

**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 :**

Présenté Pour Obtenir Le Diplôme De Magister

**Spécialité :** Sciences Des Matériaux

**Option :** METALLURGIE

**THEME :**

*Etude du Vieillissement des alliages Superplastiques*

Par :

**Benzouai Khalida**

Soutenu le..... / ...../2011

Devant le Jury :

Président :	S. Achour	Prof.	Université Mentouri-Constantine
Rapporteur :	R.Amichi	M.C.	Université Mentouri-Constantine
Examineurs :	M. Benabdoun	Prof.	Université Mentouri-Constantine
	M. Boucheur	Prof.	Université Mentouri-Constantine

## **A mes parents**

Aux êtres qui me sont les plus chers

Devant tous les sacrifices que vous avez consentis pour moi, aucune  
dédicace ne saurait exprimer la grandeur des sentiments  
que j'ai pour vous.

Comment pourrais-je vous dédier un travail qui est le vôtre.

Puisse dieu m'aider pour que je vous comble à mon tour.

## **A mes Frères**

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

**A tous ceux qui ont contribué à ma formation**

**Je dédie ce travail...**

*Khalida Benzouai*

## ***Remerciements***

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Microstructures et défauts des matériaux (LMDM), Département de physique de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine.

Je tiens à adresser toute ma gratitude à M<sup>me</sup> **Amichi Rachida**, Maître de conférence à l'université de Mentouri Constantine, pour son encadrement durant deux années et pour tous les conseils qu'elle m'a apporté, malgré sa charge croissante de responsabilité.

Je remercie Monsieur **S.Achour**, Professeur à l'université de Mentouri Constantine, d'avoir accepté la présidence du jury.

Je tiens à remercier Messieurs **M.Boucheur et M. Benabdoun**, Professeurs à l'université de Mentouri Constantine, d'avoir participé au jury de soutenance.

Ce travail n'aurait pas pu être réalisé sans l'aide de nombreuses personnes ingénieurs et doctorants du laboratoire de transformation de phase qui m'ont aidé dans la réalisation de certaines mesures expérimentales.

Je tiens à témoigner plus particulièrement ma gratitude à monsieur **Djamel Hamana**, Professeur et directeur de ce laboratoire et les doctorants **Loubna, Rahal Badiss et Abdel Malek** l'ingénieur de ce laboratoire.

Je tiens à souligner l'excellence ambiance qui a toujours régné au sein de notre laboratoire. A ce titre j'adresse mes plus sincères remerciements à Bourahla Smain, Ayad Abdelhak, Ayadi Merieme, Moulla Fatima, Derrouiche Afifa pour leur soutien et leurs conseils ainsi que mes amis, Daas Sabrina, Gharbi Amina, Rahal Badiss, Kharfi Samia, Benmicia Nedjwa, Kh. Meriem.

Je remercie toute ma famille, et d'une façon particulière mes parents, pour leur encouragement et leur soutien aussi bien moral que matériel dans l'accomplissement de ce travail.

Enfin merci, à tous mes camarades de promotion et en particulier à mes collègues de Science des matériaux.

# *Sommaire*

Introduction.....	- 2 -
-------------------	-------

## **CHAPITRE I : Le comportement superplastique**

I.1. Bref historique .....	- 4 -
I.2. Définition .....	- 4 -
I.3. Conditions de comportement superplastique.....	- 5 -
I.3.1. Température .....	- 5 -
I.3.2. Vitesse de déformation.....	- 5 -
I.3.3. La taille des grains.....	- 5 -
I.4. Loi de comportement superplastique.....	- 6 -
I.5. Phénoménologie:.....	- 7 -

## **CHAPITRE II: Matériaux superplastiques**

II.1. Généralités .....	- 10 -
II.2. Les alliages superplastiques .....	- 10 -
II.3. Les alliages d'Aluminium-Lithium Al-Li .....	- 11 -
II.3.1. La composition Chimique des différents types des alliages d' Al-Li.....	- 12 -
II.3.2. Effet des éléments d'addition.....	- 13 -
II.3.3. Propriétés mécaniques .....	- 14 -
II.3.4. Séquence du Précipitation dans les alliages Al-Li.....	- 15 -
II.3.5. Applications .....	- 19 -

## **Chapitre III : Recristallisation des alliages Superplastiques**

III.1. Introduction.....	- 21 -
III.2. Recristallisation statique.....	- 22 -
III.3. Recristallisation dynamiques .....	- 23 -
III.4. Rôle des particules secondaires sur la recristallisation .....	- 25 -

## **CHAPITRE IV : Vieillessement des alliages Superplastique**

IV.1. Définition .....	- 28 -
IV.1.1. Vieillessement naturel.....	- 28 -
IV.1.2. Vieillessement artificiel .....	- 28 -
IV.2. Influence du vieillessement sur les propriétés mécaniques des alliages superplastiques.....	- 28 -
IV.3. L'effet du vieillessement sur le processus du précipitation des alliages Al-Li.....	- 30 -

## **CHAPITRE V: Etude expérimentale**

V.1. Matériau étudié .....	- 36 -
V.2. Traitements thermiques effectués.....	- 37 -
V.3. Echantillonnage .....	- 37 -
V.4. Techniques expérimentales utilisées.....	- 38 -
V.4.1. Diffraction des rayons X.....	- 38 -
V.4.2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	- 41 -
V.4.3. Microscopie Optique .....	- 43 -
V.4.4. Microscope électronique à balayage (M.E.B) .....	- 44 -
V.4.5. Essais de microdureté .....	- 46 -

## **CHAPITRE VI : Résultats**

VI.1. L'étude de la structure et de la précipitation par Rayons X.....	- 49 -
VI.1.1. Etat brut .....	- 49 -
VI.1.2. Etats vieillis .....	- 49 -
VI.2. Micro dureté – HV .....	- 60 -
IV.3. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	- 61 -
VI.4. Etude métallographique et microscopique.....	- 63 -

VI.4.1.	Microscopie optique et Microscope électronique à balayage .....	- 63 -
---------	---	--------

## **CHAPITRE VII : Discussions**

VII.1.	Effet du vieillissement Naturel .....	- 70 -
VII.1.1.	Influence du temps sur la recristallisation et précipitation .....	- 70 -
VII.1.2.	Influence de la température sur la recristallisation et précipitation .....	- 70 -
VII.2.	Effet du vieillissement artificiel.....	- 71 -
VII.2.1.	L'évolution de la structure .....	- 71 -
VII.2.2.	L'étude du processus de précipitation de l'alliage.....	- 71 -
Conclusion	.....	- 74 -
Annexe	.....	- 82 -

# *Introduction*



### **Introduction**

Les Alliages d'aluminium, en particulier les alliages d'aluminium lithium constituent les matériaux importants dans l'industrie automobile et aéronautique. Le lithium est le troisième élément le plus léger dans la classification périodique. L'addition du lithium dans l'aluminium n'est pas nouvelle mais les précédents alliages n'étaient pas assez attractifs du point de vue propriétés mécaniques. Alcan développe alors une nouvelle génération d'alliages d'aluminium lithium pour l'aéronautique possédant des propriétés mécaniques similaires aux alliages d'aluminium utilisés mais avec une diminution de la densité d'environ 5%, et du poids de 500kg pour une structure de 10000kg.

Ces alliages présentent un comportement superplastique. Un des pré-requis du comportement superplastique des matériaux est lié à une structure à grains fins et équiaxes. Cette structure peut être obtenue par recristallisation statique (avant la déformation) ou par recristallisation continue dite dynamique (durant les premiers stades de déformation).

Il est important de noter que les phases présentes dans les matériaux jouent un rôle dans le développement de cette structure et surtout dans la rétention du grossissement du grain néfaste sur les propriétés mécaniques plus particulièrement au cours de la déformation superplastique.

L'objectif de ce travail concerne l'influence du vieillissement sur l'évolution de la structure en vue de développer un polycristallin avec la taille adéquate pour un comportement superplastique ; aussi que sur le rôle des phases dans le développement et la rétention d'une microstructure à grains fins.

Le présent mémoire comporte une introduction et quatre chapitres. Le premier chapitre décrit le comportement superplastique. Celui-ci est suivie d'un deuxième chapitre présentant des notions générales sur les matériaux superplastiques en particulier les alliages d'aluminium –lithium. Le troisième chapitre décrit la recristallisation dans les matériaux superplastiques. Le quatrième chapitre est consacré au vieillissement des alliages Superplastiques.

Les techniques expérimentales de caractérisation et d'observation utilisées ; telles que la diffraction des rayons X, l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) le microscopie optique, le microscopie optique, la microdureté sont décrites dans le cinquième Chapitre.

Le sixième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques de caractérisation. La discussion des résultats obtenus fait l'objet du septième chapitre.

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

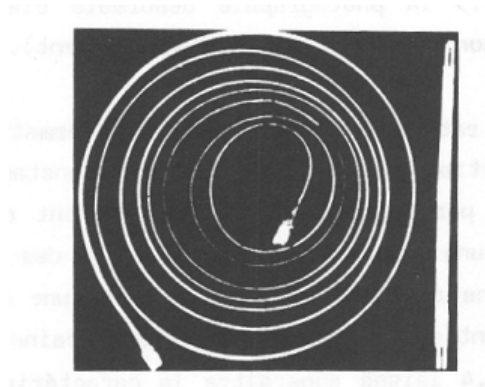
# *CHAPITRE I*

## *Le comportement superplastique*

**I.1.Bref historique**

L'invention de la superplasticité fut entre 1920 et 1930, lorsque Bing Ham, Jenkins puis Pearson réussissent à atteindre des déformations de plusieurs centaines de pourcent [1]. Les alliages concernés sont les alliages binaires Pb-Sn, Bi-Sn et ternaires Zn-Al-Cu. Ce qui explique qu'à l'époque, cette curiosité métallurgique n'a pas été traduite par aucune application industrielle. En 1962 UnderWood [2] fait connaître en occident les résultats des recherches menées par des équipes russes [3- 5].

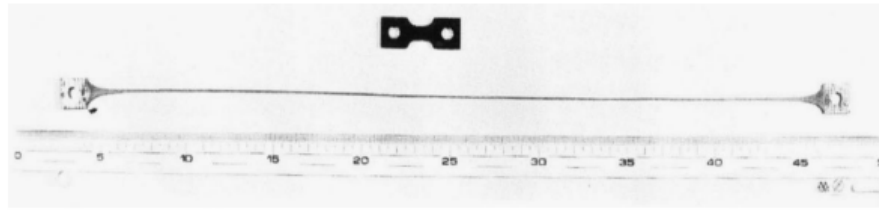
Un allongement d'environ 1950% a été observé au cours de la déformation superplastique lors d'un essai de traction de l'alliage représenté dans la Figure I.1 [1]



**Figure I.1** : Eprouvette de traction de l'alliage eutectique Pb-Sn.  
Allongement 1950% [1]

**I.2.Définition**

La superplasticité est l'aptitude de certains matériaux polycristallins à grains fins, pouvant subir une déformation plastique étendue provoquée par une traction dans des conditions de charge (pression) et de température adéquate spécifique, sans apparition de striction avant la rupture. Les allongements dépassent plus de 100% .Aujourd'hui, le record du monde est de 8000% Figure I.2 [6]



**Figure I.2 :** Record du monde de traction uni axiale de l'alliage Al-Cu [6].

### **I.3.Conditions de comportement superplastique**

#### **I.3.1.Température**

Un matériau ne peut avoir un comportement superplastique que dans une plage de température bien définie. La température minimale est de l'ordre de la moitié de la température de fusion du matériau [7].

#### **I.3.2.Vitesse de déformation**

La déformation superplastique est observée pour de faibles vitesses de déformations. Elles sont généralement comprises entre  $10^{-5}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

#### **I.3.3.La taille des grains**

Les matériaux superplastiques ont une structure à grain fin. La taille de grains est comprise environ entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ . Dans les matériaux métalliques monophasés, les structures à grains fins sont généralement très instables. La déformation superplastique ne peut alors être prolongée dans le temps et ne présente donc guère d'intérêt. Pour pallier cet inconvénient, certains alliages dits "quasi-monophasés" comportent aux joints de grains de la matrice une fine distribution de précipités destinée à empêcher le grossissement des grains. De nombreux alliages présentent cette caractéristique parmi lesquels l'alliage Sn- 1%Bi, et les alliages d'aluminium. Dans les alliages biphasés, la notion de taille de grain est un peu plus ambiguë. Paton et Hamilton [8] ont montré qu'il était nécessaire de prendre alors en compte la distribution de la taille des grains et leur morphologie. La croissance des grains d'une phase est inhibée par les grains de l'autre phase et réciproquement. On citera dans cette catégorie les alliages eutectiques et l'alliage de titane Ti- 6%Al - 4%V.

### 1.4. Loi de comportement superplastique

Il existe de très nombreux modèles pour le comportement des matériaux dans le domaine superplastique. Ils peuvent être basés sur une approche phénoménologique (micro-modèles) ou sur des analyses qualitatives (macro-modèles).

Seuls quelques modèles, basés sur des analyses qualitatives, sont présentés car ils sont très largement utilisés pour la simulation numérique du comportement superplastique.

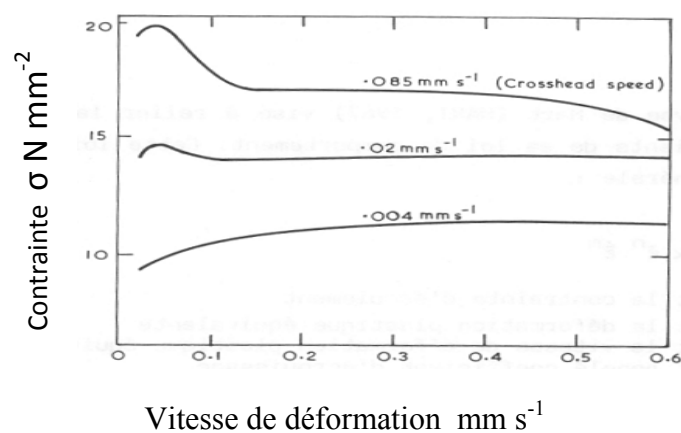
Les principaux modèles sont élaborés par Chandra [9].

Le comportement superplastique est couramment modélisé par la relation suivante :

$$\sigma = k \dot{\epsilon}^m \quad \text{I.1}$$

$\sigma$  est la contrainte ;  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation ;  $m$  est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ;  $k$  est une constante qui dépend de plusieurs paramètres dont la température et la taille des grains.

Les courbes rationnelles (contrainte/déformation) enregistrées lors d'un essai de traction à vitesse de traverse constante ont l'allure caractéristique donnée par la Figure 1.3, et montrent que l'écroutissage reste faible. Ceci est une caractéristique générale des matériaux superplastiques, bien que dans certains cas, on constate une augmentation de la contrainte d'écoulement due au grossissement des grains ou des phases. D'autre part, elle montre la sensibilité élevée de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation [10].



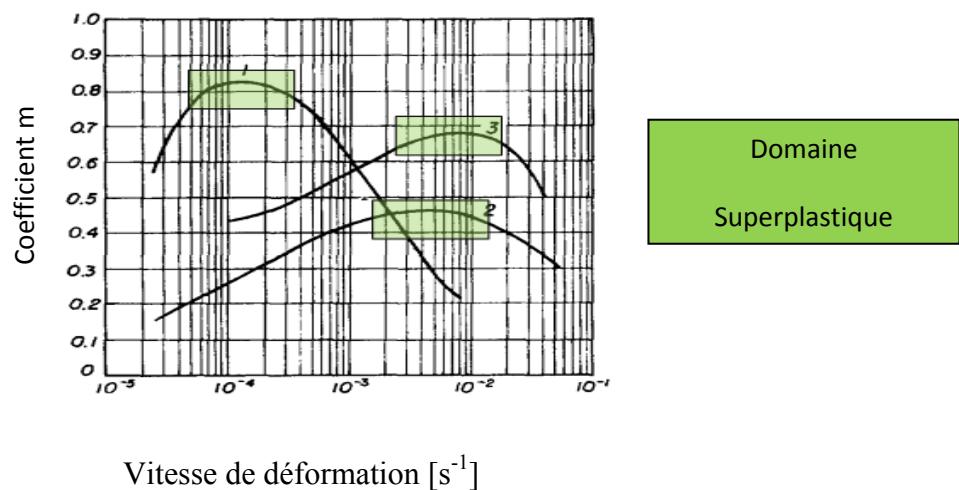
**Figure I.3 :** Courbes de traction rationnelles obtenues sur éprouvettes de Zinc de pureté commerciale pour différentes vitesses de traversé [10]

❖ **Le coefficient m :**

Le coefficient m est donné par la relation (I.2),

$$m = \frac{\partial(\ln \sigma_{eq})}{\partial(\ln \dot{\epsilon})} \quad \text{I.2}$$

Il représente un paramètre de première importance dans la caractérisation de la déformation superplastique [9]. Pour un comportement superplastique la valeur de coefficient m est en général supérieur à 0.5 [11]. La Figure I.4 montre la relation entre la valeur du coefficient m et la vitesse de déformation pour quelques matériaux superplastiques. La valeur de m décroît avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

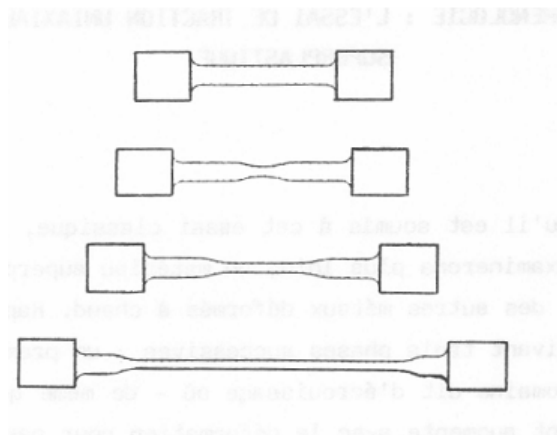


**Figure I.4 :** Variation de m en fonction de la vitesse de déformation

1- Ti-6Al-4V [12], 2 – Sn-5Pb [13], 3 - Al-Cu eutectique [14]

**I.5. Phénoménologie:**

Dans le cas d'un matériau superplastique, la phase de consolidation plastique est en général absente. L'instabilité géométrique se manifeste alors de façon précoce et donne lieu à un allongement régulier très important, par simple étirement du faible étranglement initialement apparu schématisé sur la Figure I.5. En d'autres termes, il n'y a plus de localisation de la déformation comme dans le phénomène de striction classique mais une succession de strictions avec délocalisation du défaut à chaque fois [15].



**Figure I.5 :** Différents stades de la déformation d'une éprouvette à comportement superplastique [15].



# *CHAPITRE II*

## *Matériaux Superplastiques*

## **II.1.Généralités**

Les matériaux métalliques sont encore très présents dans les produits manufacturés et leur utilisation est souvent incontournable en particulier lorsque les critères de tenue mécanique sont prépondérants. On peut ainsi les retrouver dans de nombreux domaines comme les transports, l'électroménager, l'énergie, l'habitat...

Le « découpage –emboutissage » prend la deuxième place, en chiffre d'affaire dans le secteur du travail des métaux surtout dans l'industrie automobile. Le développement et/ou l'amélioration des procédés de mise en forme des tôles est un enjeu majeur pour répondre à l'évolution des contraintes fonctionnelles des produits. La superplasticité peut répondre à ces exigences ; d'où l'importance et la nécessité de développement des matériaux superplastiques [16].

## **II.2.Les alliages superplastiques**

Les matériaux présentant un comportement superplastique appartiennent à l'une des catégories suivante [17]:

- Les alliages quasi-monophasés ayant une fine distribution de précipité aux joints de grain qui freine leur grossissement.
- Les alliages biphasés à structure micro duplex, ou Deux phases en proportion sensiblement équivalente .
- Les alliages eutectiques ou eutectoïdes, ou le grossissement des grains est inhibé par la dispersion importante de la deuxième phase.

Aujourd'hui, il y a seulement deux familles d'alliages présentent un intérêt pour les applications industrielles. Il s'agit des alliages d'aluminium ainsi que les alliages de titane [17].

**II.3. Les alliages d'Aluminium-Lithium Al-Li****❖ Historique des alliages d'aluminium contenant du lithium**

Les alliages d'aluminium, contenant du lithium, sont attractifs pour les applications aéronautiques parce qu'ils présentent une densité plus faible et un module d'élasticité supérieur ou égal aux alliages d'aluminium à haute résistance tels que Al-Cu et les Al-Zn-Mg-Cu. Chaque pourcentage massique de lithium (1%) diminue la densité de l'alliage d'environ 3% et augmente le module de Young d'environ 6% [18-20].

La première génération d'alliages légers fut développée aux USA puis en URSS aux cours des années 50 et 60 respectivement. Quand à la seconde génération, elle fut développée durant les années 70, 80. Les principaux alliages légers de cette seconde génération sont développés par les Russes. Ils sont désignés principalement pour des applications militaires. Ils ne sont pas utilisés dans le domaine des applications commerciales à "grande" diffusion ; car ils présentaient une anisotropie des propriétés mécaniques excessive ainsi qu'une ténacité et une résistance à la corrosion sous contrainte trop faibles. Ces alliages de l'ancienne génération contiennent plus de 2% massique de lithium.

Aujourd'hui, les fluctuations du prix du pétrole restent un sujet d'inquiétude, à cela s'ajoute l'impérieuse nécessité de limiter le rejet de gaz à effet de serre. L'industrie aéronautique et ses fournisseurs s'orientent pour ces deux raisons vers l'utilisation de matériaux plus légers et développent une troisième génération d'alliages d'Aluminium-Lithium. A titre d'exemple, une nouvelle version désignée par AA2295, est utilisée dans la navette spatiale américaine (U.S. Space Shuttle Super-Light Weight Tank), remplaçant une ancienne version désignée par AA2219, apportant une réduction de poids de 400kg sur les 27000kg [19]. Les alliages de la nouvelle génération contiennent seulement 1% à 1,5% massique de lithium et ne semblent pas souffrir des mêmes limitations techniques que leurs prédécesseurs.

Le premier alliage de la nouvelle génération est le Weldalite 049 désigné par (AA2094). Trois autres alliages de la troisième génération sont représentés par les nomenclatures AA2096, AA2097 et AA2197. Ces derniers contiennent une petite quantité

de magnésium (Mg) pour améliorer la résistance à la corrosion sous contrainte et du manganèse (Mn) pour prévenir la déformation localisée [19].

Les nouveaux alliages Al-Li ont également des propriétés de fatigue améliorées. De plus bien qu'ils sont plus chers que les alliages conventionnels, ils présentent une durée de vie plus grande donc ils sont plus économiques. Il est démontré que L'alliage désigné par AA2098a présente une durée de vie six fois supérieure à celui désigné par AA2024 utilisé dans le fuselage des avions militairesUSF16 [19].

Dans le passé les alliages d'aluminium contenant du lithium ont été peu développés à l'échelle commerciale. Ils ont été abandonné puisqu'ils présentent une anisotropie des propriétés mécaniques, une l'élaboration difficile et une homogénéité de Li dans le lingot difficile à assurer. De plus ces alliages sont plus chers. La baisse de prix du pétrole est aussi une des raisons de leur abandon. Aujourd'hui, une nouvelle technique d'addition de Li, plus performante, donne un nouveau essor au développement des alliages d'Al-Li [20].

