

# CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

## 2.1 Un aperçu des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont souhaitables pour une large gamme d'applications industrielles en raison de certaines caractéristiques de base qui les rendent souhaitables pour une large gamme d'applications industrielles. Tout d'abord, le film d'oxyde de surface tenace naturel offre une bonne résistance à la corrosion. En particulier, les systèmes 1xxx, 3xxx, 5xxx et 6xxx pourraient même être utilisés pour entrer en contact direct avec l'eau de mer. Deuxièmement, l'aluminium et les alliages d'aluminium sont de bons conducteurs de chaleur mais avec un point de fusion plus bas que les aciers (environ 535 ° C), et ils sont plus lents à atteindre des températures très élevées en cas d'exposition au feu que l'acier. Troisièmement, l'aluminium pur et certains de ses alliages ont une conductivité électrique élevée remarquable, juste derrière le cuivre parmi les métaux communs comme conducteurs. Quatrièmement, son rapport résistance / poids élevé permet de remplacer certains métaux plus lourds sans perte de capacité de charge. En outre, excellente ténacité à la rupture, capacité d'absorption d'énergie, ouvrabilité, recyclabilité, etc. Toutes ces caractéristiques combinées ont conduit à une large utilisation de l'aluminium dans les conteneurs, les avions et les applications automobiles [1].

Les systèmes de désignation des alliages d'aluminium couramment utilisés selon la norme H35.1 de l'American National Standards Institute (ANSI) sont présentés dans le tableau 2.

1. La désignation générale de l'état des alliages d'aluminium est indiquée dans le tableau 2.2.

Tableau 2.1 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium

Alliage	Élément d'alliage principal	
Alliage forgé	1xxx	Surtout en aluminium pur; aucun ajout majeur d'alliage
	2xxx	Cuivre
	3xxx	Manganèse
	4xxx	Silicium
	5xxx	Magnésium
	6xxx	Magnésium et silicium
	7xxx	Zinc
	8xxx	Autres éléments (par exemple, fer ou étain)
	9xxx	Non attribué
Alliage coulé	1xx.x	Aluminium pur, 99,00% max
	2xx.x	Cuivre
	3xx.x	Silicium, additionné de cuivre et / ou de magnésium
	4xx.x	Silicium
	5xx.x	Magnésium
	7xx.x	Zinc
	8xx.x	Étain
	9xx.x	Autres éléments
	6xx.x	Série inutilisée

Tableau 2.2 Principaux éléments d'alliage dans le système de désignation des alliages d'aluminium [2]

Suffix Letter F, O, H, T or W Indicates Basic Treatment Condition	First Suffix Digit Indicates Secondary Treatment Used to Influence Properties	Second Suffix Digit for Condition H Only Indicates Residual Hardening
F – As Fabricated		
O – Annealed-Wrought Products Only		
H – Cold Worked Strain Hardened	1 – Cold Worked Only	2 – $\frac{1}{4}$ Hard 4 – $\frac{1}{2}$ Hard
	2 – Cold Worked and Partially Annealed	6 – $\frac{3}{4}$ Hard 8 – Hard
	3 – Cold Worked and Stabilized	9 – Extra Hard
W – Solution Heat Treated		
T – Heat Treated Stable		
	T1 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Natural Age	
	T2 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Cold Worked + Natural Age	
	T3 – Solution Treated + Cold Worked + Natural Age	
	T4 – Solution Treated + Natural Age	
	T5 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Artificial Age	
	T6 – Solution Treated + Artificially Aged	
	T7 – Solution Treated + Overaged	
	T8 – Solution Treated + Cold Worked + Artificial Aged	
	T9 – Solution Treated + Artificial Aged + Cold Worked	
	T10 – Cooled from an Elevated Temperature Shaping Operation + Cold Worked + Artificial Age	

La présente étude se concentre principalement sur les alliages coulés, qui sont utilisés dans les pièces coulées à leur forme finale / quasi-finale et sur le lingot à partir duquel ces coulées sont réalisées. En général, les alliages coulés ne sont pas appliqués aux processus de laminage, d'extrusion, de forgeage ou autres processus de mise en forme des métaux ultérieurs.

