  et  $041$ .

Il faut remarquer que :

1. Les réflexions permises des différents systèmes de S'/S au voisinage de la tache  $1\bar{1}0_{\delta'}$ , sont du même type que les réflexions visibles sur la coupe  $(100)_{\alpha}^*$  autour de la tache  $011_{\delta'}$ .
2. Notons également la présence de la réflexion  $04\bar{1}_{S11}$  et  $041_{S12}$  sur la direction  $[1\bar{1}0]_{\alpha}^*$  de la même coupe  $(100)_{\alpha}^*$  et ce, pour des orientations particulières de l'échantillon dans le porte-objet.

### **Remarques générales :**

#### **1. Taches de double diffraction :**

*Les travaux réalisés sur l'indexation du diagramme  $(100)_{\alpha}^*$  dans l'alliage ternaire, signalent l'existence de taches de double diffraction autour de la réflexion interdite  $011_{\alpha}$  [3]. Remarquons que sur les diagrammes expérimentaux que nous avons présentés pour l'alliage quaternaire, ces taches sont très faibles et souvent camouflées par le faisceau transmis, voire complètement absentes.*

#### **2. Influence de la morphologie sur les taches de diffraction de la phase S'/S :**

*Lorsque les précipités sont sous forme de fines plaquettes ou de fines aiguilles, ils produisent des traînées de diffraction perpendiculaires à la plus petite dimension du cristal. Ces traînées sont appelées les domaines de diffraction. Il existe une relation réciproque entre la longueur de ces domaines de diffraction et la plus petite dimension du précipité :*

$$\text{précipité : } t^* = \frac{\lambda L}{t}$$

*$t^*$  : longueur moyenne des domaines.*

*$t$  : épaisseur du précipité.*

*$\lambda L$  : constante du microscope dans les conditions de réalisation du diagramme.*

#### **3. La relation de zone :**

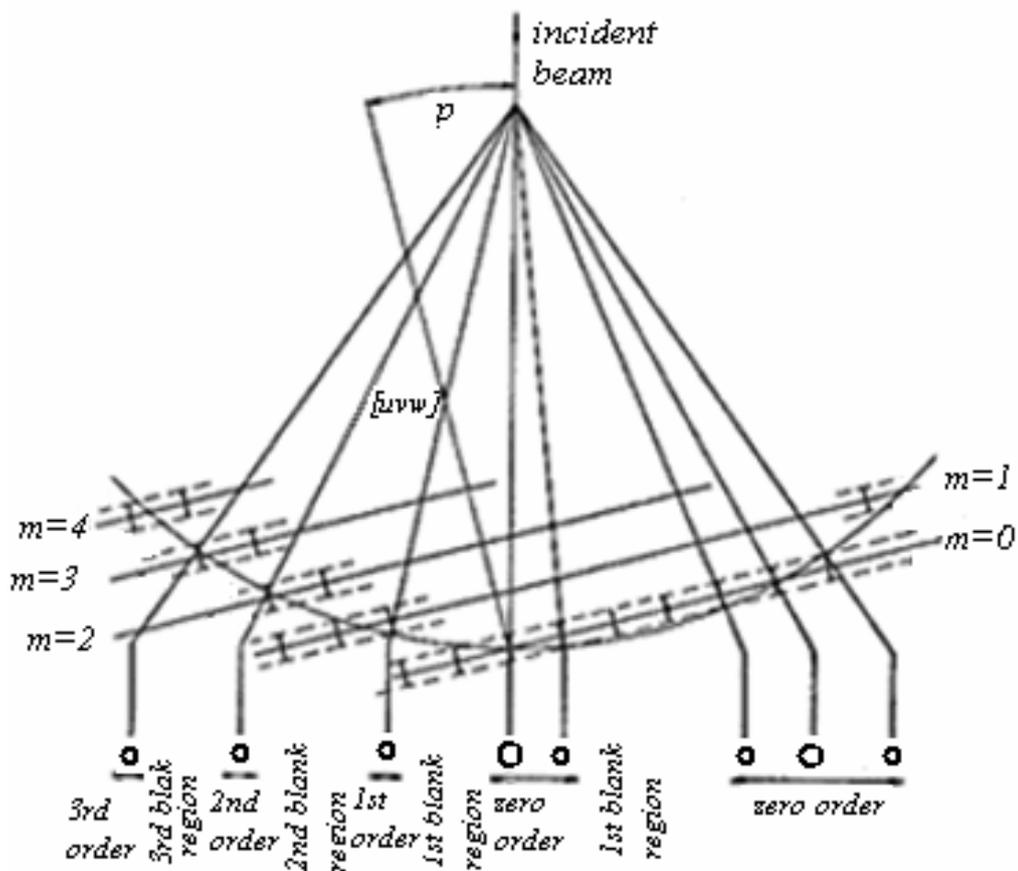
*Notons que la relation de zone d'ordre zéro :  $hu + kv + lw = 0$  est vérifiée pour les réflexions de tous les plans  $(\alpha, \delta', S'/S)$ , dans le cas de la coupe  $(100)_{\alpha}^*$ .*