### II.3.1.La composition Chimique de déférents type des alliages Al-Li

La composition Chimique des alliages d'Al-Li est représentée dans le tableau II.1 suivant :

Composition							
Série	Alliage	Li	Cu	Zr	Mg	Ag	Al
Commercial	Weldate049	1.30	5.40	0.14	0.40	0.40	Bal
	1441	1.90	2.0	0.09	0.90	-	Bal
2000	2090	2.20	2.70	0.12	-	-	Bal
	2091	2.00	2.10	0.10	-	-	Bal
	2099	1.66	2.30	0.08	0.20	-	Bal
8000	8090	2.45	5.4	0.14	0.6	-	Bal
	8091	2.40	2.00	0.70	0.15	-	Bal

**Tableau II.1:** Teneur en éléments d'additions en poids [21-23,24]

**II.3.2.Effet des éléments d'addition****❖ L'addition du lithium**

L'addition du lithium à l'aluminium donne une réduction importante au poids. 1% du lithium réduit la densité de 3% et augmente le module d'élasticité de 5 % (White 2008). La résistance à la fatigue de croissance des fissures dans les alliages Al-Li est généralement très élevée [24].

**❖ L'addition du cuivre**

L'addition du cuivre dans les alliages Al-Li, donne une augmentation module d'élasticité. Cette augmentation du module d'élasticité s'accompagne d'une diminution de l'énergie de rupture [25].

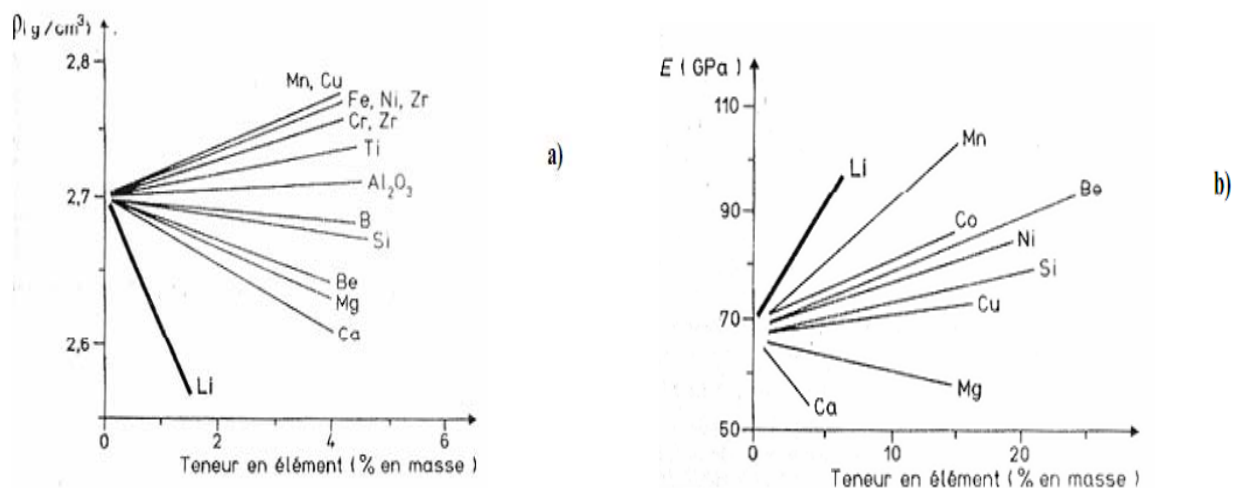
**❖ L'addition du magnésium**

L'addition du magnésium diminue la solubilité du lithium et d'autres éléments dans l'aluminium [26]. Elle favorise la précipitation de particules fines telles qu' $Al_3Li$ ,  $Al_3Zr$  et  $Al_6Cu$  (Li, Mg)<sub>3</sub>. De plus elle réduit la taille des grains. [27].

**❖ L'addition du zirconium**

IL faut remarquer que la concentration du zirconium dans les alliages Al-Li est toujours faible. L'augmentation de la teneur en Zr au-dessus de 0.2 % est responsable d'une réduction majeure de la taille des grains qui influe sur la dureté [28].

La figure II.1 présente l'influence des différents éléments d'addition sur la densité et le module de Young.



**Figure II.1 :** Influence des différents éléments d'addition sur a) la densité b) le module de Young [29]

**II.3.3. Propriétés mécaniques**

Le tableau II.2 résume quelques propriétés mécaniques des alliages Al-Li

Propriétés mécaniques	2090	2091	<b>8090</b>
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2.59	2.58	<b>2.55</b>
Température de fusion (°C)	560-650	560-670	<b>600-655</b>
Modules Élastique, (GPa)	76	75	<b>77</b>
Conductivité Thermique en 250°C (W/m-k)	84-92.3	84	<b>93.5</b>

**Tableau II.2 :** Propriétés mécaniques des alliages d'Al-Li [22]

**II.3.4.Séquence du Précipitation dans les alliages Al-Li****❖ Précipitation**

Le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente [30], dont l'une à une structure proche de la phase initiale (la matrice) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.

Le processus de précipitation à partir des solutions solides sursaturées dans les alliages métalliques fait intervenir les phénomènes de diffusion. Il y a généralement la précipitation homogène ou «continue», la précipitation hétérogène «discontinue» et la précipitation dynamique.

**❖ Précipitation continue**

La précipitation homogène (continue) résulte des mécanismes mettant en jeu simultanément, tout au long de la transformation, l'ensemble des atomes concernés. Une des caractéristiques de la transformation continue est la variation continue du paramètre de réseau de la phase mère durant le vieillissement [31]. La précipitation continue est caractérisée par une croissance relativement lente des cristaux individuels alors que les cristaux de la matrice conservent leur structure avec un changement continu de la concentration. La précipitation est continue lorsque la saturation des cristaux mixtes métastables est faible.

**❖ Précipitation discontinue**

La précipitation discontinue représente une réaction à l'état solide dont laquelle une solution solide sursaturée  $\alpha_0$  est remplacée par une structure cellulaire composée de lamelles alternées  $\alpha$  et  $\beta$  correspondant à la réaction  $\alpha_0 \rightarrow \alpha + \beta$ , où,  $\alpha$  est la phase appauvrie en atome de soluté et ayant le même réseau de structure que la phase mère  $\alpha_0$  et  $\beta$  est la phase précipitée riche en atome de soluté [32].

De ce fait, pratiquement toute la précipitation en milieu solide est hétérogène. La germination se fait toujours sur des défauts du réseau cristallin. Ils sont soit ponctuels (lacunes), linéaires (dislocations), ou planaires (joints de grains, interfaces de précipités existants). Alors que la précipitation homogène ne garde pas de trace des défauts sur

lesquels elle a germé par opposition à la précipitation hétérogène dont les sites de germination sont pérennes (comme les dislocations) [33].

### ❖ Précipitation dynamique

La précipitation dynamique a lieu lors de la déformation. L'influence de cet dernier est difficile à estimer puisque d'un côté la précipitation peut être accélérée à cause du transport de soluté par les dislocations et d'un autre côté, la déformation peut déstabiliser les précipités par cisaillement. Cependant les mécanismes de la précipitation dynamique restent encore inconnus.

### ❖ Le système binaire Al-Li

Dans la plupart des alliages binaires Al-Li la décomposition de la solution solide donne lieu à la formation d'une phase métastable  $\delta'$  et la phase stable  $\delta$ .



### ❖ Le système Ternaire

#### ◆ Al-Li-Cu

Les Alliages ternaires Al-Li-Cu contenant 1,7% Li montrent un comportement similaire à celui des alliages binaires. L'instabilité de la propriété mécanique est due à la précipitation continue des zones GPB [37,38].

Les alliages Al-Cu-Li présentent une autre particularité à savoir une précipitation complexe notamment avec la formation des précipités  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ . Les précipités  $T_1$  ont une structure Cristallographique hexagonale et se développent sous forme de plaquettes sur les plans  $\{111\}$  de la matrice aluminium qui sont aussi les plans de glissement actifs Lee et al [39].

#### ◆ Al-Li-Mg

Les différentes phases d'équilibre présentes dans ce système sont les phases hétérogènes  $\text{Al}_2\text{MgLi}$ ,  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ , et  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [40-42].



❖ **Le système quaternaire Al-Li-Cu-Mg**

Dans ce système les séquences de précipitations sont compliquées car les phases d'équilibre dans l'alliage quaternaire AL-Li-Cu-Mg dépendent de la concentration relative des éléments d'addition [43,44]. Le rapport en teneur de ces éléments mène à la formation de différents précipités tels que  $\delta'$  ( $Al_3Li$ ),  $\delta$  ( $AlLi$ ),  $S'$  ( $Al_2CuMg$ ),  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ),  $T_2$  ( $Al_6 Cu (LiMg)_3$ ),  $\beta$  ( $Al_3Zr$ ) Le tableau II.3 résume les caractéristiques des différents précipités formés dans ces alliages.

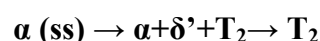
phas e	Composition Stœchiométri e	Structure	Cohérenc e	Plan de Cohérenc e	Morphologi e	T <sub>f</sub> °C
$\delta$	AlLi	Cubique	Semi- Cohérente	-	Sphérique	≈55 0
$\delta'$	$Al_3Li$	Cubique	Cohérente	(111)	Sphérique	-
$\theta'$	$Al_2Cu$	Tetragonale	Cohérente	-	Sphérique	-400
$T_1$	$Al_2CuLi$	Hexagonale	Cohérente	(111)	Lamellaire	520
$S'$	$Al_2CuMg$	Orthorhombiqu e	Non- Cohérente		irrégulière	-
$\beta$	$Al_3Zr$	Cubique	Cohérente	(100)	Sphérique	≈ 660

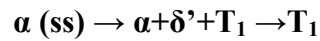
**Tableau II.3 :** Caractéristiques des différents précipités dans les alliages Al-Li [45]

Dans les alliages d'aluminium-lithium, les différents phases formées sont  $\delta(AlLi)$ ,  $\delta'(Al_3Li)$ ,  $S(Al_2CuMg)$ ,  $T_1(Al_2CuLi)$ ,  $\beta(Al_3Zr)$  et  $T_2 (Al_6 Cu (LiMg)_3)$ . La formation de la phase  $\delta'$  ( $Al_3 Li$ ) prend la place sur les zones de Guinier Preston (ZGP) suivant la réaction :



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





La phase  $T_2$  précipite dans la matrice dans les alliages contenant 1% en masse de magnésium [46]. Elle germe d'une façon prédominante sur les joints de grains de forte désorientation. Sa formation mène au développement de  $\delta'$  dans les Zones de G.P et proche des joints de grains.

La formation de la phase  $T_1$  de structure hexagonale dépend du degré de sursaturation du cuivre ou du lithium dans la solution solide, elle germe d'une façon homogène sur les dislocations et les joints de faibles désorientations. La phase  $T_1$  trouve une importance dans le système ternaire Al-Li-Cu. Pour une grande concentration du cuivre la phase  $T_1$  est obtenue par la séquence de précipitation selon la réaction suivante :



Dans les alliages Al-Li-Cu-Mg contenant une faible quantité de Zr, d'où le cas de l'alliage 8090(Al-Li-Cu-Mg-Zr), deux phases peuvent co-précipiter en plus de la phase  $\delta'$  ( $Al_3 Li$ ) observée dans l'alliage binaire Al-Li et la phase  $\beta$  ( $Al_3 Zr$ ). Ces deux phases supplémentaires sont S ( $Al_2 Cu Mg$ ) et  $T_1$  ( $Al_2 Cu Li$ ). La précipitation de ces deux phases est directement liée aux concentrations relatives des trois éléments Li, Cu et Mg. Quand la teneur en Mg augmente par rapport au Cu comme dans le cas de l'alliage 2090 (Al-2Li-2.2Cu-1.Mg-0.5Zr) il y a seulement la précipitation de la phase S [47]. En général, des quantités de Mg supérieures ou égales à 0.5% en poids sont nécessaires pour assurer une dominance de la phase S dans des alliages contenant jusqu'à 2.7% Li et 1.4% Cu [48].

La Figure II.2 montre les différentes phases d'équilibre observées dans les alliages d'aluminium-lithium selon leur concentration en éléments d'addition.

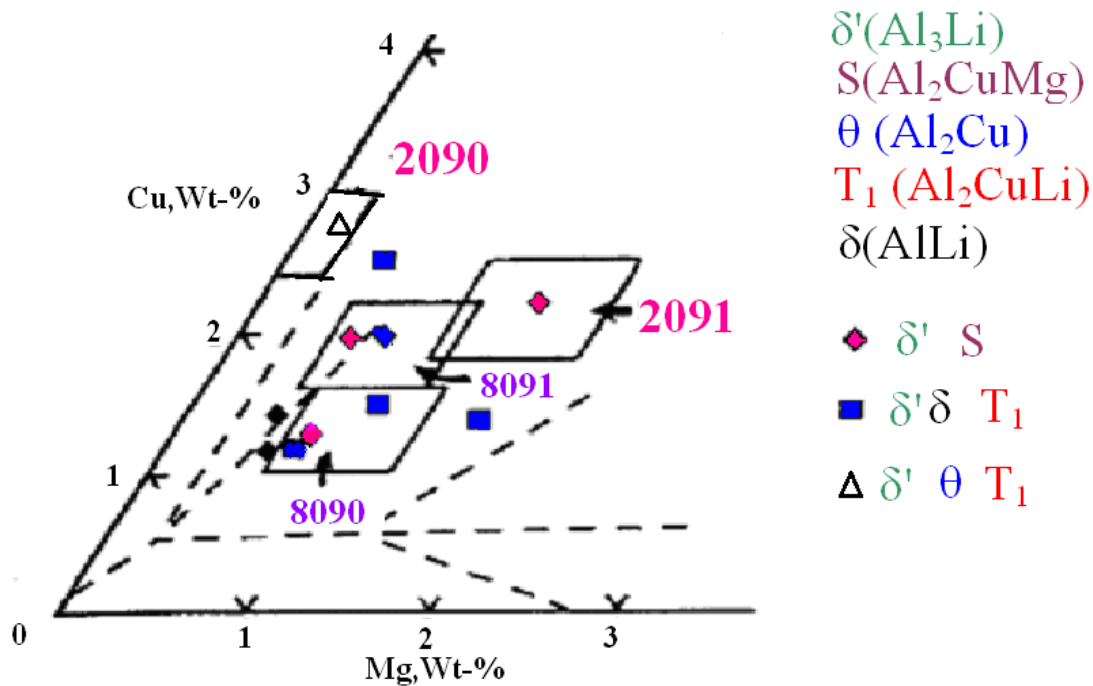


Figure II.2 : Différentes phases d'équilibre observées dans les alliages d'aluminium- lithium vieilli à 190 °C [49].

### II.3.5.Applications

Les alliages légers sont utilisés comme composants ou éléments de structure dans les cellules comme les bords avant et arrière des ailes, les panneaux d'accès, les glissières de sièges des avions. En Applications militaires et spatiales ils sont utilisés dans les réservoirs de carburant externe des avions ou encore de la navette spatiale. Les alliages d'Al-Li sont actuellement utilisés dans des avions commerciaux en particulier les hélicoptères [50].

# *CHAPITRE III*

## *Recristallisation des alliages superplastiques*

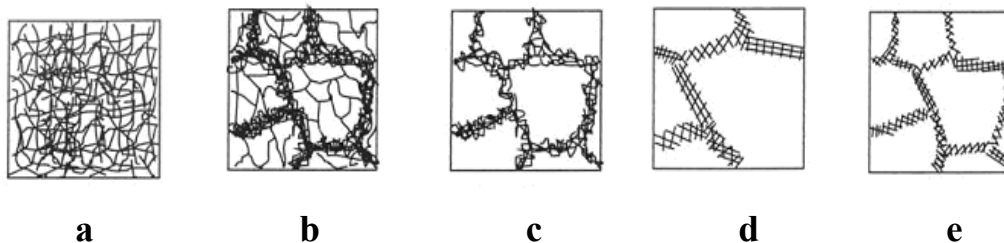
**III.1.Introduction**

L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de dislocations. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation [51].

**❖ Restauration**

La restauration implique un réarrangement des dislocations en une structure moins énergétique à savoir la formation de sous joints de grains. Le recuit apporte suffisamment d'énergie pour mettre en mouvement les dislocations et leur permettre de s'annihiler soit par glissement soit par montée. La Figure. III.1 illustre le processus de restauration. .

Cependant, les propriétés mécaniques du matériau ne sont que partiellement retrouvées car les structures de dislocations ne sont pas entièrement modifiées. La diminution de dureté est modérée et la cinétique est relativement lente [52].

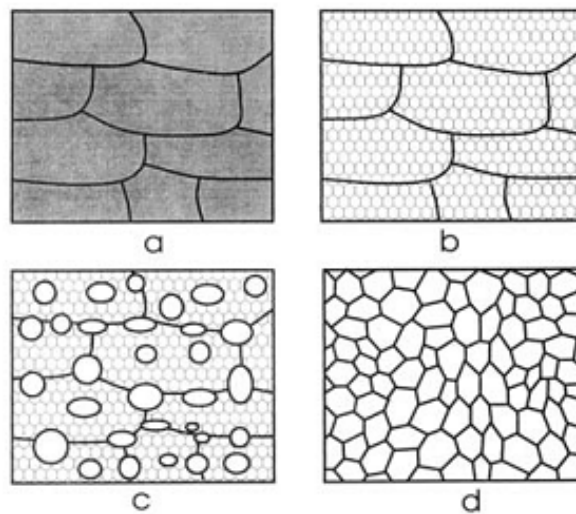


**Figure. III.1 :** Récapitulatif des différentes étapes de la restauration [51]

- a) dislocations enchevêtrées   b) formation de cellules   c) annihilation des dislocations à l'intérieur des cellules   d) formation de sous grains   e) croissance des sous grains

**❖ Recristallisation**

Durant la recristallisation il y a formation d'une nouvelle structure de grains dépourvue de dislocations (Figure.III.2). La germination des nouveaux grains a lieu dans les zones très déformées.



**Figure. III.2 :** Mécanisme de restauration – recristallisation [51]

a) état déformé, b) restauré, c) partiellement recristallisé, d) totalement recristallisé

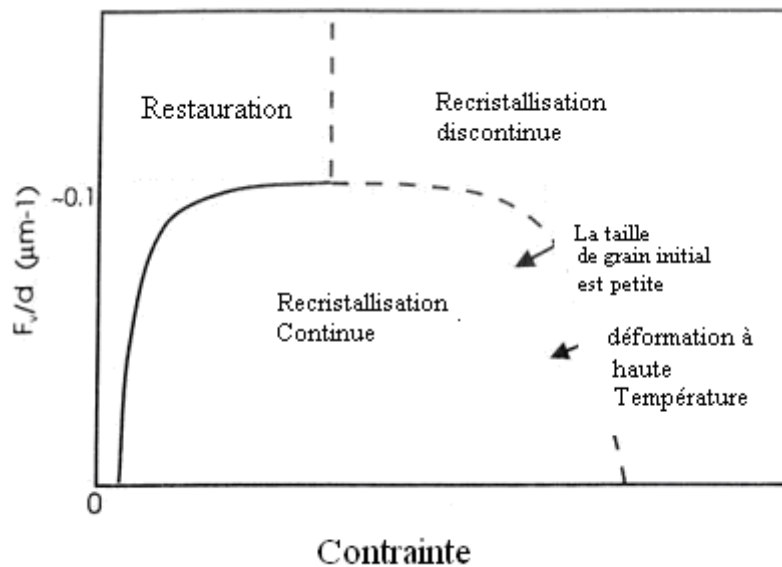
La restauration et la recristallisation sont en compétition durant le recuit. Dans le cas de matériaux à forte énergie de faute d'empilement, comme l'aluminium, les dislocations n'ont pas suffisamment d'énergie pour se dissocier. Elles restent donc parfaitement stables et gardent une grande mobilité, ce qui leur permet de s'annihiler facilement. Ce type de matériaux va donc privilégier la restauration. Néanmoins, la recristallisation est favorisée par l'augmentation de la température et de la vitesse de déformation. Ce qui correspond soit à la recristallisation statique soit à la recristallisation dynamique

### **III.2.Recristallisation statique**

La recristallisation statique peut être continue ou discontinue. La recristallisation continue met en jeu des joints de grains fortement désorientés, sans germination de nouveaux grains [51,52].

A partir d'une certaine déformation, on peut localement atteindre une densité critique de dislocations qui permet l'apparition de nouveaux grains dépourvus de dislocations. Ces grains vont ensuite croître en consommant toute l'ancienne structure et la microstructure résultante contiendra très peu de dislocations.

La germination et la croissance de nouveaux grains peuvent être induites par la présence suffisante de particules secondaires dures telles que les intermétalliques (Figure. III.3).



**Figure. III.3 :** Répartition des phénomènes de restauration et recristallisation en fonction de la déformation et de la répartition des particules [51]

### III.3. Recristallisation dynamiques

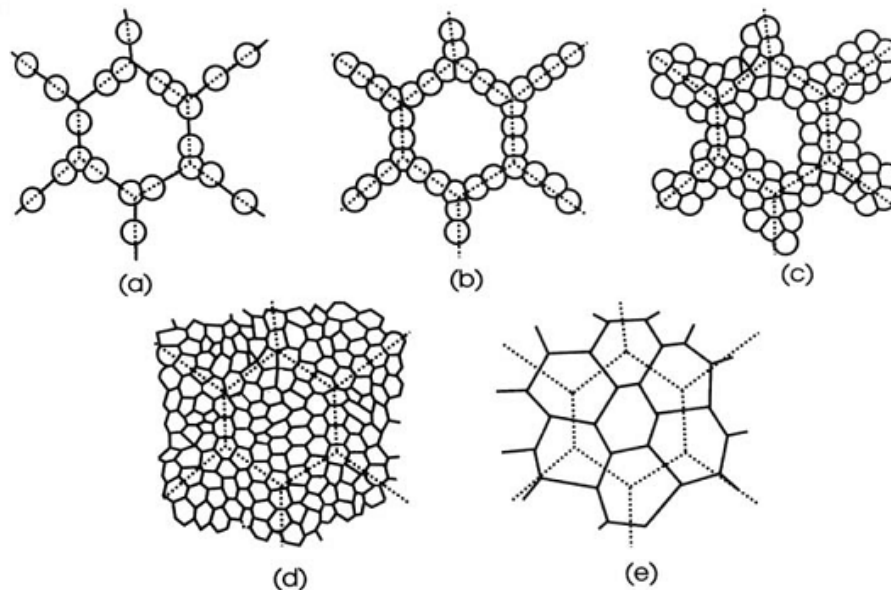
Durant les premiers stades de déformation, le nombre de dislocations s'accroît ce qui, d'une part augmente la contrainte et d'autre part entraîne la croissance de la force motrice de la restauration. Pendant cette période, une structure d'un sous grains se développe. A partir d'une certaine déformation, la création de dislocations par déformation et l'élimination de ces dernières par restauration s'égalisent, on est en équilibre dynamique (Figure. III.4). Des joints faiblement désorientés sont formés comme en restauration. Cependant, la contrainte appliquée ajoute une pression qui stimule le mouvement des joints faiblement désorientés et donc deux joints opposés vont essayer de croître dans une direction opposée, ce qui permet de conserver une forme equiaxe durant la déformation.

Comme pour la recristallisation statique, la recristallisation dynamique peut être Continue ou discontinue.

Lors de la recristallisation dynamique continue, la désorientation des sous joints augmente progressivement par l'absorption en continu des dislocations introduites par la déformation plastique [53].

Une déformation critique est nécessaire pour initier la recristallisation dynamique. De nouveaux grains germent au niveau des anciens joints de grains formant un collier. Si la différence de taille entre les grains initiaux et les grains issus de la recristallisation est

importante alors plusieurs couches peuvent se développer jusqu'à un complet envahissement de l'ancienne microstructure (Figure. III.4). Contrairement à la recristallisation statique, lors de la recristallisation dynamique la densité de dislocations augmente dans les nouveaux grains car le matériau continu à se déformer.