Lorsque l'on parle du choix de moulage d'alliages d'aluminium, il y a toujours 3 facteurs à considérer, la facilité de coulée, la résistance et la qualité de finition. Cependant, peu d'alliages pourraient posséder toutes ces 3 caractéristiques. La série 3xx est exceptionnellement facile à couler, en raison de sa teneur en silicium relativement élevée qui lui confère une bonne capacité d'écoulement et de remplissage de moule. Par conséquent, la série 3xx est la plus utilisée, en particulier pour les pièces moulées de grande taille et complexes. Les alliages 2xx offrent une résistance très élevée mais sont plus difficiles à couler et à obtenir de bonnes surfaces, de sorte que leurs applications sont limitées aux endroits où la résistance et la ténacité sont la première priorité et des procédures de coulée compétentes peuvent être appliquées, par ex. dans l'industrie aérospatiale. Les séries 5xx et 7xx méritent une attention particulière pour leur finition fine, mais elles sont plus difficiles à couler. Par conséquent, ils sont généralement limités aux applications où la finition est primordiale, comme les roulements [1].

## **2.2 Développement d'alliages coulés Al-Si et Al-Cu**

### **2.2.1 Développement d'alliages coulés Al-Si et leurs précipitations**

Au cours des 50 dernières années, les alliages de fonderie à base d'Al-Si ont progressivement remplacé la fonte dans la production de composants moteurs, notamment les blocs moteurs et les culasses, de l'industrie automobile. En conséquence, le poids des automobiles a été considérablement réduit et, par conséquent, avec une meilleure efficacité énergétique. Les principaux avantages des alliages hypoeutectiques Al-Si sont un rapport

résistance / poids élevé, une conductivité thermique élevée et une excellente coulabilité [3, 4].

La première génération de blocs moteurs en aluminium a été appliquée aux moteurs à essence à la fin des années 1970. Alors que l'application d'alliages d'aluminium dans les moteurs diesel était très limitée jusqu'au milieu des années 90 en raison d'une technique insuffisante à l'époque et des exigences de performance plus élevées des moteurs diesel (température et pression plus élevées du mélange). Aujourd'hui, les blocs moteurs à essence sont généralement fabriqués par des alliages d'aluminium; et l'utilisation de l'aluminium dans les moteurs diesel augmente également. De plus, la plupart des culasses sont coulées en alliages d'aluminium. Enfin, la réduction de poids des moteurs de 15 à 35 kg a été obtenue en remplaçant la fonte par de l'aluminium.

Actuellement, les culasses sont principalement fabriquées en alliage hypoeutectique Al-Si, par exemple 319, 356 + 0,5Cu; les blocs moteur sont principalement produits par des alliages hypoeutectiques Al-Si équipés d'un revêtement en fonte ou d'autres matériaux appropriés, ou simplement avec un alliage hypereutectique Al-Si, par ex. 390; Les pistons sont principalement produits par des alliages de pistons Al-Si. Les compositions chimiques des alliages d'aluminium les plus populaires utilisés dans les applications de moteurs ainsi que leurs propriétés mécaniques à température ambiante sont présentées dans le tableau 2.3

Tableau 2.3 Composition chimique (% en poids) d'alliages d'Al de type 356, 319 et 390 avec les propriétés mécaniques à température ambiante [4].