*Concernant la coupe  $(112)_{\alpha}^*$ , la relation de zone d'ordre zéro est seulement vérifiée pour les phases  $\alpha$  et  $\delta'$  mais ne l'est pas pour les différents systèmes de S'/S.*

En fait, lorsque l'axe de zone  $[uvw]_{S'/S}$  des plans  $\{hkl\}_{S'/S}$  diffractants n'est pas rigoureusement parallèle à la direction des électrons incidents (ou à  $\vec{k}_0$ ), le diagramme de diffraction correspondant  $(uvw)^*$  n'est plus centrosymétrique : les zones de Laue, autres que celle correspondant à l'ordre zéro, sont visibles (Fig. IV-64) [78]. Dans ce cas, la relation de zone s'écrit :  $hu + kv + lw = \pm 1, \pm 2 \dots$

Par conséquent, il est possible qu'il y ait interférence de la zone zéro des phases  $\alpha$  et  $\delta'$  avec des zones d'ordre différent de zéro, appartenant aux différents systèmes de la phase  $S'/S$ . C'est probablement, ce qui se passe dans le cas de l'obtention du diagramme  $(112)^*_\alpha$ . Nous avons :

- Pour les phases ( $\alpha$  et  $\delta'$ ) :  $h \times 1 + k \times 1 + l \times 2 = 0$ .
- Pour les systèmes de  $S'/S$  :  $h'_i \times u'_i + k'_i \times v'_i + l'_i \times w'_i = \pm 1, \pm 2 \dots, i = 1 \text{ à } 12$ .



**Fig. IV-64** : Formation des zones de Laue. Les cercles vides représentent la position des taches de diffraction et la taille des cercles donne l'indication approximative d'intensité de la tache [78].

# *CONCLUSION*

## CONCLUSION

Le matériau utilisé dans cette étude est un alliage quaternaire Al-Li-Cu-Mg (Zr). Pour les traitements thermiques effectués (vieillessement artificiels), il contient différentes phases :  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ) cohérente et ordonnée,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (S'/S) semi-cohérente,  $\text{AlLi}$  ( $\delta$ ) incohérente et  $\text{Al}_3\text{Zr}$  ( $\beta'$ ) cohérente et ordonnée (de même paramètre que  $\delta'$  et la matrice  $\alpha$ ).

Les phases mises en évidence, sans ambiguïté, par le phénomène de diffraction électronique en transmission sont : la matrice ( $\alpha$ ),  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ) et  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (S'/S).

Les réflexions de la matrice  $\alpha$  de structure CFC sont facilement indexables. Pour la phase  $\text{Al}_3\text{Li}$  ( $\delta'$ ), parfaitement cohérente avec la matrice, il apparaît des taches de surstructure en plus des taches principales qui coïncident avec les taches de la matrice  $\alpha$ . Les réflexions de  $\text{Al}_3\text{Zr}$  se superposent rigoureusement à celles de  $\delta'$ .

Le but essentiel du présent travail est l'identification des taches diffractées par la phase orthorhombique  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (S'/S) sur les diagrammes de la phase mère CFC.

Deux diagrammes sont considérés tant du point de vue théorique que pratique:  $(100)^*_\alpha$  et  $(112)^*_\alpha$ .

