

**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 en Physique

Option: **Métallurgie**

**THEME**

**Evolution de la texture des alliages  
superplastiques**

**PAR**

**DERROUCHE AFIFA**

Soutenu le : 19/ 06 /2012

**Devant le jury :**

<b>Président :</b>	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri - Constantine
<b>Rapporteur :</b>	R. AMICHI	M.C. A	Université Mentouri - Constantine
<b>Examineurs:</b>	A.BOUABELLOU	Prof.	Université Mentouri - Constantine
	L. HAMDELOU	M.C. A	Université Mentouri - Constantine

## *Dédicace*

*Avec tout mon amour, je dédie ce travail · mes parents qui n'ont pas cessé de*

*me soutenir durant toute ma scolarité.*

*A mes chères sœurs Meriem, Safa et Nedjwa.*

*A mes frères Abdel nour et Yahia.*

*A mon fiancé Aissa Et · toutes mes amies.*

## ***REMERCIEMENTS***

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Microstructure et Défauts du Département de Physique de la faculté des sciences exactes de l'Université Mentouri Constantine.

Un grand merci et surtout beaucoup de respect pour Madame **R.Amichi**, Maitre de conférence au Département de physique de la faculté des sciences exactes de l'Université Mentouri –Constantine, pour avoir dirigé ce travail et réussi à me supporter pendant ces deux ans. J'ai énormément profité de son expérience et ses conseils. Qu'elle se trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je remercie Monsieur **D. Hamana** professeur du département de physique, Université de Constantine, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Je tiens d'abord à remercier Monsieur **A. Bouabellou**, Professeur du département de physique, Université Mentouri Constantine, pour avoir accepté de juger mon travail.

J'adresse mes remerciements à Monsieur **L. Hamdellou**, Maitre de conférences du département de physique de l'Université Mentouri, qui a bien voulu accepter d'examiner mon travail de Magister.

J'adresse ma plus grande reconnaissance à Monsieur **D. Hamana**, directeur du « laboratoire de transformation de phase » et professeur au département de physique de l'Université Mentouri, ainsi qu'aux les doctorants et magisters Loubna, Zahira, Dalel, Samia et Abdelmalek l'ingénieur de ce laboratoire pour la grand partie expérimentale réalisé au sein de ce laboratoire.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Monsieur **K.Melghit** Professeur au département de chimie de la faculté des sciences, Université Sultanat Oman, Muskat pour l'aide apportée concernant la diffraction des rayons X.

Je remercie tous mes amis du Département de Physique, spécialement Khalida, Smain, Nedjwa, pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apportée pendant la réalisation de ce travail.

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

**Introduction générale** ..... 1

**Chapitre I. Etude bibliographique**

**I.1. Texture cristallographique** ..... 2

- I.1.1. Introduction ..... 2
- I.1.2. Définition de la texture cristallographique ..... 3
- I.1.3. Fonction de distribution des orientations(ODF) ..... 3
- I.1.4. Représentation de la texture ..... 4
- I.1.5. Détermination de la texture cristallographique ..... 11
  - a. Méthodes Radiocristallographique ..... 12
  - b. Détermination de la texture par diffraction neutronique ..... 13
  - c. Détermination de la texture par la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) ..... 13
- I.1.6. Texture de recristallisation ..... 14
  - I.1.6.1. Recristallisation ..... 14
  - I.1.6.2. Texture de recristallisation primaire ..... 17
  - I.1.6.3. Texture de recristallisation secondaire ..... 17

**I.2. Texture des alliages superplastiques** ..... 18

- I.2.1. Définition de la superplasticité ..... 18
- I.2.2. Les conditions du comportement superplastique ..... 18
- I.2.3. Les matériaux superplastiques ..... 20
- I.2.4. Texture de déformation dans les métaux et alliages CFC ..... 25
- I.2.5. Texture de déformation superplastique dans les alliages Al-Li (8090) ..... 27

**Chapitre II. Techniques expérimentales**

**II.1. Matériau étudiée** ..... 28

**II.2. Les traitements thermiques effectués** ..... 28

**II.3. Préparation des échantillons** ..... 29

**II.4. Techniques de caractérisation** ..... 29

- II.4.1. Diffraction des rayons X ..... 29
- II.4.2. Mesure de la microdureté ..... 29

**II.5. Techniques d'observations** ..... 32

- II.5.1. Microscope optique ..... 32

II.5.2. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	33
<b>Chapitre III. Résultats expérimentaux et interprétations</b>	
<b>III.1. Evolution de la texture par la diffraction des rayons X .....</b>	<b>35</b>
III.1.1. Texture de l'échantillon de référence .....	35
III.1.2. Texture des échantillons vieillis .....	37
<b>III.2. Etude de la recristallisation du matériau .....</b>	<b>42</b>
III.2.1. Observation métallographique et électronique .....	42
III.2.2. La microdureté .....	44
<b>III.3. Effet du temps de vieillissement .....</b>	<b>46</b>
III.3.1. La texture .....	46
III.3.2. La recristallisation .....	46
III.3.3. Le processus de précipitation .....	46
<b>III.4. Mécanisme de la recristallisation de l'alliage Al-Li .....</b>	<b>53</b>
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>54</b>
<b>Références .....</b>	<b>55</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>56</b>

Dans le transport aérien, l'une des priorités du 21<sup>ème</sup> siècle porte sur l'allègement et/ou l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux. Les raisons sont d'une part d'ordre écologique visant une diminution du rejet des gaz à effet de serre, d'autre part économique pour une diminution de la consommation énergétique. Les alliages d'aluminium représentent la majorité des alliages utilisés industriellement.

Les nouveaux alliages développés sont les alliages d'aluminium-lithium (Al-Li). En effet le lithium est le troisième élément le plus léger de la classification périodique. Son addition diminue le poids du matériau et augmente le module de Young et la limite élastique [1]. Cependant leur élaboration reste difficile par rapport à celle des alliages d'aluminium conventionnels notamment durant la fusion et la coulée à cause de la grande réactivité du lithium vis-à-vis de l'oxygène et de l'eau.

Ces alliages présentent un comportement superplastique. Celui-ci est étroitement lié à une structure à grains fins et équiaxes obtenue par recristallisation statique (avant la déformation) ou recristallisation dynamique (durant les premiers stades de la déformation superplastique). Des études ont montré que le matériau présente une résistance à la recristallisation statique [2-4].

Ce travail étudie l'influence du temps de recuit sur l'évolution de la texture de l'alliage Al-Li afin d'optimiser les conditions de recristallisation statique.

En plus de cette introduction générale, ce mémoire comprend trois chapitres. Le premier chapitre porte sur une étude bibliographique comprenant deux parties. La première partie présente des notions sur la texture cristallographique des matériaux en plus des différentes méthodes de sa détermination. Alors que la deuxième partie concerne la texture des alliages superplastiques, précédée par un bref rappel sur le comportement superplastique ainsi que les conditions requises pour un comportement superplastique.

Le second chapitre présente l'alliage étudié, les traitements thermiques effectués ainsi que les différentes techniques expérimentales utilisées (d'analyse) telles que la diffraction des rayons X (DRX), (d'observation) telles que microscope optique et microscopie électronique à balayage (MEB).

Les résultats expérimentaux ainsi que leur discussion sont présentés dans le troisième chapitre. Celui-ci traite de l'effet du temps sur l'évolution de la texture, la recristallisation ainsi que le processus de précipitation de l'alliage. Ce qui nous a permis d'énoncer les conditions optimales de recristallisations statique. Nous terminons ce manuscrit par une conclusion générale.

## I. 1.Texture cristallographique

### I.1.1. Introduction

Les matériaux sont en fait généralement polycristallins, c'est-à-dire constitués d'agrégats de grains (monocristaux d'orientations différentes). Du fait de ces différences d'orientation, on comprend que chaque grain peut subir une déformation différente de ses voisins. La distribution des orientations des grains est appelée texture cristallographique. Elle est naturellement créée lors de la solidification, et modifiée progressivement lors d'une déformation plastique par rotation du réseau lorsque les systèmes de glissement sont activés.

La texture est un paramètre important dans la connaissance du matériau, notamment ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques. En effet chaque direction du cristal ne contient pas la même densité d'atomes, on comprend alors qu'une forte concentration de telle ou telle direction sur une orientation particulière engendrera une anisotropie du polycristal. La texture peut également être très utile à la compréhension des mécanismes de déformation. Déterminer la texture d'un matériau revient à connaître les orientations prédominantes que prennent les grains après une opération de mise en forme.

Notons  $K$  le repère lié à l'échantillon,  $K^g$  les repères liés à chacun des grains composant le polycristal. Nous pouvons alors déterminer pour chaque grain une matrice de passage  $T^g$  permettant de passer de  $K$  à  $K^g$  :

$$K^g = T^g \cdot K \dots \dots \dots (I.1)$$

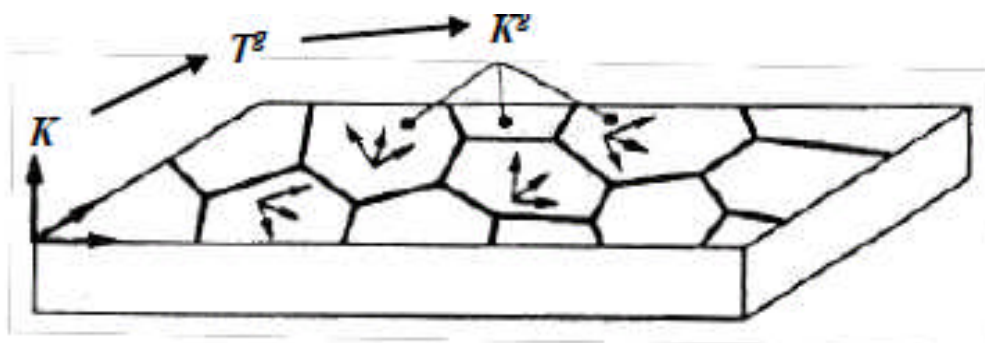


Figure I.1. Orientations cristallines d'un matériau [5].

### I.1.2. Définition de la texture cristallographique

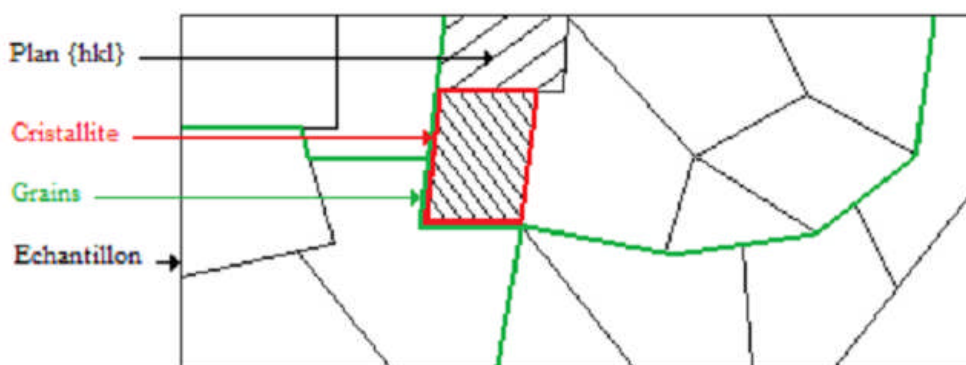
La texture cristallographique d'un matériau est la connaissance des différentes distributions d'orientations cristallines existantes dans le matériau.

La texture cristallographique se définit comme étant l'orientation  $oxyz$  des cristallites par rapport à l'orientation  $OXYZ$  de l'échantillon, cette description est seulement statistique, car elle est impossible à définir [6].

### I.1.3. Fonction de distribution des orientations(FDO)

#### a. Grains, cristallites et plans diffractant

Il n'y a pas de relation à priori entre les axes majeurs des cristallites et  $K_B$ , repère de la cristallite. Afin de clarifier les trois notions cristallite/grains/plans diffractant, nous avons représenté dans la Figure I.2 une section de deux dimensions d'un échantillon quelconque. L'échantillon est constitué de grains, qui peuvent varier en formes et en tailles, suivant le procédé d'élaboration...etc. A l'intérieur de chaque grain, plusieurs cristallites peuvent être présentes, avec différentes orientations, tailles et formes. Les cristallites à l'intérieur d'un grain, peuvent posséder des orientations (données par les plans  $\{hkl\}$ ) et des tailles différentes. Dans une même cristallite les plans  $\{hkl\}$  sont strictement parallèles entre eux.



**Figure I.2.** Représentation d'une section 2D d'un échantillon polycristallin [6].



### b. Définition de la Fonction de Distribution des Orientations(FDO)

L'FDO ou  $f(g)$  permet de représenter les différentes orientations des cristallites, ainsi que leurs distributions. C'est une description quantitative de la texture de l'échantillon  $f(g)$  concerne l'orientation des cristallites d'une seule phase (même composition et même structure cristalline) Soit  $g$  l'orientation d'une cristallite par rapport à l'échantillon. La fonction de distribution des orientations  $f(g)$  est définie comme la fraction de volume  $dV(g)$  des cristallites ayant une orientation comprise entre  $g$  et  $g+dg$ .

$$\frac{dV_g}{V} = \frac{f(g)}{8\pi^2} dg \dots\dots\dots (I.2).$$

C'est donc une densité volumique par unité d'orientation  $dg$ . Pour connaître en pourcentage d'orientation il faudra donc intégrer  $f(g)$  sur un domaine d'orientation  $g$ . L'unité utilisée pour  $f(g)$  est la distribution aléatoire multiple. Puisque  $f(g)$  est une densité, elle doit être supérieure ou égale à zéro quelque soit  $g$ . Ainsi, pour une ODF quelconque, les valeurs de  $f(g)$  pourront s'étendre de 0 à l'infini, 0 représente une absence de cristaux orientés pour le  $g$  correspondant et l'infini représente la valeur d'un monocristal parfait pour quelques  $g$  particuliers. Ainsi, pour un échantillon donné, il pourra exister des valeurs de  $g$  pour lesquelles  $f(g) = 0$ , sans pour autant que certaines autres valeurs de  $f(g)$  soient égales à l'infini. Par contre pour un monocristal, seule quelques valeurs de  $f(g)$  seront égales à l'infini, et toutes les autres seront nulles [6].

### I.1.4. Représentation des textures

#### a. Orientation idéale

On note souvent le type de texture présent dans le métal par une (ou plusieurs) orientation idéale c'est-à-dire par l'indication de plans et de direction cristallographiques parallèles à des plans ou à des directions caractéristiques de l'éprouvette ; un fil présente une texture  $\langle hkl \rangle$ , si une direction cristallographique  $\langle hkl \rangle$  a dans chaque grain de l'éprouvette tendance à s'aligner avec l'axe du fil dans une tôle de texture  $\{ hkl \} \langle uvw \rangle$  ; un plan  $\{ hkl \}$  de chaque grain coïncide presque avec le plan de la tôle, tandis qu'une direction  $\langle uvw \rangle$  s'aligne avec la direction de laminage .

Nous allons rappeler à cette occasion les notations cristallographiques en usage pour un cristal de structure cubique de paramètre  $a$  ses indices de Miller  $(hkl)$  représentent l'ensemble des plans réticulaires parallèles et équidistants qui coupent les axes de coordonnées (parallèles aux arêtes du

cube élémentaire), à distances  $na/h, na/k, na/l$  de l'origine ( $n$  est comme  $h, k$  et  $l$ , un entier positif ou négatif). L'équation de ces plans est donnée par la relation

$$hx + ky + lz = n a \dots \dots \dots (I.3).$$

Si :  $h, k$  ou  $l$  est négatif, le signe  $-$ correspondant est placé au moins au-dessus du nombre

(3-21) représente les plans coupant les axes en  $na/3, -na/2, na$ . Si l'un des indices sont nul, les plans correspondants sont parallèles à l'un des axes de coordonnées (qu'ils coupent à l'infini). Les plans  $\{100\}$  représentent l'ensemble des plans réticulaires parallèles à l'une des faces du cube élémentaire. Le changement simultané des signes de  $h, k$  et  $l$  ne modifie pas l'ensemble de plans considérés, il suffit pour le voir de changer le signe de  $n$ .  $\{hkl\}$  indique tous les plans cristallographiquement équivalents aux plans  $(hkl)$  dans le système cubique, soit 24 ensembles dans le cas générale :  $(hkl), (-hkl), (h-kl), (hk-l), (hlk), (-hlk), (h-lk), (hl-k), (khl), (khl), (khl), (klh), (-khl), (k-lh), (kl-h), (lkh), (-lkh), (lk-h), (-lhk), (l-hk), (lh-k)$ .

Le nombre est plus réduit (12, 6, 4 ou 3) si l'on a des relations entre les nombres  $h, k, l$  ; le nombre minimal d'ensembles de plans est de trois :  $\{100\}$  signifie ainsi  $(100) (010) (001)$ , c'est-à-dire tous les plans réticulaires parallèles aux faces du cube élémentaire.

La distance réticulaire  $d$  des plans  $\{hkl\}$ , distance entre deux plans consécutifs du même ensemble, est donnée par la relation suivante :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + K^2 + L^2}} \dots \dots \dots (I.4).$$

Tandis que l'angle  $\theta$  entre deux plans  $(hkl)$  et  $(h'k'l')$  est donné par :

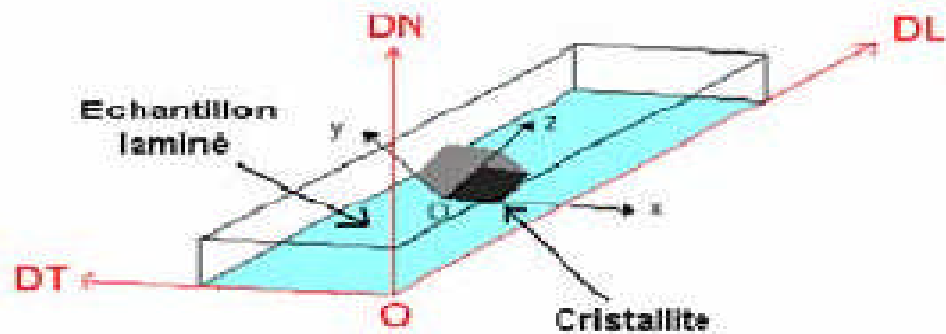
$$\cos \theta = \frac{hh' + kk' + ll'}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}} \dots \dots \dots (I.5)$$

Si  $hu + kv + lw = 0$ , La direction  $[uvw]$  est située dans le plan  $(hkl)$  ; elle est en effet perpendiculaire à la direction  $[hkl]$  normale au plan.  $\langle hkl \rangle$  est l'ensemble des directions cristallographiques équivalentes à  $[hkl]$  dans le système cubique, c'est à dire 24 directions dans le cas général (elles sont respectivement perpendiculaires aux 24 ensembles de plan  $\{hkl\}$  énumérés ci-dessus) [7].