**Figure. III.4 :** Evolution de la microstructure durant une recristallisation dynamique [51]

a et b) formation de germes au niveau des joints de grains

C et d) multiplication des couches de sous grains jusqu'à totale recristallisation

e) croissance des sous grains

La courbe contrainte-déformation durant une recristallisation dynamique peut être caractérisée soit par un seul large pic soit par un ensemble de petits pics (Figure III.5). Cela dépend de la cinétique de recristallisation [54] (Figure. III.5). Pour de faibles contraintes de Zener, le matériau recristallise complètement avant de subir un nouveau cycle de recristallisation d'où la présence d'oscillations pour chaque cycle. Dans ce cas, on note une croissance des grains. Pour de fortes contraintes, un nouveau cycle de recristallisation commence alors que le premier n'est pas terminé, le matériau est continuellement dans un état de recristallisation partielle après le premier pic d'où la formation d'un plateau.



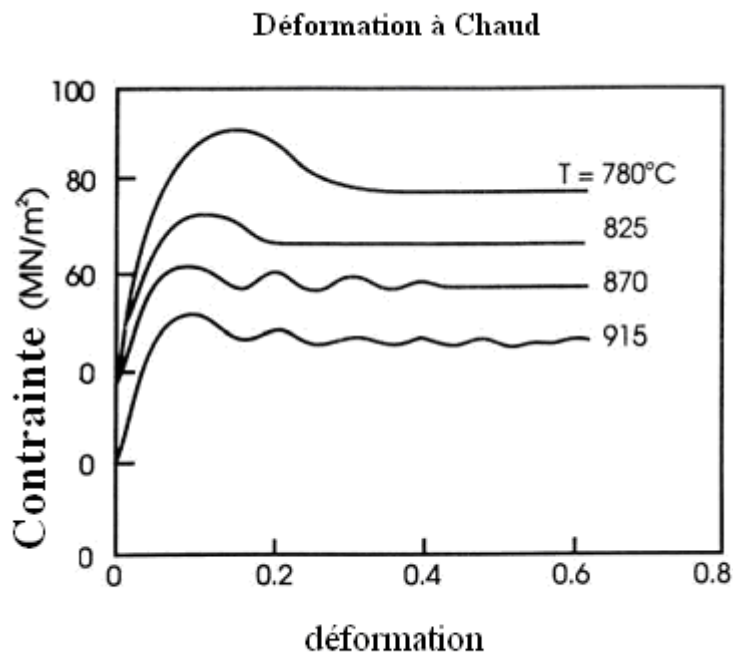


Figure. III.5 : Effet de la température sur la courbe contrainte-déformation [51]

III.4.Rôle des particules secondaires sur la recristallisation

Au niveau des particules, une forte densité de dislocations et un large gradient d'orientations peuvent exister, ce qui favorise la recristallisation. La germination stimulée par particules est associée à la rotation de la structure granulaire dans le cas de particules mesurant plus de 100nm, ou à des zones déformées autour de petites particules lors de faibles déformations (Figure. III.6). La recristallisation germe au niveau d'un sous grain contenu dans la zone déformée qui va croître jusqu'à complète consommation de cette zone [55,56].

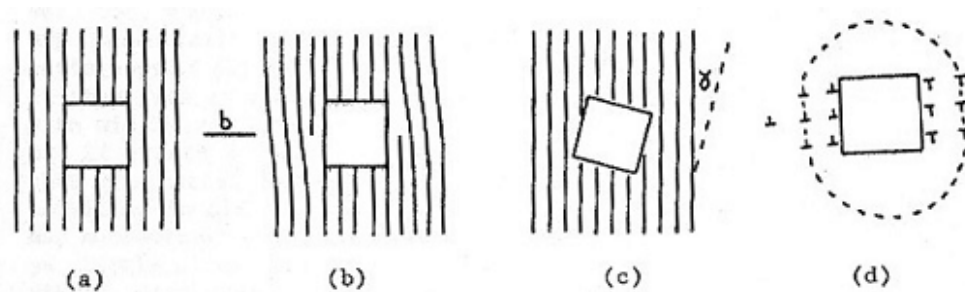


Figure. III.6: Schémas de la relaxation plastique a) non déformé b) non relaxé c) relaxation par rotation d) formation d'une zone déformée [55]

## **Chapitre III**                      **Recristallisation des alliages superplastique**

Si les particules ont une taille inférieure à 100nm, la germination et la croissance de nouveaux grains sont ralenties par la force de Zener. La même remarque est faite pour les alliages à solution solide, où ce sont les atomes de soluté qui ancrent les joints [56].

A partir de l'expression de la force de freinage par unité d'aire (équation III.1) et celle de l'énergie motrice de migration des joints (équation III.2), on peut calculer une taille critique correspondant à la taille maximale que peut atteindre le grain (équation III.3). Dans ce cas, la force de Zener est égale à la force motrice.

$$F_{\text{Zener}} = \frac{3\gamma f}{2r} \quad \text{III.1}$$

Avec  $r$  : le rayon des particules

$f$  : la fraction volumique des particules

$\gamma$  : l'énergie du joint par unité de surface

$$F_m = \frac{\gamma}{R} \quad \text{III.2}$$

Avec  $R$  : le rayon de courbure du joint

Si l'on considère que le rayon de courbure du joint est proche du diamètre du grain final, la taille critique  $d_c$  est déterminée par l'équation III.3.

$$d_c = \frac{4}{3} \frac{r}{f} \quad \text{III.3}$$

# *CHAPITRE IV*

## *vieillissement des alliages superplastiques*

**IV.1.Définition**

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : la trempe, le revenu, le recuit et le vieillissement [57]. L'usure est une perte de matière d'origine mécanique, consécutive au mouvement relatif de deux surfaces solides en contact. L'évolution des propriétés mécaniques d'un métal écroui soumis à une température supérieure ou égale à environ  $0.5 T_f$  par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [57].

Il existe différentes type du vieillissement :

**IV.1.1.Vieillessement naturel**

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années.

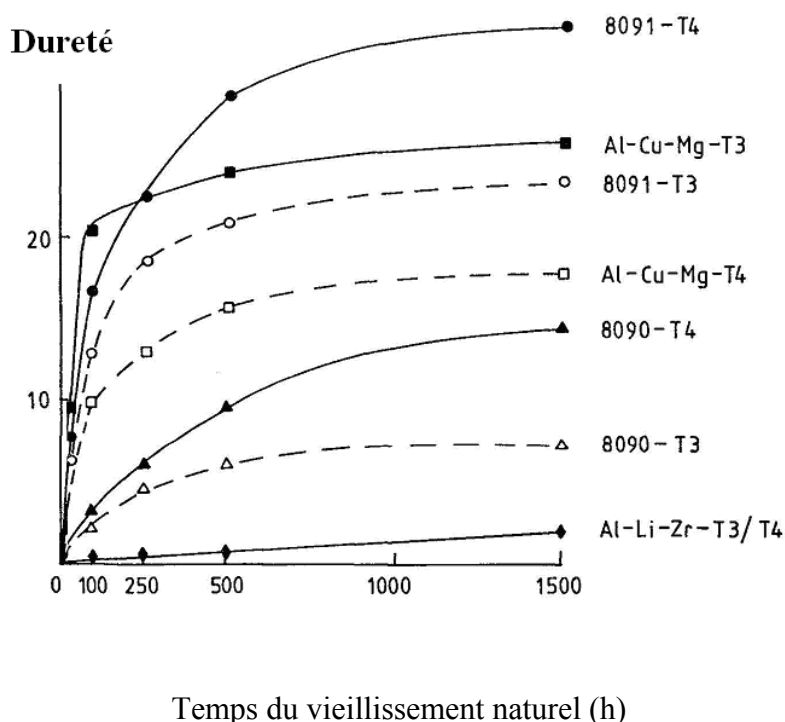
**IV.1.2.Vieillessement artificiel**

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et un maintien pendant une durée fixée selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité. La précipitation s'accélère et la dureté augmente par comparaison au vieillissement naturel.

**IV.2.Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques des alliages superplastiques**

Des travaux récents ont étudié l'effet du vieillissement aussi bien naturel qu'artificiel sur la dureté ainsi que sur la ductilité des alliages d'aluminium [58]. Il s'agit des alliages Al-Li-Cu-Mg-Zr (8000), Al-Li-Zr et Al-Cu-Mg-Zr (2000). La figure IV.1 montre l'évolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement (vieillessement naturel). On remarque qu'il y a

pratiquement pas d'effet sur l'alliage Al-Li-Zr. Cependant on observe un effet remarquable sur l'alliage quaternaire de la nuance 8091 par rapport à celui de la nuance 8090. Ce comportement a été attribué à l'apparition de la phase S dans l'alliage 8091 et la croissance de la phase  $\delta'$  dans l'alliage 8090 due à la forte interaction entre le lithium et les Lacunes. L'énergie libre au lithium-lacune plus élevé de l'énergie de liaison.



**Figure IV. 1 :** L'effet du vieillissement naturel sur les alliages 8090, 8091, Al-2.5%Li-0.12%Zr and Al-1.2%Cu -0.7XMg-0.12XZr dans les conditions T<sub>3</sub> Traction, T<sub>4</sub> laminage [58]

De plus l'influence du vieillissement naturel suivi d'un vieillissement artificiel sur la ductilité a été effectuée sur l'alliage de la nuance 8090. Ils observent que le temps du vieillissement artificiel joue un rôle important sur la ductilité du matériau (Figure. IV.2).

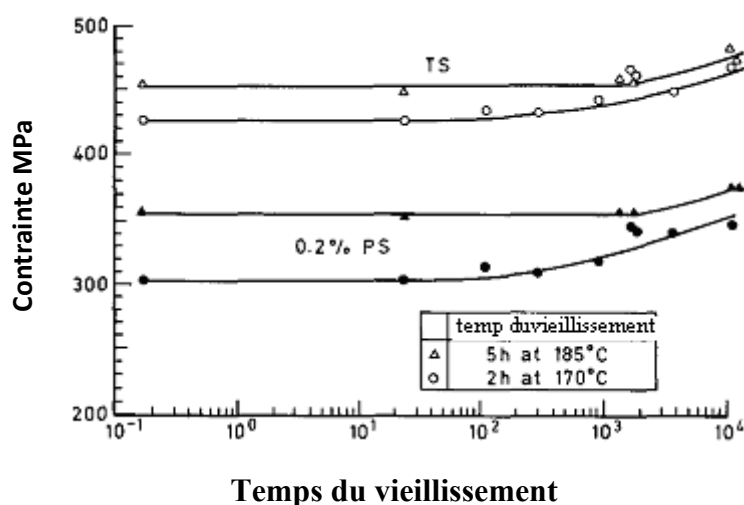


Figure. IV.2 : Effet du vieillissement naturel suivi artificiel sur la ductilité des alliages non recristallisé Al- 8090. [60]

### IV.3.L'effet du vieillissement sur le processus du précipitation des alliages

#### Al-Li

#### ❖ Précipitation des phases δ' (Al<sub>3</sub>Li) et δ (AlLi) dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg

La phase métastable δ' (Al<sub>3</sub>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 α, tant que le cuivre et magnésium n'ont pas d'influence sur la précipitation de cette phase [61]. La Germination et croissance de la phase δ' dans les alliages Al-Li-Cu-Mg au cours du vieillissement ont été étudiées par plusieurs auteurs par microscopie électronique à transmission (MET) [62,63]. La cinétique de croissance de ces particules obéit à la relation  $r^3 \propto t$  [64].

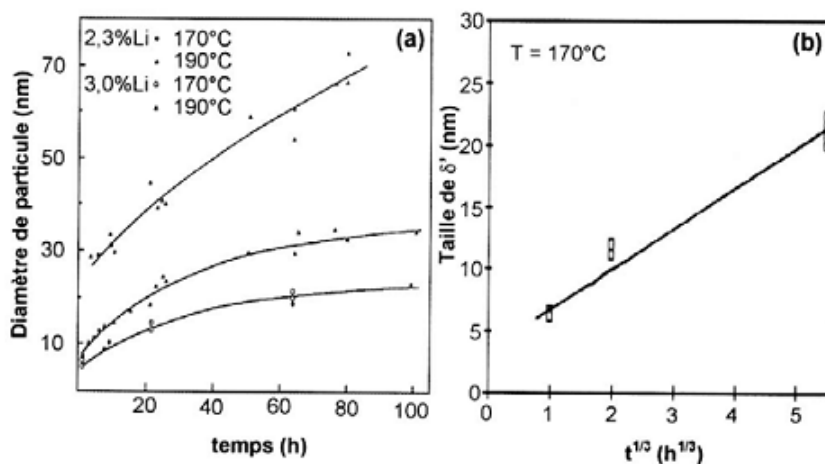
Ce processus est gouverné par la loi cinétique en  $t^{1/3}$  de Lifshitz-Slyosov-Wagner (L.S.W) donnée par Poduri et Chen [65].

$$r^3 - r_0^3 = K_{co} t$$

$r_0$  et  $r_c$  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 [60] la taille de  $\delta'$  est d'environ 28 nm après 5 heures (Figure. IV.3 (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 (Figure. IV.3 (b)) [66] 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.



**Figure. IV.3:** Croissance du précipité  $\delta'$  dans les alliages :

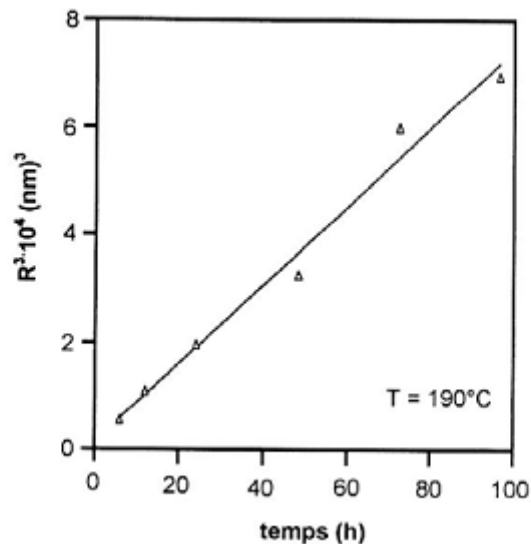
**(a)** Al-3%Li-2%Mg-1,5%Cu-12%Zr et Al-2,3%Li-1,22%Cu-0,5%Mg-0,12%Zr

Vieillis à 170°C et à 190°C [65]

**(b)** un alliage 8090 vieilli à 170°C [66].

La Figure. IV.4 montre l'évolution du 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  $\delta'$  [61].



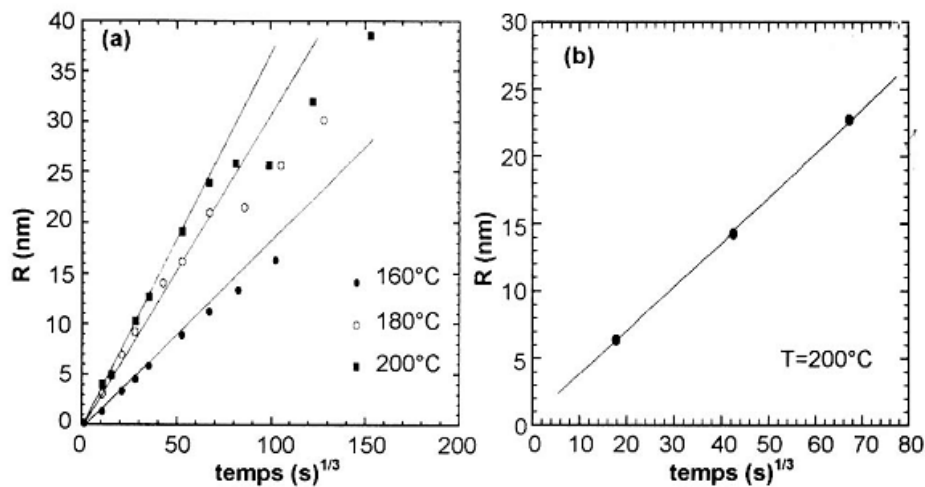
**Figure. IV.4:** Variation du rayon moyen des particules en fonction du temps de vieillissement [61].

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 [61].

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  $200 \text{ \AA}$  [67]. 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  $500 \text{ \AA}$ .

Pérez-Landazábal et al. [63] 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 (Figure. IV.5.a) et par microscopie électronique à transmission MET (Figure. IV.5.b). Les résultats obtenus par les deux méthodes semblent être en bon accord.





**Figure. IV.5:** Variation du rayon moyen des précipités  $\delta'$  en fonction du temps de vieillissement d'un alliage 8090

(a) par diffraction des rayons X.

(b) et par MET (b) [57].

❖ **Précipitation des phases S dans les alliages quaternaires Al-Li-Cu-Mg**

Certains travaux signalent que dans les alliages quaternaires la densité des défauts de trempe (dislocations) est faible [62]. Ce qui entraîne une précipitation quasi-homogène de la phase S'/S. Ces résultats sont en accord avec ceux reportés par Gregson et al. [61]. Le rayon effectif  $R_e$  d'une particule précipitée S'/S dans un système quaternaire Al-Cu-Mg, selon Wagner [69], 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. IV.6 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.

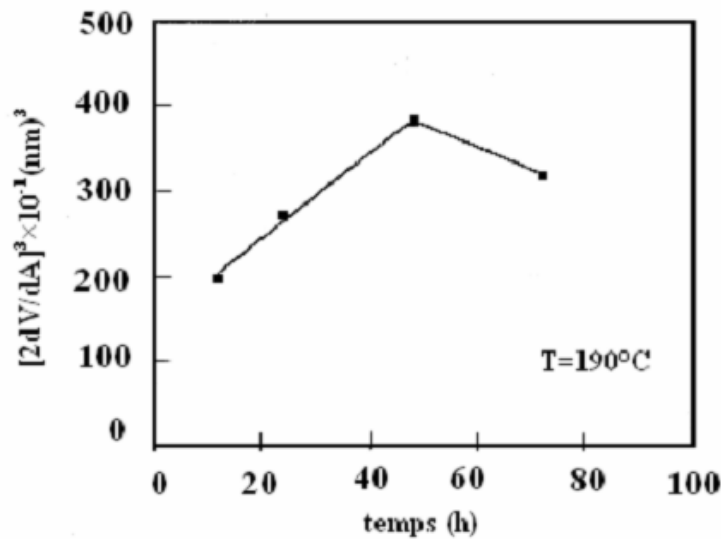


Figure. IV.6 : Variation de  $(2dV/dA)^3$  en fonction du temps de vieillissement à  $190^\circ\text{C}$  (étude de la coalescence des lattes S'/S) [62].

La Figure. IV.7 représente la fraction volumique de phase S' présente dans deux alliages vieillis à  $170^\circ\text{C}$ . On observe que cette fraction augmente avec le temps de vieillissement puis prend une valeur constante.

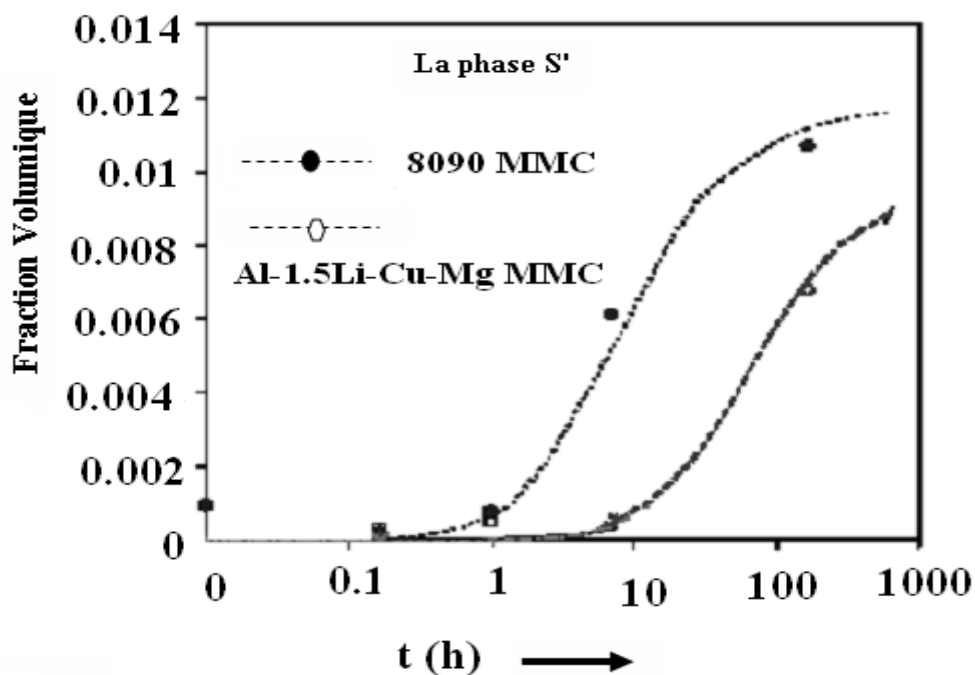


Figure. IV.7 : Fraction volumique de la phase S' présente dans les deux alliages vieillis à  $170^\circ\text{C}$  [63]

# *CHAPITRE V*

## *Méthodes Expérimentales*

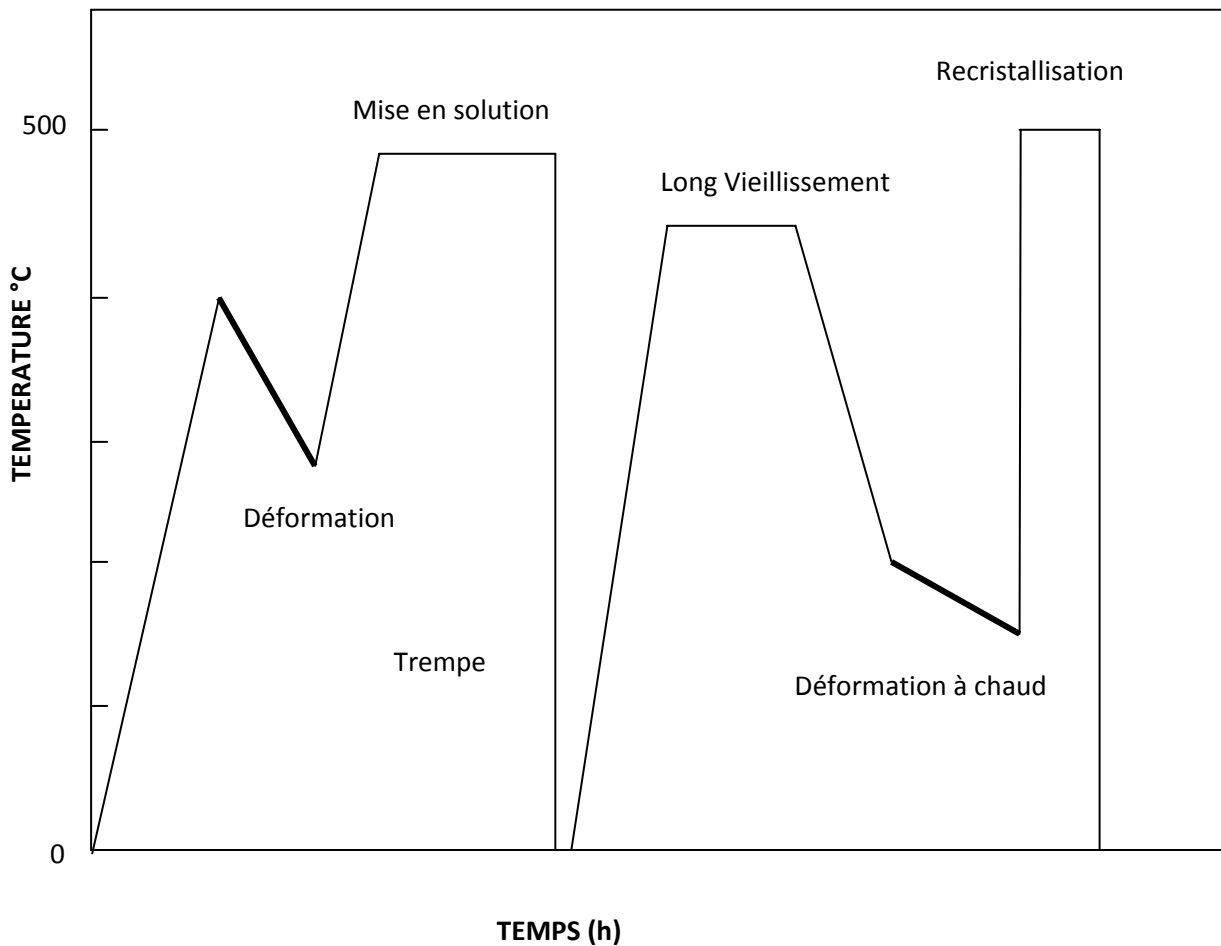
**V.1. Matériau étudié**

Le matériau étudié appartient à la nuance 8090 de la série 8000. Sa composition chimique en pourcentage massique (% en poids) est donnée dans le Tableau V.1.