Théoriquement, le calcul des coupes se base sur des relations d'orientation  $\alpha$ /(S'/S) fournies par la littérature. Il s'agit de déterminer, pour la phase orthorhombique, quels sont les plans cristallographiques qui peuvent se mettre en position de diffraction en même temps que des plans diffractants  $\{hkl\}_\alpha$  ayant pour axe de zone : soit  $[100]$ , soit  $[112]$ .

Pratiquement, nous avons tout d'abord, procédé à la reconnaissance des taches sur chacun des diagrammes considérés. L'indexation des réflexions de la phase S'/S s'effectue par comparaison avec les diagrammes théoriques calculés.

- ❖ Les résultats obtenus sont très satisfaisants pour le calcul et l'indexation des taches permises, pour tous les systèmes  $S_i$  de la phase S'/S, qui apparaissent sur le diagramme  $(100)^*_\alpha$ . L'indexation des taches de la phase S'/S sur le diagramme  $(100)^*_\alpha$  est confirmée par des champs sombres réalisés avec ces taches et montrant l'image de cette phase.
- ❖ En ce qui concerne la coupe  $(112)^*_\alpha$ , nous avons utilisé les matrices de transfert d'une phase à l'autre (dans leurs réseaux réciproques respectifs) ainsi que la projection stéréographique pour calculer les directions des systèmes  $S_i$  de S'/S, parallèles (ou presque parallèles) aux directions principales  $[1\bar{1}0]^*_\alpha$  et  $[11\bar{1}]^*_\alpha$  de

la coupe  $(112)_\alpha^*$ . Ensuite, nous avons indexé les réflexions permises contenues sur ces directions calculées pour les différents systèmes. Le diagramme total calculé contient (en plus des taches de la matrice  $\alpha$  et des taches de  $\delta'$ ), un ensemble de réflexions de la phase S'/S comparable au diagramme  $[(112)_\alpha^* + \delta' + S'/S]$  obtenu expérimentalement. Nous pensons que l'indexation des réflexions de S'/S sur la coupe  $(112)_\alpha^*$  est correcte, car les champs sombres réalisés avec des taches de S'/S mettent en évidence l'image de cette phase.

Le seul problème que nous avons rencontré ici, est le fait que les réflexions de S'/S obtenues sur la coupe  $(112)_\alpha^*$  ne vérifient pas la relation de zone d'ordre zéro. Quoi qu'il en soit, un tel travail nécessite énormément de manipulations sur le microscope afin de mettre bien "à plat" les plans du réseau réciproque de la phase S'/S pour les différents systèmes  $S_i$ . Ce qui permettra ensuite d'affirmer que les plans  $\{hkl\}_{S_i}$  diffractants sont rigoureusement "debout" dans le réseau direct, donc, que leurs axes de zones sont rigoureusement parallèles à  $[112]_\alpha$  et/ou au faisceau d'électrons incidents.