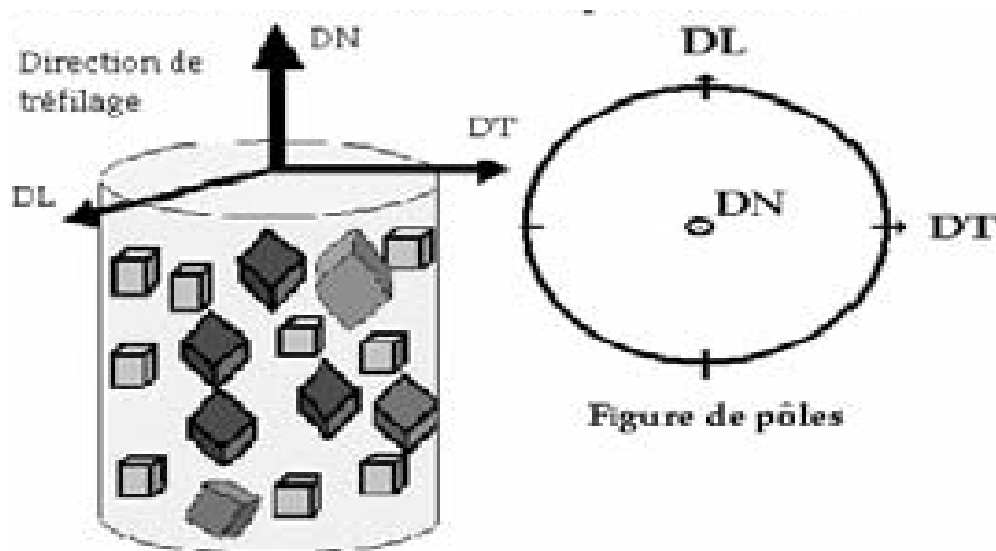
### **b. Représentation de l'orientation cristallographique**

La représentation de la texture est généralement donnée par l'orientation des cristallites par rapport à un référentiel lié à l'échantillon. (DL, DT, DN) sont les trois directions orthogonales définissant ce référentiel. Dans le cas d'une tôle laminée, DL est la direction de laminage de la tôle, DT la direction transverse et DN la direction normale au plan de laminage (DL, DT) (Figure I.3.a). En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution, DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la section transverse" du fil (Figure I.3.b).

Le référentiel lié à la cristallite (Oxyz) est construit selon la symétrie cristallographique. Dans le cas d'une structure cubique, les axes du référentiel lié à la cristallite sont définis usuellement comme suit :  $Ox // [100]$ ,  $Oy // [010]$  et  $Oz // [001]$  (Figure I.3.b).



a



b

**DN est la normale transverse de l'échantillon, DL et DT sont deux directions du plan transverse.**

**Figure I.3.** Définition des repères pour la mesure de la texture cristallographique. a)fil, b) tôle laminée [8].

**c. Représentation de la texture par les angles d'Euler**

C'est la représentation principale utilisée dans l'étude des FDOC (Fonction de Distribution des Orientations Cristallines). Les angles d'Euler  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$  (selon le formalisme de Bunge) définis ci-dessous, décrivent l'ensemble des trois rotations permettant d'amener le repère associé à l'échantillon  $\{E\} \equiv (O, DL, DT, DN)$  en coïncidence avec celui associé au cristallite  $\{C\} \equiv (Oxyz)$  (Figure I.4).

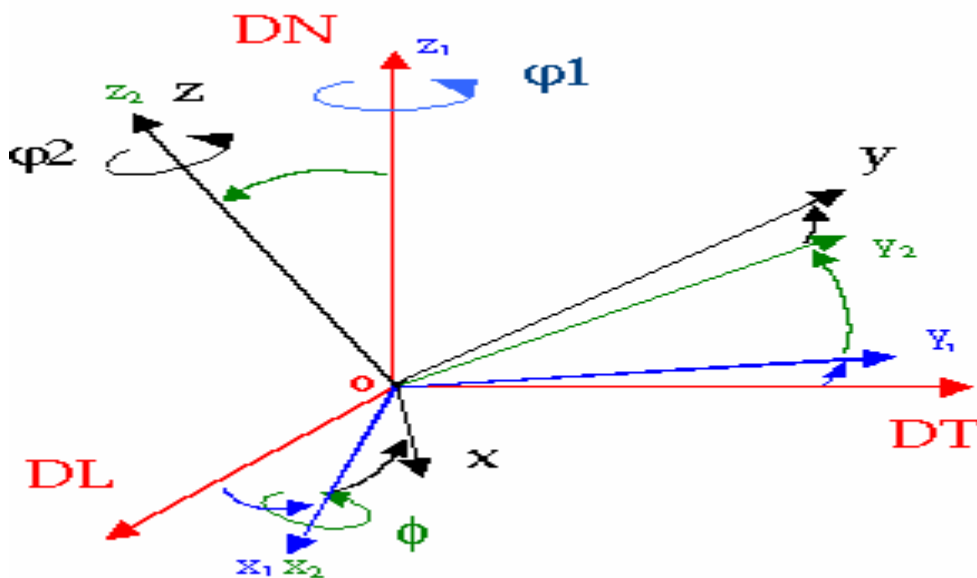
- $\varphi_1 (2\pi \geq \varphi_1 \geq 0)$  rotation autour de DN,  $(O, DL, DT, DN \text{ ----- } O_{x_1}y_1z_1)$ .
- $\phi (\pi \geq \phi \geq 0)$  rotation autour de  $Ox_1$   $(O_{x_1}y_1z_1 \text{ ----- } O_{x_2}y_2z_2)$ .
- $\varphi_2 (2\pi \geq \varphi_2 \geq 0)$  rotation autour de  $Oz_2$   $(O_{x_2}y_2z_2 \text{ ----- } Oxyz)$ .

Si  $g$  est la transformation qui résulte de ces trois rotations, les repères  $\{C\}$  et  $\{E\}$  sont liés par la relation:

$$\{C\} = g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) * \{E\}.$$

Dans le cas de la symétrie cubique,  $g$  est donnée par la matrice de rotation suivante :

$$g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_1 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \dots (I.6)$$



**Figure I.4.** Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler [8].

#### d. Représentation métallurgique

En métallurgie, on représente souvent une composante de texture présente dans le matériau par son plan et sa direction cristallographique respectivement parallèles à un plan et à une direction caractéristique de l'éprouvette :

- la texture des tôles est souvent décrite par des orientations idéales :  
 $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  ( $h, k, l, (u, v \text{ et } w)$  sont les indices de Miller), où  $\{hkl\}$  est le plan parallèle au plan de laminage, de normale DN et où  $\langle uvw \rangle$  est parallèle à la direction de laminage DL.
- la texture des fils est donnée par les familles des plans d'orientation  $\langle hkl \rangle // DN$  (texture de fibre), car une direction cristallographique  $\langle hkl \rangle$  a dans chaque grain tendance à s'aligner avec l'axe du fil. Nous rappelons que pour un cristal de structure cubique de paramètre de maille "a", les directions  $\langle hkl \rangle$  représentent l'ensemble des directions perpendiculaires aux plans réticulaires  $\{hkl\}$  parallèles et équidistants [8].

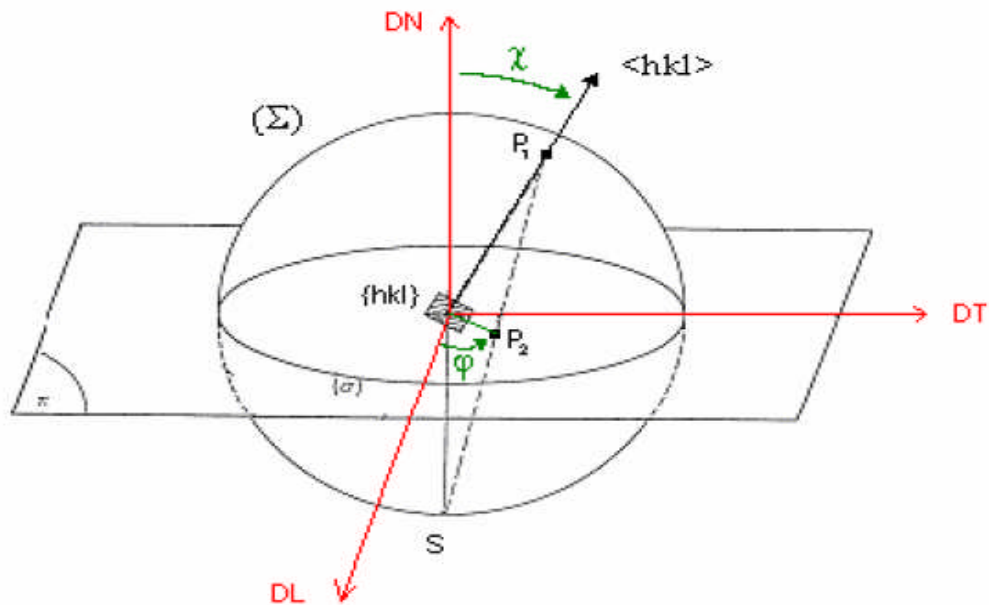
#### e. Les Figures de pôles

La première représentation des textures est généralement graphique, la caractérisation de la texture des matériaux est décrite qualitativement à partir des figures de pôles expérimentales. Il existe deux types de figures de pôles, directes et inverses.

##### ➤ Figure de pôle directe

Pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau, on mesure au préalable des figures de pôles directes. Une figure de pôles directe (FDP) est la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans  $\{hkl\}$  dans toutes les directions de l'échantillon : celles-ci sont données par l'ensemble des couples  $(\chi, \Phi)$  ( $\chi$  et  $\Phi$  sont les angles repérant le plan cristallographique  $\{hkl\}$  par rapport aux axes du référentiel échantillon :  $\chi \in [0, 90^\circ]$ ,  $\Phi \in [0, 360^\circ]$ ) ( la Figure I.5 ). En fait, pour un élément cristallin de volume unité donné, on suppose qu'il existe un plan cristallographique  $\{hkl\}$  passant par le centre d'une sphère imaginaire ( $\Sigma$ ) ; la normale au plan diffractant  $\langle hkl \rangle$  intercepte la demi-sphère de référence en  $P_1$ . Le point  $P_2$  intersection de  $SP_1$  avec le plan  $\pi$  est le pôle du plan réticulaire étudié. Si l'on recommence avec tous les éléments de volume du matériau, on obtient la figure de pôle  $\{hkl\}$  qui est rapportée à des axes liés à l'échantillon : en particulier le

plan  $\pi$  est pour un fil un plan perpendiculaire à son axe et pour une tôle le plan de la tôle de laminage.



**Figure. I.5.** Projection stéréographique [8].

### ➤ Figure de pôles inverses

Une figure de pôle inverse est la distribution, sur une projection stéréographique liée au cristal, de la densité de pôles des différentes familles de plans  $\{hkl\}$  dans une direction donnée de l'échantillon (Figure I.6.a). La symétrie du système cubique implique la possibilité d'une représentation dans le triangle stéréographique standard  $[001]$ ,  $[011]$ ,  $[111]$  (Figure I.6.b). La méthode la plus satisfaisante pour représenter une texture de fibre (texture possédant un axe de révolution, comme celle de notre matériau) est la figure de pôles inverse.

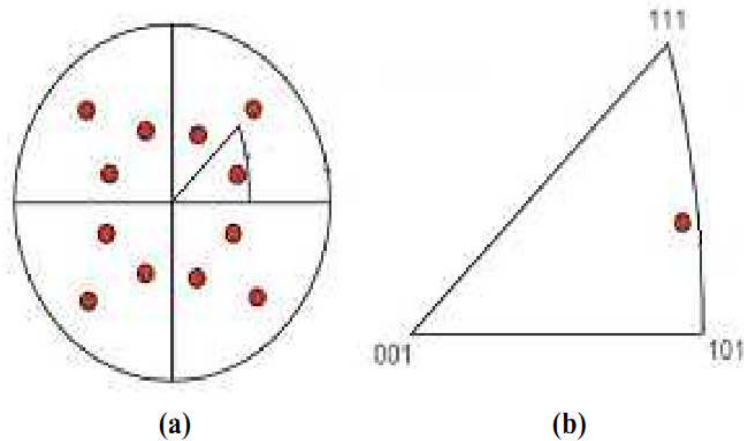


Figure I.6. Description d'une figure de pôles inverses.

➤ Densités de pôles

La densité de pôles est définie par le rapport entre le volume de cristaux ayant des plans {hkl} perpendiculaire à la direction considérée dans l'échantillon et dans un échantillon isotrope de même. Ce rapport est égal au rapport des intensités diffractées par les plans {hkl} des deux échantillons respectivement considérés, soit :

$$g\{hkl\} = \frac{I(V_0)}{I_{\text{al}}(V_0)} \dots \dots \dots (I.7)$$

- $I(V_0)$  est l'intensité diffractée par les plans {hkl} se trouvant dans un volume  $V_0$  dans l'échantillon texturé.
- $I_{\text{al}}(V_0)$  est l'intensité diffractée par les plans {hkl} se trouvant dans le même volume  $V_0$  dans l'échantillon à distribution aléatoire des cristallites.

**I.1.5. Détermination de la texture cristallographique**

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour mesurer des orientations locales au sein d'une microstructure. Mais, l'une d'entre elles est devenue un outil très répandu dans les laboratoires universitaires et industriels, la diffraction des électrons rétrodiffusés (Électron Back Scattered Diffraction, EBSD) dans un microscope électronique à balayage (MEB).

Depuis les années 1990, avec une version entièrement informatisée, on peut maintenant représenter des cartographies d'orientations (reconstruction de la microstructure à partir de la



mesure des orientations cristallographiques). A partir de ces cartographies, une multitude de données, outre la texture cristallographique elle-même, est accessible, comme la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, De ce fait, les analyses de structures de déformation, de recristallisation, de transformation de phases, de croissance de grains sont largement facilitées.

L'analyse de la texture peut être locale, mais aussi globale, c'est-à-dire comparable à celle estimée par diffraction des rayons X ou des neutrons, à condition de considérer un nombre suffisant de grains. La qualité des diagrammes de diffraction est une donnée importante puisqu'elle peut être un indicateur de l'écroutissage du matériau et un moyen d'estimer la fraction de grains vierges de dislocations dans un matériau partiellement recristallisé. Une analyse fine de ces diagrammes permet d'accéder à la mesure de déformations élastiques et plastiques [8].

### a. Méthodes Radiocristallographiques

La méthode essentielle dans la détermination des textures est l'étude de la diffraction de rayons X monochromatiques par l'échantillon métallique. Par diffraction des rayons X, il est possible d'obtenir des informations sur les propriétés cristallines d'un matériau (information structural), comme le paramètre de maille, la distance interréticulaire ou encore l'orientation cristalline et la distribution des atomes. De plus la diffraction des rayons X permet l'analyse qualitative et quantitative de la matière à l'état solide. En effet la forme des pics de diffraction peut être reliée à la microstructure cristalline. La connaissance des positions des pics et leur intensité, permet de déterminer les phases présentes, les contraintes résiduelles, le paramètre de maille, la taille des grains ainsi que la texture cristallographique (information microstructurale). D'après la théorie de W.L. Bragg et G.Wulff, le faisceau incident de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  est réfléchi par une famille de plan (hkl) dans le cas où il arrive sous un angle  $\theta$  particulier, appelé angle de Bragg, tel que :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \dots \dots \dots (1.8)$$

Avec :  $d_{hkl}$ , distance interréticulaire.

$\theta$ , le demi-angle de déviation.

$n$ , l'ordre de réflexion.

$\lambda$ , la longueur d'onde des rayons X [7].

### **b. Détermination de la texture par diffraction neutronique**

La technique de diffraction de neutrons a été utilisée pour mesurer les figures de pôles directes. Le principal avantage de la diffraction de neutrons par rapport à la diffraction des rayons X pour l'analyse des textures résulte dans le fait que les coefficients d'absorption des neutrons thermiques pour les matériaux étudiés sont en général beaucoup plus faibles que ceux relatifs aux rayonnements X (dans un rapport  $10^3$  à  $10^4$ ), ce qui permet une forte pénétration dans la matière. Cette caractéristique est très intéressante, car elle permet de travailler uniquement en transmission sans correction de défocalisation, avec une seule correction à faire, celle du bruit de fond. On peut ainsi analyser des échantillons massifs de quelques centimètres cube, et donc obtenir des résultats statistiquement représentatifs d'un nombre important de grains.

La diffraction de neutrons est une technique qui permet d'obtenir des figures de pôles complètes. Son intérêt est surtout évident lorsque l'on veut étudier des matériaux à gros grains (matériaux recristallisés, minéralogie).

Les neutrons thermiques, fournis par un réacteur nucléaire, possèdent une longueur d'onde de l'ordre des distances interatomiques. Il est donc possible d'obtenir des figures de pôles par diffraction de neutrons. Lorsqu'un faisceau de neutrons monochromatique, de longueur d'onde  $\lambda$ , rencontre un cristal, il peut y avoir formation d'un faisceau diffracté intense dans certaines directions privilégiées de l'espace. La technique de diffraction de neutrons consiste à mesurer la variation d'intensité diffractée par la famille des plans  $\{hkl\}$  donné en fonction de l'orientation de l'échantillon polycristallin lorsque la loi de Bragg est satisfaite [9].

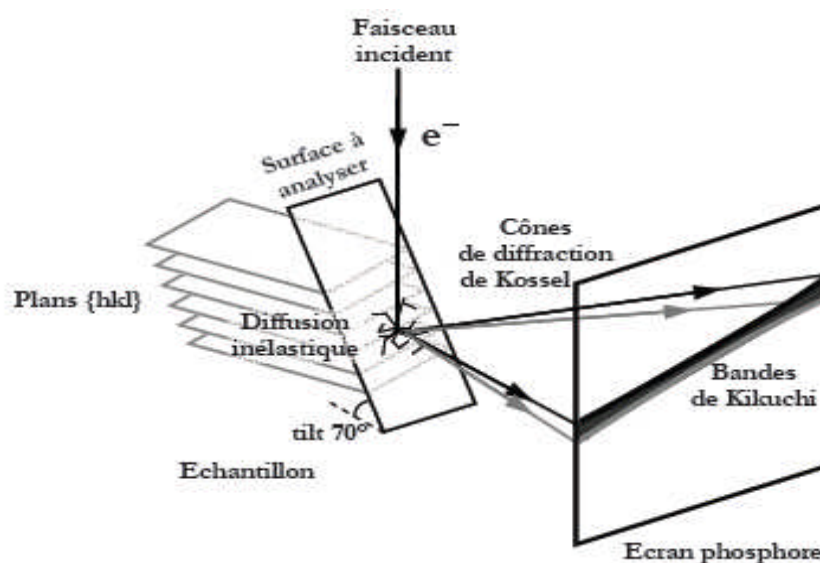
### **c. Détermination de la texture par EBSD**

La diffraction des électrons rétrodiffusés ou technique EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés) est installée sur un microscope électronique à balayage (MEB) pour caractériser l'orientation des grains. Le principe de l'EBSD est présenté Figure I.6. Le faisceau d'électron incident va engendrer une diffusion inélastique des électrons. Ces électrons ainsi rétrodiffusés vont être diffractés sur les plans cristallins lorsque la loi de Bragg est satisfaite [10].