Aluminium	Lithium	Cuivre	Magnésium	Zirconium
bal	2.5	1.2	0.6	0.1

**Tableau. V.1 :** Composition chimique de l'alliage étudié.

◆La nuance utilisée a subit un traitement thermomécanique représenté très Schématiquement sur la Figure V.1



**Figure V.1 :** Illustrations des différents traitements thermomécaniques de l’alliage utilisé.

Les échantillons fournis sous forme de tôle d'épaisseur 2mm, ont subi un vieillissement naturel à température ambiante pendant 2 ans (24 mois), avant de subir un vieillissement artificiel (traitements thermiques).

### V.2.Traitements thermiques effectués

Les traitements thermiques de tous les échantillons ont été effectués dans un four du type (NABERTHERM), dans un intervalle de température pris entre 300°C et 500 °C pour des temps pris entre 1h30min et 3h respectivement. Ils sont reportés dans le Tableau V.2.

Température (°C)	Temps (h, min)			
	300	1h30	2h	2h30
400	1h30	2h	2h30	3h
500	1h30	2h	2h30	3h

**Tableau V. 2 :** Températures et temps de vieillissement appliqués.

### V.3.Echantillonnage

Pour l'étude métallographique, l'observation en microscope optique ou électronique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons traités ont subi un polissage ensuite une attaque chimique.

#### ❖ Polissage des échantillons

Les échantillons ont subi un polissage mécanique en utilisant des papiers émeri de granulométrie croissante 800, 1000 et 1200, suivi d'un polissage de finition avec une pâte diamanté allant de 6  $\mu\text{m}$  à  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ . Les échantillons sont ensuite lavés à l'eau et séchés à l'air comprimé après chaque polissage.

**❖ Attaque chimique**

Pour révéler la structure des échantillons en microscope optique ou électronique, nous

Nous avons utilisé un réactif appelé réactif de Keller de composition chimique suivante:

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

**V.4. Techniques expérimentales utilisées****V.4.1. Diffraction des rayons X**

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques de nature ondulatoire. Ils résultent du choc d'électrons rapides contre une cible métallique appelée anticathode. Seulement 1% de l'énergie est transformée en énergie de radiation X, le reste donne naissance à une grande quantité de chaleur. Lorsqu'un faisceau de rayons X tombe sur la matière, une partie de l'énergie est absorbée et l'autre est soit transmise ou diffusée.

La matière va émettre un rayonnement de même longueur d'onde que le rayonnement incident

mais dans des directions différentes de celle du faisceau initial. Chaque atome va être la source d'un rayonnement diffusé et l'onde observée dans une direction donnée sera la résultante de la superposition des ondes provenant de chaque atome. L'intensité des ondes élémentaires émises par chaque atome est très faible. Pour qu'elle soit suffisante, il faut que les ondes diffusées par les atomes d'un même cristal soient en concordance de phase.

**❖ Production des rayons X**

Une tension de plusieurs kilovolts est appliquée entre un filament chauffé et une anode en cuivre pour arracher des électrons et les projeter sur l'anode. Le ralentissement de ces particules dans le cuivre va produire un spectre de rayonnement X par émission de photons

de désexcitation de ce matériau. Un monochromateur permet ensuite de sélectionner une plage d'énergie. Les raies utilisées sont les raies les plus énergétiques  $K_{\alpha 1}$  et  $K_{\alpha 2}$  du Cuivre, correspondant aux énergies 8,049 et 8,018 keV respectivement de longueur d'onde  $\lambda$  de 1,54 Å. Ce monochromateur, ainsi qu'un système de fentes d'ouvertures, permettent de focaliser le faisceau sur l'échantillon.

### ❖ Loi de Bragg

On place un cristal sur le trajet d'un faisceau de rayons X parallèles et monochromatique. Les rayons X diffusés dans toutes les directions de l'espace par les atomes du cristal doivent parcourir des chemins égaux ou qui diffèrent d'un nombre entier de longueurs d'onde (Figure V.2).

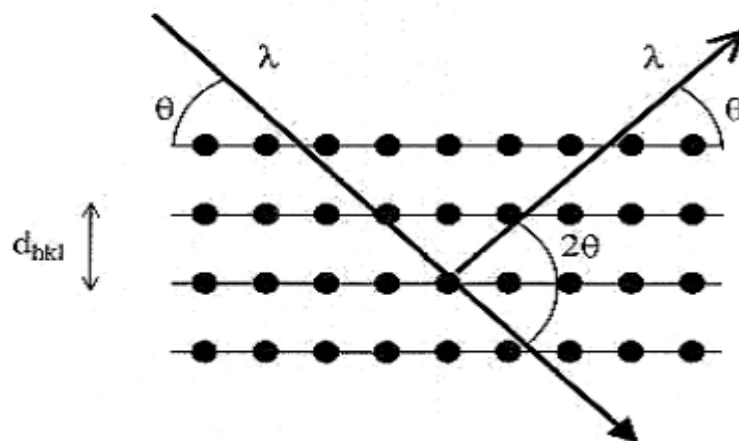


Figure V.2 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg.

D'autre part, ces rayons ne sont en phase que pour  $\delta = n\lambda$ . Bragg a ainsi montré que pour que l'intensité réfléchie soit maximum, les rayons X incidents doivent rencontrer le plan réticulaire sous l'angle  $\theta$ .

Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données par la loi de Bragg:

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad \text{V.1}$$

n : Ordre de la diffraction,

$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayons X,

$d_{hkl}$ : Distance réticulaire,

$\theta$  : Angle d'incidence des rayons X.

#### ❖ Intensité de raies de diffraction

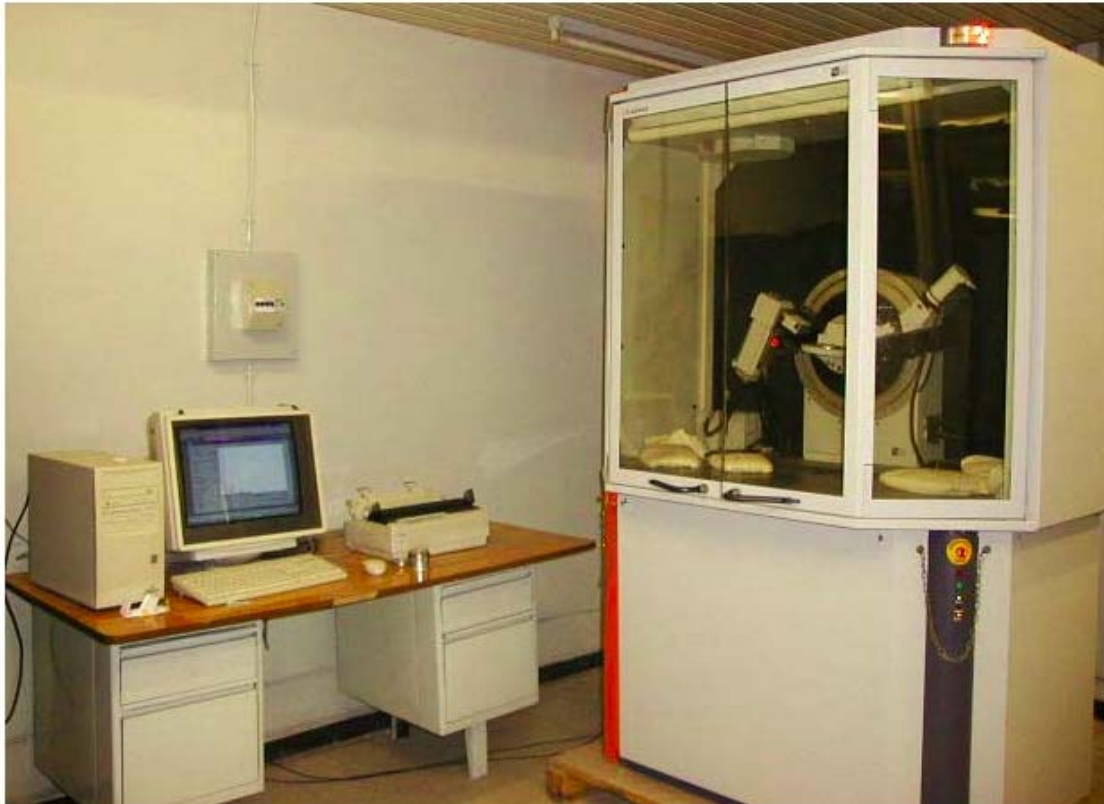
Les positions et intensité des raies de diffraction de la plupart des matériaux connus ont été étudiés et sont répertoriés dans des bases de données. La comparaison d'un diffractogrammes expérimentales avec ces données permet de retrouver la nature de chaque phase constitutive de l'échantillon.

#### ❖ Conditions des mesures

L'enregistrement des spectres de diffraction a été effectué à l'aide du diffractomètre automatisé Siemens de type D8-Advance (Figure V.3) opérant en géométrie Bragg-Brantano, suivant les conditions suivantes :

- la source des rayons X est produite par une anticathode de cuivre  $\text{CuK}_\alpha$  de longueur d'onde  $\lambda_{\text{CuK}_\alpha} = 1.5418\text{Å}$  et qui est séparé à l'aide d'un monochromateur au Germanium, alimentée par un générateur tension – courant de 35kV-20mA ;
- L'échantillon est placé sur une tête goniométrique ;
- Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour  $2\theta$  compris entre  $20^\circ$  à  $120^\circ$  avec un pas de  $0.02^\circ$  ;
- L'identification des raies de diffraction présentes dans les spectres de DRX est effectuée en utilisant les fiches ASTM 2001.





**Figure V.3** : Le diffractomètre de type Siemens D8 ADANCE

#### **V.4.2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)**

Les alliages métalliques subissent des transformations de phases par absorption ou émission d'énergie lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermiques.

La technique de DSC représente un moyen qualitatif et quantitatif rapide pour la caractérisation des précipités en ce qui concerne en particulier la cinétique de processus de précipitation.

L'analyse calorimétrique différentielle mesure la différence du flux thermique entre l'échantillon et l'échantillon de référence en fonction de la température ou du temps au cours d'un cycle thermique programmé. Elle permet la détection de très faible flux de chaleur de réaction.

Les thermogramme de DSC présentent des pics exothermiques situés au-dessus de la ligne de base associé à des réactions de précipitation qui dégage de la chaleur, et des pics

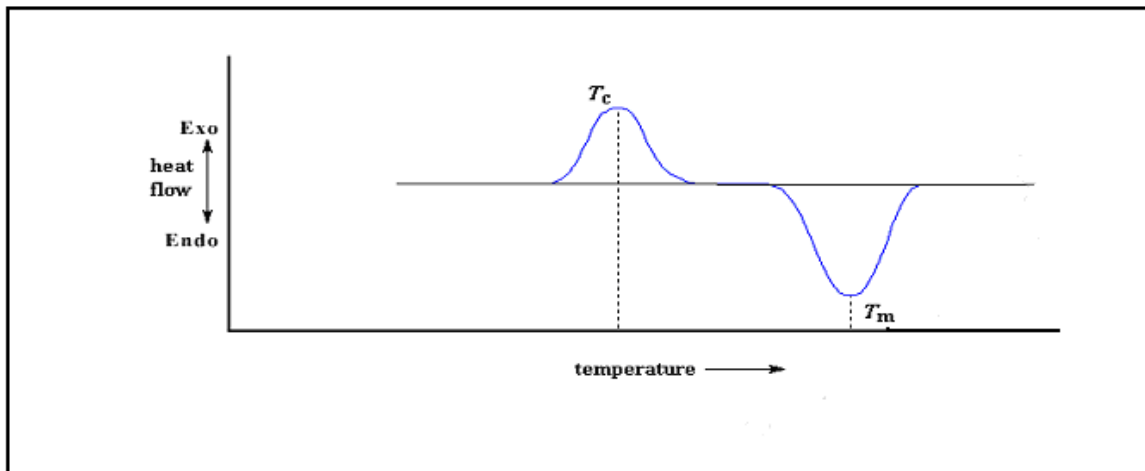
endothermiques situés au-dessous de la ligne de base associés à des réactions de dissolution qui absorbe de la chaleur (Figure V.4).

L'aire formée par le pic et la ligne de base du thermo gramme est donnée par la relation :

$$\Delta H = \int C_p dt \quad \text{V.2}$$

$\Delta H$  : la variation de l'enthalpie libre de formation

$C_p$  : la capacité calorifique a pression constante



**Figure V.4 : Courbe de DSC**

Les essais calorimétriques sont réalisés sur les échantillons traités par un analyseur SETARAM, désigné par DSC 92, équipé d'un programme de traitement des données, d'une cellule de mesure et d'un traceur (Figure V.5). L'essai de DSC est mené dans un intervalle de température prise entre la température ambiante et 550 °C avec une vitesse de chauffage 5°C/min et un temps de maintien de 5min. Celui-ci est suivi d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec la même vitesse de Chauffage et sous l'aire. Les courbes obtenues sont enregistrées lors du chauffage.



**Figure V.5 :** Appareil d'Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) utilisé

#### **V.4.3. Microscopie Optique**

L'observation des échantillons, ayant ou non subi des traitements thermiques, a été effectué à l'aide d'un microscope optique à grand champ 1000 du type (ZEISS) (Figure V.6). Celui-ci est équipé d'une caméra photographique qui permettant la visualisation des images correspondantes aux différents grossissements choisis.



**Figure V.6:** microscope optique (ZEISS) piloté par un microordinateur

#### **V.4.4. Microscope électronique à balayage (M.E.B)**

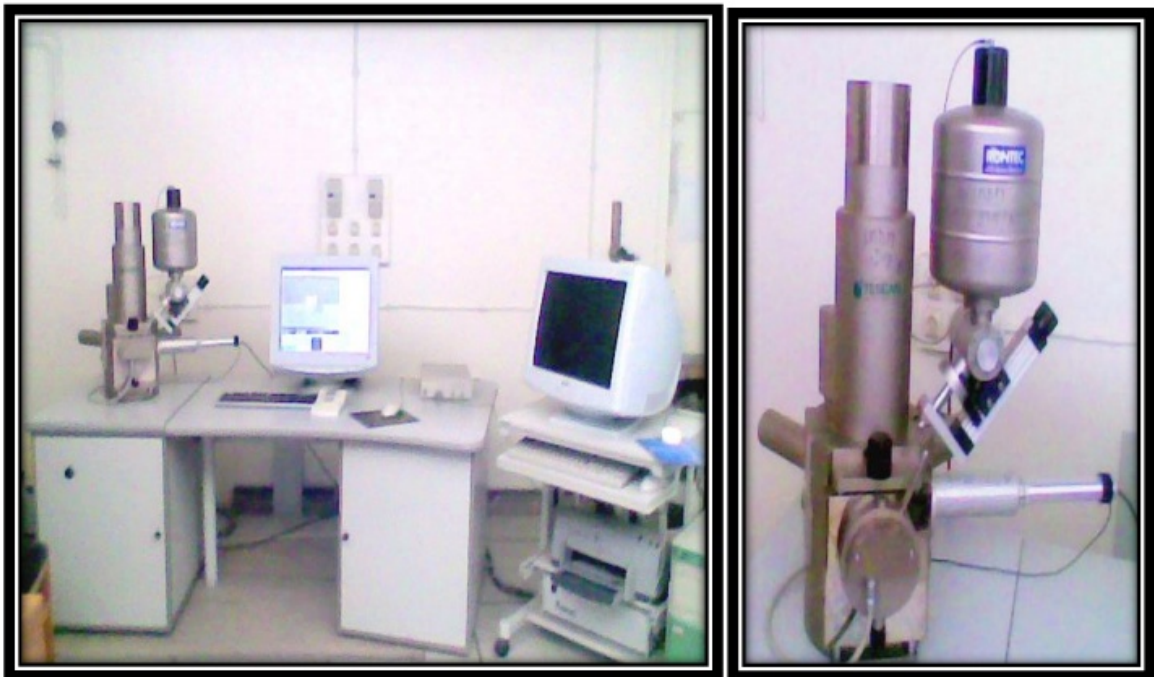
Le Microscope électronique à balayage (TESCAN) est utilisé principalement pour analyser la topographie de la surface d'un matériau étudié, ainsi que l'observation des différentes phases présentes dans l'alliage.

Par rapport au Microscope Optique, celui-ci est caractérisé surtout par sa résolution élevée et sa profondeur de champ importante. Il est équipé du système EDX (Energie dispersive X) permettant de faire une étude qualitative et quantitative des différentes phases Intermétalliques observées.

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur l'analyse de radiations émises par un matériau soumis à un bombardement électronique. Un faisceau d'électrons très fins (5 à 20 nm de diamètre) possédant une énergie de quelques keV à 50 KeV, est générée par un canon à électrons balayant la surface de l'échantillon grâce à un système de défecteurs. Les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions

multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreuses radiations. Celles-ci sont captées par un détecteur spécifique. Une image de l'échantillon est reconstituée à partir du signal du détecteur.

L'échantillon est placé dans la chambre du microscope sous vide, afin d'éviter l'oxydation éventuelle du substrat et surtout la déviation des électrons par les molécules d'air. Un faisceau d'électrons est généré par un canon à électrons (filament de Tungstène chauffé) puis focalisé et dévié par différentes bobines électromagnétiques appelées lentilles électromagnétiques de manière à balayer toute une surface de l'échantillon à étudier. Ces électrons projetés vont interagir avec les atomes de l'échantillon sur une profondeur pouvant atteindre plusieurs micromètres à l'intérieur d'une zone appelé poire d'interaction en raison de sa forme .Ces différents types d'interactions définissent les différents modes d'imagerie (Figure V.7.).



**Figure V.7:** microscope électronique à balayage (MEB) TESCAN

**V.4.5 .Essais de microdureté**

Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même ils ne diffèrent que par la forme de pénétrateur utilisé. Il y a l'essai Brinell, l'essai Rockwell, l'essai Shore et l'essai Vickers.

**◆ Essai Vickers**

Le pénétrateur est en diamant ayant une forme pyramidale de base carré et d'angle au sommet entre faces opposées égal à  $136^\circ$ .

L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne  $d$  (mm). C'est la moyenne des deux diagonales du carré de base, mesuré à l'aide d'un appareil optique approprié (Figure V.8) La charge d'essai  $F$  (N) est choisie dans une gamme normalisée. La microdureté est donnée par le rapport de  $F$  (en kg force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale.

**◆ Essais de microdureté**

La mesure de la dureté de l'alliage Al-Li nécessite des essais sous très faible charge, dont la profondeur d'empreinte ne dépasse pas  $1/10$  de l'épaisseur du matériau testé à cause de l'épaisseur relativement faible des couches déposées. Elle s'effectue sous une charge de quelques grammes à quelques centaines de grammes (figureV. 8).

La microduremètre utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli ; le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer

Les diagonales de l'empreinte (de quelques microns à quelque dizaines de microns (Figure V.9).



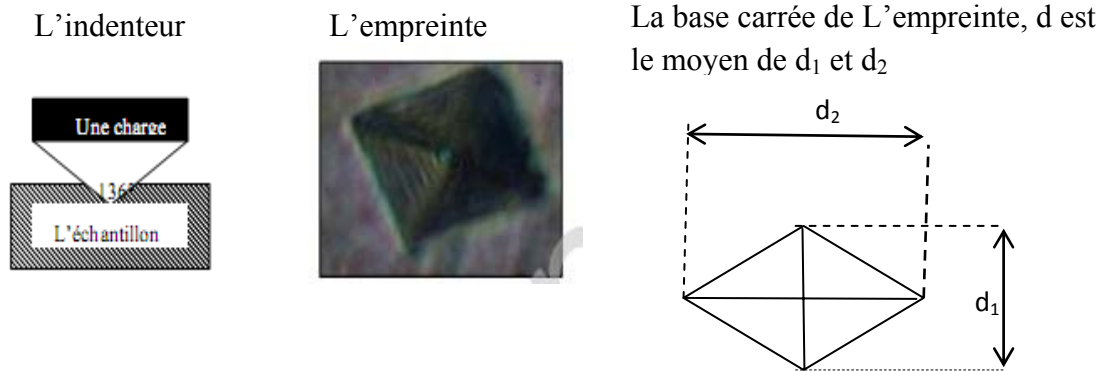


Figure V.8: Empreinte de l'essai de la microdureté.

Les valeurs de la microdureté sont déterminées par la formule suivante :

$$H = 1854.4 \frac{P^2}{d_1 d_2} \text{ (mm}^2\text{)} \quad \text{V.3}$$

**Hv** (Kg/mm<sup>2</sup>) : La microdureté.

**P**: La charge appliquée (gf) et **d**: la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (µ m).

Les mesures de la microdureté sont effectuées avec un microduromètre semi-automatique de type ZWICK à pénétration Vickers (FigureV.9), avec une charge choisie de 200g. Chaque mesure est une valeur moyenne de six mesures.



Figure V.9 : Microduromètre utilisé de type ZWICK piloté par un microordinateur

*CHAPITRE VI*

*RESULTATS*



**VI.1.L'étude de la structure et de la précipitation par Rayons X****VI.1.1.Etat brut**

Les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) de l'alliage étudié à l'état brut sont représentés dans les Figures VI.1 et VI.2. Les pics présents correspondent à la structure c.f.c. de la matrice  $\alpha$ -aluminium. L'intensité reportée est une intensité relative. Les résultats obtenus par DRX d'échantillon à l'état brut montrent que le pic le plus intense n'est pas le pic (111) de l'aluminium pur d'après les fichiers ASTM, mais c'est le pic  $\alpha$  (220). Ce qui suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des tôles qui ont été laminées durant le procédé de fabrication. La présence des pics supplémentaires qui ont été identifiés correspondent à ceux des phases suivantes :  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ),  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).

**VI.1.2.Etats vieillis**

Les spectres de diffraction des rayons X obtenus pour les échantillons ayant subits des vieillissements à des températures prise entre 300°C et 500°C pour des temps de maintien entre 1h30min et 3h avec des pas de 30 minutes sont représentés dans les Figures VI.3, VI.4 et VI.5 respectivement.

Les Figures VI.3 (a, b, c, d) montrent les diagrammes des RX concernant les échantillons vieillis à 300°C pour différents temps.

L'échantillon vieilli à 300°C pendant 1h30min (Figure VI.3.a) montre les mêmes orientations que celle obtenue pour l'échantillon de référence (brut). L'orientation reste  $\alpha$  (220) comme une raie intense avec l'observation des mêmes phases sauf qu'il y a disparition des pics des phases  $\beta$  (314) et  $\theta$  (523).