*REFERENCES*  
*BIBLIOGRAPHIQUES*

## ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

1. A. M. Zahra, C. Y. Zahra: Journal of thermal analysis., 1990, **36**, 1465-1470.
2. L. F. Mondolfo: 'Aluminum alloys, Structures and Properties', 1976, Butterworths and Co, London, 497-505.
3. S. C. Wang, M. J. Starink: Int Mater, 2005, **50**, 193-215.
4. K. Raviprasad, C. R. Hutchinson, T. Sakurai, S. P. Ringer: Acta Materialia, 2003, **51**, 5037–5050.
5. S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao: Scripta mater, 2006, **54**, 287-291.
6. L. Reich, S. P. Ringer, K. Hono: Phil Mag.Lett, 1999, **79**, 639.
7. N. Gao, L. Davin, S. C. Wang, A. Cerezo, M. J. Starink: Materials Science Forum, 2002, **396-402**, 923-928.
8. Y. A. Bagaryatsky: Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R., 1952, **87**, 559-562.
9. J. M. Silcock: J. Inst. Met., 1960, **88**, 357-364.
10. F. Cuisiat, Thèse de docteur-ingénieur, Université de Rouen, France, 1984.
11. S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear: Acta Mater, 1997,**45**,3731.
12. A. Charai, T. Walther., C. Alfonso, A. M. Zahra, C.Y. Zahra: Acta Mater, 2000, **48**, 2751.
13. P. Ratchev, B. Verlinden, P. De Smet, P. Van Houtte: Acta mater, 1998, **46**, 3523-3533.
14. k. Raviprazad, S, Moutsos: Metals Forum, 2004, **28**, 412-417.
15. O. Novelo-Peralta, G. González, G. A. Lara-Rodriguez: Materials Characterization, 2008, **59**, 773-780.
16. S. C. Wang, M.J. Starink: Mater Sci Eng A, 2004, **386**, 156-163.
17. L. Kovarik, M.K. Miller, S. A. Court, M. J. Mills: Acta mater, 2006,**54**, 1731-1740.
18. L. Kovarik, P. I. Goumna, C. Kisielowski, S. A. Court, M. J. Mills: Mater Sci and Eng A, 2004, **387–389**, 326–330.
19. SP. Ringer, K. Hono : Mater Charact, 2000, **44**, 101.
20. J. Yan, M. J. Starink, N. Gao: Mater Forum, 2004, **28**, 926-932.
21. S. P. Ringer, K. Hono, I.J. Polmear, T. Sakurai: Acta Mater, 1996, **94 – 95**, 253-260.
22. S. C. Wang, M. J. Starink: Acta Materialia, 2007, **55**, 933-941.
23. I. N. Khan, M. J. Starink, J. L. Yan: Acta Metal and Engineering A, 2008, **472**, 66–74.
24. H. Perlitz, A. Westgren: Arkiv. Kem. Mineral. Geol, 1943, **16**, 13.

25. C. Wolverton: *Acta mater*, 2001, **49**, 3129-3142.
26. J. I. Pérez-Landazabal, M. L. Nó, G. Madariaga: *Journal of Materials research*, 1997, **12**, 577-580.
27. Y. Gao, H. H. Hou, Q. F. Mo, C. Y. Wei, X. B. Qin: *Journal of alloys and compounds*, 2006, **17**, 155
28. J. Yan, L. Chunzhi, Y. Minggao: *J. Mater. Sci. Lett.*, 1990, **9**, 421.
29. T. V. Shchegoleva, N. N. Buynov: *Fiz. Metal. Metalloved*, 1967, **23**, 1026-1032.
30. H. Shih, N. Ho, J. C. Huang: *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, **27**, 2479–2494.
31. L. Kovarik, M. K. Miller, S. A. Court, M. J. Mills: *Acta Materialia*, 2006, **54**, 1731–1740.
32. A. A. Alekseyev, V. N. Anan'ev, L. B. Ber, E. Y. Kaputkin: *The Physics of Metals and Metallography*, 1993, **75**, 279.
33. C. Li, M. Yan: *Mater Sci & Eng*, 1983, **57**, 143.
34. V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen, Shiflet G. J: *Acta Mater.* 47 (1999) 3987-3997.
35. H. S. Kim, S. P Ringer: *Microsc Microanal*, 2005, **11**, 12.
36. G. B. Winkelman, K. Raviprazad, B. C. Muddle: *Acta Materialia* 2007, **55**, 3213-3228.
37. R. N. Wilson, P. G. Partidge: *Acta Met*, 1965, **13**, 1321-1327.
38. A. K. Gupta, P. Gaunt, M. C. Chaturvedi: *Phil. Mag.*, 1987, **55**, 375-387.
39. D. Khireddine, R. Rahouadj, M. Clavel: "The influence of  $\delta'$  and S' precipitation on low cycle fatigue behaviour in an aluminum alloy", *Acta Met*, 1989, **37**, N°1, 191-201.
40. Y. Jin, C. Z. Li, M. G Yan: *Mater. Sci. Lett.*, 1990, **9**, 421–424.
41. A. A. Alekseyev, S. G. Pavlenko: *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, 1978, **238**, 328-331.
42. F. Cuisiat, P. Duval, R. Graf: *Scripta Metall*, 1984, **18**, 1051-1056.
43. R. Wagner, R. Kampmann, in: R. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer (Eds.),  
*Material Science and Technology: A Comprehensive Treatment. Phase Transformations in Materials*, 1991, **5**, Wiley-VCH.
44. O. R. Myhr, Ø. Grong, H. G. Fjær, C. D. Marioara: *Acta Materialia*, 2004, **52**, 4997-5008.
45. A. Joshi: [www.metalwebnews.com/howta/alloys](http://www.metalwebnews.com/howta/alloys), Lithium Aluminum alloys –the new generation aerospace alloys.
46. M. j. Starink, A. J. Hobson, P. J. Gregson: *Materials Science and Engineering A*, 2000, **289**, 130-142.
47. M. j. Starink, P. Wang, I. Sinclair, P. J. Gregson: *Acta. Mater*, 1999, **47**, 3841-3853.
48. A. Gaber, N. Afify: *Appl. Phys.*, 1997, **65**, 57-62.
49. G. E. Thompson, B. J. Noble: *Inst. Met*, 1973, **101**, 111.
50. D. Z. Che, S. Spooner, J. J. Hoyt: *Acta Materialia*, 1997, **45**, 1167-1174.