Deux cônes de diffraction de Kossel sont alors engendrés pour chaque plan cristallin diffractant. L'interception des deux cônes de Kossel avec un écran phosphore forme une ligne de Kikuchi. L'interception des deux cônes de Kikuchi définit de manière très précise l'orientation du cristal diffractant. La transformée de Hough est ensuite utilisée pour déterminer l'orientation. La

surface à analyser est inclinée de  $70^\circ$  par rapport à l'horizontale pour optimiser la quantité d'électrons diffractés en direction de l'écran phosphore. En effet, la profondeur d'échappement des électrons est plus faible lorsque l'échantillon est incliné.

La technique de l'EBSD présente l'avantage de donner une corrélation entre la microstructure et la texture. Cette technique permet de caractériser les microstructures de déformation, les premiers germes de recristallisation ainsi que les états complètement recristallisés. La reconstruction de la microstructure est fondée sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi [8].



**Figure I.7.** Principe de l'EBSD : diffraction des électrons rétrodiffusés pour les plans.  $\{hkl\}$ [10].

## I.1.6. Texture de recristallisation

### I.1.6.1. Recristallisation

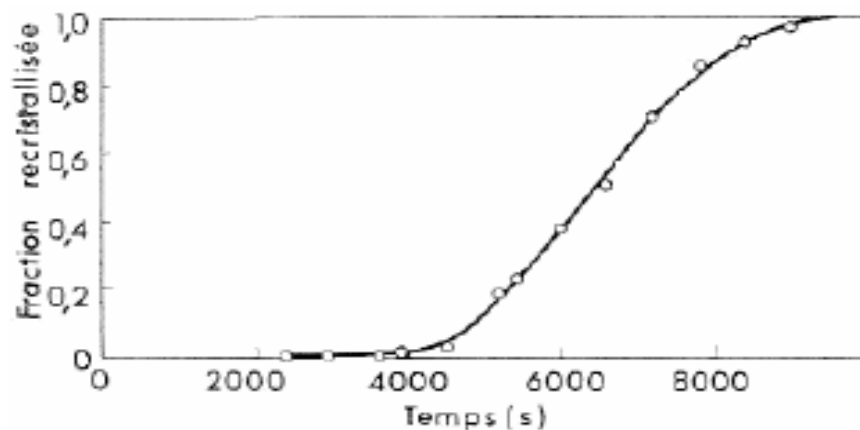
#### a. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est caractérisée par le développement de nouveaux grains aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait. Au cours du recuit des germes apparaissent. Ce sont de nouveaux cristaux d'orientation différente [11].

### ➤ Lois de recristallisation primaire

La recristallisation ne peut être produite qu'après une certaine déformation minimale, dite écouissage critique.

- Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée : la température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné.
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation).
- Plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée .
- Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- À une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croît et passe par un maximum : d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation, qui commencent par une période d'incubation (Figure I.7).
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée [11].



**Figure I.8.** Cinétiques de recristallisation de l'aluminium à 350°C après une déformation de traction de 5% [11].

➤ **Croissance des grains lors de la recristallisation primaire**

La croissance des grains se produit spontanément lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale. La force motrice de la recristallisation primaire n'existe plus [11].

**b. Recristallisation secondaire**

Lorsqu'un métal écroui est recuit à une température bien supérieure à sa température de recristallisation primaire, on observe parfois, au lieu d'une croissance régulière de grains de dimensions voisines, la croissance soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse de recristallisation.

La recristallisation secondaire n'exige pas de nouvelle germination. Ce sont certains grains de recristallisation primaire qui croissent spécialement vite. On vérifie facilement, par un raisonnement analogue à celui du paragraphe précédent, en considérant que la force motrice est l'énergie interfaciale, que dès qu'un grain atteint une certaine taille critique, il croît catastrophiquement en dévorant tous les grains plus petits qui l'entourent.

La recristallisation secondaire se produit donc si un petit nombre de grains ont pu atteindre cette taille critique. Ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité de ceux-ci, par exemple s'il existe une texture (joints de faible désorientation peu mobiles) ou des précipités fins dispersés qui bloquent les joints. Dans ce dernier cas certains joints de désorientation sont assez mobiles, si bien que les grains de recristallisation secondaire pourront présenter une texture.

La recristallisation secondaire ne se produit qu'au-dessus d'une température critique bien définie. Le grain est d'autant plus gros que la température de recuit est plus voisine de ce point critique. La recristallisation secondaire peut être mise à profit pour la préparation de monocristaux [11].

➤ **Croissance des grains lors de la recristallisation secondaire**

Contrairement à ce que nous venons de voir en ce qui concerne la croissance des grains lors de la recristallisation primaire, les grains qui se développent croissent aux dépens d'un entourage qui est apparemment dans le même état de perfection [11].

### **I.1.6.2. Texture de recristallisation primaire**

Dans le cas de la recristallisation, la formation des germes d'orientation particulière est privilégiée la croissance des grains est anisotrope, il apparaît donc une texture de recristallisation différente de la texture d'écrouissage.

Dans les métaux de structure CFC, les grains de recristallisation possèdent une orientation qui peut être obtenue par rotation de  $38^\circ$  autour d'une direction  $\langle 111 \rangle$ . Il en résulte que la texture de recristallisation pourrait en principe être déduite par des opérations simples de la texture de laminage.

Dans les métaux de structure CFC possédant la texture de cuivre, les orientations les plus communes après laminage et recristallisation sont la texture cubique (110)  $\langle 001 \rangle$ , et la texture de l'argent (113)  $[12-1]$  [11].

### **I.1.6.3. Texture de recristallisation secondaire**

La texture de recristallisation secondaire a une grande importance pratique. Les procédés de mise en forme comme le laminage ou le tréfilage conduisent à l'existence à de nouvelles textures. L'importance pratique de ces textures est très grande [11].

## I.2. Texture des alliages superplastiques

### I.2.1. Définition de la superplasticité

La superplasticité se définit comme étant le comportement d'un matériau polycristallin qui se caractérise par des allongements importants pouvant dépasser 1000 % au cours d'un essai de traction. Cette grande stabilité de la déformation est mise à profit pour la mise en forme par emboutissage à chaud de pièces souvent complexes et difficiles à mettre en forme selon la méthode traditionnelle. La mise en forme superplastique trouve ainsi de nombreuses applications, en particulier dans l'aéronautique, grâce à l'utilisation des alliages de titane et d'aluminium [12].

### I.2.2. Les conditions du comportement superplastique

Trois paramètres ont une influence sur le domaine de superplasticité des alliages métalliques. Le respect de ces paramètres permet d'avoir ou non un comportement superplastique. Ils sont la vitesse de déformation, la taille des grains et la température.

#### a. 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 [13].

#### b. Vitesse de déformation

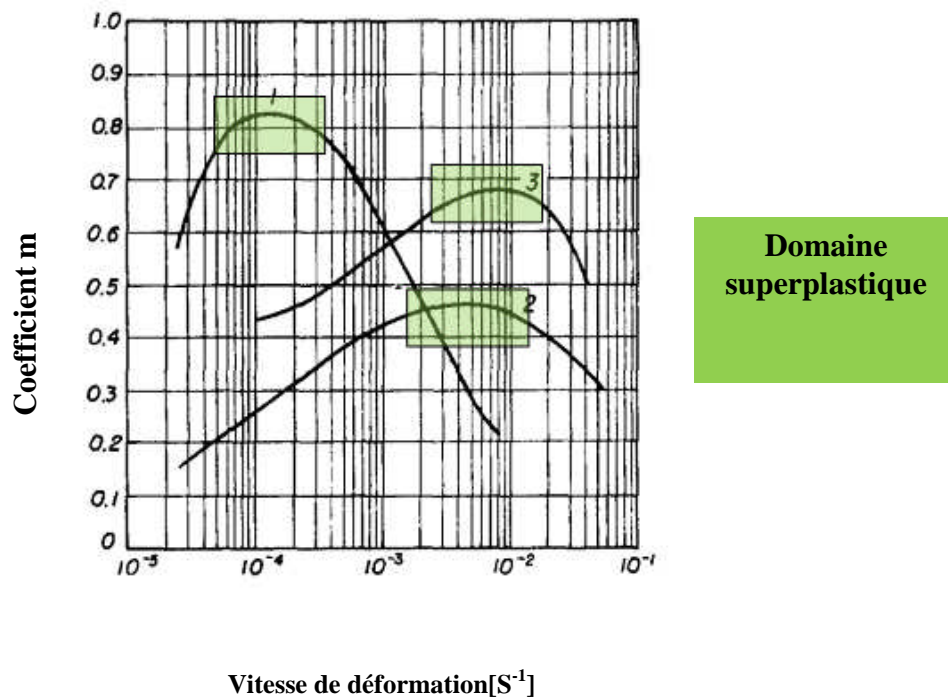
De faibles vitesses de déformations sont nécessaires pour être dans le domaine superplastique. Elles sont généralement comprises entre  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Pour de telles vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ), une forte dépendance entre la contrainte ( $\sigma$ ) et la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) est observée. Pour traduire cette dépendance, le coefficient de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, souvent noté  $m$ , est utilisé.  $K$  est une constante qui dépend de plusieurs paramètres dont la température et la taille des grains.

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \dots \dots \dots (I.13)$$

Le coefficient  $m$  est donné par la relation (I.14) :

$$m = \frac{\partial(\ln\sigma)}{\partial(\ln\dot{\epsilon})} \dots\dots\dots (I.14)$$

Il représente un paramètre de première importance dans la caractérisation de la déformation superplastique [14]. Pour un comportement superplastique la valeur de coefficient  $m$  est en général supérieur à 0.5 [15]. La Figure I.9 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.9.** Variation de  $m$  en fonction de la vitesse de déformation  
1 – Ti-6Al-4V [16], 2 – Sn-5Pb [17], 3 - Al-Cu eutectique [18].

### c. Taille des grains

La taille de grains a une influence significative sur le comportement superplastique. Elle doit être suffisamment faible pour éviter une rupture prématurée. Elle est généralement comprise entre 1 et 15  $\mu m$  [19,20], ce qui favorise le glissement des grains entre eux. La prise en compte des effets de la taille de grain dans les modèles numériques est encore relativement complexe. Elle dépend



beaucoup des matériaux, des conditions de mise en œuvre et des moyens expérimentaux de caractérisation.

### **I.2.3. Les matériaux superplastiques**

Pour observer un comportement superplastique, les matériaux doivent avoir une structure à grain fin, équiaxe et stable. Ils peuvent être répertoriés en trois catégories [21] :

- Les alliages quasi-monophasés où une fine distribution de précipité aux joints de grain freine le grossissement.
- Les alliages biphasés à structure microduplex où deux phases en proportion sensiblement équivalente sont présentes.
- Les alliages eutectiques ou eutectoïde où Le grossissement des grains est inhibé par la dispersion importante de la deuxième phase.

Aujourd'hui, seules deux familles d'alliages présentant un intérêt pour des applications industrielles, ce sont les alliages d'aluminium et de titane.

#### **a. Les alliages de titane**

Les alliages de titane sont très présents dans le domaine aéronautique. Cependant, ce sont des matériaux coûteux et difficilement formables avec des procédés conventionnels. Ils sont principalement mis en forme par le procédé de superplasticité.

Au cours de la déformation superplastique, pour ce type d'alliage, les phénomènes d'endommagement par cavitation sont quasiment négligeables [22,23], ce qui représente un avantage considérable sur la qualité mécanique des pièces mises en forme.

Parmi les alliages de titane ayant un comportement superplastique, le plus utilisé est le TA6V. Il fait partie des alliages biphasé, et le domaine superplastique apparait pour des tailles de grain inférieurs à 20  $\mu\text{m}$ . La température de mise en forme est comprise entre 840°C et 980°C et des vitesses de déformations variant de  $10^{-5}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [22].

#### **b. Les alliages d'aluminium**

Les alliages d'aluminium présentent un intérêt industriel par leurs faibles coûts, par rapport aux alliages de titane, et par leur faible densité. Les principaux alliages industriels sont donnés dans le tableau I.1.

La série	L'élément d'addition principale	La série	L'élément d'addition principale
1000	Al pur	5000	Mg
2000	Cu	6000	Mg, Si
3000	Mn	7000	Zn, Mg
4000	Si	8000	Li

**Tableau I.1.** Les alliages d'aluminium.

Les alliages de la série 7000 sont principalement utilisés dans le domaine aéronautique, et plus particulièrement le 7475. Pour cet alliage, la température de mise en forme est comprise entre 430°C et 530°C pour des vitesses de déformation variant de  $10^{-4}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### c. Les alliages Al-Li

Les derniers développements des alliages d'Al-Li incluent les séries 2090 et 8090 des alliages d'aluminium. Le tableau I.2 énumère les compositions chimiques de quatre alliages d'Al-Li.

Ces alliages comprennent le cuivre, habituellement de zirconium et autres éléments d'alliage tel que le magnésium. Zirconium et le cuivre sont généralement ajoutés pour améliorer la ténacité, la dureté et la ductilité [24].

Alloy	Li	Cu	Mg	Mn	Zr	Zn	Cr
2090	2.2	2.8	--	--	0.1	--	--
2091	2.0	2.2	5	--	0.1	--	--
8090	2.5	1.2	0.6	--	0.1	--	--
8091	2.6	2.0	0.9	--	0.1	--	--

**Tableau I.2.**Composition chimique des alliages d'aluminium (% massique) [25].

#### d. Applications des alliages Al-Li

Les alliages d'aluminium –lithium sont utilisés notamment dans :

- Les applications aéronautiques :  
Tels que bords avant et arrières, couvercles d'accès, les glissières de sièges et de peaux d'ailes.
- Les applications militaires:  
Certains pièces d'avions militaires comme caisson de voilure principale, centrales du fuselage, surfaces de contrôle sont faites par les alliages d'Al-Li. Ces alliages sont utilisés comme substitut pour les alliages Al classiques dans les hélicoptères, les fusées et les systèmes de satellites [26].

#### ➤ Propriétés physiques des alliages Al-Li

Ces alliages présentent une grande rigidité et une faible résistance à la rupture. Le tableau I.3 donne quelques propriétés physiques des alliages d'aluminium se référant aux nuances 2000 et 8000.

Propriété	2090	2091	8090
Densité g/cm <sup>3</sup>	2.59	2.58	2.55
Température de diffusion °C	560-650	560-670	600
Module d'élasticité G.Pa	76	75	77
Coefficient de poisson	0.34	--	--
Conductivité thermique à T=25°C (W/m.k)	84-92.3	84	93.5

**Tableau I.3.** Quelques propriétés physiques des alliages d'aluminium rapportés à la nuance de 2000 et 8000[27].

### ➤ Processus de précipitation

L'addition du lithium permet de la précipitation de la phase  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li), sa distribution est homogène et cohérente avec la matrice.

Les huit sites coin partagés sont occupés par Li, et six faces communes sont occupées par Al. Les alliages Al-Li à base de Li ont une microstructure unique. Il y a une précipitation homogène de la phase  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li) qui, reste cohérente avec la matrice même après un vieillissement artificiel. L'alliage Al-Li (8090) présente une microstructure constituée de différentes phases comme  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li), S'(Al<sub>2</sub>CuMg), T<sub>1</sub>(Al<sub>2</sub>CuLi) et  $\beta'$ (Al<sub>3</sub>Zr).

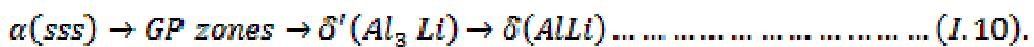
En outre, plusieurs phases constitutives d'autres tels que T<sub>2</sub> (Al<sub>6</sub>CuLi<sub>3</sub>),  $\delta$ (AlLi) précipitent dans les joints de grains [26].

➤ **Précipitation des phases  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) et  $\delta$  ( $\text{AlLi}$ )**

La germination de la phase «  $\delta$  » lors de la trempe ou le vieillissement peut être soit sur les zones de Guinier-Preston (ZGP) soit sur les joints de grains suivant la réaction :



Il y a une coprécipitation des phases  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ) et  $T_2$  ( $\text{Al}_6\text{CuLi}_3$ ) phases avec la phase  $\delta'(\text{Al}_3\text{Li})$  au cours du vieillissement. La réaction de précipitation des phases  $T_1$  et  $T_2$  est donnée par les équations suivantes [26] :



La coprécipitation de la phase  $S'$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) avec la phase  $\delta'$  et  $T_1$  est la réaction importante. La précipitation de la phase  $S'$  est très lente et demande du temps de vieillissement long [26].



**f. Les avantages et les inconvénients des alliages d'Al-Li**

L'industrie d'aluminium a beaucoup d'avantages en développant les alliages d'aluminium plus légers:

- Il y a un approvisionnement suffisant en réserve de lithium qui peut être employés pour la production des alliages d'Al-Li. L'ingénierie des alliages d'aluminium a une base forte basée sur des années d'expérience [28].
- Les alliages d'Al-Li émergent en tant qu'alliages d'aluminium bien équilibrés [29].
- Les machines actuelles et les niveaux d'habileté de l'industrie sont bien établis et laisseront une introduction rapide des alliages d'Al-Li [30].

Les soucis de l'industrie d'aluminium pour des alliages d'Al-Li incluent :

- Le problème de dureté, particulièrement dans la direction transversale courte, il doit encore être amélioré.
- La ductilité basse des alliages binaires d'Al-Li est un inconvénient important les raisons de cette diminution doivent faire l'objet des recherches supplémentaires.

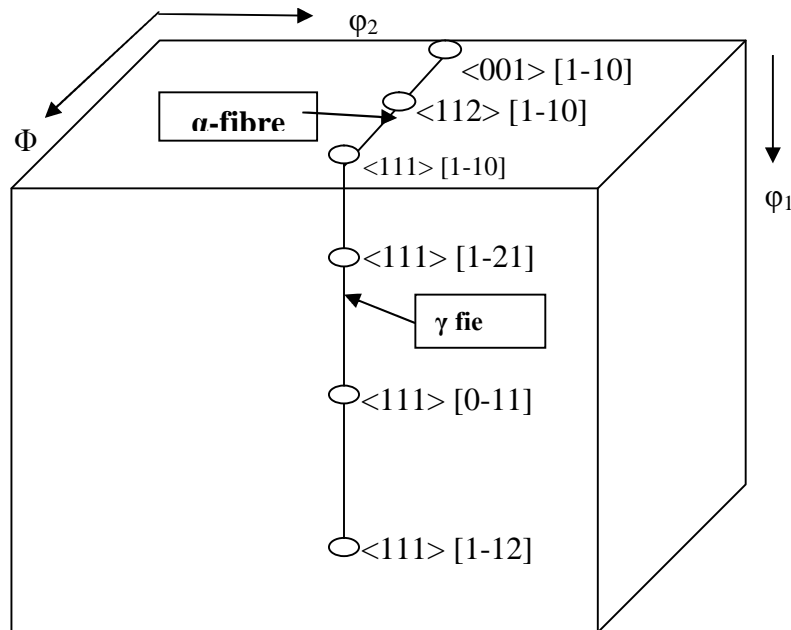
### I.2.4. Texture de déformation des métaux et alliages CFC

Les composantes de laminage des métaux CFC, leurs symboles et leurs angles d'Euler correspondant dans le formalisme de Bunge sont regroupés dans le tableau (I.4).