Composition	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Ti	Zn	Ni	Al
356	6.5–7.5	<0.25	0.25–0.45	<0.6	<0.35	<0.25	<0.1	0	Bal.
319	5.5–6.5	3.0–4.0	<0.1	<1	<0.5	<0.25	<1	<0.35	Bal.
390	16–18	4–5	0.45–0.65	<1.3	<0.1	<0.2	<0.1	–	Bal.
Propriété	Traite- ment thermi- que	Force ultime /MPa	limite d'élasticité à la traction /MPa	Élongation %	limite d'élasticité à la compression /MPa	Module d'élasticité /GPa			
319	F	234	131	2.5	131	74			

	T6	276	186	3	186	–
356	F	179	124	5	–	–
	T6	262	186	5	186	72
390	F	200	200	<1	–	82
	T6	310	310	<1	414	–

Les alliages de type 356 ont une bonne combinaison de résistance et de ductilité, ainsi que de mieux performances de fluidité et de retrait, mais leur résistance diminue rapidement au-dessus de 200 °C. Les alliages de type 319 présentent un rendement et une résistance au fluage relativement plus élevés à des températures élevées (250 °C), bien que le ramollissement se produise lors d'une exposition prolongée. Cependant, un moteur pendant le travail peut être chauffé de -30 °C (courant en hiver au Canada) à plus de 250 °C. Étant donné que les clients veulent plus de puissance et moins de consommation d'essence, et les gouvernements du monde entier publient des réglementations environnementales plus strictes, qui incitent les fabricants à réduire la cylindrée et le poids du moteur, d'autre part, des améliorations technologiques telles que les systèmes d'injection directe de carburant et les turbocompresseurs sont appliquées aux maintenir la performance.

En conséquence, les améliorations conduisent à des températures et des pressions de fonctionnement plus élevées ainsi qu'à des contraintes thermomécaniques plus élevées, en particulier sur le pont de soupape entre les orifices d'admission et d'échappement sur la face de combustion des culasses [4]. Une zone de fissure typique dans la culasse est représentée sur la Figure 2.1.

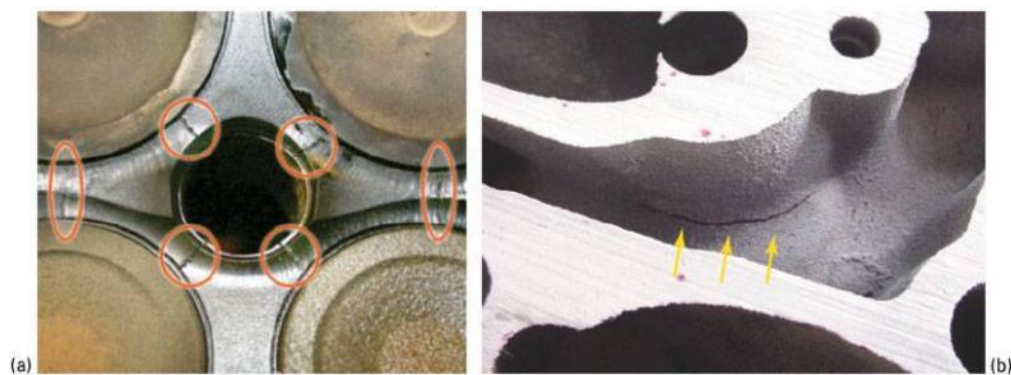
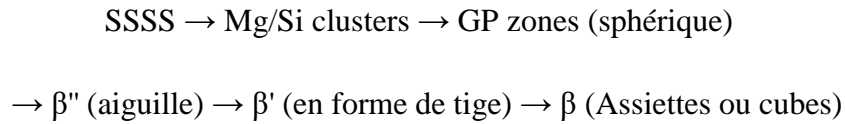
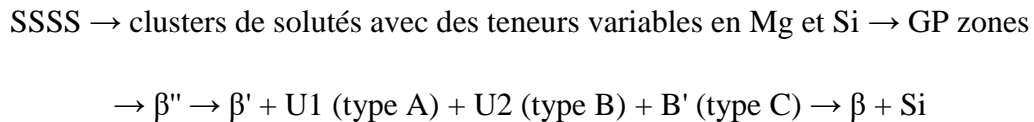


Figure 2.1 Photographies d'une zone typique d'initiation de fissure dans la culasse [4].