Il faut noter que l'orientation préférentielle passe de  $\alpha$  (220) à  $\alpha$  (311) pour l'échantillon vieilli à 300°C pendant 2h (Figure VI.3.b). De plus, il y a apparition du pic de la phase  $\theta$  (600) et disparition de l'orientation  $\theta$  (424).

Dans la figure VI.3 .c on retrouve la même orientation préférentielle de la matrice  $\alpha$  (311). que celle obtenue pour un temps de maintien inférieur. seulement on note l'apparition d'autres orientations supplémentaires de la phase  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ),  $\theta$  (523) et  $\theta$  (424).

Cependant le vieillissement effectué à 300°C pendant 3h montre qu'il y a en retour vers l'orientation dominante observée pour les échantillons brut et vieilli à la même température pendant seulement 1h30mi. Il faut remarquer l'apparition du pic de la phase S (131) en plus de la phase  $\beta$  (220).

Le spectre de diffraction des rayons X obtenu dans le cas de l'échantillon recuit à 300 °C en 2h et 2h30min montre que l'orientation dominante est  $\alpha$  (311) avec une intensité relativement basse par rapport à celle observé à 300°C pendant un temps de maintien de 2h avec apparition de l'orientation supplémentaire  $\alpha$  (111) et  $\alpha$  (200) de faible intensité.

Les figures VI.4 (a, b, c, d) montrent des spectres de rayons X obtenus pour les échantillons vieilli à 400°C entre 1h30min et 3 h. On remarque que l'orientation préférentielle  $\alpha$  (220) est observée pour les temps 1 h 30 min et 3h (figure VII.4. a, d) en passant par l'orientation  $\alpha$  (311) pour les temps de vieillissement 2 h et 2 h 30 min (figure VII.4 b, c).

L'intensité des orientations  $\alpha$  (220) et  $\alpha$  (311) augmente pour 400 °C, alors qu'elle est plus élevée à 400°C1h30min pour (220) et à 400°C 2h pour  $\alpha$  (311) par rapport à celle obtenue à 400°C pendant 3h et 2h30min respectivement. Nous constatons que la composante de la structure observée dans les échantillons est la même dans les échantillons traités à 300°C.

Les pics supplémentaires correspondent à différentes phases observées. On note la présence des orientations des phases présente dans tous les échantillons alors que la phase  $\theta$  disparaît seulement dans l'échantillon vieilli à 400°C pendant 2h (figure VII .a.b). On observe l'apparition d'un pic de la phase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) d'orientation S (132) pour les vieillissements à 400°C pendant 2h30min et 3h respectivement.

Les diagrammes de diffraction obtenues pour les échantillons vieillis à 500°C entre 1h30min et 3h sont représentés sur les Figures VII.5 (a, b, c, d).

Dans la Figure VII.5.a (500°C, 1h30min) on observe un seul pic correspondant à la matrice il s'agit de l'orientation  $\alpha(220)$  que l'on retrouve également pour l'échantillon vieilli à 500°C pendant 3h (Figure VII.5.d). De plus on observe uniquement la présence de la phase  $\beta(314)$  dans les deux cas.

Les spectres des rayons X obtenus dans les échantillons vieillis à 500°C pendant 2h, 2h30min et 3h sont représentés dans les Figures VII.5.a, c, d, c respectivement. Celles-ci montrent que l'orientation dominante est  $\alpha(220)$ . Cependant il y a un changement d'orientation pour le vieillissement correspondant à 500°C effectué à 1h30 ou l'orientation observée est  $\alpha(311)$ . Il y a donc un changement d'orientation par rapport au temps de vieillissement précédent. Néanmoins, leurs intensités sont supérieures. Globalement la structure reste inchangée par rapport aux précédentes.

Il faut noter l'apparition de l'orientation  $\alpha(420)$  à 400°C observée uniquement dans l'échantillon vieilli à 3h. De plus, il y a apparition des phases S(132) et  $\theta(523)$  et  $\theta(424)$ .

Généralement on note la présence des phases  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$ ,  $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$  et la phase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). En 400°C et 500°C. On observe l'apparition des phases similaires à celles obtenues à précédente sauf leurs intensités sont supérieures.

Il ressort clairement que la phase  $\theta$  est bien présente dans presque tous les échantillons. Leurs intensités relatives varient étroitement avec la température. Il faut noter que la phase  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) présente des orientations identiques à celle de la matrice  $\alpha$ .

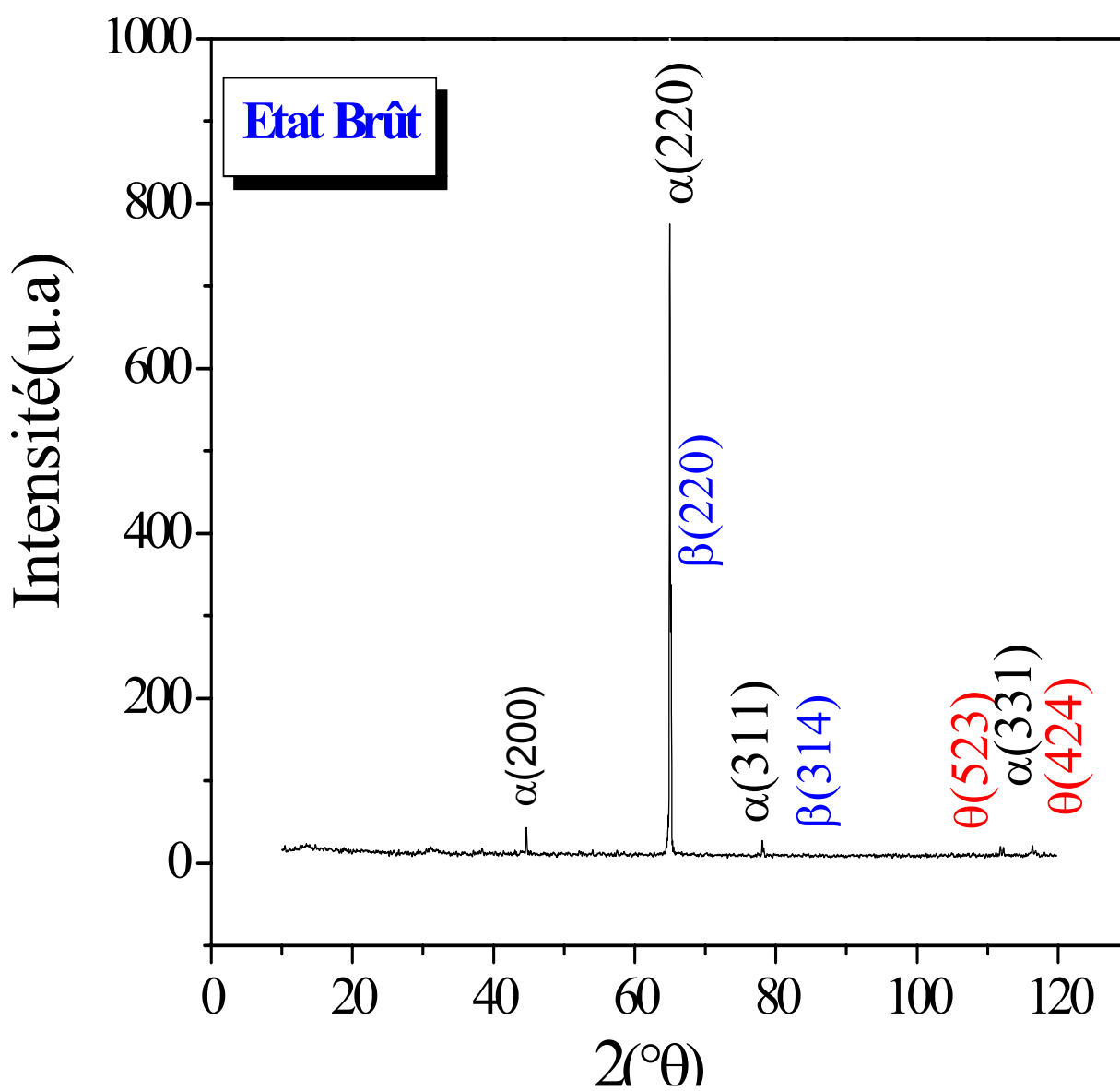


Figure. VI. 1 : Spectre de diffraction des rayons X de l'état initial

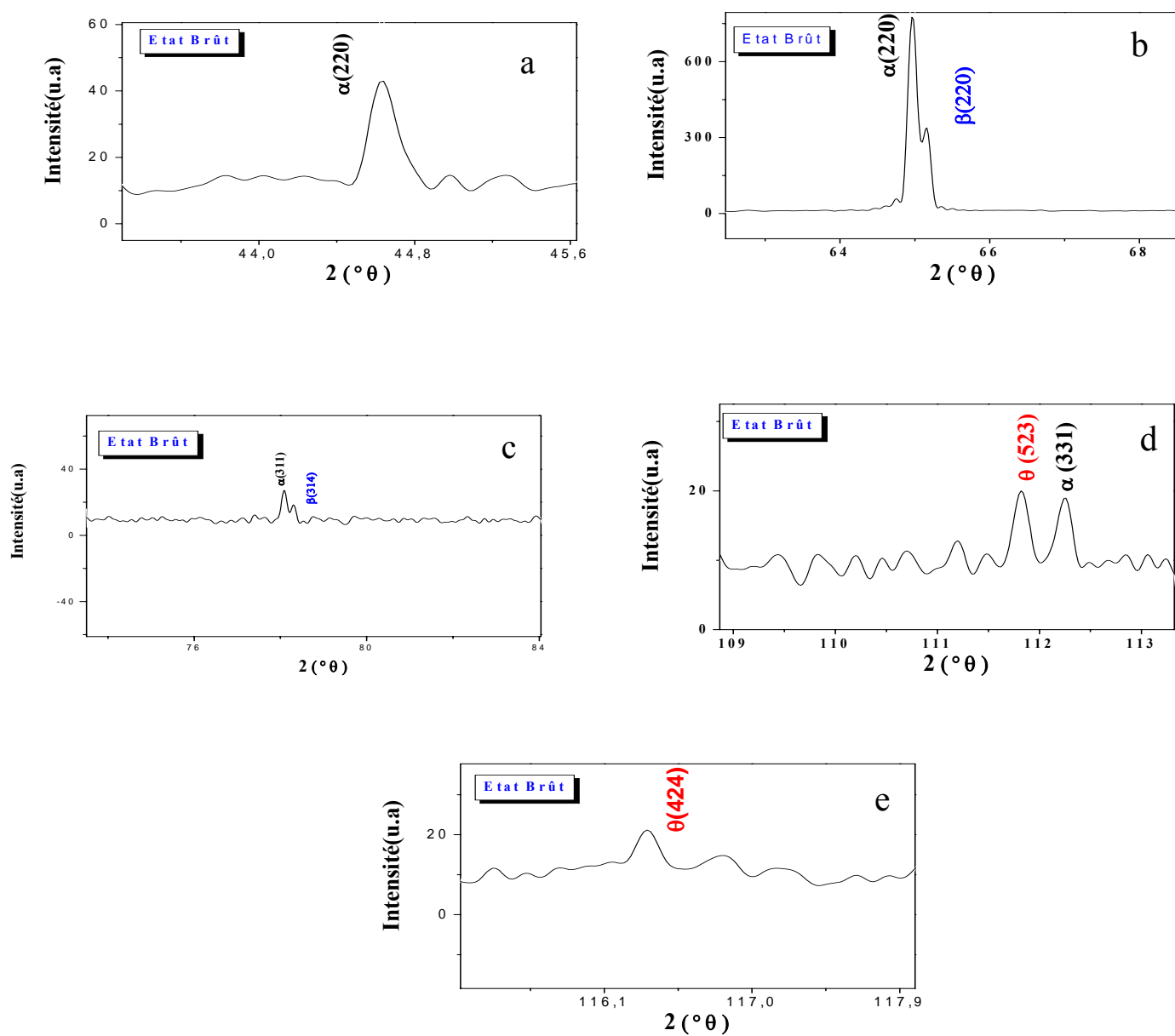


Figure. VI.2 : Spectres de diffraction des rayons X de l'état initial

- b) Zoom sur le plan  $\alpha$  (220)
- c) zoom sur les plans  $\alpha$  (220) et  $\beta$  (220)
- d) zoom sur les plans  $\alpha$  (420) et  $\theta$  (424)
- e) zoom sur les plans  $\theta$  (523) et  $\alpha$  (331)

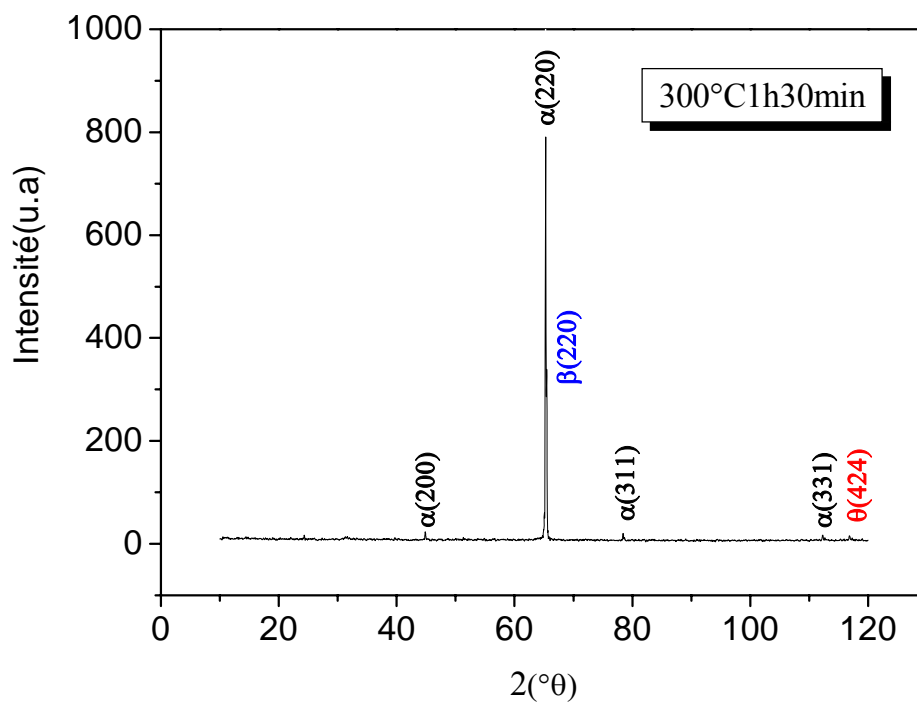


Figure. VI.3.a

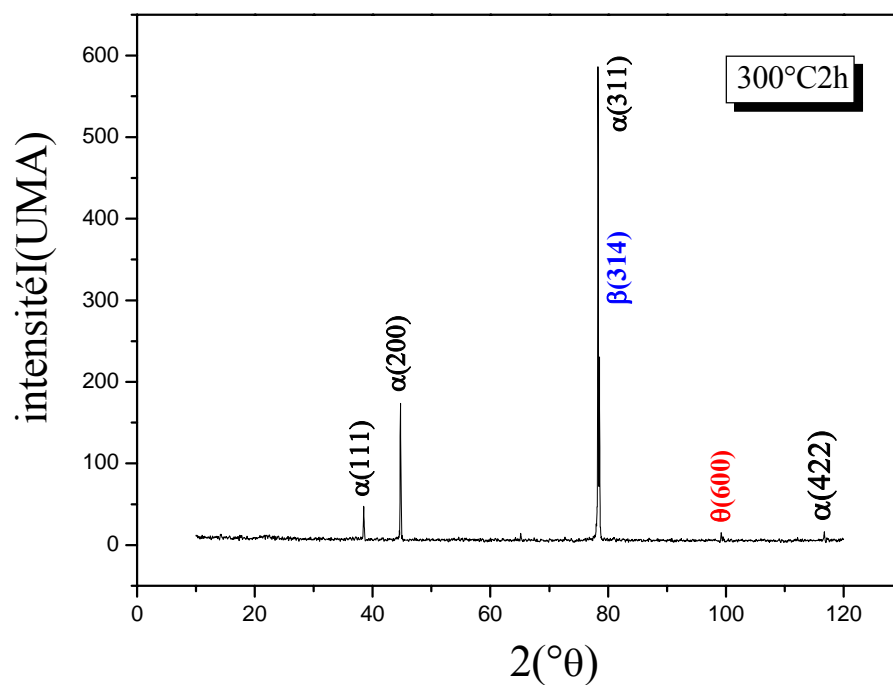


Figure. VI.3.b

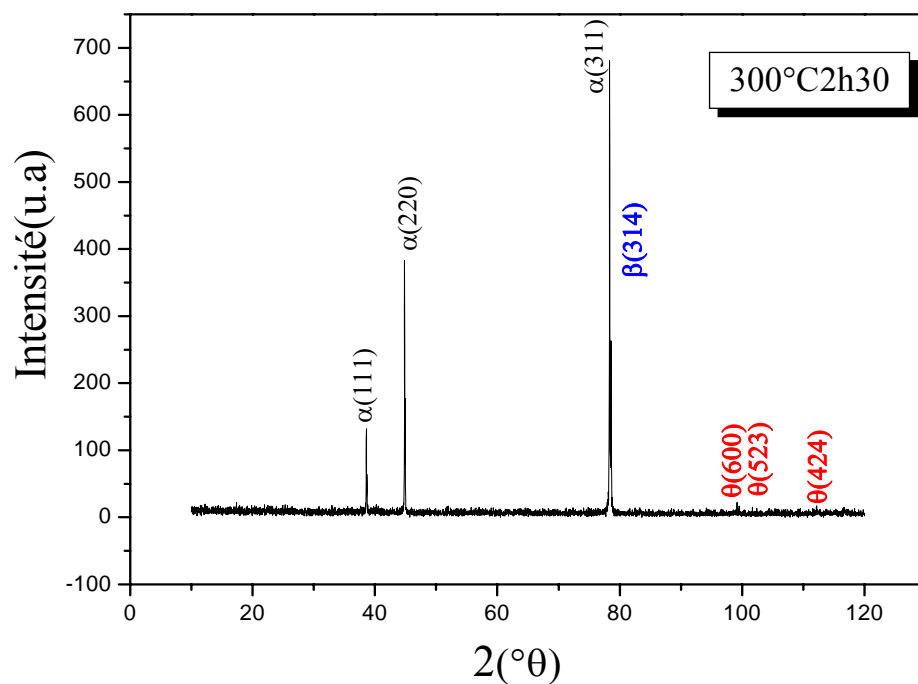


Figure. VI.3.C

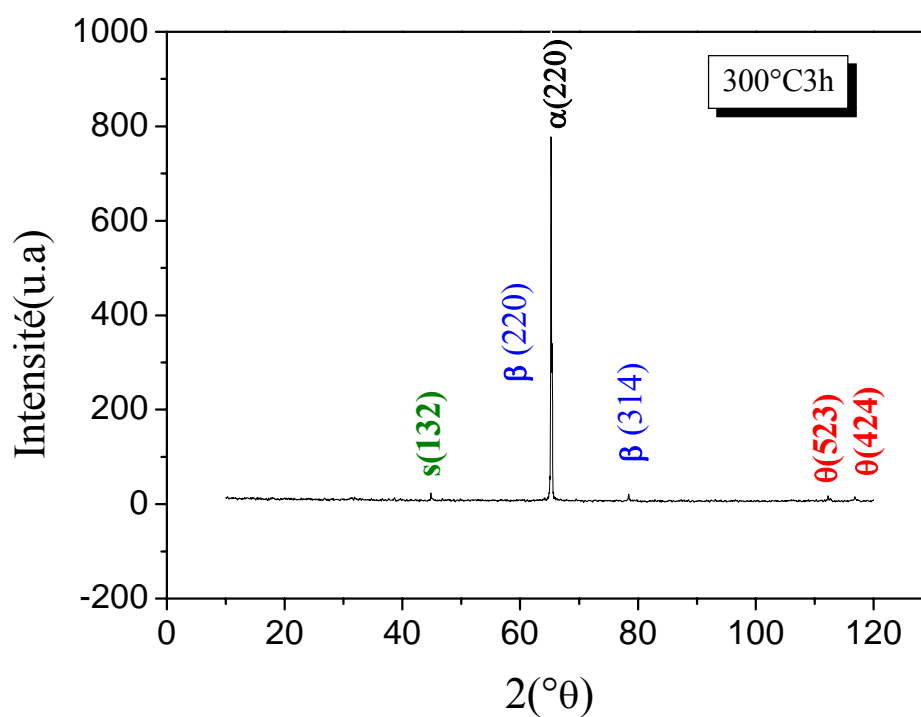


Figure. VI.3.d

**Figure. VI. 3:** Spectres de diffraction des rayons X des échantillons Vieillis à 300 °C pendant 1 h 30 min et 3h (a, b, c, d, respectivement)