Composantes, Symboles	{hkl}	<uvw>	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
Copper, C	{112}	<111>	90	35	45
S	{123}	<634>	59	37	63
Goss, G	{011}	<100>	0	45	90
Brass, B	{011}	<211>	35	45	90
Dillamore, D	{4 4 11}	<11 11 8>	90	27	45
Cube	{001}	<100>	0	0	0

**Tableau I.4.** Composantes de textures observées dans les métaux CFC laminés [31].

La représentation de la texture par des orientations idéales est commode, mais elle ne rend pas bien compte de la dispersion des orientations ; une description plus complète de la texture est sa représentation par un tube continu d'orientations. Par exemple, dans les métaux de faible énergie de faute d'empilement, le tube de la fibre  $\beta$  s'étend de l'orientation {110}<112> (B :  $\Phi = 45^\circ, \varphi_2 = 90^\circ, \varphi_1 = 35^\circ$ ) jusqu'à {112}<111> (G :  $\Phi = 35^\circ, \varphi_2 = 45^\circ, \varphi_1 = 90^\circ$ ) en passant par {123}<634> (S :  $\Phi = 37^\circ, \varphi_2 = 63^\circ, \varphi_1 = 59^\circ$ ). Une autre fibre est souvent observée, elle comprend les orientations {110} <001> (G :  $\Phi = 45^\circ, \varphi_2 = 90^\circ, \varphi_1 = 0^\circ$ ) et {110} <112>35°, cette fibre est appelée la fibre  $\alpha$  (Figure I.10).



**Figure I.10.** Représentation des fibres  $\alpha$  et  $\delta$  dans l'espace d'Euler [32].

Par comparaison avec les métaux d'énergie de faute d'empilement élevée, la fibre  $\alpha$  est plus dominante pour les textures d'alliage, avec l'apparition d'autres textures de fibre telles que  $\gamma$  et  $\tau$  ; la fibre  $\tau$  est une texture caractéristique des matériaux de valeurs intermédiaires d'énergie de faute d'empilement ( $\approx 40 \text{ mjm}^{-2}$ ).

Les quatre fibres généralement observées sur les matériaux CFC laminés sont schématisées sur la Figure I.10 La fibre  $\gamma$  correspond aux plans  $\{111\}$  parallèles au plan de laminage, elle comprend toutes les orientations situées entre  $\{111\} \langle 112 \rangle$  ( $\Phi = 55^\circ$ ,  $\phi_2 = 45^\circ$ ,  $\phi_1 = 30/90^\circ$ ) et  $\{111\} \langle 110 \rangle$  ( $\Phi = 55^\circ$ ,  $\phi_2 = 45^\circ$ ,  $\phi_1 = 0/60^\circ$ ). La fibre  $\tau$  correspond aux orientations ayant les directions  $\langle 110 \rangle$  parallèles à la direction transversale, elle s'étend le long de la ligne  $\phi_1 = 90^\circ$ , dans la section  $\phi_2 = 45^\circ$ , de l'orientation  $\{112\} \langle 111 \rangle$  (G avec  $\Phi = 35^\circ$ ) jusqu'à l'orientation  $\{110\} \langle 001 \rangle$  (G avec  $\Phi = 90^\circ$ ).

### I.2.5. Texture de déformation superplastique dans les alliages Al-Li (8090)

Les alliages modèles d'Aluminium-Lithium désignée par 8090 ont été utilisés lors de travail de V.Panchali et al [33]. Ce travail expérimental a été réalisé sur des éprouvettes monocristallines déformées en compression par le gaz d'argon sous pression de 0.25 MPa ; la déformation est effectuée à une température de maintien de 530°C et une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} \cong 1 \times 10^{-3} s^{-1}$ . Le tableau résume les orientations de texture de ces alliages.

L'orientation	{hkl}	<uvw>
D	{4 4 11}	<11 11 8>
C	{112}	<111>
G	{011}	<100>
B	{011}	<211>
CG	{021}	<100>
Cu	{112}	<111>
H	{001}	<110>

**Tableau I.5:** Les composantes de texture de déformation superplastique dans les alliages Al-Li (8090) [33].



## II.1. Matériau étudié

Nous avons travaillé sur l'alliage d'Al-Li de la série 8000 et de nuance (8090). La composition chimique en pourcentage massique de cet alliage est présentée dans le tableau II.1.

Aluminium	Lithium	Cuivre	Magnésium	Zirconium
Bal	2.5	1.2	0.6	0.1

**Tableau II.1.** Composition chimique de l'alliage étudié massique.

## II.2. Les traitements thermiques effectués

Les échantillons sont fournis sous forme de tôle d'épaisseur 2 mm. Ils ont subi un recuit à une température fixée à 530° C et un temps variable allant de 4 heures à 48 heures.

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four du type (NABERTHERM) appartenant au laboratoire de microstructure et défauts des matériaux (LMDM). Les différents traitements effectués sont reportés dans le tableau II.2.

Température (°C) 530°C	L'échantillon					
	Temps (heures)	Etat brut	4	8	16	24

**Tableau II.2.** La température et les temps de recuits appliqués.

### II.3. Préparation des échantillons

La préparation métallographique des échantillons consiste à les polir mécaniquement avec des papiers abrasifs de granulométrie croissante du grade 600 jusqu'au grade 1200. Les échantillons sont nettoyés dans un bac à ultrasons contenant de méthanol avant de savoir un polissage de finition à la pate diamantée granulométrie 3 et 1 /4  $\mu$ .m. Pour mettre en évidence la microstructure ainsi que les phases présentes, les échantillons ont subit une attaque chimique pendant 30 secondes utilisant le réactif de Keller constitué de :

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

### II.4. Techniques de caractérisation

#### II.4.1. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les différentes phases étudiées. La structure cristalline ainsi que l'évaluation des paramètres de mailles des phases sont facilement accessibles par cette méthode. Si l'on considère un ensemble de plans réticulaires  $\{hkl\}$  équidistants de  $d$  (distances interréticulaires ).

#### Montage expérimentale

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé sur un diffractomètre Siemens D8 advance (Figure II.1) appartenant au «laboratoire de transformation des phases. Le rayonnement X est produit par une anticathode en cuivre dont les raies  $K_{\alpha 1}$  ( $1.54 \text{ \AA}$ ) et  $K_{\alpha 2}$  sont isolées par utilisation d'un monochromateur « arrière » en graphite. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont :  $V= 35\text{kV}$ ,  $I= 30 \text{ m A}$ .



**Figure II.1.** Le diffractomètre de type Siemens D8 advance.

### Mesure de la taille des grains :

Tous les échantillons ont été analysés par diffraction des rayons X, Cette technique a permis de définir la taille des grains. On observe un élargissement très important des pics de diffraction, est reliée à la taille  $\Phi$  des grains par la relation de Scherrer :

$$\Phi = \frac{0,89\lambda}{\beta(2\theta) \cos \theta} \dots\dots\dots (II.1).$$

Où :  $\lambda$  : est la longueur d'onde des faisceaux.

$\beta$  : largeur de mi -hauteur du pic de diffraction relatif à des

$\theta$  : l'angle de diffraction des rayons X.

A partir de la mesure de la taille des grains, on peut suivre l'évolution de la grosseur des grains.

### II.4.2. Mesures de la microdureté

Parmi les méthodes utilisées pour mesurer la microdureté, nous avons utilisée la méthode Vickers. La microdureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation ; sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée  $F$  à la surface en cours  $S$  de l'empreinte donne la dureté du matériau :

$$H = \frac{F}{S} \dots \dots \dots (II.2).$$

Nous avons utilisé un microduromètre semi-automatique de type ZWICK à pénétration Vickers (Figure II.2) appartenant au « laboratoire de transformation des phases ». Le diamètre moyen «  $d$  » des diagonales de l'empreinte laissée par cette pyramide après suppression de la charge est nécessaire pour déterminer HV. La valeur de «  $d$  » est une moyenne de cinq mesures pour une charge appliquée de 200g. Les variations de microdureté avec les traitements thermiques peuvent-être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV = 1854.4 \frac{P}{d^2} \dots \dots \dots (II.3).$$

Où :  $P$  : charge appliquée (Kg.f).

$d$  : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (mm).



**Figure II.2.** Microduromètre utilisé de type ZWICK piloté par un microordinateur.

## **II.5. Techniques d'observations**

### **II.5.1. Microscope optique**

L'observation et la détermination de la microstructure des échantillons a été effectuée à l'aide d'un microscope métallographique à grand champ OLYMPUS de type BX51 (Figure II.3) appartenant au laboratoire de transformation de phase.



**Figure II.3.** Microscope optique de type OLYMPUS BX51M.

### **II.5.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Le microscope électronique à balayage (MEB) est de type TESCAN (Figure II.4) appartenant au laboratoire de microstructure et défauts des matériaux (LMDM). Celui-ci est équipé de deux détecteurs permettant l'observation topographique soit en mode SE (électron secondaire) ou BSE (électron secondaire rétrodiffusé), soit d'analyse qualitative et quantitative des phases présentes utilisant un système EDX (énergie dispersive des rayons X).

Les différentes images observées ont été prises en mode BSE pour un meilleur contraste sous un voltage 20 Kv.



**Figure II.4.** Microscopie électronique à balayage (MEB) TESCAN.

### III.1. Evolution de la texture par diffraction des Rayons x

#### III.1.1. Texture de l'échantillon de référence

Le diagramme de diffraction des rayons X (DRX) obtenu pour l'échantillon de référence (sans traitement thermique) est représenté sur la Figure III.1.

Les Figures III.1 (a, b, c, d, e) regroupent les diagrammes des diffractions des rayons X (DRX) de l'échantillon brut (référence) montrant les différents pics identifiés.

Les pics identifiés correspondent à ceux de la matrice d'aluminium désignée par  $\alpha$ . Il s'agit des familles des plans  $\alpha(200)$ ,  $\alpha(220)$ ,  $\alpha(311)$ ,  $\alpha(420)$ . L'orientation préférentielle observée est  $\alpha(220)$  ayant une intensité relativement élevée.

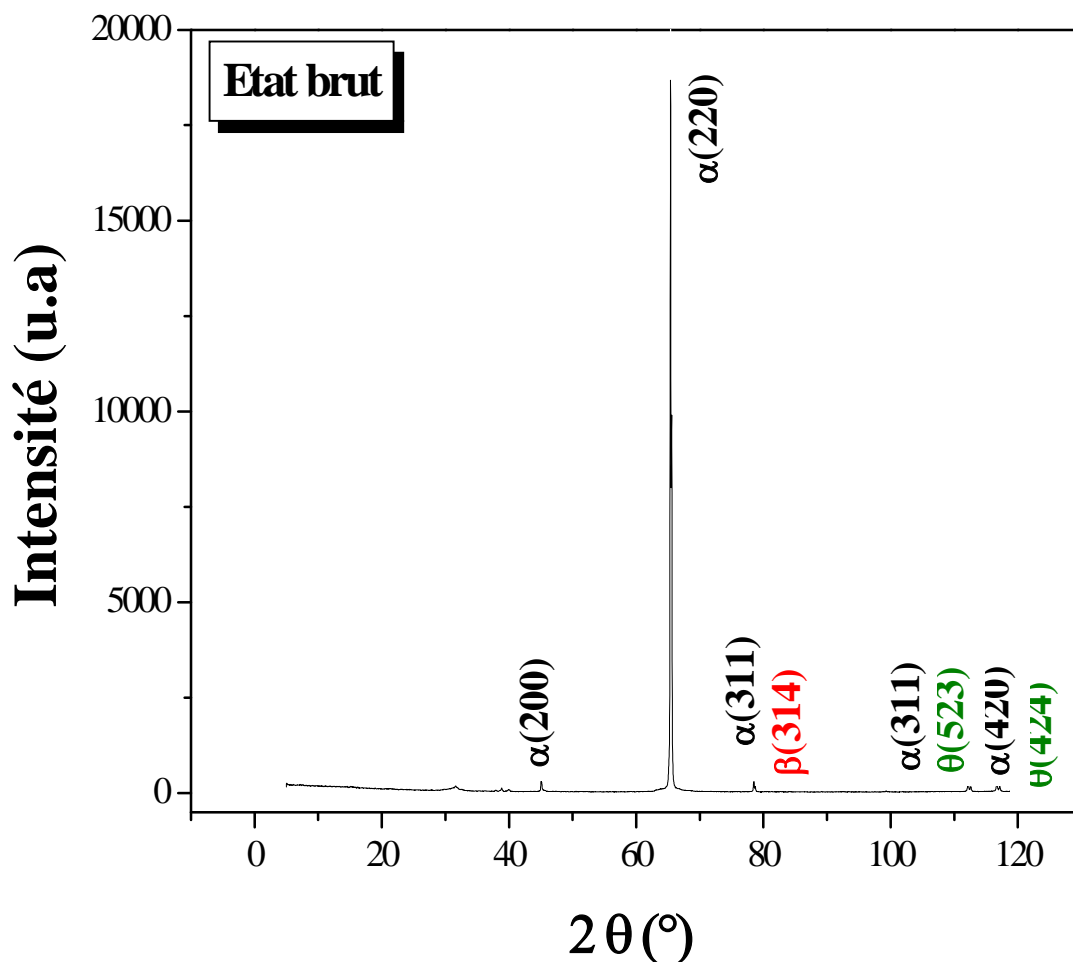


Figure III.1. Spectre de diffraction des rayons X de l'état brut.



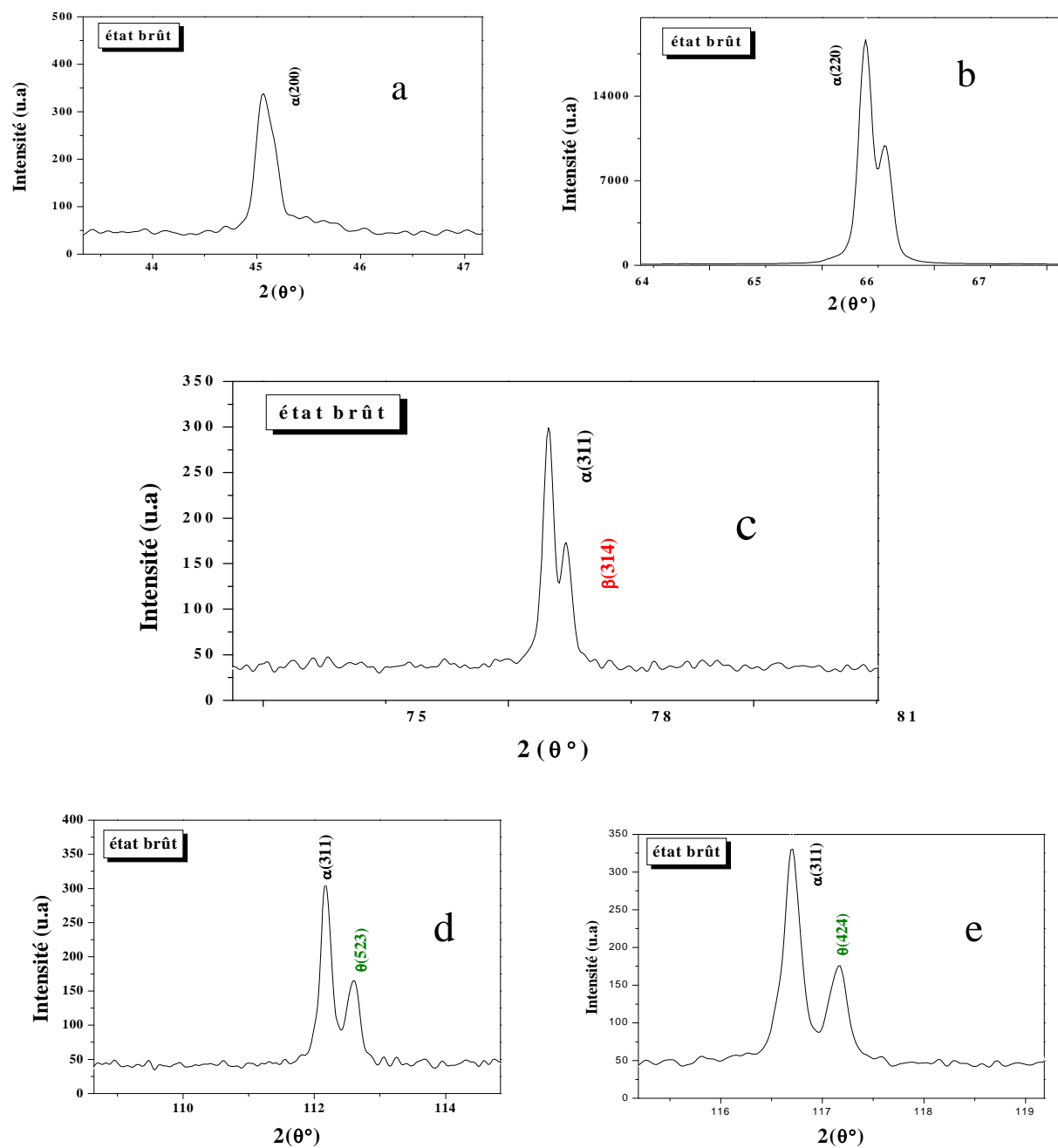


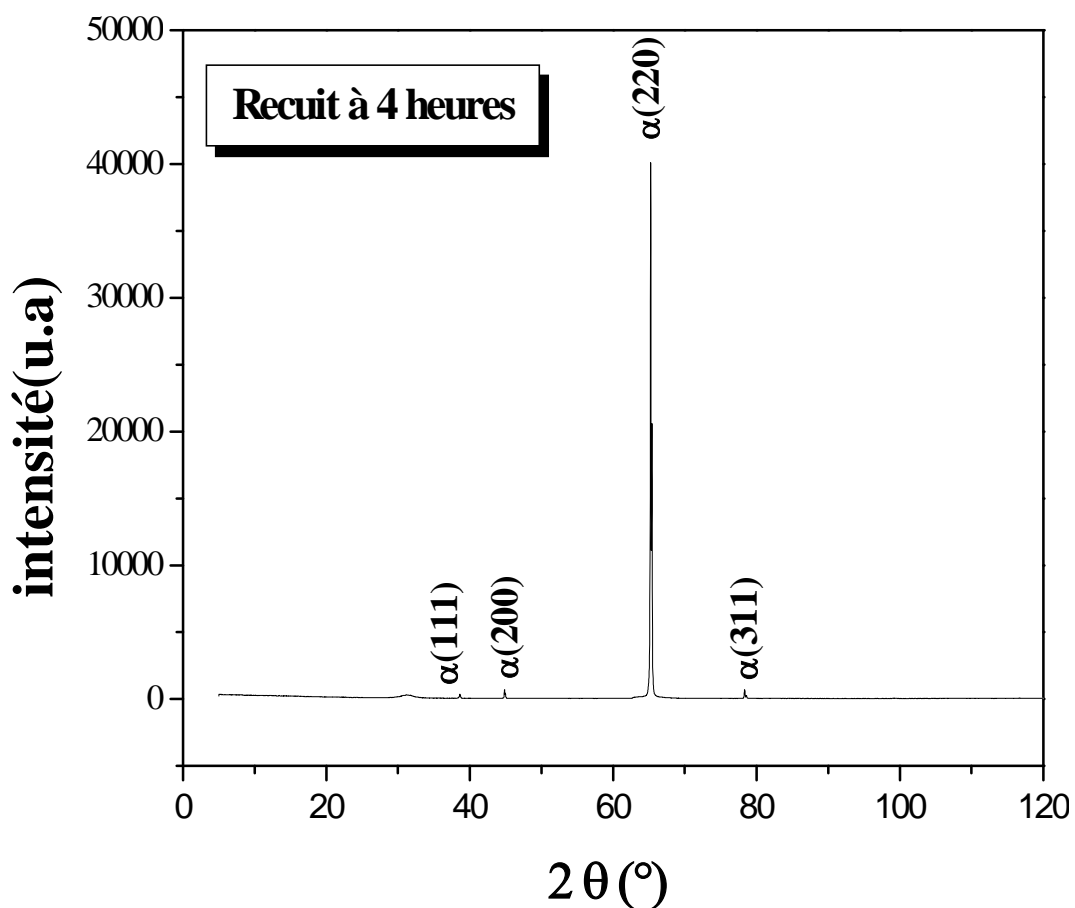
Figure III.1. (a, b, c, d, e). Spectres de diffraction des rayons X de l'état initial :