En ce qui concerne le durcissement par vieillissement (durcissement par précipitation), l'alliage 356 d'origine appartient aux systèmes Al–Mg–Si, qui sont largement utilisés comme alliages structuraux à résistance moyenne combinés à une bonne soudabilité, résistance à la corrosion et formabilité. Dans ce système, une échelle extrêmement fine des précipitations a été observée à température modérée (100-200 °C) bien avant [5]. La séquence de précipitation dans ce système d'alliage est généralement acceptée comme [6]:



Récemment, certaines phases supplémentaires ont été découvertes par des expériences, donnant la séquence de précipitation modifiée comme suit [7-9]:



Les premières étapes de la décomposition impliquent le regroupement séparé de Si et Mg suivi d'un regroupement de Si–Mg. Initialement, les clusters seront riches en Si, en raison de sa solubilité plus faible et de son taux de diffusion plus élevé en Al. Par la suite, Mg et plus de Si se diffuseront dans les clusters riches en Si pour former des grappes Mg/Si à partir desquelles les GP (zones GP-I) se formeront [10]. Avec un temps de vieillissement prolongé, les particules  $\beta''$  (zones GP-II) se formeront. La phase  $\beta''$  est entièrement cohérente avec la matrice Al le long de l'axe b (axe plus long) et semi-cohérente le long de a et c, qui se compose d'aiguilles de taille généralement  $4 \times 4 \times 50$  nm. La contribution principale des effets de durcissement par vieillissement des alliages Al–Mg–Si provient des phases  $\beta''$  et GP-I, ce qui signifie un ramollissement rapide à une température relativement élevée.

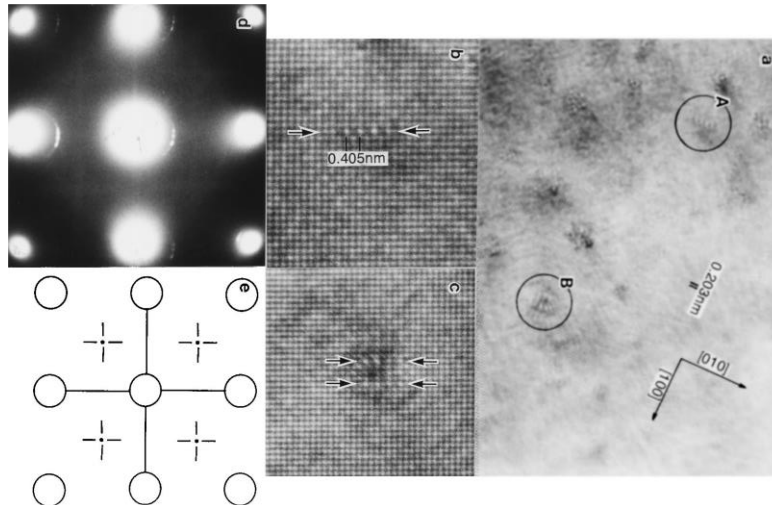


Figure 2.2 Micrographies électroniques à transmission (zones GP) des spécimens vieillis à 70 °C pendant 333h. (a) Une image HRTEM. (b) et (c) Photographies agrandies de régions marquées par les cercles A et B dans (a), respectivement. (d) Diagramme de diffraction de zone sélectionné tiré de (a). (e) Illustration schématique du SADP [11].