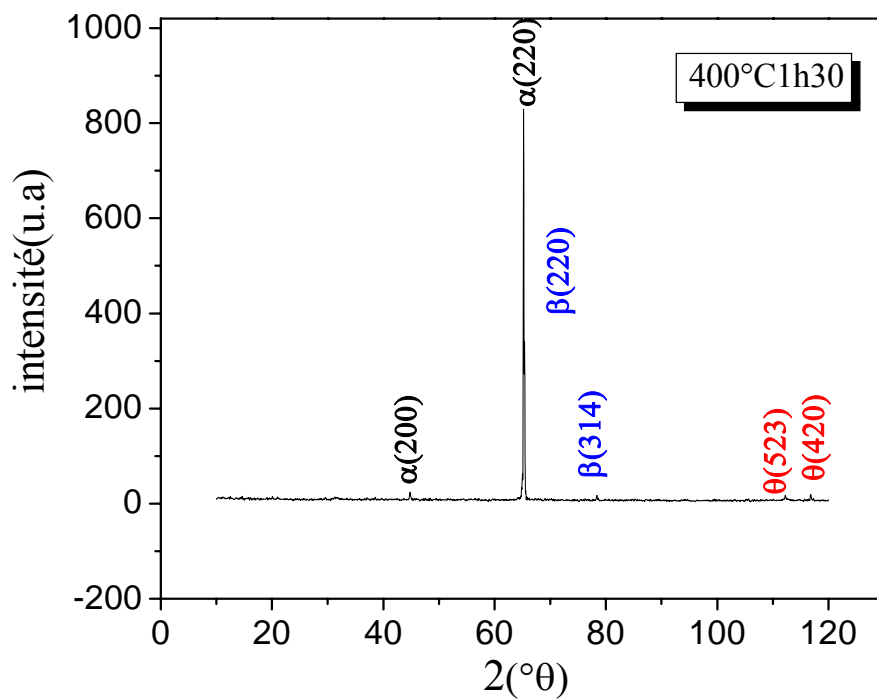


Figure. VI.4.a

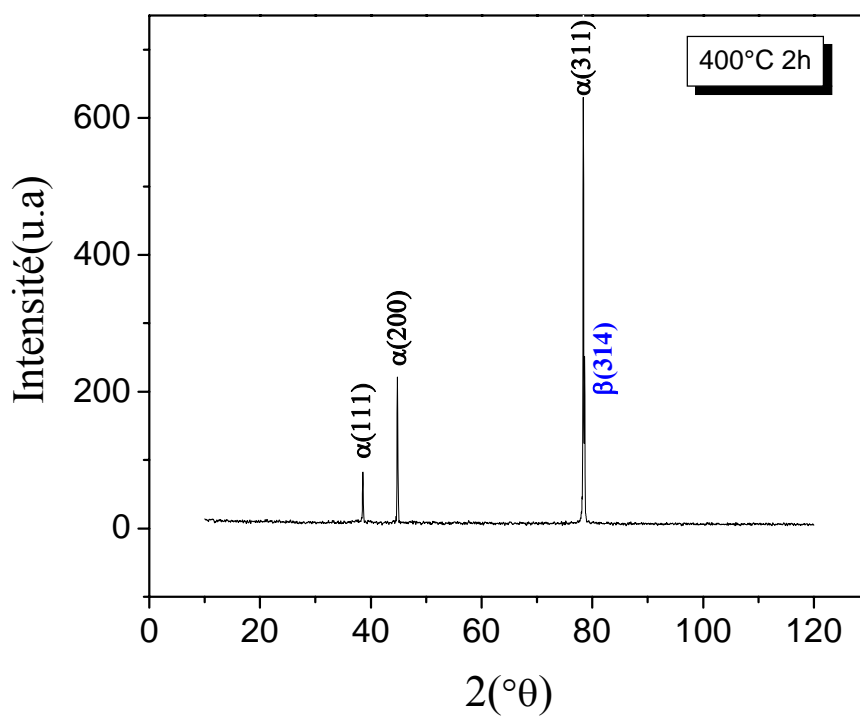


Figure. VI.4.b



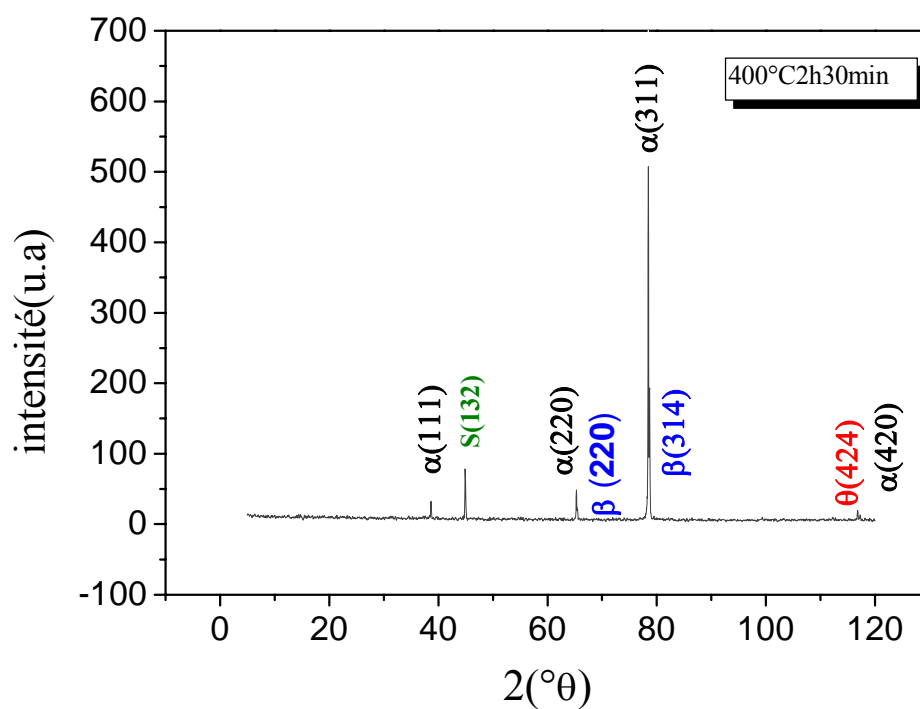


Figure. VI.4.C

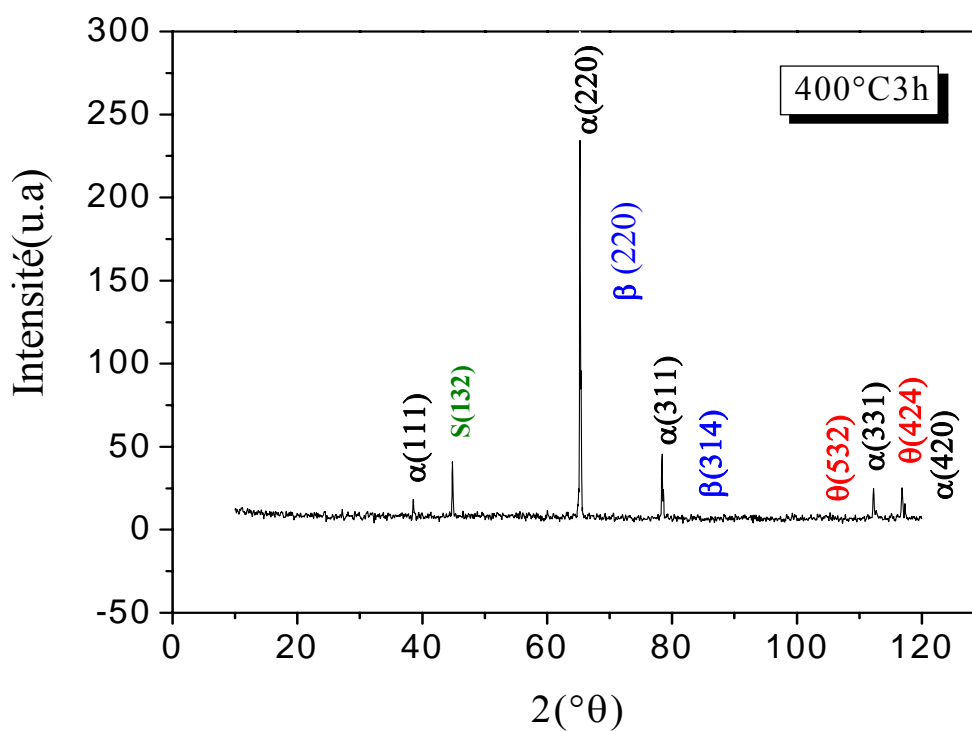


Figure. VI.4.d

**Figure. IV.4:** Spectres de diffraction des rayons X des échantillons Vieillis à 400°C pendant 1h30min et 3h (a, b, c, d respectivement)

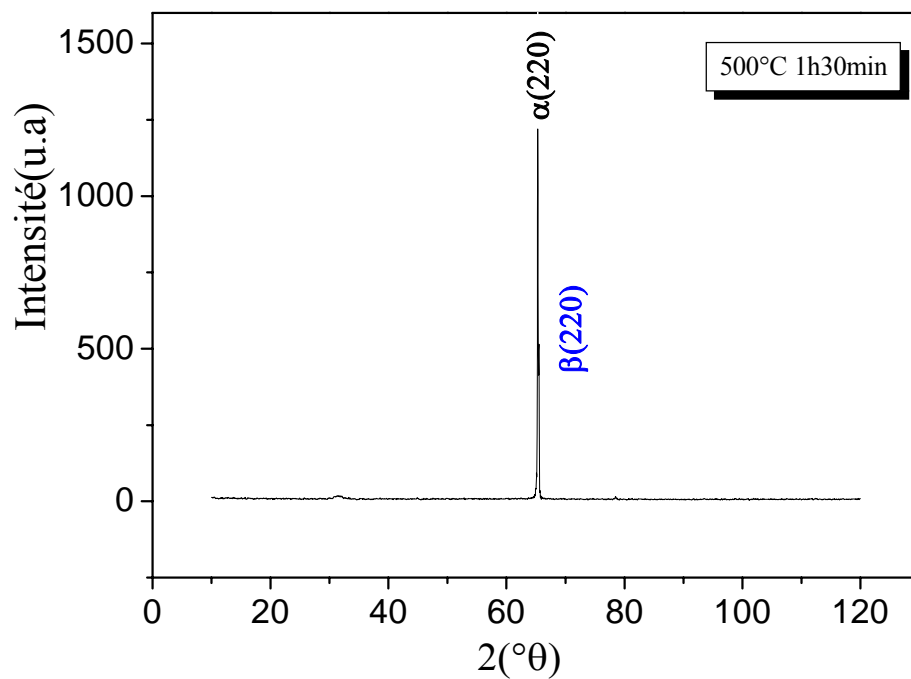


Figure. VI.5.a

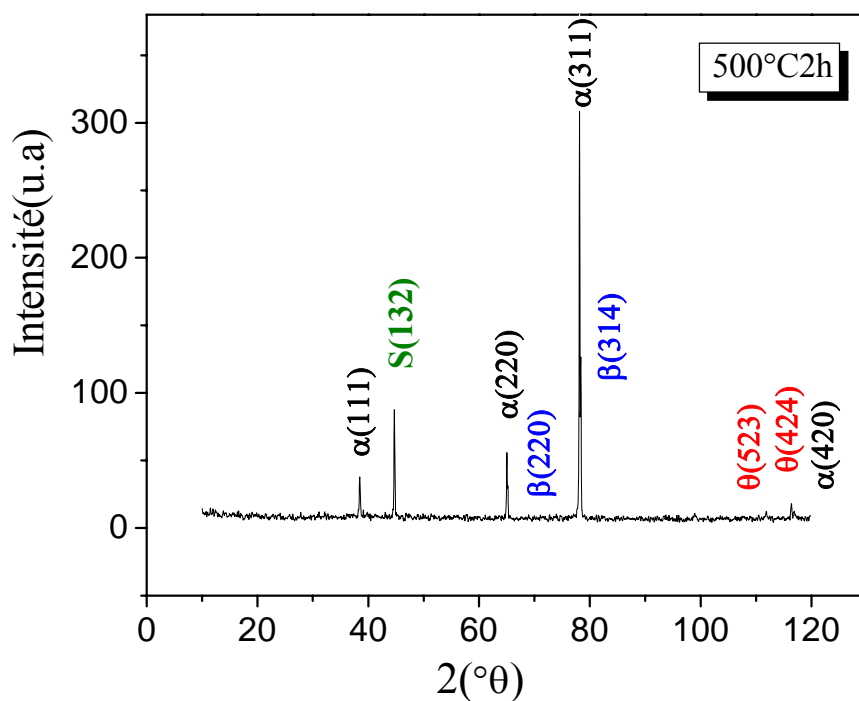


Figure. VI.5.b

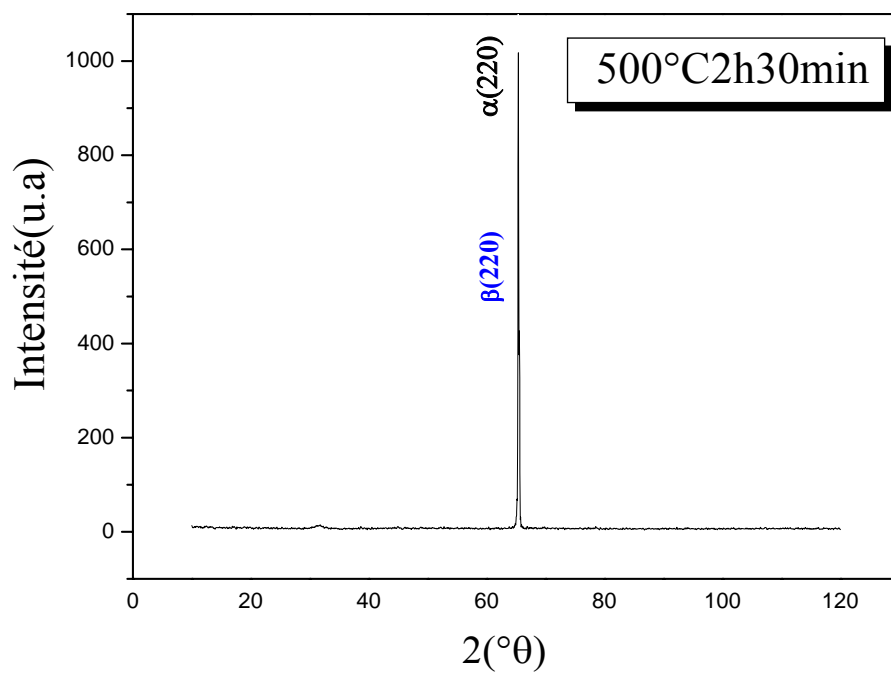


Figure. VI.4.C

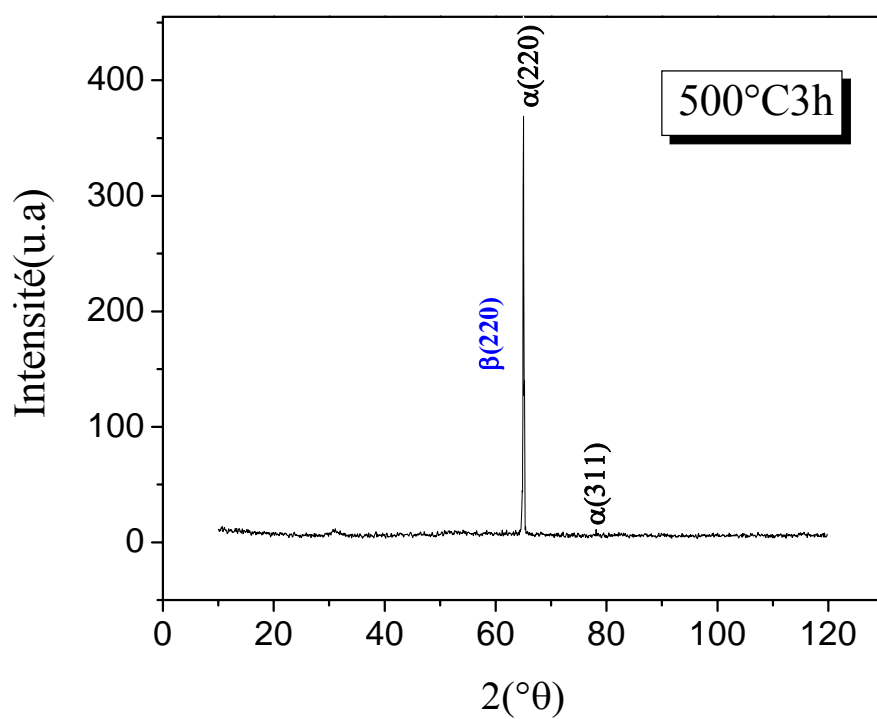


Figure. VI.4.d

Figure. VI.5: Spectres de diffraction des rayons X des échantillons Vieillis à 500 °C pendant 1 h 30 min et 3 h (a. b. C. d respectivement)

## VI.2. Micro dureté – HV

La Figure VI.6 représente la variation de la microdureté Hv en fonction de la température pour les différentes durées de vieillissement (1h30 minutes, 2h, 2h30min, 3h).

D'après ces résultats, on remarque que la valeur de microdureté de l'échantillon à l'état brut est plus grande que celle à 300 °C; 400 °C et 500 °C entre 2 h et 3 h.

On remarque aussi que la valeur de microdureté des échantillons obtenue pendant différentes températures de maintien (300 °C, 400 °C et 500 °C) reste relativement constante. Par contre à 500 °C on observe une augmentation relativement prononcée pour des temps de vieillissements de 1h30min et 2h30min.

Néanmoins on observe une augmentation remarquable de la microdureté uniquement pour le traitement thermique effectué à 300°C pendant 2h.

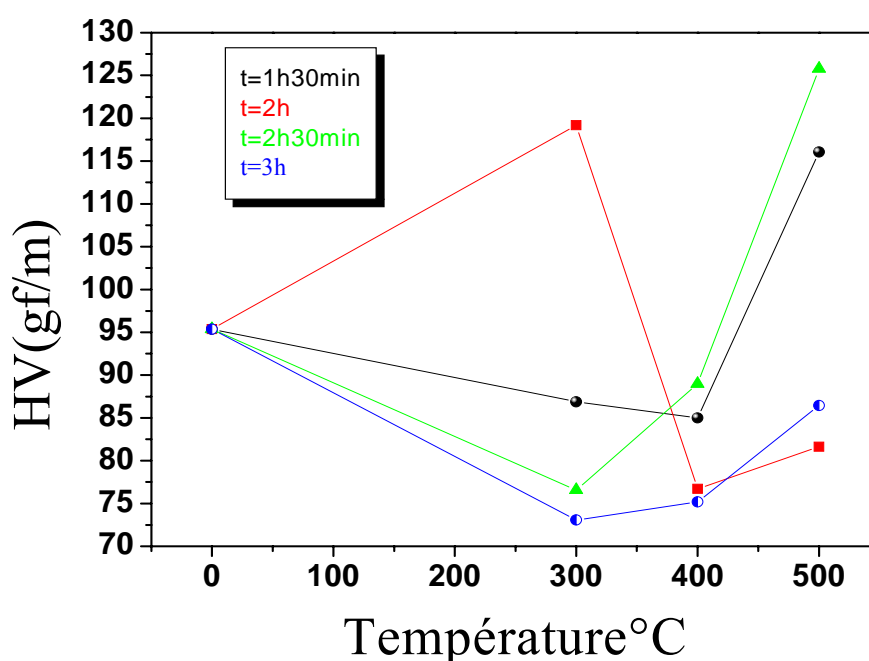


Figure. VI.6 : Variation de la microdureté en fonction de la température

### IV.3. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Les transformations structurales des échantillons homogénéisés, et trempés à l'eau ont été suivies par la DSC lors du chauffage à partir de la température ambiante jusqu'à 500°C en utilisant une vitesse de chauffage constante de 5°/min.

#### ❖ Etat Brut

Le thermogramme de la Figure VI.7 montre quatre pics exothermiques et trois autres endothermiques, indiquant les séquences de précipitation et de dissolution de différentes phases. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 94°C, 178, 368°C, 465°C. Le premier pic exothermique est associé à la formation de la zone GPB. Suivi de deuxième pic correspond la précipitation  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ), alors que le troisième pic correspond à la précipitation de la phase  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) Le dernier pic exothermique est dû à la précipitation de la phase  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ). Un pic endothermique qui apparaît à la température 424 °C correspond à la dissolution de la phase  $\theta$ .

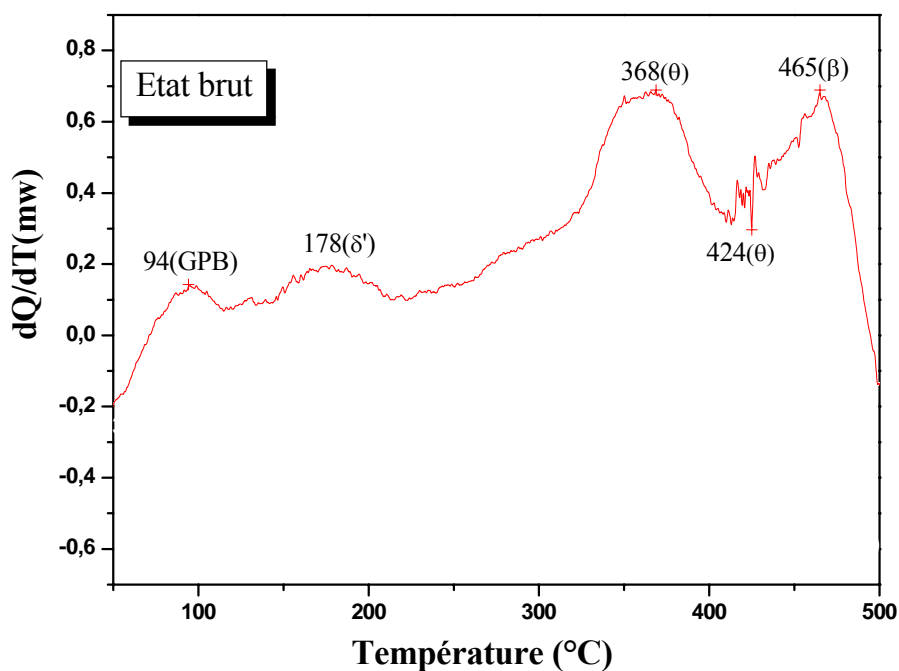


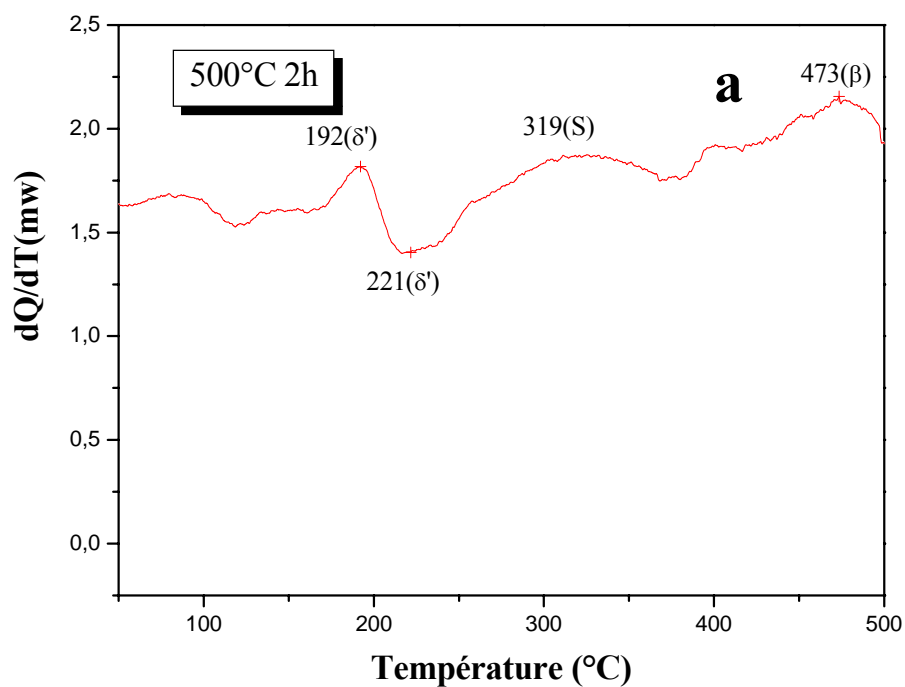
Figure VI.7: Courbes d'analyse calorimétrique différentielle de l'échantillon de l'état brut

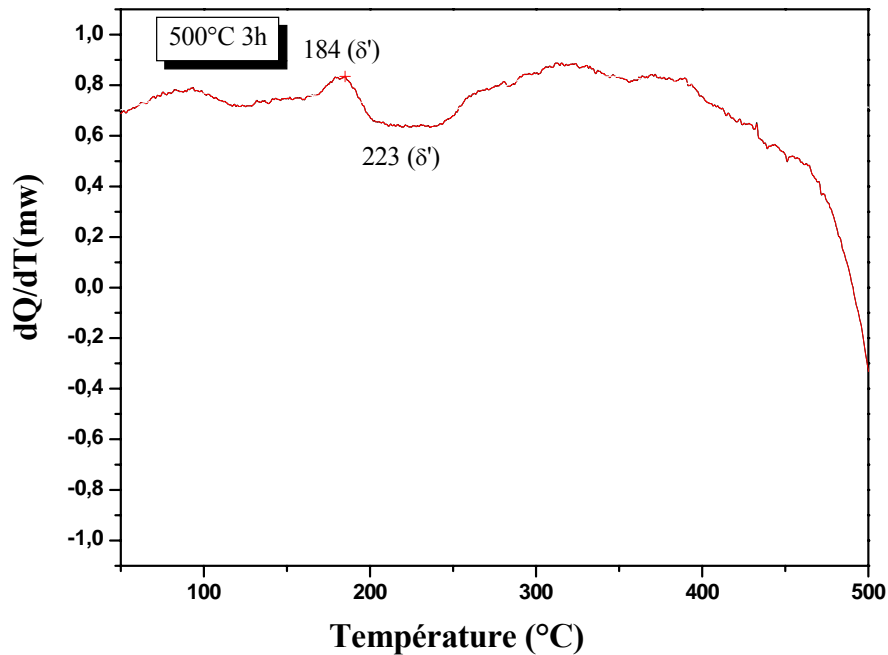
### ❖ Etat vieillis

Pour l'état vieillis, les différentes réactions des courbes DSC sont présentées dans les figures\_VI.8 (a, b)

### ❖ Cas des échantillons vieillis à 500°C

Après un vieillissement de 2h à 500°C on observe trois pics exothermiques et un pic endothermique de faible intensité. Les pics exothermiques sont situés aux températures: 192°C, 319°C, 473°C sont associés à la précipitation des phases  $\delta'$ , S et  $\beta$ . Le pic endothermique situé à 221°C correspond la dissolution de la phase  $\delta'$ . Après 3h de vieillissement à la même température, on observe un pic exothermique situé à la température 184 °C représente la formation de la phase  $\delta'$  et un pic endothermique à 223°C correspond à la dissolution de la phase  $\delta'$ .