- a) Zoom sur le plan  $\alpha(200)$ .
- b) Zoom sur le plan  $\alpha(220)$ .
- c) Zoom sur le plan  $\alpha(311)$  et  $\beta(314)$ .
- d) Zoom sur le plan  $\alpha(311)$  et  $\theta(523)$ .
- e) Zoom sur le plan  $\alpha(311)$  et  $\theta(424)$

### III.1.2. Texture des échantillons recuit

#### ▪ Echantillons recuit à 530°C pendant 4 heures

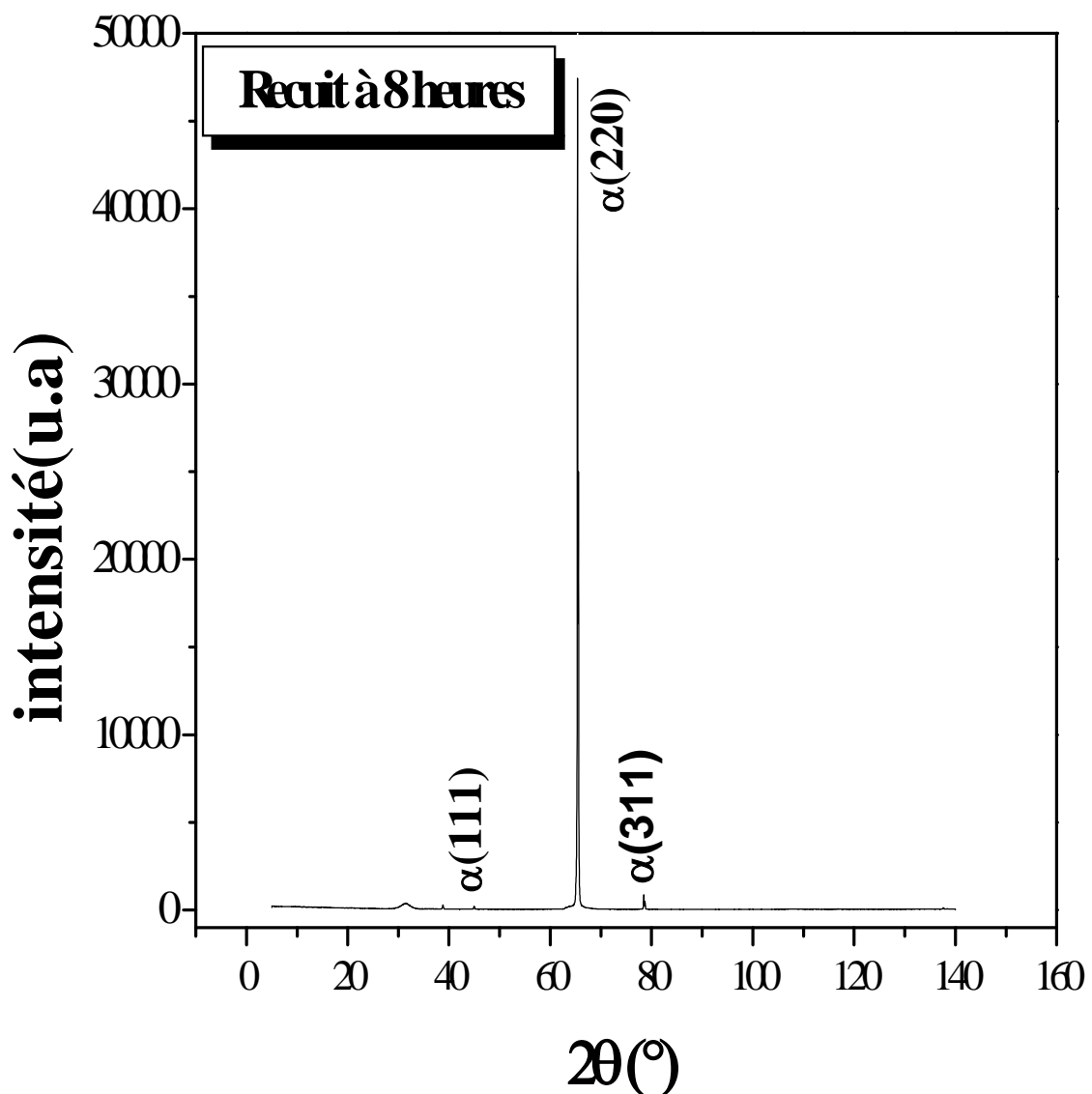
Le spectre de diffraction des rayons X obtenu pour l'échantillon recuit à 530° C pendant 4 heures est représenté dans la Figure III.2. Les orientations identifiées correspondent à  $\alpha(111)$ ,  $\alpha(200)$ ,  $\alpha(220)$ ,  $\alpha(311)$ , et sont presque identiques à celles observées dans l'échantillon brut. On note la disparition de l'orientation  $\alpha(420)$  laissant apparaître l'orientation  $\alpha(111)$ . De plus l'orientation préférentielle reste  $\alpha(200)$ . Cependant son intensité est nettement supérieure à celle observée dans l'état de référence.



**Figure III.2.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530 °C pendant 4 heures.

- Echantillons recuit à 530 °C pendant 8 heures

La Figure III.3 montre le diagramme de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pendant 8 heures. Il faut noter la présence des mêmes orientations que celles identifiées dans l'échantillon précédant c.-à-d. recuit pendant 4 heures, à savoir  $\alpha(111)$ ,  $\alpha(220)$ ,  $\alpha(311)$ . Néanmoins il faut relever la disparition du pic d'orientation  $\alpha(200)$ . Par ailleurs l'orientation préférentielle reste identique à celle observée dans les deux échantillons précédents :  $\alpha(220)$  mais son intensité est légèrement supérieure à celle observée précédemment.



**Figure III.3.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pendant 8 heures.

- Echantillons recuit à 530°C pendant 16 heures

Les différents pics d'orientation identifiés par diffractions des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pour un temps de maintien de 16 heures sont représentés dans la Figure III.4. Il faut noter qu'il ne reste que deux pics d'orientations  $\alpha(111)$  et  $\alpha(220)$ . Il y a donc disparition de l'orientation jusque là présente qui est  $\alpha(311)$ . Notons également que l'orientation  $\alpha(220)$  reste l'orientation dominante avec une intensité nettement inférieure aux précédentes.

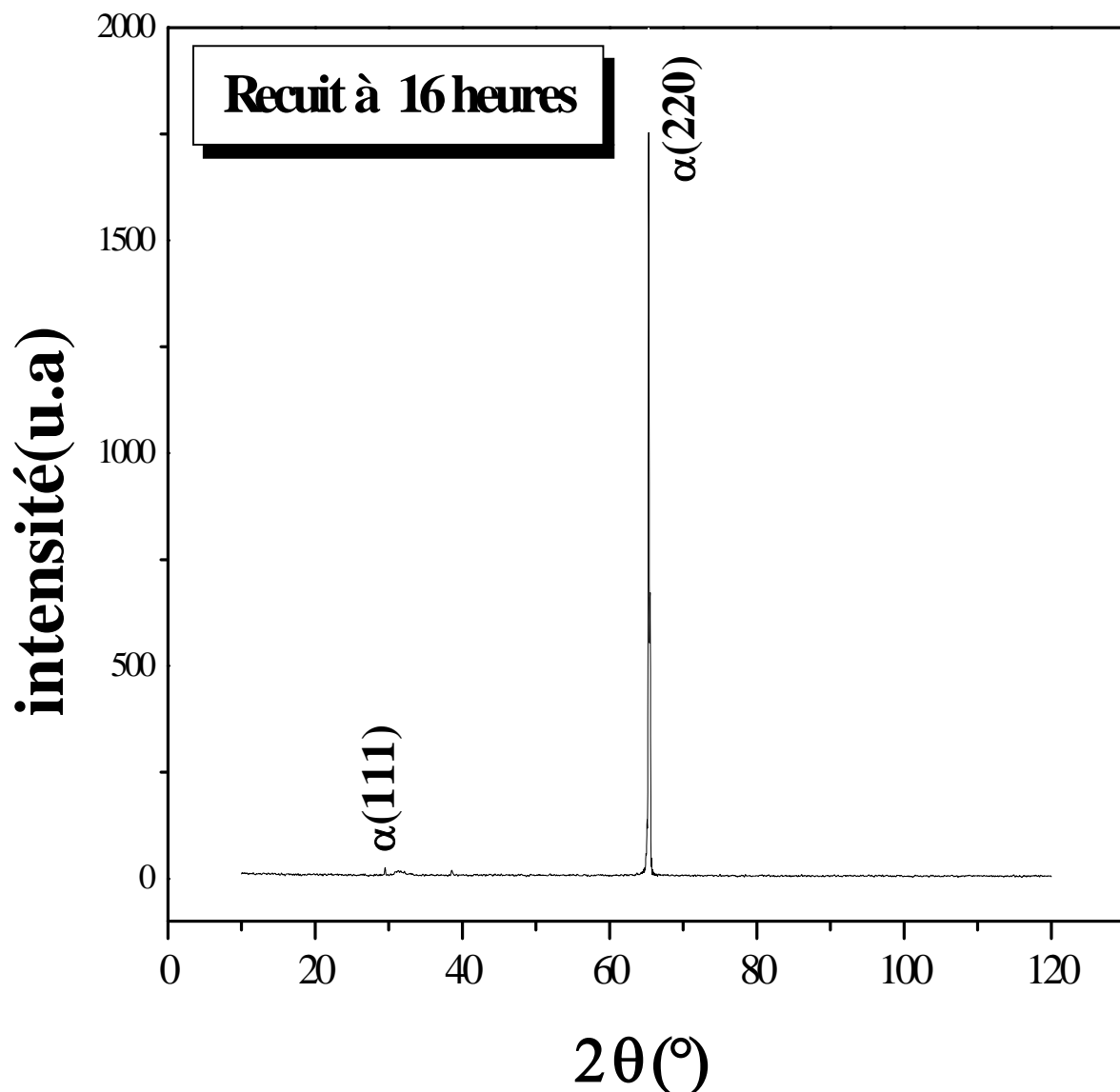
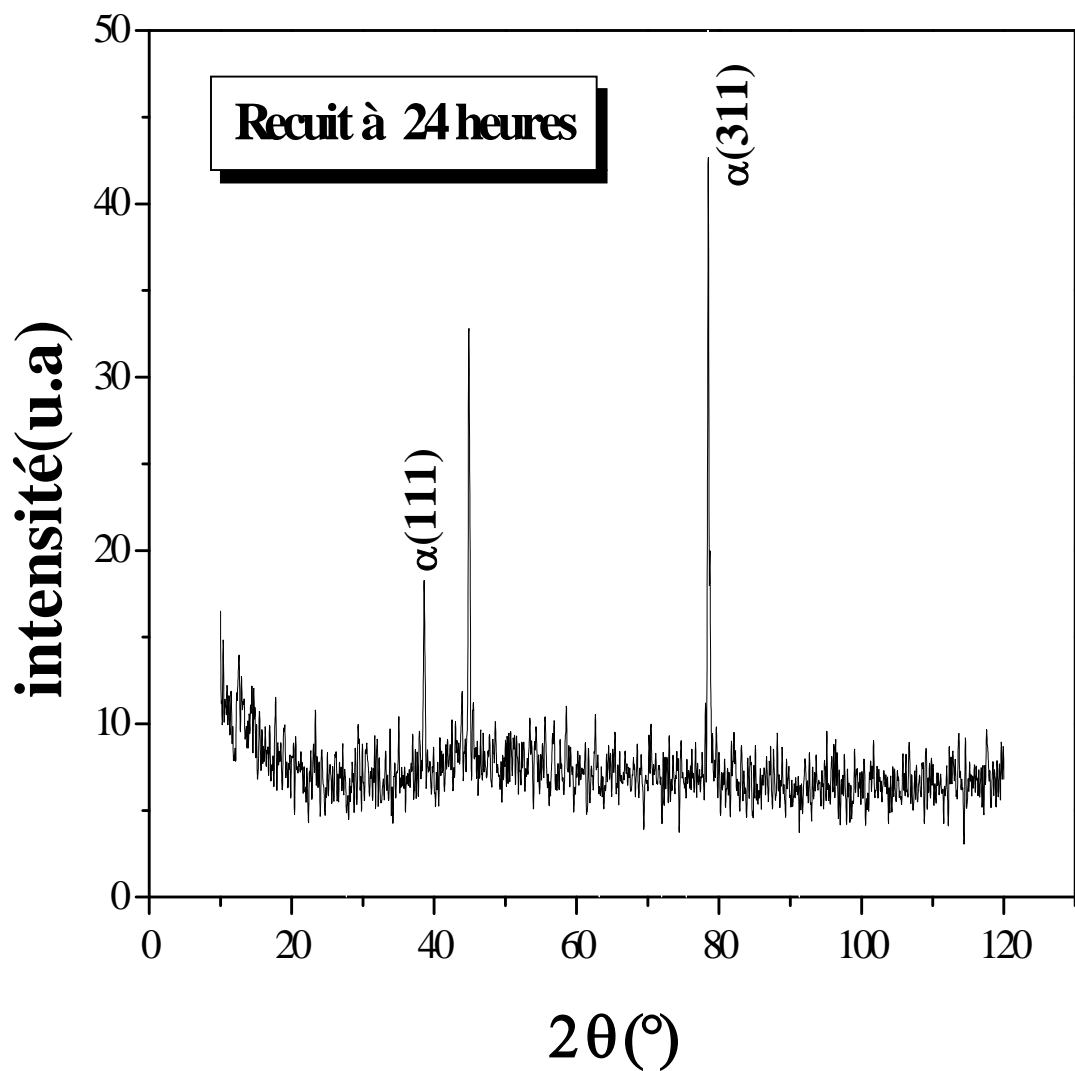


Figure III.4. Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pendant 16 heures.

- Echantillons recuit à 530°C pendant 24 heures

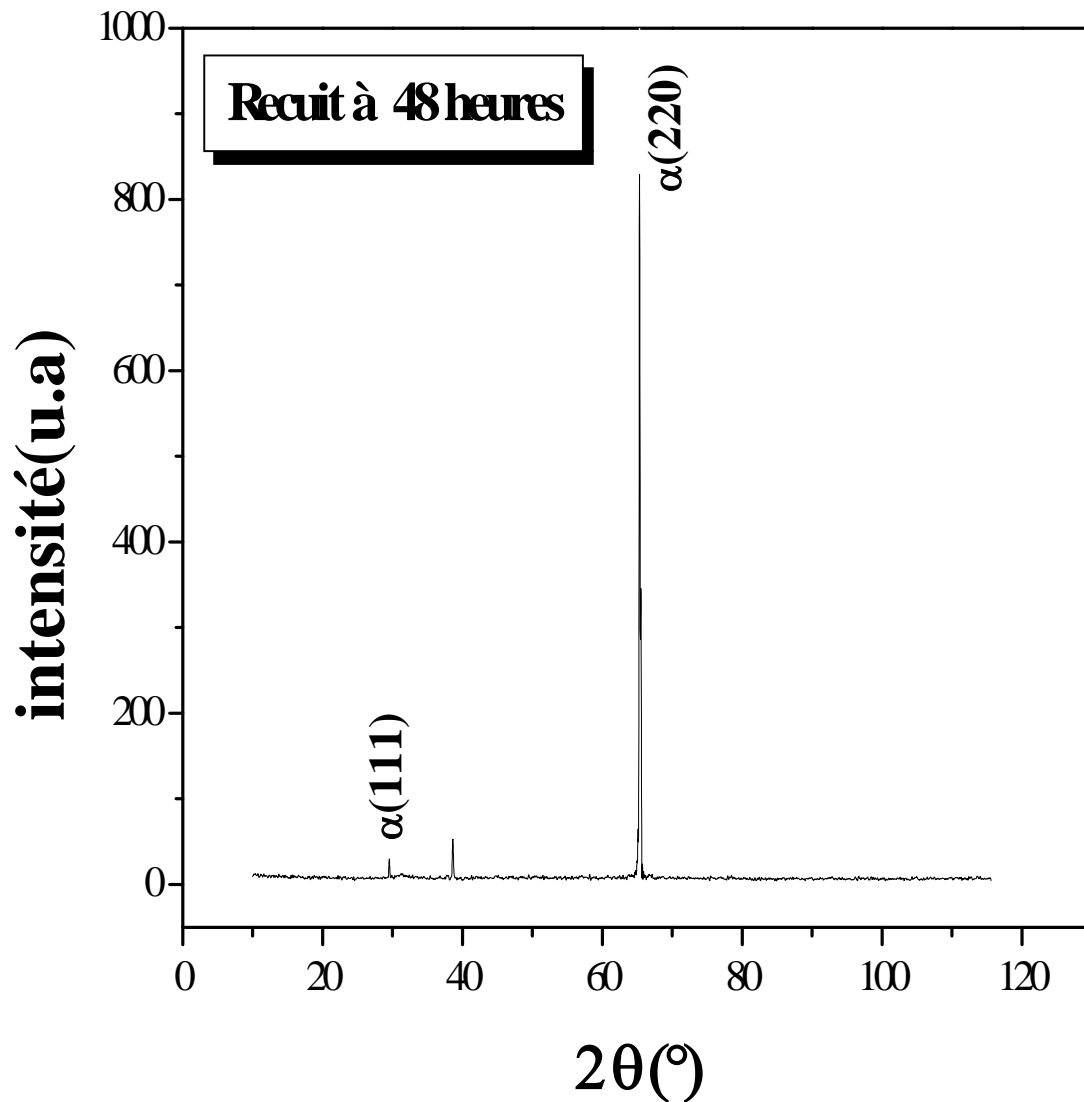
La Figure III.5 montre les différentes orientations observées par diffraction des rayons de l'échantillon recuit à 530°C pendant 24 heures. Nous relevons deux orientations  $\alpha(111)$  et  $\alpha(311)$ . L'orientation préférentielle observée précédemment  $\alpha(220)$  passe à l'orientation  $\alpha(311)$  avec une très faible intensité.