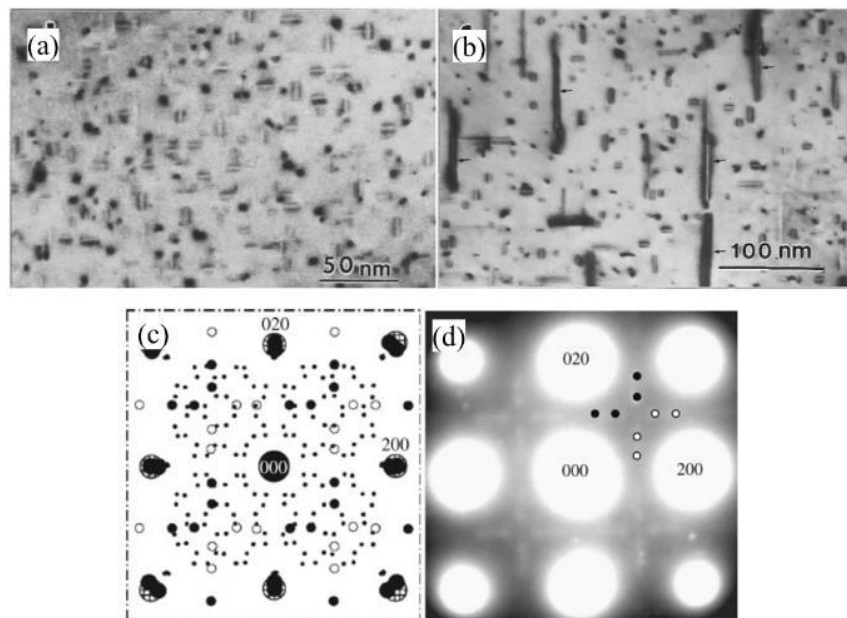


Figure 2.3 Micrographies TEM de précipités  $\beta''$  /  $\beta'$  pendant le vieillissement artificiel: (a) 4 h à 175 °C. (b) 20 h à 200 °C [10]. (c) Simulé SADP [001]Al de phases  $\beta''$ . (d) SADP expérimental de phases  $\beta''$  [12].

La phase  $\beta'$  se présente sous forme de bâtonnets de plusieurs centaines de nanomètres de long et d'environ 10 nm de diamètre. En règle générale, il a été accepté d'avoir une structure

hexagonale, avec des dimensions de cellules unitaires  $a = 0,705$  nm et  $c = 0,405$  nm [11]. Ainsi, son axe  $c$  est entièrement cohérent avec la matrice Al le long de  $\langle 001 \rangle \alpha$ . Cependant, un paramètre de réseau différent de  $\beta'$  a également été signalé [7]. La phase  $\beta'$  coexistait également avec la phase hexagonale  $B'$  (type C) et au moins 2 autres phases: U1 et U2 [8, 13] (également appelés type A et type B [11]). Les phases  $\beta'$  et U2 se forment en même temps, la quantité et la taille augmentant au cours du vieillissement. La phase  $\beta'$  augmentera jusqu'à une quantité maximale suivie d'une diminution rapide, tandis que la quantité de phases U2 sera relativement stable bien que de fortes similitudes entre les phases U2 et  $\beta''$  aient été récemment signalées (U2 peut être obtenu à partir de  $\beta'$  par remplacement des atomes de Mg et Si par Al et réarrangement des atomes) [13]. Ensuite, la formation des phases U1 commencera soudainement après la dissolution des phases  $\beta'$  et U2. Une petite quantité de  $B'$  précipite également nucléée de façon hétérogène dans la matrice. Les précipités U1 peuvent disparaître dans des conditions de vieillissement excessif dans lesquelles les phases d'équilibre  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si et Si sont prédominantes [11]. Les informations concernant certains précipités signalés dans les alliages Al-Mg-Si sont répertoriées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 Les précipités existant dans le système Al-Mg-Si [13]