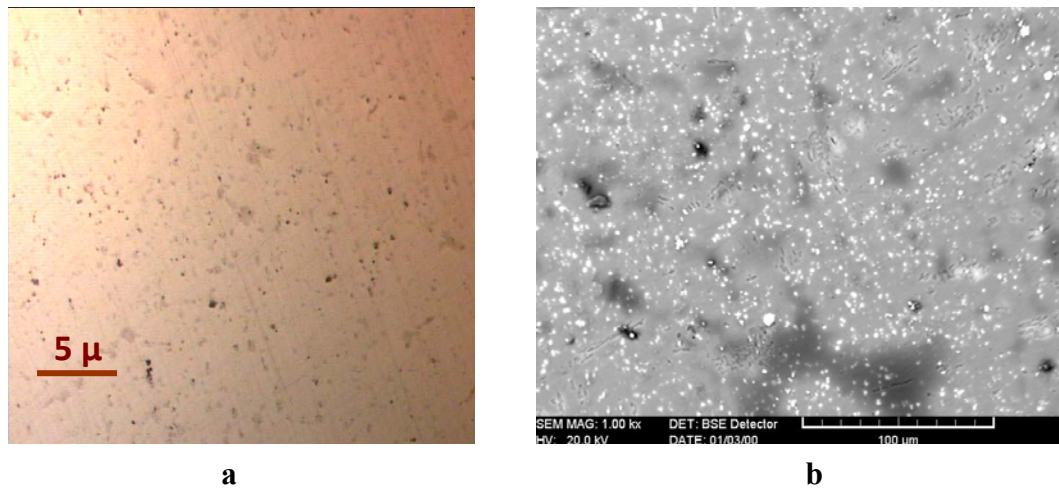
**Figure VI.8:** Courbes d'analyse calorimétrique différentielle des échantillons vieillis à 500°C

## VI.4. Etude métallographique et microscopique

### VI.4.1. Microscopie optique et Microscope électronique à balayage

#### ❖ Etat brut

L'observation métallographique de l'échantillon de l'état brut (vieillessement naturel) est représentée dans la Figure VI.9. Celle-ci montre qu'il y a une distribution quasi-uniforme des fines particules ayant une taille moyenne d'environ 1 $\mu$ m.



### Etat brut

**Figure. VI.9 :** Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon de l' Etat brut en

a) microscope optique

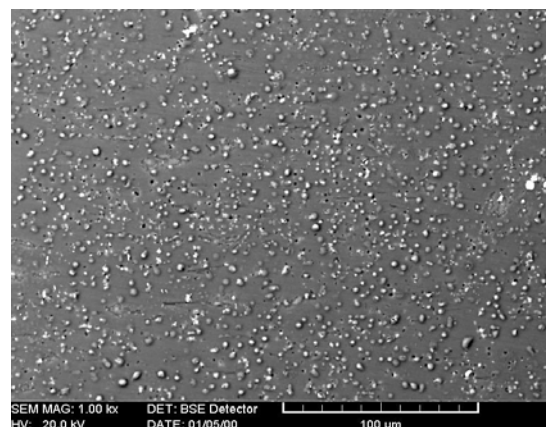
b) microscope électronique à balayage (MEB)

### ❖ Etat vieilli

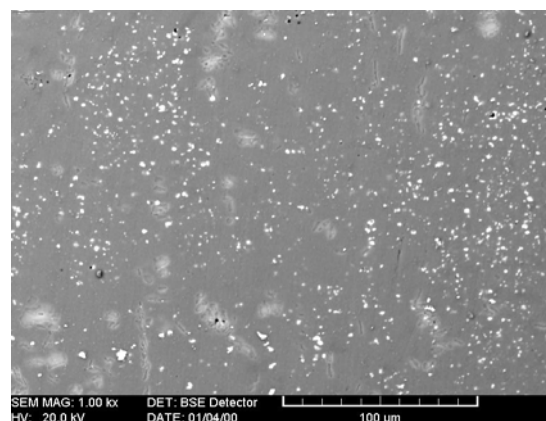
Les échantillons ont subi un vieillissement artificiel dans un intervalle de température prise entre 300°C et 500°C pour des temps de maintien pris entre 1h30min et 3h. Ces traitements ont été suivis d'une trempe à l'eau.

L'observation métallographique de ces échantillons représentée dans la Figure VI. (10-13) respectivement révèle la présence des fines particules .Celle ci présentent une formes très aléatoires. Ce pendant leur concentration diminue avec l'augmentation de la température.

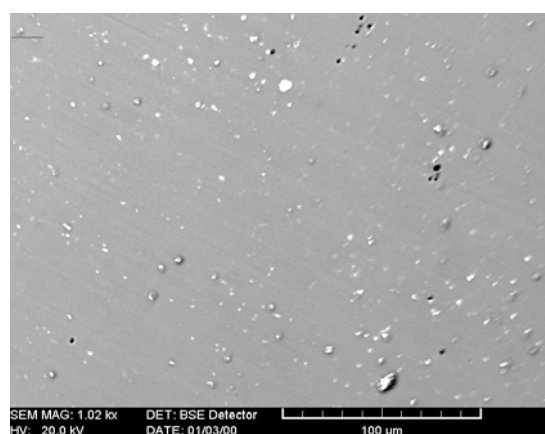
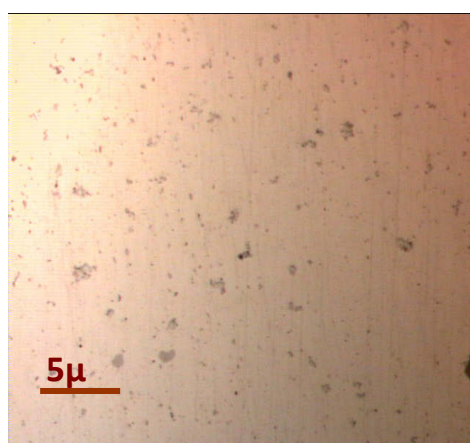




300 °C



400 °C

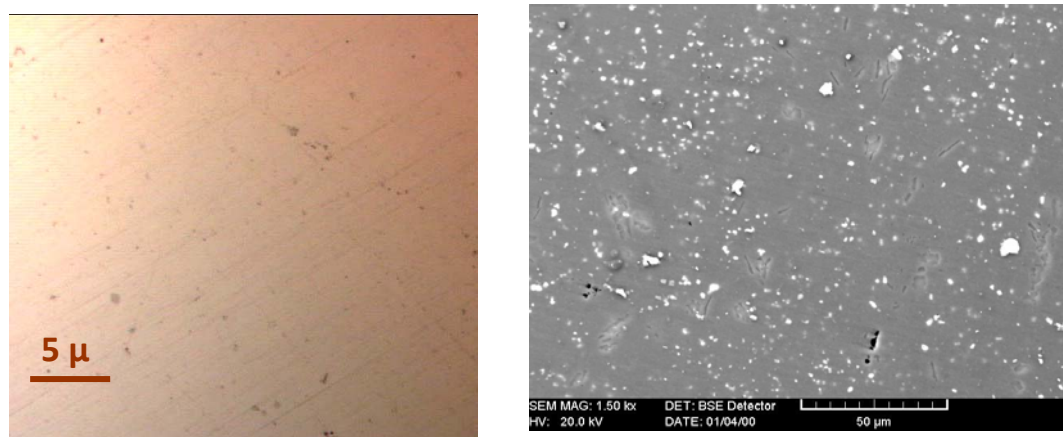


500 °C

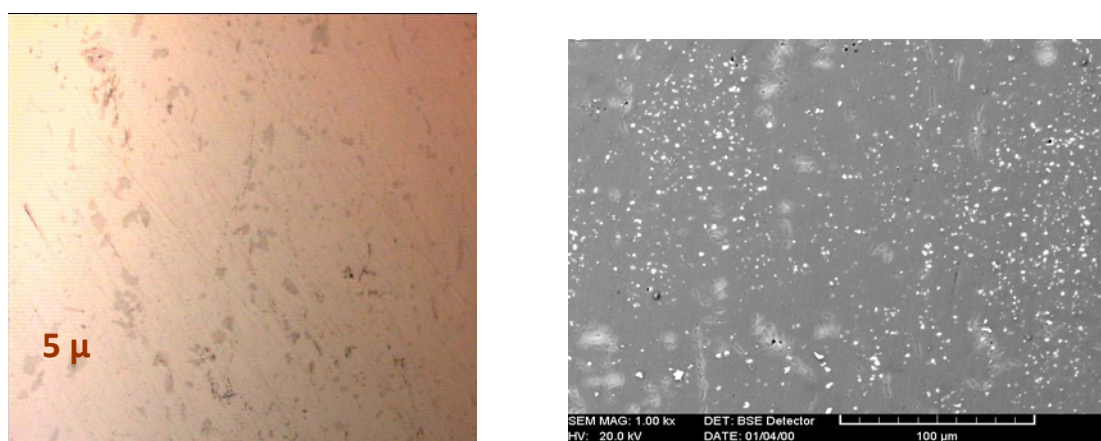
a

b

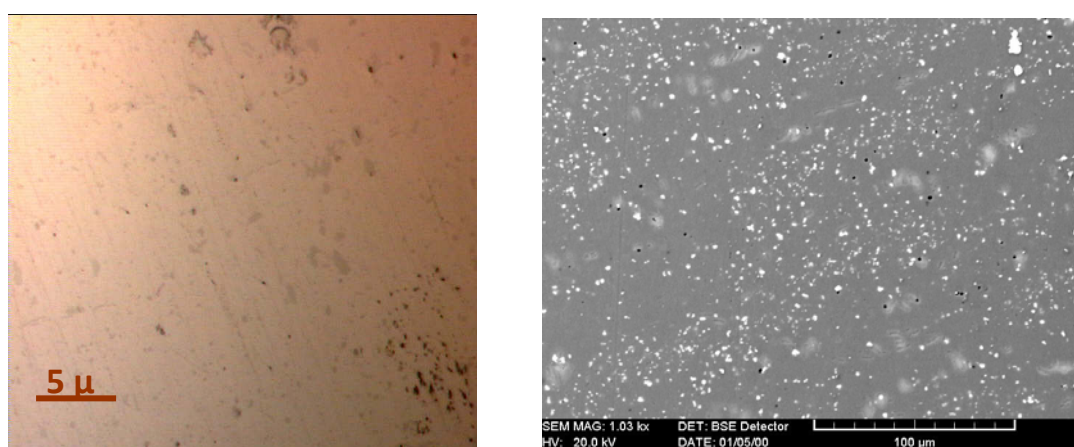
Figure .VI.10 : Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon vieilli à 1 h 30 min pendant différentes températures par a) microscope optique b) microscope électronique à balayage (MEB)



300 °C



400 °C



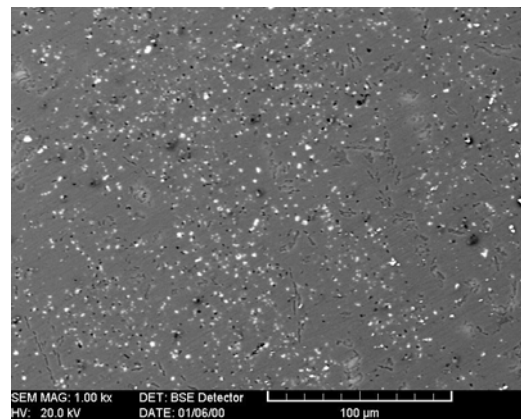
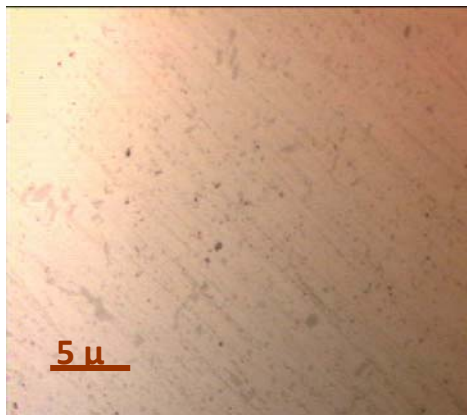
500°C

a

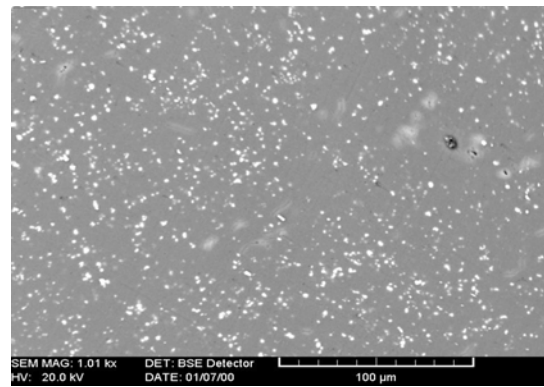
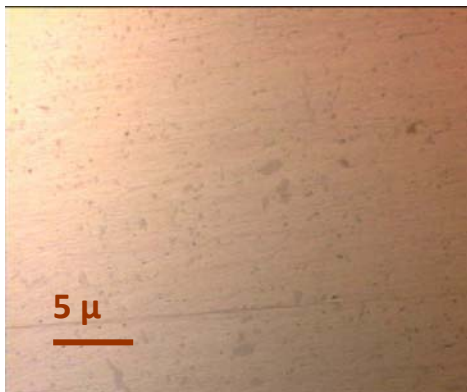
b

**Figure VI.11 :** Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon vieilli à 2 h pendant différentes températures par a) microscope optique b) microscope électronique à balayage (MEB)

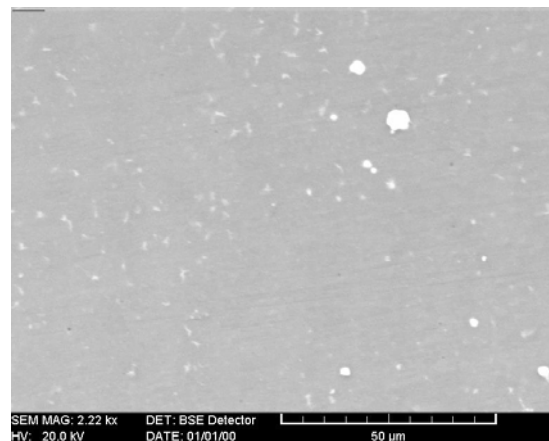
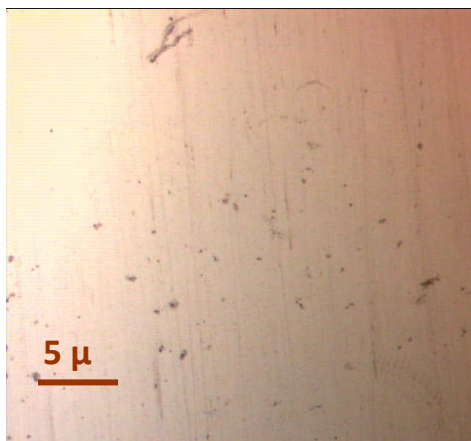




300 °C



400 °C

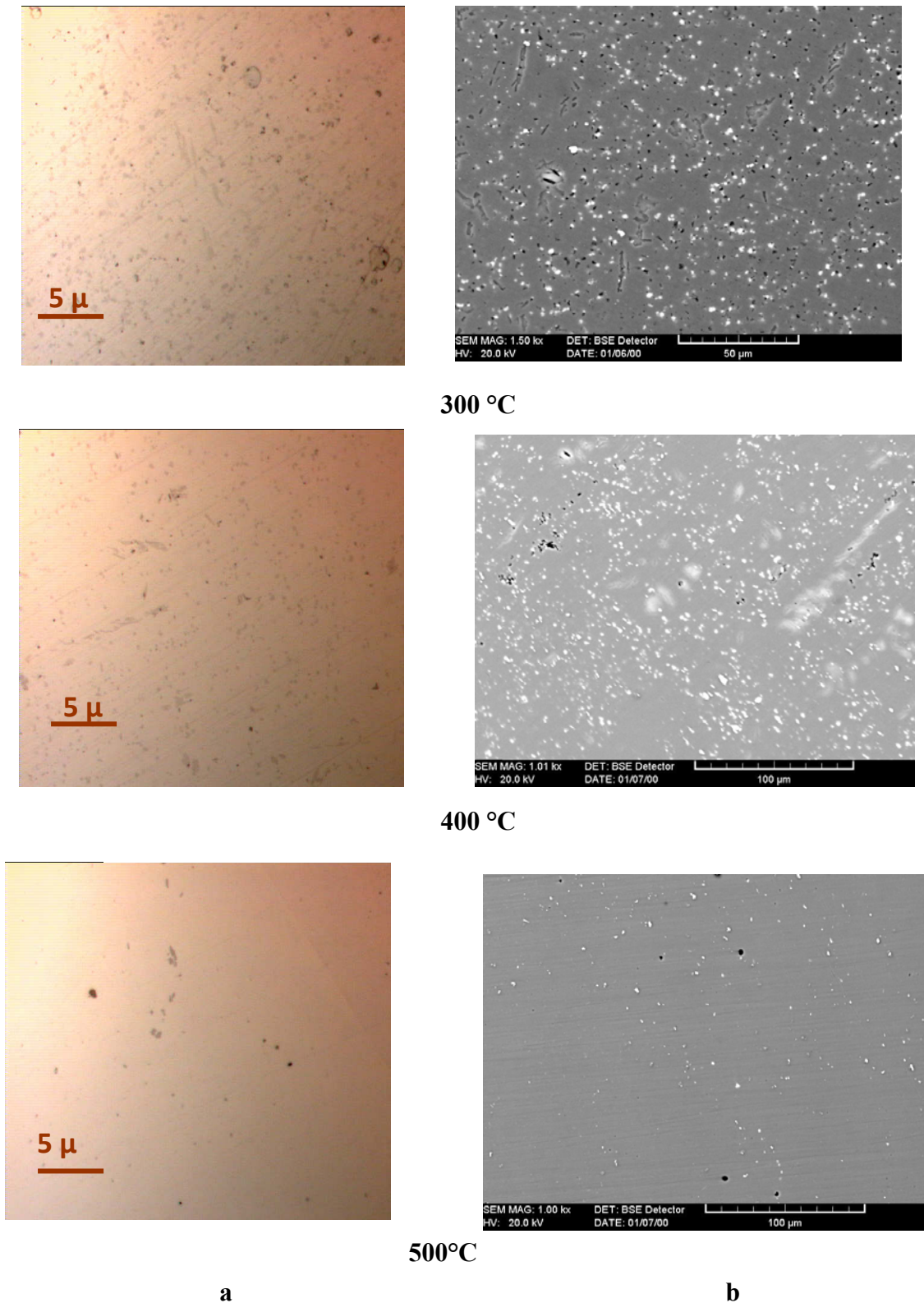


500°C

a

b

**Figure .VI.12 :** Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon vieilli à 2 h 30 min pendant différentes températures par : a) microscope optique, b) microscope électronique à balayage (MEB)



**Figure VI.13 :** Morphologie, distribution et densité des particules de l'échantillon vieilli à **3 h** pendant différentes températures par : a) microscope optique b) microscope électronique à balayage (MEB).

# *CHAPITRE VII*

## *Discussion*

## **VII.1.Effet du vieillissement Naturel**

### **VII.1.1.Influence du temps sur la recristallisation et précipitation**

L'obtention d'une microstructure ainsi que son évolution ont été étudiées par Rayons X. Le diagramme DRX montre qu'un long vieillissement dans un intervalle 2ans (24 mois) n'influe pas sur la structure générale du matériau (orientation des différents grains) car n'avons constaté l'orientation reste inchangée  $\alpha$  (220) lorsque des études précédentes sur le même alliage présentent la même orientation  $\alpha$  (220). Cependant, ce vieillissement favorise le développement de la précipitation  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) qui apparaisse dans tous les échantillons et la disparition de la phase  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ) et S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). En général il ya une stabilisation de la microstructure pour des temps très long [70,71].

### **VII.1.2.Influence de la température sur la recristallisation et précipitation**

Dans le diagramme de diffraction des rayons X correspondant à l'état initial vieilli à la température ambiante au cours du temps (Figure VI.1), la structure présente une orientation préférentielle  $\alpha$  (220). Des études préliminaires [70,71] observent la même orientation. Ce qui montre qu'il n'ya pas de changement de structure du matériau. En effet la valeur de la microdureté (Figure VI.6), de valeur moyenne 95g f/ $\mu\text{m}$  observée dans cet alliage est comparable à celle observée dans les études citées au préalable [70,71]. Le vieillissement naturel n'a pas d'influence sur la structure du matériau.

L'étude par rayons X (Figure VI.1) a permis d'identifier les différentes phases présentes dans l'alliage à savoir  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$ ,  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) et la disparition des phases S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) et  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$  normalement observées dans cet alliage. Une étude précédente montre la présence de la phase S [70] au cours du vieillissement naturel et la disparition de la phase  $T_1$  [70,71] ce qui peu être attribuée au vieillissement naturel.

## **VII.2.Effet du vieillissement artificiel**

### **VII.2.1.L'évolution de la structure**

Le vieillissement artificiel a été effectué dans un intervalle de température pris entre 300 °C et 500 °C pour des temps de maintien entre 1h30 et 3h respectivement (Figures VI.3-5. a,d). Il semble qu'il y a un développement d'une structure finale et principale d'orientation privilégiée  $\alpha(220)$  pour des temps 1h30 min et 3h, semblable à celle observé dans de l'état initial . Cependant elle passe à l'orientation  $\alpha(311)$  pour toutes les températures de vieillissement durant 2h et 2h30min (Figures VI.3-5 b, c). On observe une stabilité de la structure d'orientation privilégiée  $\alpha(220)$  pour des temps relativement long (1h30min) indépendamment de la température.

Le changement de la structure observé pour des temps très court (30min) est attribué au processus de restauration. En effet il y a une légère diminution de la microdureté (Figure VI.6).Il faut noter que ce changement n'influe guère sur la structure du matériau étudié puisqu'il n'y a pas une nouvelle structure formée suite à ces vieillissements qu'ils soient naturel ou artificiel. La variation de la microdureté montre effectivement qu'il ya une légère diminution de la microdureté observée pour presque tous les temps de maintien sauf à 300° C pour 2h. Ceci peut être attribué à une restauration du matériau. Cependant l'augmentation prononcée de la microdureté observée peut être liée aux ZGP et ou  $\delta'$  ( $Al_3Li$ ). Nous observons une augmentation de la dureté quelque soit le temps de maintien à partir de la température 400°C. Elle est d'autant plus prononcée pour la température 500°C et les temps de vieillissement de 1h30 et 2h30. Cette augmentation observée peu être liée à la présence de la phase  $\beta$  ( $Al_3Zr$ ) présente dans l'alliage [72] puisque La structure du matériau reste inchangée.

Il faut remarquer que le vieillissement artificiel n'influe guère sur la structure du matériau.