**Figure III.5.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pendant 24 heures.

- Echantillons recuit à 530°C pendant 48 heures

La Figure III.6 représente le spectre de diffraction des rayons X obtenu pour l'échantillon recuit à 530°C pendant 48 heures. Les différents pics identifiés correspondent aux familles des plans  $\alpha(111)$  et  $\alpha(200)$ . On assiste à un basculement plus précisément à un retour à l'orientation privilégiée  $\alpha(220)$  mais de moindre intensité par rapport aux précédentes.



**Figure III.6.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon recuit à 530°C pendant 48 heures.

Des études à ce travail antérieures effectuées sur le même alliage, ont observé la même texture quelque soit le temps de recuit [4].

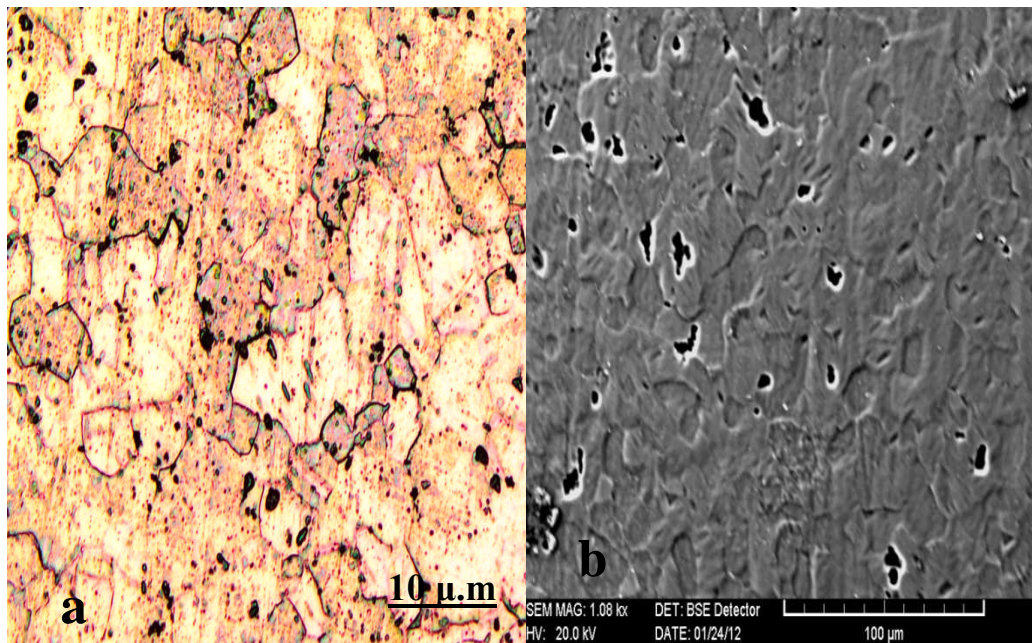
En ce concerne le vieillissement naturel, il y a une stabilité de la texture puisqu'on observe la même orientation préférentielle  $\alpha(220)$ . Pour les échantillons recuits à différents temps, le changement de texture observé  $\alpha(311)$  puis le retour vers la texture initiale  $\alpha(220)$  est attribué au processus de restauration du matériau. Dans notre travail le changement de la texture observé sera expliqué dans le paragraphe « recristallisation de l'alliage ».

## III.2. Etude de la recristallisation du matériau

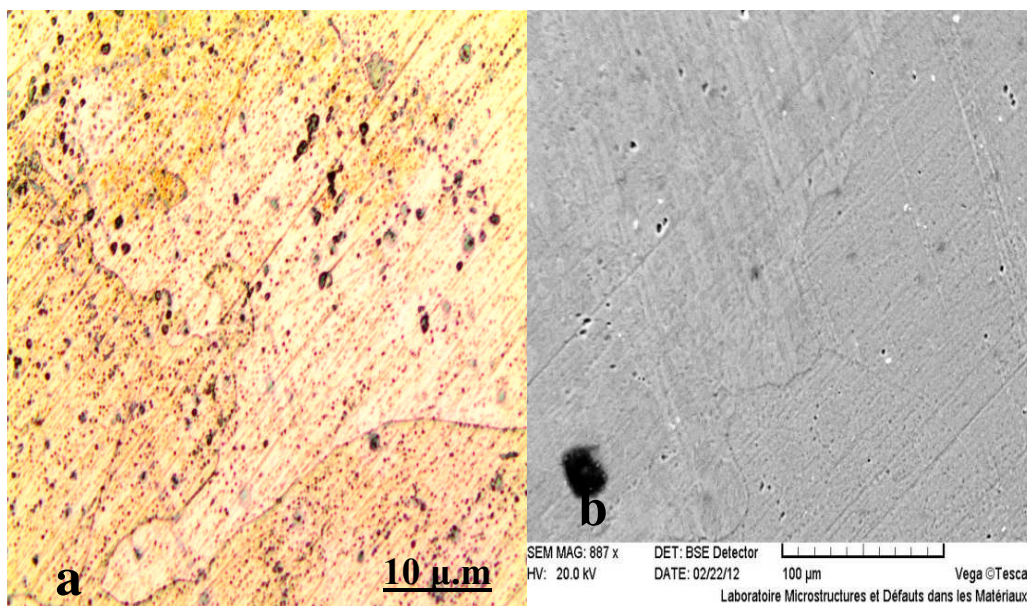
### III.2.1. Observation métallographique

La Figure III.7 montre les structures observées par microscopes optique et électronique des échantillons recuit à 530°C pendant 16 heures et attaqués chimiquement par la solution de Keller. Elle révèle qu'il y a un changement de la microstructure. En effet, on observe une structure recristallisée pour la durée de maintien de 16 heures avec une taille moyenne des grains estimée à 1 $\mu$ .m environ.

Pour le maintien de 24 heures, on observe un grossissement des grains dépassant environ 15  $\mu$ .m [26]. Ceci peut être lié au changement de texture observée. La structure recristallisée à 16 heures présente une orientation préférentielle des grains  $\alpha(220)$ . Il faut noter qu'il y a un changement de texture (orientation préférentielle  $\alpha(311)$ ) qui peut être associé au grossissement des grains.



**Recuit à 16 heures**



**Recuit à 24 heures**

**Figure III.7.** Observation métallographique des échantillons recuit à 16 heures et 24 heures.

a) Microscope optique.

b) Microscopie électronique à balayage.



### **III.2.2. La microdureté**

La Figure III.8 représente la variation de la microdureté en fonction du temps de recuit pris entre 4 heures et 48 heures, en tenant en compte de la mesure de la microdureté de l'état de référence.

L'évolution de la microdureté présente deux variations. Il y a une légère augmentation de la microdureté du matériau observée jusqu'à 8 heures. Celle-ci est accompagnée d'une chute de la microdureté pour la durée de maintien de 16 heures. Ce durcissement structural peut être attribué à la présence de la phase  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$ . Cette phase constitue un site de germination et croissance des grains.

La diminution de la microdureté peut être associée à plusieurs processus. En effet le premier peut être lié au phénomène de restauration entre 8 heures et 16 heures, suivi du processus de recristallisation [34]; ce dernier même une chute importante de la microdureté qui peut être liée au grossissement des grains.

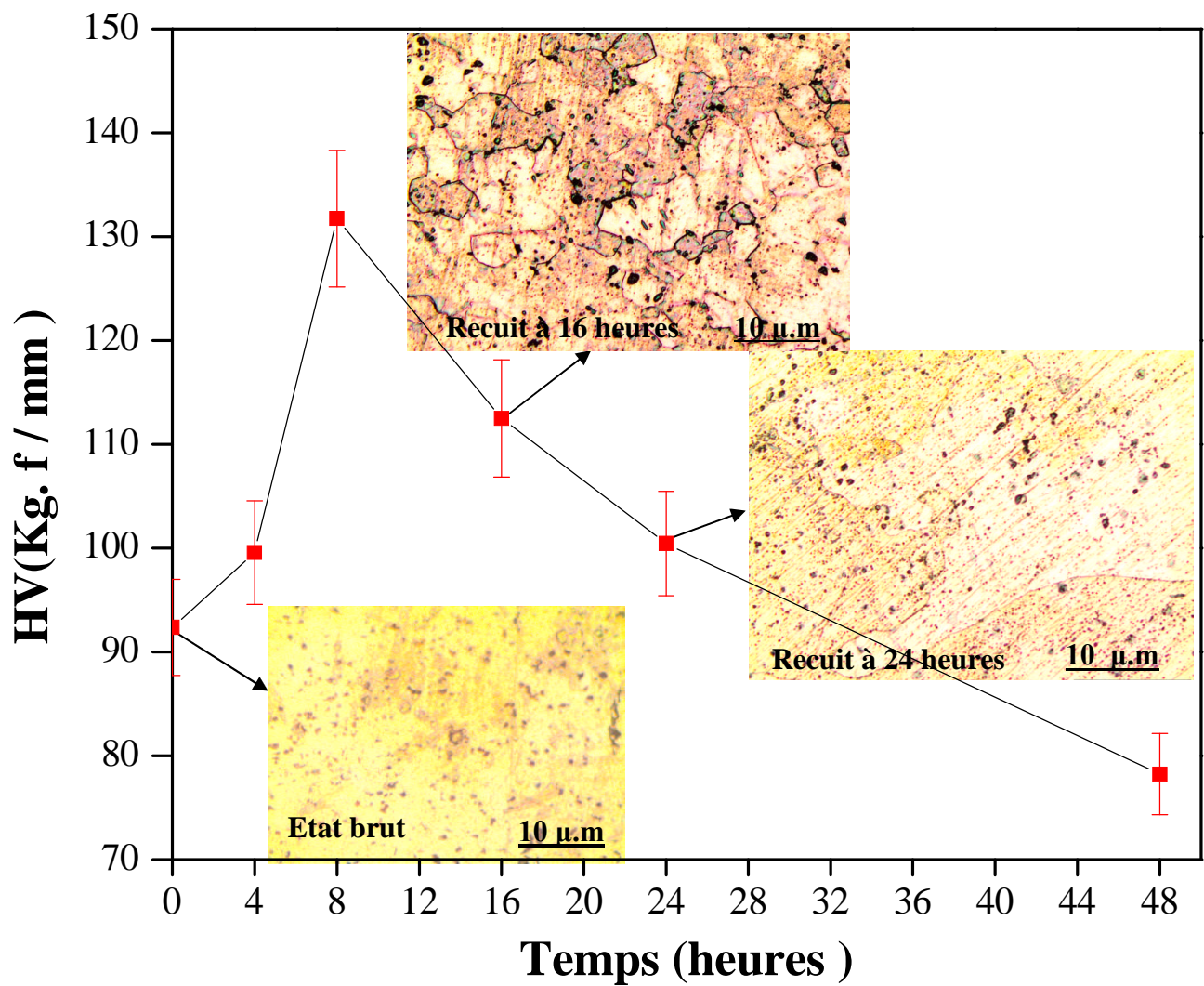


Figure III. 8. Evolution de la microdureté en fonction du temps de recuit.

### III.3. Effet du temps de recuit

#### III.3.1. La texture

Il ressort clairement qu'il n'y pas de nouvelles textures (nouvelle orientation) puisque la texture reste inchangée entre l'état de référence et les différents états recuit jusqu'à 16 heures (Figure III.1). Ceci est bien propre aux matériaux superplastiques .En effet des études précédentes [4] ont montré que le vieillissement naturel n'apporte aucun changement la texture du matériau.

#### III.3.2. La recristallisation

La Figure III.7 montre les différents structures observées .Il faut noter que la recristallisation est observée pour l'échantillon recuit à 530°C pendant 16 heures .De plus le recuit à une température relativement élevé ( $T_{DS}=530^{\circ}\text{C}$ ) pendant un maintien assez long apporte un changement de la structure sans pour autant changer la texture ceci montre qu'il n'y a pas de texture de recristallisation

En effet des études similaires ont montré qu'il n'y a pas de texture de recristallisation même pendant la recristallisation dynamique [3]. Ceci est donc une caractéristique des matériaux superplastiques qui montre les différentes texture des matériaux ; ceci nous même à dire qu'il y a un mécanisme de recristallisation différent de celui des matériaux conventionnels.

#### III.3.3. Le processus de précipitation

La Figure III.9 montre les différents précipités dans l'alliage identifiés par la diffraction des rayons X. Pour l'échantillon de l'état brut, on note la présence des phases  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$  et  $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ .

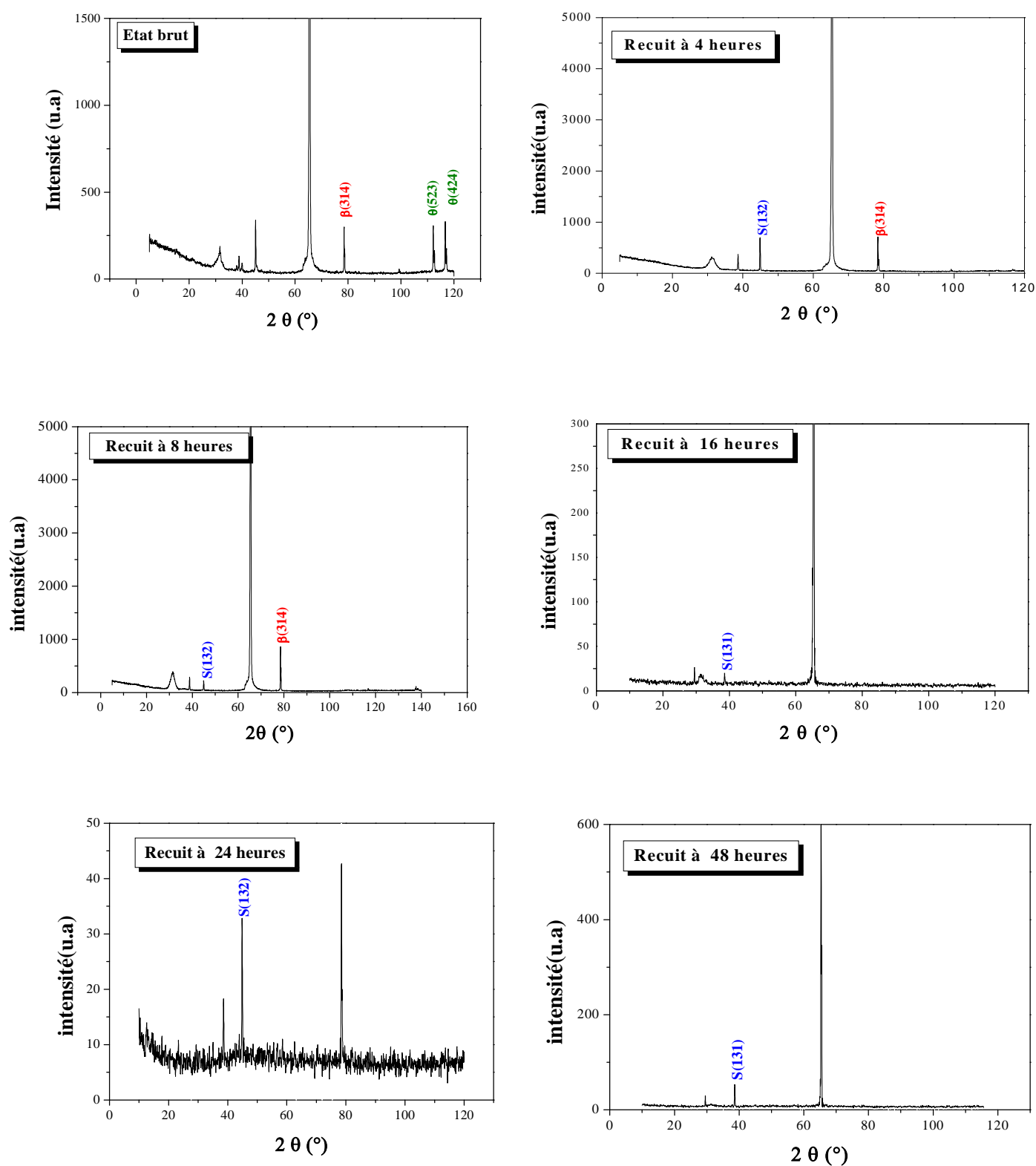
Pour des états recuits, il y a une disparition totale de la phase  $\theta$  avec l'apparition de la phase  $\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$ . L'intensité des pics identifiés de S varie suivant les temps de recuit. La présence de  $\theta$  peut être attribuée au vieillissement naturel et sa disparition est influe aussi bien par la température que par le temps de recuit. En effet ceci se produit quand le temps est relativement bas pendant des temps de maintien assez longs [4] ou bien par une température élevée pour des temps relativement courts dans ce travail.

Le tableau III.1 récapitule les intensités des pics de diffraction des rayons X des phases  $\beta$  et S dans tous les échantillons analysés. Il faut noter que les différentes phases sont observées dans l'état brut et l'état recuit ainsi que leur orientation et intensité. Il faut remarquer que l'intensité de la phase  $\beta$  augmente avec le temps de recuit jusqu'à 8 heures puis diminue brusquement à partir de 16 heures ; sa présence peut expliquer l'augmentation de la microdureté observée. Il y a un durcissement structurel lié à la présence de la phase  $\beta$  [35].