Phase	Shape	Formula	Space group	Lattice parameters (nm)
GP-zone	Needle	AlMg <sub>4</sub> Si <sub>6</sub>	$C2/m$	$a = 1.48, b = 0.405, c = 0.648, \beta = 105.3^\circ$ [10]
GP-zone	Plate	Si/Mg = 1	(fcc L1 <sub>0</sub> )	$a = 0.405$ [11]
$\beta''$	Needle	Mg <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>	$C2/m$	$a = 1.516, b = 0.405, c = 0.674, \beta = 105.3^\circ$ [9,13,14]
$\beta'$	Needle	Mg <sub>1.8</sub> Si	$P6_3$	$a = b = 0.715, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [15-18,20]
$B'$ (C)	Lath	Mg/Si $\sim 1$	Hexagonal	$a = 1.04, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [1,2,21]
U1 (A)	Needle	MgAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub>	$P\bar{3}_m1$	$a = b = 0.405, c = 0.674, \gamma = 120^\circ$ [1,23]
U2 (B)	Needle	MgAlSi	Pnma	$a = 0.675, b = 0.405, c = 0.794$ [1,23]
$\beta$	Plate/cube	Mg <sub>2</sub> Si	$Fm\bar{3}m$	$a = 0.6354$ [16,24]
Si	Plate	Si	$Fd\bar{3}m$	$a = 0.3531$



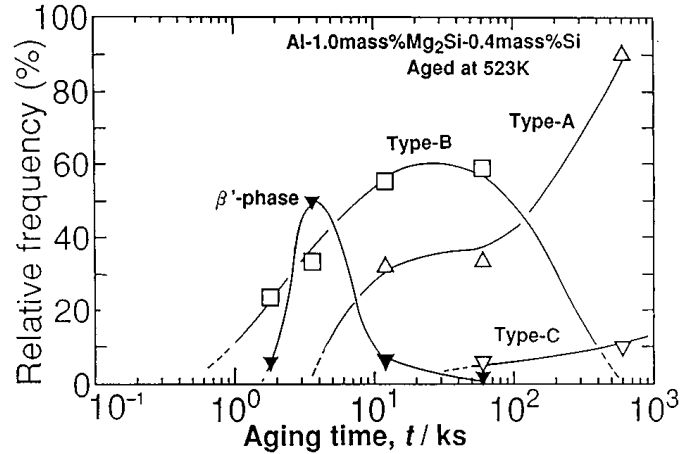


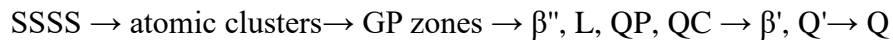
Figure 2.4 Fréquences relatives de quatre types de phases métastables dans un alliage Al-1.0mass% Mg<sub>2</sub>Si-0.4mass% Si changeant avec le temps de vieillissement [11].

Cependant, l'effet de durcissement pourrait être fortement supprimé si les alliages sont naturellement vieillis pendant une longue période de temps après le traitement en solution. Il est rapporté que le grand nombre de précipités pré- $\beta''$  s'est formé si les alliages étaient vieillis immédiatement après l'homogénéisation, qui se transforme en une structure dense de petites particules  $\beta''$ . En revanche, la densité numérique des précipités  $\beta''$  est réduite de 80% s'ils sont stockés 7 jours à température ambiante avant vieillissement artificiel [14]. Par ailleurs, la stabilité thermique des précipités de renforcement formés dans le système Al-Mg-Si n'est pas aussi bonne que celle du système Al-Cu qui en limitait l'application à haute température [15, 16].

Le Cu est généralement ajouté dans les alliages coulés Al-Si pour améliorer les propriétés, en particulier la résistance aux températures élevées grâce à la modification du processus de vieillissement ainsi qu'au renforcement accru de la solution solide. Les alliages type 356 + Cu appartiennent généralement au système de vieillissement Al-Cu-Mg-Si [17]. La phase Q (Q') est une phase précipitée dans le système quaternaire Al-Cu-Mg-Si, largement utilisée pour le renforcement dans la matrice Al. Comme indiqué dans différents alliages, la phase Q s'est toujours formée avec accompagnée d'au moins un des précipités de type  $\beta'$  et  $\theta'$  [18]. Ainsi, le processus de précipitation dans les systèmes quaternaires Al-Cu-Mg-Si

est toujours controversé, tandis que, un consensus est que le rapport Mg / Si et la teneur en Mg / Cu influencent fortement le processus de précipitation [18, 19].