51. J. H. Vander Merwe: *Mat Sci. Tec*, 1973, **2**, 1.
52. M. Ahmad , T. Ericsson: *Scripta Metallurgica*, 1985, **19**,457-462.
53. J. I. Pérez-Landazábal, M. L. Nó, G. Madariaga, V. Recarte, J. San: *Acta Mat*, 2000, **48**,1283-1296.
54. J. I. Pérez-Landazábal, M. L. Nó, V, Recarte, J. San Jun: *Mater Sci. Eng*, 1998, 249, 241-248.
55. M. J. Starink, P.J. Gregson: *Mater Sci.*, 1996, **217-222**, 673-678.
56. P. Sainfort: Thèse de Docteur ingénieur, Instit National Polytechnique de Grenoble, 1985.
57. R. Poduri, L. Q. Chen: *Acta Mater.*, 1998, **46**, 3915.
58. P. J. Gregson, H. M. Flower: *Jr Mater Sci. Lett*, 1984, **3**, 829-834.
59. B. Dubost, P. Sainfort: "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium", traités Matériaux métallique **M240**, édité par les Techniques de l'ingénieur, 1991.
60. L. Davin, A. Cerezo1, N. Gao, M. J. Starink: *Surface and Interface Analysis*, 2004, **36**, 589-593.
61. A. Luo, D. J. Lloyd, A. Gupta, W.V. Youdelis: *Acta Met*, 1993, **41**, 769-776.
62. E. Janot, E. Meyer, E. Dubost, I. S. Dieudonne, Voreppe, 27 Janvier 1986.
63. W.S. Miller, J. While, D. J. Lloyd, In" Aluminum alloys, their physical and Mechanical Properties", 1986, **3**. EMAS, 1799.
64. R. E. Crooks, E. A. Starke: *Met. Tran. A.*, 1984, **15A**, 1367-1377.
65. D. Khireddine-Thabet, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Technologie de Compiègne (France), 1990.
66. J. Majimel, G. Molenat, F. Danoix, , D. Blavette, G. Lappasset, M. J. Casanove: *Mater Sci Forum*, 2002, **239-402**,1025.
67. H. Octor, E. Bouchaud, G. Lappasset: *la Recherche Aérospatiale*, 1996, **5-6**, 93-407.
68. M. j. Starink, P. J. Gregson: *Scripta Met.*, 1995, **33**, 893-900.
69. K. S. Ghosh, K. Das, U. K. Chatterjee: *Mater Sci*, 2007, **42**, 4276-4290.
70. P. J. Gregson, H. W. Flower: *Acta. Met*, 1985, **33**, 527-537.
71. J.. M. Papazian, C. Sigli, J. M. Sanchez: *Scripta Met.*, 1986, **20**, 201.
72. N. Benaskeur: Thèse de Magister, Université de Constantine, 2002.
73. D. G. Eskin: *Mater Sci*, 2003, **38**, 279-290.
74. M. J. Starink, N. Gao , N. Kamp, S. C. Wang, P. D. Pitcher, I. Sinclair: *Materials Science and Engineering A*, 2006, **418**, 241-249.
75. N. Kamp, M. J. Starink, I. Sinclair, N. Gao, P. J. Gregson, P. D. Pitcher, S. Gardiner: *Materials Forum*, 2004, **28**, 396-375.