La diminution de l'intensité de la phase  $\beta$  observée à 16 heures peut expliquer la diminution de la microdureté. Ceci peut être attribué à la restauration du matériau. Nous remarquons que la diminution de la densité de cette phase entraîne le grossissement des grains. D'où la détérioration des propriétés mécaniques (diminution importante de la microdureté).

Les Figures III.10.11.12 montrent la densité, la distribution ainsi que la morphologie des différentes phases observées de l'état brut et recuit respectivement.

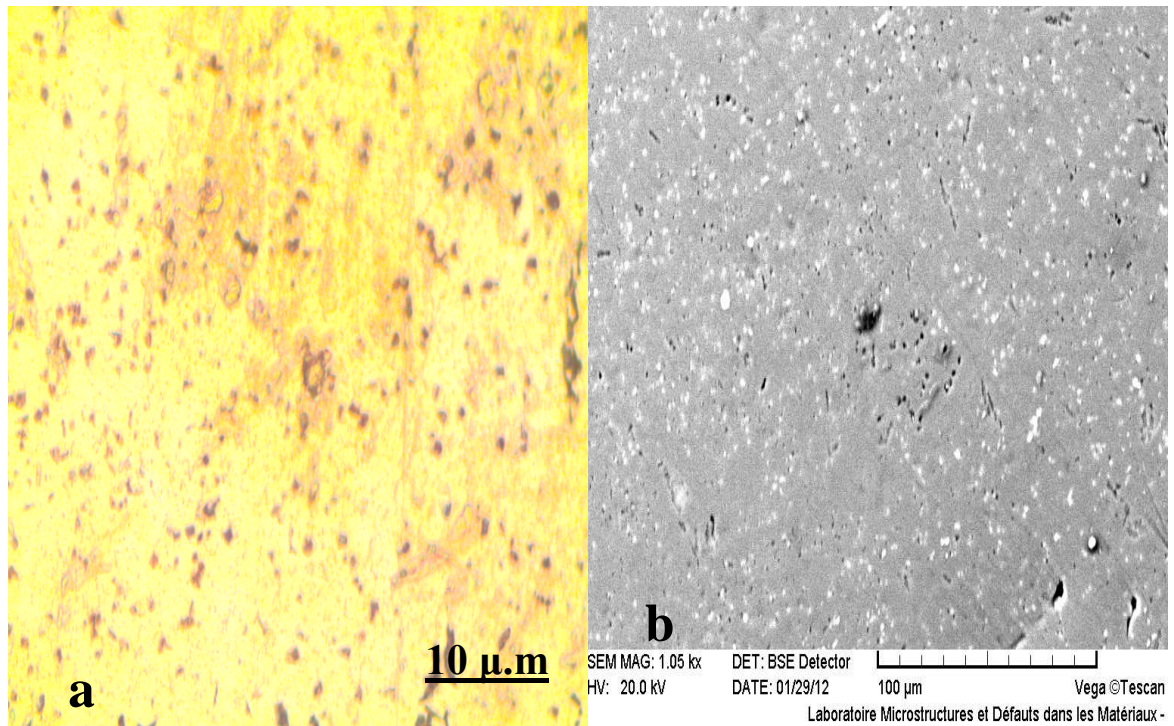
Il faut remarquer que le temps de recuit influe beaucoup plus sur la densité des différentes phases, puisqu'elle tend à décroître au fur et à mesure que le temps augmente. Cependant la distribution des phases reste relativement homogène alors que la morphologie observée est presque sphérique [36], [37], [38].



**Figure III.9.** Les spectres de diffraction des rayons X de l'état brut et les échantillons recuits pendant différents temps de maintien pris entre 4 heures et 48 heures montrant uniquement les pics des phases observées.

Echantillon	La phase	L'orientation	L'intensité I (u.a)	Etat structural observé
Etat brut	$\beta$	(314)	9700.54	
	$\theta$	(523)	165.83	
	$\theta$	(424)	174.61	
Recuit 4 heures	$\beta$	(314)	295.00	
	S	(132)	435.78	
Recuit 8 heures	$\beta$	(314)	468.30	Restauration
	S	(132)	234.99	
Recuit 16 heures	S	(131)	20.38	Recristallisation
Recuit 24 heures	S	(132)	31.85	Grossissement des grains
Recuit 48 heures	S	(131)	52.34	

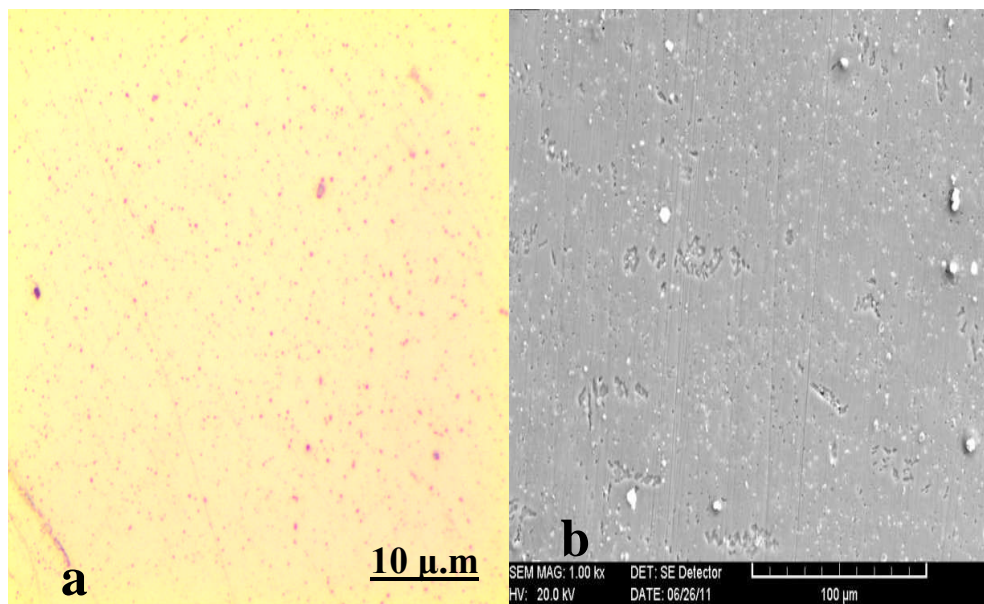
**Tableau III.1.** Les différentes phases observées, leurs intensités, et orientations correspondantes pour l'ensemble des échantillons analysés.



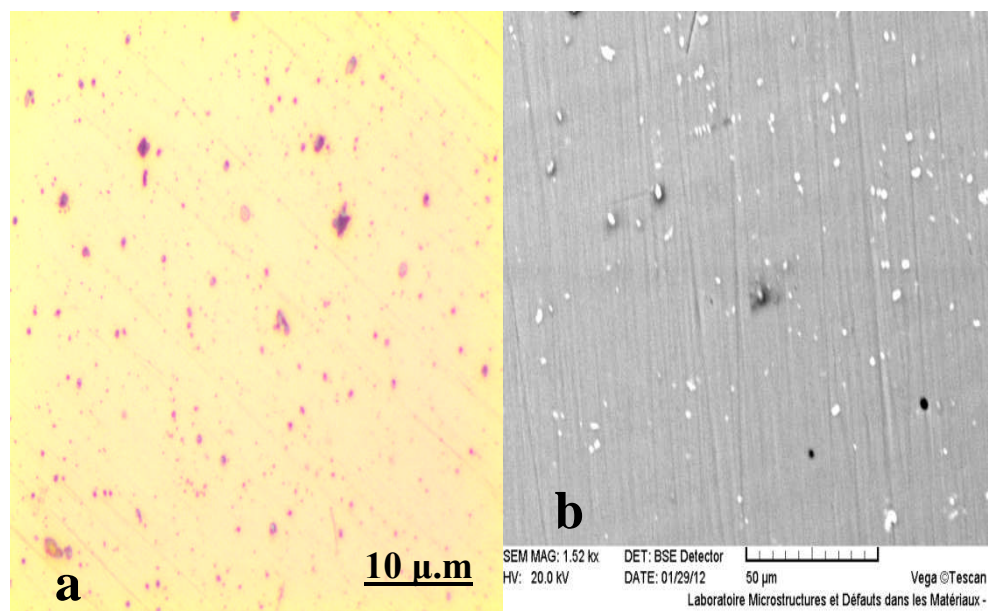
### Etat brut

**Figure III.10.** Observation métallographique de l'échantillon de l'état brut.

- a) Microscope optique.
- b) Microscopie électronique à balayage.



**Recuit à 4 heures**



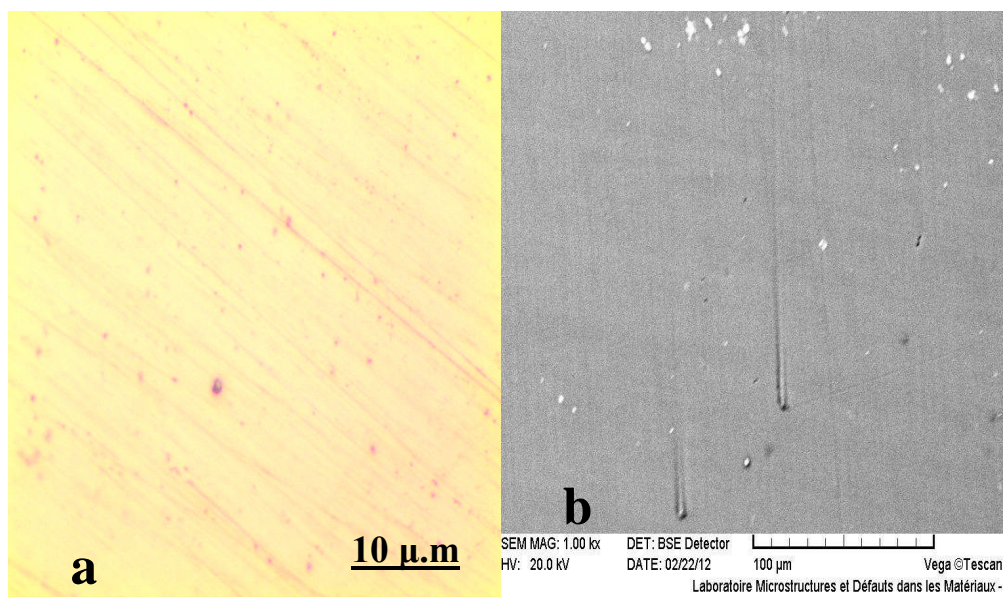
**Recuit à 8 heures**

**Figure III.11.** Observations métallographiques des échantillons recuits à 4 heures et 8 heures.

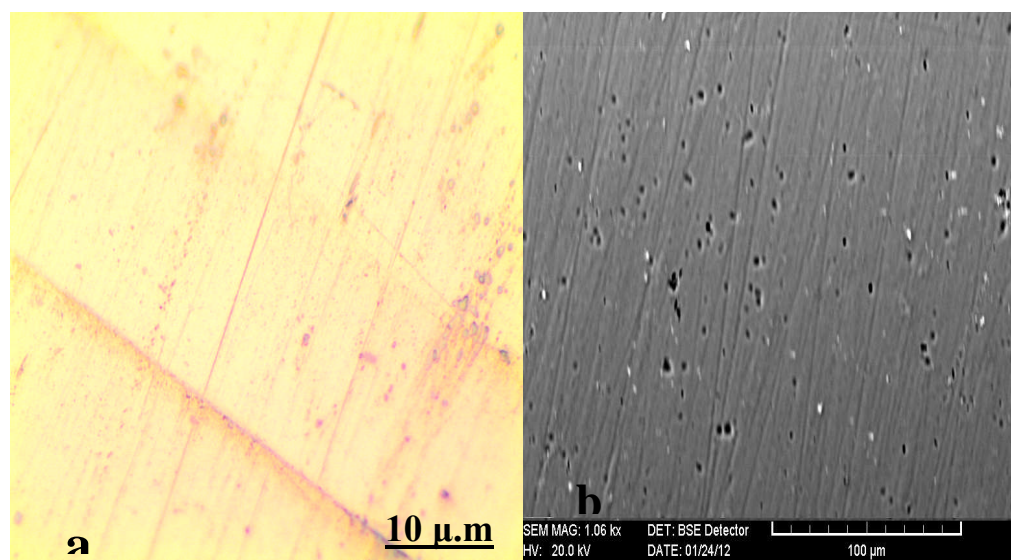
a) Microscopie optique.

b) Microscopie électronique à balayage.





**Recuit à 16 heures**



**Recuit à 24 heures**

**Figure III.12.** Observations métallographiques des échantillons recuits à 16 heures et 24 heures.

- a) Microscope optique.
- b) Microscopie électronique à balayage.

## **II.4. Mécanisme de recristallisation de l'alliage Al-Li**

Il faut observer la stabilité de la structure jusqu'au recuit de 16 heures puisqu'il n'y a pas de changement d'orientation préférentielle.

La recristallisation de l'alliage étudié est observée pour un recuit de 16 heures. Pendant le recuit, les différentes phases identifiées par diffraction des rayons X sont S( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) et  $\beta(\text{Al}_3\text{Zr})$ . Sa densité tend à diminuer avec l'augmentation du temps de maintien. On note que leur intensité chute brusquement à 16 heures. Il faut remarquer que ces phases retardent la migration des joints des grains [39-41]. Par conséquent, la recristallisation peut prendre place à 16 heures. En effet plus le temps de maintien augmente, plus leur densité ne diminue, ce qui est observé à 48 heures puisque la structure change. C'est là que nous observons un important grossissement des grains. Il est donc important de signaler que la phase  $\beta$  est responsable de changement de structure pouvant même aller au changement de texture pour des temps de recuit relativement long ; ce qui peut expliquer le mécanisme de recristallisation de cet alliage puisque le processus de précipitation contrôle la recristallisation statique.

Le but de ce travail est de suivre l'évolution de la texture des alliages Al-Li désignés par (8090) en fonction du temps de recuit.

La diffraction des rayons X et la microdureté sont les principales techniques d'analyse utilisées pour suivre l'évolution de la texture. La microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB) sont les principales techniques utilisées pour l'observation de la microstructure.

Parmi les résultats obtenus on peut citer :

- ❖ Le temps de recuit joue un rôle principalement dans l'évolution de la texture.
- ❖ Les spectres de diffraction de rayons X montre qu'il y a une stabilisation de la texture d'orientation préférentielle  $\alpha(220)$ , de l'état brut jusqu'à 16 heures. Le recuit pendant 24 heures présente un changement de texture d'orientation  $\alpha(311)$  provoquant le grossissement des grains.
- ❖ Le matériau présente une évolution microstructurale.
- ❖ Trois états sont observés et correspondent à la restauration, la recristallisation et le grossissement des grains, sans pour autant qu'il y ait il y une texture de recristallisation.
- ❖ Il y a une disparition de la phase  $T_1(Al_2CuMg)$  observée normalement dans cet alliage.
- ❖ Il y a une apparition de la phase  $\theta$  non observée dans cet alliage.
- ❖ l'apparition de la phase  $\theta$  est liée au vieillissement naturel.
- ❖ La présence de la phase S est attribuée au recuit.
- ❖ Le mécanisme de cette évolution a été expliqué.
- ❖ Les conditions optimales de la recristallisation statique ont été déterminées.
- ❖ Le durcissement structural observé est relié à la présence de la phase  $\beta$ .
- ❖ Sa présence modérée de la phase  $\theta$  est responsable de la recristallisation du matériau.
- ❖ La diminution de sa densité entraine la croissance des grains.
- ❖ La densité des phases  $\beta$  et S diminue avec l'augmentation du temps de vieillissement.

## **Références**

- [1] B.Noble, S.J.Harris, K.Dinsdale, *Matière des Sciences*, N°17, (1982) ,461-468.
- [2] R.Amichi, N.Ridley, *Sciences and Technologies*, N°12, (1999).
- [3] F.Moulla, « Influence de déformation sur la recristallisation de l'alliage superplastique Al-Li », mémoire du magister, Université Mentouri Constantine, (2010).
- [4] K.Benzouai, « Etude de vieillissement des alliages superplastiques », mémoire du magister, Université Mentouri Constantine, (2011).
- [5] H.J.Bunge, C.Esling, *Techniques de l'ingénieur*, M605, (1997).
- [6] F.Léon, « Développement de l'analyse quantitative de texture utilisant des détecteurs bidimensionnels ; application à la texture magnétique », thèse du Doctorat, Université de CAEN, BASSE NORMANDIE(2009).
- [7] P. Coulomb, « Les textures dans les métaux de réseaux cubique», ed. DUNOD, Paris (1972), 11-12.
- [8] S.Jakani, « Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation de cuivre tréfilé », thèse du Doctorat, Université SUD Paris, Centre d'Orsay (2004).
- [9] A.Nady, « Caractérisation par diffraction des neutrons et rayonnement synchrotron de revêtements épais à base de cobalt obtenu par le procédé plasma à arc transféré», thèse du Doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne, (2009).
- [10] A.Albou, « Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn », thèse du Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines, Saint Etienne (2010).
- [11] G.Bernard, «*Métallurgie Général*», ed. Maison.CIE, (1969), 208-219.
- [12] J.J.Bandin, M.Suery, *Techniques de l'ingénieur* 552, M61, (1996).
- [13] Y.Aoura, « Contribution à la modélisation du comportement superplastique des alliages métalliques pour les procédés de mise en forme », thèse du Doctorat, Université ENSAM d'Angers (2004).
- [14] N.Chandra, *J.I.N.L.Mechanics*, 37, (2002), 461-484.
- [15] T.G.Nieh, J.Wadsworth, *Superplasticity in Metals and Ceramics*, Cambridge University press (1997).
- [16] D.Lee, W.A.Backofen, *Metal Processing Lab*, N°66-0068-d, Boston (1966).