### **VII.2.2.L'étude du processus de précipitation de l'alliage**

L'étude par rayons X a permis d'identifier les différentes phases présentes dans l'alliage (Figures VI.3-5). On remarque la présence des phases  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ),  $\beta$  ( $Al_3Zr$ ) et  $S$

(Al<sub>2</sub>CuMg). En plus de la phase δ' (Al<sub>3</sub>Li) qui présente des orientations identiques à celle de la matrice [73,74], Il faut noter que les phases observées dans cet alliage appartenant au système quaternaire (Al-Li-Cu-Mg) plus précisément celui de la nuance 8090, sont identiques aux phases précédentes [43,44]. Néanmoins la phase θ (Al<sub>2</sub>Cu) n'a pas été observée. Ceci peu être lié au vieillissement naturel [70, 71,74]. Seulement le vieillissement artificiel fait disparaître les phases θ (Al<sub>2</sub>Cu) et S (Al<sub>2</sub>CuMg) pour un traitement à haute température pour un temps de maintien relativement long (2h30min).



# *Conclusion*

### Conclusion

L'étude du vieillissement des alliages superplastiques en particulier l'alliage d'aluminium-lithium désigné par la nuance 8090 a permis de mettre en lumière le rôle prépondérant du vieillissement sur la recristallisation de l'alliage étudié ainsi que sur le processus de la précipitation.

Les résultats obtenus montrent que

- Le vieillissement naturel influe sur la structure au cours du temps. Il y a une stabilité de structure durant le vieillissement naturel. L'orientation préférentielle reste  $\alpha$  (220).
- Pour des temps relativement très courts 30 min il ya un changement de structure d'orientation  $\alpha$  (311) quelque soit la température du vieillissement.
- L'alliage étudié présente une résistance à la recristallisation statique quelque soit le mode de vieillissement (naturel ou artificiel)

La diffraction des rayons X a permis d'identifier

- l'existence des phases principales  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) et  $\beta$  ( $Al_3Zr$ ),
- La phase  $\beta$  ( $Al_3Zr$ ) est la phase dominante.
- La phase S ( $Al_2CuMg$ ) est observée pour des temps longs et basse température et des temps relativement courts et température élevée.
- l'observation de la phase  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) après un long vieillissement naturel.
- l'absence de la phase  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ).
- La morphologie des phases observées reste aléatoire alors que la distribution est relativement homogène quelque soit la température.
  
- La densité des précipités dépend largement de la température puisqu'elle diminue au fur et mesure que la température augmente pour l'ensemble des échantillons étudiés.

## **Conclusion**

---

- le vieillissement artificiel a un effet remarquable sur les séquences de précipitation du matériau étudié puisque on relève.
- La disparition des phases  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) et  $S$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) à haute température pour un temps de vieillissement artificiel relativement long.

# *Références*

### Références

- [1] C.E.Pearson, the viscous properties of extruded eutectic alloys of lead-tin and bismuth tin j. Inst. Met. 54, (1934) 111-118.
- [2] Underwood, Super plasticity and related phenomena j. metals 14, (1962) 914-920.
- [3] A.A .Bochvar. Z.A. Sviderskaya, I. A. Nauk. S.S.S.R. 9, (1945) 821-830.
- [4] V.G.Vorobev, changement des propriétés mécaniques concomittant d'une évolution structurale metalloed. j. obratot. met. 3, (1958) 35-40.
- [5] A.A. Presnyakov, V.Chervyakova, apparition de la superplasticité dans le système Al-Cu, I. A. Nauk. S.S.S.R. 3, (1958) 120-124.
- [6] K. Higashi, unpublished research, University of Osaka Prefecture, (1992).
- [7] J.Jobart, J. Blandin, Materials Science and Engineering A, Vol. 207, Issue 2, (1996) 170-180.
- [8] C.H .Hamilton, Pattonne, Met. Trans. 10A, (1979) 241-247.
- [9] N. Chandra, Constitutive behaviour of super plastic materials, International journal of non-linear mechanics, Vol.37, (2002) 461-484.
- [10] H.Naziri, R. Pearce, J. Zinc. Inst. Met. , (1969) 326-329.
- [11] T.G. Nieh, J. Wadsworth, O.D. Cherby, Superplasticity in metals and ceramics, Cambridge university press, (1997).
- [12] D. Lee and W. A. Backofen, Deformation Processing of Anisotropic Material, Final Report, Contract N°. 66-0068-d. Metal Processing Lab, M.I.T., Boston (U.S.A.), (1966).
- [13] F. Jovane, Int. J. Mech. Sci. Pergamon Press. Vol. 10, (1968) 405-407.
- [14] D. H. Holt, W. A. Backofen, Trans. Am. Soc. Metals 59, (1966) 755-756.
- [15] G. Cizeron Superplasticité des Métaux et Alliages - Applications Récentes. Techniques de l'Ingénieur, p M145, (1973).
- [16] Service des Etudes et des Statistiques Industrielles (SESSI) du Ministère de l'Economie des Finances et de l'Industrie, Les services industriels du travail des métaux, étude thématique, <http://www.industrie.gouv.fr/sessi>, (2008).

- [17] Y. Aoura, Contribution à la modélisation du comportement superplastique des alliages métalliques pour les procédés de mise en forme, thèse de doctorat, ENSAM d'Angers, (2004).
- [18] R. Rioja, Fabrication methods to manufacture isotropic Al-Li alloys and products for space and aerospace applications, *Materials Science and Engineering A*, 257, (1998) 100–107.
- [19] J. C. Williams, et E. A. Starke, Progress in structural materials for aerospace systems. *Acta Materialia*, 51, (2003) 5775–5799.
- [20] R. Gupta, N. Nayan, G. Nagasireesha et Sharma, *Materials Science and Engineering: A*, 420, (2006) 228-234.
- [21] K. S. Ghosh, K. Das and U. K. Chatterjee, *journal de physique J Mater Sci*, (2007) 4276–4290.
- [22] A.Joshi, the New Generation Aerospace Alloys, Mechanical Engineer Junior Research Fellow Mechanical Engineering Department Indian.
- [23] L. Tanya et al. *Metals & Materials Society and Asm International*, (2008).
- [24] A. C. Bregianos, A. G. Crosky, P. R. Munroe, A. K. Hellier. *Int .J Fract*, (2010), 141–159.
- [25] S. Katsikis et al, *Materials Science and Engineering A* 485, (2008) 613-620.
- [26] G.E. Totten, D.S.MacKenzie (Eds.), *Handbook of Aluminum*, vol. 1, MarcelDekker Inc., New York, (2003) 152-159.
- [27] Jeong-Min Kima et al, *a journal of Alloys and Compounds*, 324, (2007) 434–435.
- [28] K. Dinsdale, S.J. Harris and B. Noble *Proc, 1st. AL-Li Conf*, New York, ed T. H. Sanders Jr and E. A. Starke, (1981)119-126.
- [29] H. Shin, H. Young, C. Maeng. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26, (1992).
- [30] M.Hillert, *Met. Trans.3*, (1972) 27-29.
- [31] T. H. Chuang, *Doktorarbeit, Universität Stuttgart*, (1983).
- [32] S. Bensaada, Z. Boumerzoug, *Courrier du Savoir*, N°4, 79, Juin 2003.
- [33] J. Lendvai, *Mat. Sc. Forum* 217, (1996) 43-48.
- [34] A. Deschamps et al, *Cu alloy. Philosophical Magazine*83, (2003) 670-677.
- [35] D. B. Williams and J. W. Edington, *Met. Sci.* 9, (1975) 529-536.
- [36] B. E. Noble and G. E. Thompson *Met. Sci. J.* 5, (1971) 120-122.
- [37] V.G. Davydov et al, *Mater. Sci. Forum* 331–337, (2000) 1049–1054.

- [38] B. Noble, et al of 9<sup>th</sup> International Conference on Aluminum Alloys eds. J.F. Nie, A.J. Morton, B.C. Muddle , Institute of Materials Engineering Australia Ltd, (2004) 777–781.
- [39] E. Lee et al, Materials Science and Engineering A, (1999) 265-100.
- [40] H. K. Hardy and J. M. Sicoock, J. I. M., (1955) 84 -423.
- [41] J. M. Silcock, J. Int. Met , (1960) 88-357.
- [42] B. E. Noble and G. E. Thompson Met. Sci. J., (1972) 6-167.
- [43] B.P. Huang and Z.Q. Zheng, Scripta Materialia, V. 38 (3), (1998) 357-362.
- [44] P. J. Gregson and H. M. Flower, Acta Meta II, (1985) 33-527.
- [45] P. Sainfort and B. Dubost, Aluminum-Lithium , edited by G. Champier, B. Dubost, D.Miannay, and L. Sabetay, France: Les Editions De Physique, (1987) 407-4011.
- [46] J. Morlet, G. Murry, Technique de l'ingénieur, volume MB3. Numéro M240 (2000).
- [47] M.H.Toslen, A.K. Vasudevan and P.R. Howll, Proc. 3<sup>Rd</sup> Int. Al-Li Conf, Oxford, July. (1985) 483-488.
- [48] W. S. Miller and J. W. Morris, Phil. Mag. A, Vol 56, (1987) 4-11.
- [49] S. C. Wang, M. J. Starink, Int Mater, (2005) 50-193.
- [50] NASA Headquarters Library Constellation program (2007).  
<http://www.hq.nasa.gov/office/hqlibrary/pathfinders/constellation.htm>.
- [51] T. Kobayashi, Materials Science and Engineering A280, (2000) 8-16.
- [52] F.J. Humphreys. Recrystallization, ed. T. Chandra, the Materials, Metals and Materials Society, 1990.
- [53] R. Doherty et al, Materials Science and Engineering. A, vol.238, (1997), 219-233.
- [54] K. Tsuzaki, H. Xiaoxu et T. Maki, Acta Materialia, vol.44, 4491 ,(1996).
- [55] T. Sakai et J.J. Jonas, Acta Metallurgica, vol.32, (1984) 189-192.
- [56] .J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press (1995).
- [57] M. Dupeux, Aide mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004) 105-148.
- [58] W.S.Miller, J.White and D.J. LLoyd Journal De Physique Colloque C3, Supplement au N<sup>0</sup>9, Tome 48, Septembre (1987) 3-139.
- [59] D. S. Mcl , A. Maid, Materials Science and Engineering A, 101 (1988) 193-200.
- [60] G. E. Thompson, B. J. Noble, Inst. Met, (1973) 101- 111.
- [61] M. Ahmad, T. Ericsson, Scripta Metallurgica, (1985) 457-462.

- [62] J. I. P.Landazábal, M. L. G. Madariaga, V. Recarte, J. San, Acta Mat, (2000)1283-1296.
- [63] J. I. P.Landazábal, M. L. V, Recarte, J. San Jun,Mater Sci. Eng, (1998)241-248.
- [64] M. J. Starink, P.J. Gregson, Mater Sci., (1996) 673-678.
- [65] R. Poduri, L. Q. Chen, Acta Mater., (1998)46- 3915.
- [66] P. J. Gregson, H. M. Flower, Mater Sci. Lett, (1984) 829-834.
- [67] D. Khireddine, R. Rahouadj, M. Clavel, Acta Met, 37, N°1, (1989) 191-201.
- [68] R. Wagner, R. Kampmann, R. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer (Eds.), Material Science and Technology: A Comprehensive Treatment. Phase Transformations in Materials, (1991).
- [69] Bourahla smain, thèse de magistère. Université Mentouri Constantine (2007).
- [70] Moulla Fatima, thèse de magistère. Université Mentouri Constantine (2010).
- [71] K.S. Ghosh, K. Das and U.K. Chatterjee, J Mater Sci, (2006) 1057–1068.
- [72] K.S. Kumar, S.A. Brown, J.R. Pickens, Acta Mater, (1996) 44- 1899.
- [73] W.S. Miller, J. While, D. J. Lloyd, in Aluminum alloys, their physical and Mechanical Properties, 3. EMAS, (1986) 1799-1800.
- [74] A.Gaber, N. Afify, Physica B 315, (2002) 57-62.



# *Annexe*

## Annexe

04-0787		Wavelength= 1.54056				*
Al		2 $\theta$	Int	h	k	l
Aluminum		38.472	100	1	1	1
		44.738	47	2	0	0
		65.133	22	2	2	0
Aluminum, syn		78.227	24	3	1	1
		82.435	7	2	2	2
Rad.: CuK $\alpha$ 1	$\lambda$ : 1.54056	Filter: Ni	Beta	d-sp:		
Cut off:	Int.: Diffract.	I/Icor.:	3.62			
Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11 (1953)		112.041	8	3	3	1
		116.569	8	4	2	0
		137.455	8	4	2	2

Sys.: Cubic S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)  
a: 4.0494 b: c: A: C:  
 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 4 mp:  
Ref: Ibid.

Dx: 2.699 Dm: SS/FOM: F<sub>g</sub> = 93(.0108 , 9 )

Color: Light gray metallic  
Pattern taken at 25 C. CAS #: 7429-90-5. The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA. The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference). Mineral species of doubtful validity, Am. Mineral., 65 205 (1980). Cu type. Gold SuperGroup, 1C-disordered Group. PSC: cF4. See ICSD 64700 (PDF 85-1327). Mwt: 26.98. Volume[CD]: 66.40.

48-1385		Wavelength= 1.5405				i
Al <sub>3</sub> Zr		2 $\theta$	Int	h	k	l
Aluminum Zirconium		20.541	50	0	0	4
		22.723	60	1	0	1
		27.079	20	1	0	3
		31.519	30	1	1	0
		34.221	20	1	0	5
Rad.: CuK $\alpha$ 1	$\lambda$ : 1.5405	37.931	100	1	1	4
Filter: Mono		41.763	50	0	0	8
d-sp: Guinier		45.208	60	2	0	0
Cut off:	Int.: Estimation	50.105	10	2	0	4
	I/Cor.:	51.158	10	2	1	1
Ref: Clark, N., School of Physical Sciences, The Flinders Univ. of South Australia, Adelaide, Australia, Private Communication, (1996)		52.778	5	1	0	9
Sys.: Tetragonal	S.G.: I4/mmm (139)	53.208	5	1	1	8
a: 4.009	b:	53.442	5	2	1	3
c: 17.281	A:	57.871	10	2	1	5
	C: 4.3106	63.247	60	2	0	8
$\alpha$ :	$\beta$ :	65.855	50	2	2	0
	$\gamma$ :	69.696	5	2	2	4
Z: [4]	mp:	70.657	5	3	0	1
Ref: Brauer, G., Z. Anorg. Chem., 242, 15 (1939)		72.027	10	2	1	9
Dx: 4.117	Dm:	73.723	50	1	1	12
	SS/FOM: F <sub>24</sub> = 2 $\epsilon$ (0.022 , 43)	74.811	5	3	1	0
		75.228	5	1	0	13
Synthesized from elements in an argon arc furnace. Al <sub>3</sub> Zr type. Silicon used as an internal stand. PSC: t16. To replace 2-1093.		78.607	60	3	1	4
Powder pattern reference: Clark, N., Wu, E., J. Less-Common Met., 163, 227 (1990). Unit cell reference: Brauer, G., Z. Anorg. Chem., 242, 15 (1939). Structural reference: Ma, Y et al., Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, 48, 11 (1992). Mwt: 172.16. Volume[CD]: 277.74.		81.083	50	2	2	8

03-1215					Wavelength= 1.5418			O	
AlLi					2 $\theta$	Int	h	k	l
Aluminum Lithium					24.386	60	1	1	1
					39.889	80	2	2	0
					47.345	60	3	1	1
					58.205	48	4	0	0
					63.743	48	3	3	1
Rad.: CuK $\alpha$ $\lambda$ : 1.5418 Filter: Ni Beta d-sp:					72.740	80	4	2	2
Cut off: Int.: Estimation I/Icor.:					78.379	60	5	1	1
Ref: Komovsky, Maximow, Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 92, 282 (1935)					86.510	60	4	4	0
					91.744	60	5	3	1
					99.506	68	6	2	0
					105.417	40	5	3	3
Sys.: Cubic S.G.: Fd3m (227)					114.230	40	4	4	4
a: 6.373 b: c: A: C:					120.147	60			
Ref: Ibid.					130.201	100	6	4	2
					137.230	80			
					151.147	48	8	0	0
					163.975	40	7	3	3
Dx: 1.741 Dm: 1.725 SS/FOM: $I_{15} = 3(0.260, 20)$									

O assigned because of inadequate range of intensities. (Ed.) Na Tl  
type. PSC: cF16. Mwt: 33.92. Volume[CD]: 258.84.

28-0011		Wavelength= 1.5418									
Al <sub>2</sub> CuLi		2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l
Aluminum Copper Lithium		9.418	20	0	0	1	81.332	10	3	1	1
		18.921	100	0	0	2	82.516	20	0	0	8
		20.607	30	1	0	0	85.657	10	2	0	7
		22.801	30	1	0	1	86.606	10	2	1	6
		28.332	30	1	0	2					
Rad.: CuK $\alpha$	$\lambda$ : 1.5418	Filter: Ni	Beta	d-sp: Debye-S. 114.6							
Cut off: 10.0	Int.: Estimation	I/Cor.:									
Ref: Hardy, Silcock, J. Inst. Met., 84, 423 (1955)											
		35.481	20	1	0	3					
		38.590	60	0	0	4					
		41.280	30	1	1	2					
		42.126	100	2	0	0					
		44.246	30	1	0	4					
		46.599	100	2	0	2					
Sys.: Hexagonal	S.G.: P6/mmm (191)										
a: 4.96	b:	c: 9.35	A:	C: 1.8851							
$\alpha$ :	$\beta$ :	$\gamma$ :	Z: 3	mp:							
Ref: Ibid.											
		53.933	10	1	1	4					
		56.831	10	2	1	0					
		58.447	30	2	0	4					
		59.481	10	0	0	6					
		60.511	10	2	1	2					
		63.355	20	1	0	6					
		66.287	10	2	0	5					
Dx: 3.112	Dm:	SS/FOM: F <sub>30</sub> = 8(0.074 , 53)									
		68.657	30	3	0	2					
		70.665	30	2	1	4					
		71.467	30	1	1	6					
Chemical analysis (wt.%): Cu 50.5, Li 5.5. Space group		72.740	10	3	0	3					
single-crystal work with rotation photographs. No extinctions		75.373	20	2	0	6					
observed. Space group `P622` (177), `P6mm` (183) or `P-6m2`		76.880	30	2	2	0					
(187) also possible. Refined cell: a=4.958, c=9.344, C=1.885. PSC:		80.025	30	2	2	2					
hP12. Mwt: 124.45. Volume[CD]: 199.21.											

28-0011

Wavelength= 1.5418

Al <sub>2</sub> CuLi					2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l	
Aluminum Copper Lithium					9.418	20	0	0	1	81.332	10	3	1	1	
					18.921	100	0	0	2	82.516	20	0	0	8	
					20.607	30	1	0	0	85.657	10	2	0	7	
					22.801	30	1	0	1	86.606	10	2	1	6	
					28.332	30	1	0	2						
Rad.: CuK $\alpha$ $\lambda$ : 1.5418 Filter: Ni Beta d-sp: Debye-S. 114.6					35.481	20	1	0	3						
Cut off: 10.0 Int.: Estimation I/Icor.:					38.590	60	0	0	4						
Ref: Hardy, Silcock, J. Inst. Met., 84, 423 (1955)					41.280	30	1	1	2						
					42.126	100	2	0	0						
					44.246	30	1	0	4						
					46.599	100	2	0	2						
Sys.: Hexagonal S.G.: P6/mmm (191)					48.831	20	0	0	5						
a: 4.96 b: c: 9.35 A: C: 1.8851					53.933	10	1	1	4						
$\alpha$ : $\beta$ : $\gamma$ : Z: 3 mp:					56.831	10	2	1	0						
Ref: Ibid.					58.447	30	2	0	4						
					59.481	10	0	0	6						
					60.511	10	2	1	2						
					63.355	20	1	0	6						
Dx: 3.112 Dm: SS/FOM: $\Gamma_{30} = 8(0.074, 53)$					66.287	10	2	0	5						
					68.657	30	3	0	2						
					70.665	30	2	1	4						
					71.467	30	1	1	6						
Chemical analysis (wt.%): Cu 50.5, Li 5.5. Space group					72.740	10	3	0	3						
single-crystal work with rotation photographs. No extinctions					75.373	20	2	0	6						
observed. Space group `P622` (177), `P6mm` (183) or `P-6m2`					76.880	30	2	2	0						
(187) also possible. Refined cell: a=4.958, c=9.344, C=1.885. PSC:					80.025	30	2	2	2						
hP12. Mwt: 124.45. Volume[CD]: 199.21.															

# *RESUME*

## **Aging Effect on the Superplastic Alloys**

### **Abstract**

Superplasticity is the property which has materials that show a large plastic deformation without failure. This propriety is used during bulge forming in order to form pieces with complex geometric forms on one step without welding. This is impossible with traditional bulge forming.

The object of this study concerns the influence of natural and artificial aging on the recrystallization and precipitation of Al-Li alloy (8090).

X rays diffraction has been used for structural characterization of specimens. Optical microscopes, scanning electron microscopy (SEM) have been used for observation.

The results show that aging plays a great role on the behavior of superplastic studied alloy. There is stability in the structure with time. The alloy presents recrystallization resistance. However there is a change in the precipitation process of the studied alloy.

**Key-words:** Superplasticity, Aging, Recrystallization, Precipitation, Al-Li Alloys,  
X Rays Diffraction, SEM



## تأثير التقادم على السبائك ما فوق اللدنة

### ملخص

إن التشوه ما فوق اللدن هي خاصية بعض المواد التي لها قابلية التشوهات المرنة الكبيرة بدون انكسار. هذه الخاصية تستعمل خلال عملية التحويل الحراري لتشكيل صفائح مختلفة الأشكال في عملية واحدة بدون تلحيم، و هذا غير ممكن خلال التحويل الحراري التقليدي.

الهدف من هذه الدراسة يتعلق بتأثير التقادم الطبيعي و الصناعي على التبلور و كذلك على ظاهرة الترسيب لسبيكة ما فوق اللدن الخاصة بألمنيوم- ليثيوم (8090).

في هذه الدراسة استعملت حيود الأشعة السينية لدراسة البنية البلورية للعينات. المجهر الضوئي و المجهر الماسح الإلكتروني، استعملا كتقنيتين لملاحظة العينات.

النتائج المحصل عليها تبين أن التقادم يلعب دور هام جدا على خواص سبيكة ما فوق اللدن. لقد تبين أن هناك استقرار في البنية البلورية مع مرور الزمن. بالإضافة إلى مقاومة السبيكة للتبلور لوحظ تغير في عملية الترسيب في السبيكة المدروسة.

**الكلمات المفتاحية:** ما فوق اللدنة، التقادم، التبلور، الترسيب، سبيكة ألمنيوم- ليثيوم، الأشعة السينية، المجهر الماسح الإلكتروني.

## Résumé

La superplasticité est la propriété qu'ont certains matériaux pouvant subir de grande déformation plastique sans rupture. Cette propriété est utilisée lors de l'emboutissage à chaud en vue de former des pièces de formes géométriques complexes en une seule étape sans soudage. Ce qui est impossible lors de l'emboutissage à chaud traditionnel.

L'objectif de cette étude concerne l'influence du vieillissement naturel et artificiel sur la recristallisation ainsi que le processus de précipitation de l'alliage superplastique Al-Li (8090).

La diffraction des Rayons X a été utilisée pour la caractérisation structurale des échantillons. Le microscope optique et la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été utilisés comme techniques d'observation.

Les résultats obtenus montrent que le vieillissement joue un rôle important sur le comportement de l'alliage superplastique étudié. En effet il y a une stabilité de la structure au cours du temps. L'alliage présente une résistance à la recristallisation. Cependant il y a un changement dans le processus de précipitation de l'alliage étudié.

**Mots clés** : Superplasticité, Vieillissement, Recristallisation, Précipitation, Alliage Al-Li, Rayons X, MEB.