76. C. B. Zang, W. Sun, H. Q. Ye: Mag. Lett, 1989, **59**, 265-271.

77. <http://cecm.insa-lyon.fr/CIOLS/crystal1.pl>.

78. K. W. Andrews, D. J. Dyson, S. R. Keown: "Interpretation of electron diffraction patterns", Acta Cryst, Second edition, ADAM HILGER LTD. London, **A28**, 682.

# *RESUME*

# Contribution to the study of diffraction diagrams obtained by transmission electron microscopy of the phase S'/S (Al<sub>2</sub>CuMg) in a matrix of aluminum: theoretical and practical aspects

## *Summary*

The main purpose of this work is indexing spots obtained by diffraction microscopy transmission of S'/S (Al<sub>2</sub>CuMg) phase on a diagram of the matrix. This phase appears in a quaternary alloy Al-2, 7% Li-1, 4% Cu-1% Mg (Zr) type 8090, aged at 190°C and at 210°C. The bibliographic study provides orientation relationships between the S'/S phase with orthorhombic structure and the  $\alpha$  phase (of aluminum) with CFC structure.

The use of these relationships leads to calculate transfer matrix reciprocal network from one phase to the other one. The calculation shows the existence of twelve different systems of the S'/S phase, which may diffracted on a diagram of  $\alpha$  phase. A detailed examination of these systems has been used to indexing visible S'/S reflections on the chosen experimental diagrams  $(100)^*_\alpha$  and  $(112)^*_\alpha$ . The results of theoretical diagrams [ $(100)^*_\alpha$  + S'/S spots] or [ $(112)^*_\alpha$  + S'/S spots] seem to agree with the experimental results. TEM dark-field pictures of S'/S phase have been realized to verify and to confirm indexing.

**Keywords:** 8090 Alloy, Al<sub>2</sub>CuMg (S'/S) Phase, TEM diffraction, Reciprocal Network, Dark field image, crystallographic orientation relationship.

# **Contribution à l'étude des diagrammes de diffraction obtenus par microscopie électronique en transmission de la phase S'/S (Al<sub>2</sub>CuMg) dans une matrice d'aluminium: aspects théorique et pratique**

## **RESUME**

Le but principal de ce travail est l'indexation des taches de diffraction obtenues par microscopie électronique en transmission de la phase S'/S (Al<sub>2</sub>CuMg) sur un diagramme de la phase  $\alpha$  d'aluminium. Cette phase S'/S apparaît dans un alliage quaternaire Al-2,7%Li-1,4%Cu-1%Mg (Zr) du type 8090, vieilli à 190°C et à 210°C. L'étude bibliographique fournit des relations d'orientation entre la phase S'/S de structure orthorhombique et la phase  $\alpha$  (d'aluminium) de structure CFC.

L'utilisation de ces relations d'orientation permet de calculer des matrices de transfert du réseau réciproque d'une phase vers le réseau réciproque de l'autre phase. Le calcul montre l'existence de douze systèmes différents de la phase S'/S qui peuvent diffracter sur un diagramme donné de la phase mère. L'examen détaillé de ces systèmes nous a permis d'indexer des réflexions de S'/S visibles sur les diagrammes expérimentaux  $(100)^*_\alpha$  et  $(112)^*_\alpha$  choisis.

Nous signalons qu'il y a une bonne corrélation entre les résultats théorique des diagrammes [ $(100)^*_\alpha$  + taches de S'/S] ou [ $(112)^*_\alpha$  + taches de S'/S] et les différentes réflexions observées sur les diagrammes expérimentaux des mêmes coupes. Des images en champ sombre de la phase S'/S ont été réalisées afin de vérifier et de confirmer l'indexation.

**Mots clés** : Alliage 8090, Phase Al<sub>2</sub>CuMg (S'/S), Diffraction par MET, Réseau réciproque, Image en champ sombre, Relation d'orientation cristallographique.