## *Référence*

---

- [17] F.Jovane, J.I. Mech, Sci. Pergamon Press, 10, (1968), 405-427.
- [18] D.H.Holt, W.A.Backofen, Trans.Am.Scoc.Metals, N°59, 755, (1966).
- [19] A.K.Ghosh, et al, Metallurgical Transactions A, 134, (1982), 733-743.
- [20] C.H. Hamilton, C.C. Bampton, N.E. Paton, Meta. Soc. Of AEIM, (1982), 173.
- [21] A.Ayad, « Caractérisation par électron back scattering diffraction (EBSD) de l'évolution des textures de déformation en traction d'un acier doux », Université Mentouri Constantine, (2005).
- [22] A.K.Ghosh, C.H.Hamilton, Metallurgical Transactions A, 13A, (1982), 733-743.
- [23] J.Pilling, N.Ridley, Res.Mechanica, 23, (1988), 31-63.
- [24] P.J.Gregson, H.M.Flower, J.Mat. Sci.Letters, N°3, (1984), 829-834.
- [25] T.R.Prichett, T.Sheppard, Aluminum Technology, 86, (1986).
- [26] [www.metalwebnews.com/howto/alloys/alloys.pdf](http://www.metalwebnews.com/howto/alloys/alloys.pdf)
- [27] W.R.Jones, P.P.Das, J.I.Met, 88, (1959), 60.
- [28] R.K.Evans, «Western world lithium reserves », thèse du Doctorat, Universités de l'Oxford, (1985).
- [29] C.J.Peel, et al., the Metallurgical Society of AIME, (1984).
- [30] D.B.Williams, J.I.Metals, London (1986).
- [31] D.Jobart, et al., Materials Science and Engineering A, 207, (1996), 170-180.
- [32] D.Raabe, Acta Metall Mater, 43, (1955), 1531-1540.
- [33] V.Pancholi, B.P.Kashyap, Materials Science Forum, 702, (2012), 374-377.
- [34] S.Bensaada, Courrier du Savoir, N°6, (2005) ,89-93.
- [35] W.E.Quist, et al, Treatise on Mate.Sci.Technol, N°31, (1989), 219.
- [36] W.J.Jung, Journal of Alloys and Compounds, (2007), 324.
- [37] L.Augusto, H.Terones, Materials Caractérisation, (2006), 3.
- [38] J.I.Landazabal, Acta Mater, 48, (2000), 1238.
- [39] G.Miller, et al, « Aluminum-lithium alloys », ed.Sanders.Jr, Warrendafe Metallurgy society of AIME, (1984), 137.
- [40] M.Goncalves, G.M.Sellars, Journal de Physique, 48, (1987), 171.
- [41] A .A.Gokhale and al, Journal des Materiaux, 1159, (2005), 369.

## 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	
Rad.: CuK $\alpha$ 1	$\lambda$ : 1.54056	Filter: Ni	Beta	d-sp:		
						82.435 7 2 2 2
Cut off:	Int.: Diffract.	I/lor.:	3.62			99.078 2 4 0 0
						112.041 8 3 3 1
Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11 (1953)						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 $_g$  = 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.



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

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 Filter: Mono d-sp: Guinier	37.931	100	1	1	4
Cut off: Int.: Estimation I/Icor.:	41.763	50	0	0	8
Ref: Clark, N., School of Physical Sciences, The Flinders Univ. of South Australia, Adelaide, Australia, Private Communication, (1996)	45.208	60	2	0	0
	50.105	10	2	0	4
	51.158	10	2	1	1
Sys.: Tetragonal S.G.: I4/mmm (139)	52.778	5	1	0	9
a: 4.009 b: c: 17.281 A: C: 4.3106	53.208	5	1	1	8
$\alpha$ : $\beta$ : $\gamma$ : Z: [4] mp:	53.442	5	2	1	3
Ref: Brauer, G., Z. Anorg. Chem., 242, 15 (1939)	57.871	10	2	1	5
	63.247	60	2	0	8
	65.855	50	2	2	0
	69.696	5	2	2	4
	70.657	5	3	0	1
Dx: 4.117 Dm: SS/FOM: F <sub>24</sub> = 2 $\epsilon$ (0.022, 43)	72.027	10	2	1	9
	73.723	50	1	1	12
	74.811	5	3	1	0
Synthesized from elements in an argon arc furnace. Al <sub>3</sub> Zr type. Silicon used as an internal stand. PSC: t116. To replace 2-1093.	75.228	5	1	0	13
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.	78.607	60	3	1	4
	81.083	50	2	2	8







28-0011

Wavelength= 1.54056

Al2 Cu Li  
Aluminum Copper LithiumSS/FOM: F30=8(0.074, 53)  
I/ICor:  
Rad: CuK $\alpha$   
Lambda: 1.5418  
Filter: Ni  
d-sp: Debye-Scherrer

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

S.G.: P6/mmm (191)  
Cell Parameters:  
a 4.96 b c 9.35  
 $\alpha$   $\beta$   $\gamma$ Molecular Weight: 124.45  
Volume[CD]: 199.21  
Dx: 3.112 Dm:

$2\theta$	int-f	h	k	l
9.411	20	0	0	1
18.906	100	0	0	2
20.590	30	1	0	0
22.783	30	1	0	1
28.309	30	1	0	2
35.451	20	1	0	3
38.558	60	0	0	4
41.245	30	1	1	2
42.090	100	2	0	0
44.209	30	1	0	4
46.559	100	2	0	2
48.789	20	0	0	5
53.886	10	1	1	4
56.781	10	2	1	0
58.396	30	2	0	4
59.429	10	0	0	6
60.457	10	2	1	2
63.298	20	1	0	6
66.227	10	2	0	5
68.594	30	3	0	2
70.600	30	2	1	4
71.401	30	1	1	6
72.673	10	3	0	3
75.302	20	2	0	6
76.807	30	2	2	0
79.947	30	2	2	2
81.253	10	3	1	1
82.435	20	0	0	8
85.572	10	2	0	7
86.519	10	2	1	6

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

03-1079

Wavelength= 1.5405

	2 $\theta$	int-f	h	k	l
Al <sub>2</sub> Cu	20.687	88	1	1	0
Aluminum Copper	29.354	40	2	0	0
	37.766	84	2	1	1
	42.192	40	2	2	0
	42.609	92	1	1	2
	47.303	100	3	1	0
	47.832	80	2	0	2
	57.164	37	2	2	2
	61.341	13	4	0	0
	66.224	13	4	1	1
	66.759	17			
	68.994	20	4	2	0
	73.324	27	4	0	2
	77.544	29	3	3	2
	78.300	10	0	0	4
	80.672	16	5	1	0
	82.346	5	1	1	4
	85.943	5	2	0	4
	88.891	9	5	2	1
	89.926	6	4	1	3
	90.991	24			
	93.213	9	2	2	4
	95.569	8	5	3	0
	96.803	25	3	1	4
	99.392	12	6	0	0
SS/FOM: F23=4(0.177, 32)					
I/Cor:					
Rad: CuK $\alpha$ 1					
Lambda: 1.5405					
Filter:					
d-sp:					
Ref: Jette, Westgren, Phragmen, J. Inst. Met., 31, 193 (1924)					
S.G.: 14/mcm (140)					
Cell Parameters:					
a 6.053 b c 4.870					
$\alpha$ $\beta$ $\gamma$					
Molecular Weight: 117.51					
Volume[CD]: 178.43					
Dx: 4.374 Dm:					

## Annexe

28-0014

Wavelength= 1.5405

<p>Al<sub>2</sub> Cu Mg Aluminum Copper Magnesium</p> <hr/> <p>SS/FOM: F30=78(.0106, 36) I/Cor: Rad: CuKα1 Lambda: 1.54050 Filter: d-sp: calculated</p> <hr/> <p>Ref: Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands, ICDD Grant-in-Aid, (1975)</p> <hr/> <p>S.G.: Cmcn (63) Cell Parameters: a 4.000 b 9.250 c 7.150 α        β        γ</p> <hr/> <p>Molecular Weight: 141.81 Volume[CD]: 264.55 Dx: 3.561    Dm:</p>	<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">2θ</th> <th style="text-align: left;">int-I</th> <th style="text-align: left;">h</th> <th style="text-align: left;">k</th> <th style="text-align: left;">l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>19.194</td><td>90</td><td>0</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>22.901</td><td>14</td><td>0</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>24.920</td><td>30</td><td>0</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>27.248</td><td>60</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>31.599</td><td>18</td><td>0</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>35.007</td><td>60</td><td>1</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>36.772</td><td>3</td><td>1</td><td>3</td><td>0</td></tr> <tr><td>38.938</td><td>100</td><td>1</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>40.989</td><td>30</td><td>0</td><td>4</td><td>1</td></tr> <tr><td>42.630</td><td>7</td><td>0</td><td>2</td><td>3</td></tr> <tr><td>44.924</td><td>30</td><td>1</td><td>3</td><td>2</td></tr> <tr><td>45.327</td><td>90</td><td>1</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>46.735</td><td>20</td><td>0</td><td>4</td><td>2</td></tr> <tr><td>49.609</td><td>9</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>51.066</td><td>12</td><td>0</td><td>0</td><td>4</td></tr> <tr><td>51.343</td><td>3</td><td>2</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>52.387</td><td>6</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>53.679</td><td>16</td><td>1</td><td>3</td><td>3</td></tr> <tr><td>54.614</td><td>4</td><td>1</td><td>5</td><td>0</td></tr> <tr><td>55.040</td><td>4</td><td>0</td><td>2</td><td>4</td></tr> <tr><td>55.292</td><td>4</td><td>0</td><td>4</td><td>3</td></tr> <tr><td>56.212</td><td>7</td><td>1</td><td>5</td><td>1</td></tr> <tr><td>56.287</td><td>7</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>57.281</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td><td>4</td></tr> <tr><td>60.894</td><td>2</td><td>1</td><td>5</td><td>2</td></tr> <tr><td>61.476</td><td>1</td><td>0</td><td>6</td><td>1</td></tr> <tr><td>62.723</td><td>12</td><td>2</td><td>4</td><td>1</td></tr> <tr><td>63.977</td><td>3</td><td>2</td><td>2</td><td>3</td></tr> <tr><td>64.573</td><td>1</td><td>1</td><td>3</td><td>4</td></tr> <tr><td>65.908</td><td>6</td><td>0</td><td>6</td><td>2</td></tr> <tr><td>67.138</td><td>10</td><td>2</td><td>4</td><td>2</td></tr> <tr><td>68.250</td><td>1</td><td>1</td><td>5</td><td>3</td></tr> <tr><td>68.648</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td><td>5</td></tr> <tr><td>70.596</td><td>6</td><td>2</td><td>0</td><td>4</td></tr> <tr><td>72.799</td><td>2</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>73.061</td><td>5</td><td>0</td><td>6</td><td>3</td></tr> <tr><td>73.924</td><td>3</td><td>2</td><td>2</td><td>4</td></tr> <tr><td>74.195</td><td>3</td><td>2</td><td>4</td><td>3</td></tr> <tr><td>75.722</td><td>10</td><td>1</td><td>7</td><td>0</td></tr> <tr><td>76.950</td><td>4</td><td>3</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>77.245</td><td>10</td><td>1</td><td>3</td><td>5</td></tr> <tr><td>77.995</td><td>1</td><td>1</td><td>5</td><td>4</td></tr> <tr><td>78.607</td><td>3</td><td>0</td><td>4</td><td>5</td></tr> <tr><td>79.387</td><td>6</td><td>3</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>79.545</td><td>4</td><td>2</td><td>6</td><td>1</td></tr> <tr><td>80.509</td><td>3</td><td>0</td><td>0</td><td>6</td></tr> <tr><td>81.166</td><td>2</td><td>1</td><td>7</td><td>2</td></tr> <tr><td>82.604</td><td>1</td><td>0</td><td>6</td><td>4</td></tr> <tr><td>83.389</td><td>3</td><td>3</td><td>3</td><td>2</td></tr> <tr><td>83.743</td><td>9</td><td>0</td><td>2</td><td>6</td></tr> <tr><td>84.919</td><td>1</td><td>0</td><td>8</td><td>1</td></tr> <tr><td>86.133</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td><td>5</td></tr> </tbody> </table>	2θ	int-I	h	k	l	19.194	90	0	2	0	22.901	14	0	2	1	24.920	30	0	0	2	27.248	60	1	1	1	31.599	18	0	2	2	35.007	60	1	1	2	36.772	3	1	3	0	38.938	100	1	3	1	40.989	30	0	4	1	42.630	7	0	2	3	44.924	30	1	3	2	45.327	90	1	1	3	46.735	20	0	4	2	49.609	9	2	2	0	51.066	12	0	0	4	51.343	3	2	2	1	52.387	6	2	0	2	53.679	16	1	3	3	54.614	4	1	5	0	55.040	4	0	2	4	55.292	4	0	4	3	56.212	7	1	5	1	56.287	7	2	2	2	57.281	3	1	1	4	60.894	2	1	5	2	61.476	1	0	6	1	62.723	12	2	4	1	63.977	3	2	2	3	64.573	1	1	3	4	65.908	6	0	6	2	67.138	10	2	4	2	68.250	1	1	5	3	68.648	2	0	2	5	70.596	6	2	0	4	72.799	2	3	1	1	73.061	5	0	6	3	73.924	3	2	2	4	74.195	3	2	4	3	75.722	10	1	7	0	76.950	4	3	1	2	77.245	10	1	3	5	77.995	1	1	5	4	78.607	3	0	4	5	79.387	6	3	3	1	79.545	4	2	6	1	80.509	3	0	0	6	81.166	2	1	7	2	82.604	1	0	6	4	83.389	3	3	3	2	83.743	9	0	2	6	84.919	1	0	8	1	86.133	2	2	2	5
2θ	int-I	h	k	l																																																																																																																																																																																																																																																																						
19.194	90	0	2	0																																																																																																																																																																																																																																																																						
22.901	14	0	2	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
24.920	30	0	0	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
27.248	60	1	1	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
31.599	18	0	2	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
35.007	60	1	1	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
36.772	3	1	3	0																																																																																																																																																																																																																																																																						
38.938	100	1	3	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
40.989	30	0	4	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
42.630	7	0	2	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
44.924	30	1	3	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
45.327	90	1	1	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
46.735	20	0	4	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
49.609	9	2	2	0																																																																																																																																																																																																																																																																						
51.066	12	0	0	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
51.343	3	2	2	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
52.387	6	2	0	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
53.679	16	1	3	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
54.614	4	1	5	0																																																																																																																																																																																																																																																																						
55.040	4	0	2	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
55.292	4	0	4	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
56.212	7	1	5	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
56.287	7	2	2	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
57.281	3	1	1	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
60.894	2	1	5	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
61.476	1	0	6	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
62.723	12	2	4	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
63.977	3	2	2	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
64.573	1	1	3	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
65.908	6	0	6	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
67.138	10	2	4	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
68.250	1	1	5	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
68.648	2	0	2	5																																																																																																																																																																																																																																																																						
70.596	6	2	0	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
72.799	2	3	1	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
73.061	5	0	6	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
73.924	3	2	2	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
74.195	3	2	4	3																																																																																																																																																																																																																																																																						
75.722	10	1	7	0																																																																																																																																																																																																																																																																						
76.950	4	3	1	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
77.245	10	1	3	5																																																																																																																																																																																																																																																																						
77.995	1	1	5	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
78.607	3	0	4	5																																																																																																																																																																																																																																																																						
79.387	6	3	3	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
79.545	4	2	6	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
80.509	3	0	0	6																																																																																																																																																																																																																																																																						
81.166	2	1	7	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
82.604	1	0	6	4																																																																																																																																																																																																																																																																						
83.389	3	3	3	2																																																																																																																																																																																																																																																																						
83.743	9	0	2	6																																																																																																																																																																																																																																																																						
84.919	1	0	8	1																																																																																																																																																																																																																																																																						
86.133	2	2	2	5																																																																																																																																																																																																																																																																						

# Texture evolution of superplastic Alloys

## Abstract

The superplastic behavior required a fine grain structure. This could be obtained by either static recrystallization before superplastic deformation or for dynamic recrystallization during the first stages of superplastic deformation (SPD).

The aluminum alloys which develop a fine and equiaxed grain structure by the two previous recrystallization modes, are Al-Li alloys. However these alloys remain partially recrystallized during the first mode.

The object of the present work is to study the effect of natural aging and annealing on texture evolution of Al-Li alloy (8090) for a fixed temperature 530°C (superplastic deformation temperature). The experimental techniques used for texture evolution are X ray diffraction (XRD) and microhardness. For metallographic and electronic observation, we have used optical microscope and scanning electron microscope (SEM).

The observed results show the existence of three structure evolution stages of the studied material. The first one corresponds to the restoration stage followed by recrystallization stage. However we observe a grain growth structure in the last stage. The only texture change is observed with grain growth.

**Key-words:** Al-Li, superplasticity, texture, static recrystallization, XRD.

## تطور النسيج البنيوي لسبائك ما فوق اللدنة

### ملخص

تتعلق ظاهرة ما فوق اللدنة ببنية المادة ذات الحبيبات الصغيرة التي يمكن الحصول عليها من خلال طريقتي التبلور الستاتيكي أي قبل التشوه ما فوق اللدن، أو التبلور الديناميكي خلال المراحل الأولى للتشوه ما فوق اللدن.

سبائك الألمنيوم من نوع الألمنيوم- ليثيوم (Al-Li) هي السبائك الوحيدة التي يمكن الحصول على البنية البلورية ذات الحبيبات الصغيرة بواسطة الطريقتين . لكن التبلور الستاتيكي غير كامل.

هدف عملنا الحالي هو دراسة تأثير زمن التقادم على تطور البنية النسيجية لسبائك الألمنيوم- ليثيوم Al-(8090)Li وذلك خلال درجة حرارة ثابتة أي  $530^{\circ}\text{C}$ .

استعملت في هذه الدراسة التقنيات التجريبية للمعايرة هي حيود الأشعة السينية وقياس الصلادة. لملاحظة البنية النسيجية استعملنا المجهر الضوئي و المجهر المسح الإلكتروني (MEB).

تبين النتائج المتحصل عليها أن تطور البنية يتم خلال ثلاث مراحل: المرحلة الأولى تتعلق بالترميم البنيوي تتبعها مرحلة التبلور بينما نلاحظ نمو الحبيبات خلال المرحلة الأخيرة وهي المرحلة الوحيدة المرافقة لتغير النسيج البنيوي للمادة.

### الكلمات المفتاحية :

Al-Li, ظاهرة ما فوق اللدنة, النسيج البنيوي, التبلور الستاتيكي, حيود الأشعة السينية.

## Résumé

Le comportement superplastique est étroitement lié à une structure à grains fins .Celle-ci est obtenue soit par recristallisation statique (avant la déformation superplastique), soit par recristallisation dynamique (pendant les premiers stades de la déformation superplastique).

Les seuls alliages d'aluminium pouvant développés une microstructure à grains fins et équiaxes par les deux modes de recristallisation sont les alliages aluminium-lithium (Al-Li).

Cependant ces alliages restent partiellement recristallisés durant le premier mode de recristallisation.

Le travail actuel a pour but d'étudier l'effet du temps de vieillissement naturel et du recuit sur l'évolution de la texture de l'alliage Al-Li (8090) à 530° C (température de déformation superplastique).

Les techniques expérimentales de caractérisation utilisées sont La diffraction des rayons X (DRX) et la microdureté. Pour l'observation métallographique et électronique, nous avons utilisé le microscope optique et la microscopie électronique à balayage (MEB).

Les résultats obtenus montrent qu'il y a trois stades d'évolution de la structure du matériau étudié. Le premier stade correspond au stade de la restauration du matériau .Celui-ci est suivi par le stade de recristallisation. Alors que nous observons un grossissement des grains dans le dernier stade. Le seul changement de texture observé apparaît avec le grossissement des grains.

**Mots clés :** AL-Li, superplasticité, texture, recristallisation statique, DRX.