Bien que certaines séquences de précipitation beaucoup plus compliquées aient été rapportées en fonction des compositions d'alliages, une séquence de précipitation possible dans une matrice en vrac pendant le vieillissement des alliages Al-Cu-Mg-Si est donnée à titre d'exemple [20]:



Les précipités métastables formés après les zones GP sont entièrement cohérents avec Al dans une direction  $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$ , mais ils prennent différentes orientations et formes de section transversale normales à cette direction cohérente [21], comme les détails le montrent le Tableau 2.5.

On pense que la phase L est un précurseur de Q' et il a été rapporté qu'elle avait une contribution significative à l'effet de durcissement [22]. La phase QP s'est formée à l'âge de pointe, le QC s'est produit sur le vieillissement excessif, et le Q' qui sur le vieillissement prolongé a finalement conduit à la phase d'équilibre stable Q, et les trois réseaux de Q, QC et QP sont basés sur le même réseau latent, le réseau QP [23], comme le montre la Figure 2.22. La séquence de la précipitation est:

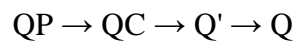


Tableau 2.5 Vue d'ensemble des phases de précipitation dans le système Al – Mg – Si – Cu [20].

Phase	Shape	Composition	Space group	Lattice parameters (nm)
QP	Needle	Unknown	$P\bar{6}2m$	$a = b = 0.393, c = 0.405$ [21]
QC	Needle	Unknown	$P\bar{6}2m$	$a = b = 0.670, c = 0.405$ [21]
C	Plate	Unknown	Monoclinic	$a = 1.032, b = 0.81, c = 0.405, \gamma = 101^\circ$
L	Needle	Unknown	Unknown	Unknown [18, 20]
Q'	Needle	Probably $\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7$	Probably $P\bar{6}$	$a = b = 1.032, c = 0.405, \gamma = 120^\circ$ [5, 18, 22, 23]
Q	Needle	Probably $\text{Al}_3\text{Cu}_2\text{Mg}_9\text{Si}_7$	$P\bar{6}$	$a = b = 1.039, c = 0.402, \gamma = 120^\circ$ [22, 23]

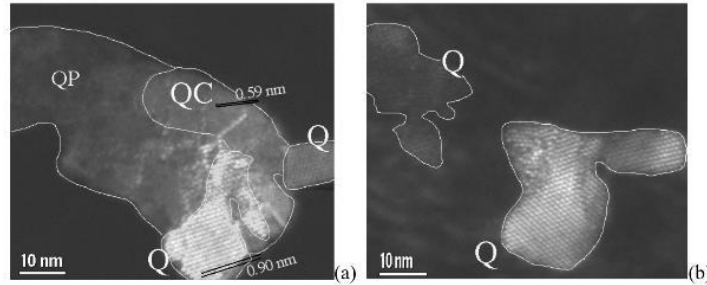


Figure 2.5 TEM d'un alliage à base d'Al-Cu-Mg-Si, expériences de chauffage in situ: (a) 30 °C, image de superstructure d'un précipité QC / C mixte; (b) 250 °C pendant 1 h suivi d'un refroidissement à 30 °C, les parties QC en vrac sont dissoutes, la partie QC entre les deux parties Q est transformée en phase Q, certaines des parties QP désordonnées environnantes sont également transformées en phase Q [24].

2 types de OR de réseau QP ont été rapportés: (1)  $[001]_{QP} // [001]_{Al}$  et  $(001)_{QP} // (110)_{Al}$ ; (2)  $[001]_{QP} // [001]_{Al}$  et  $(001)_{QP} // (100)_{Al}$ . Il besoin de noter que la plupart des phases QC précipitent dans OR (1) sur la base du sous-réseau QP, tandis que la plupart des phases Q précipitent dans OR (2), ce qui peut expliquer la bonne cohérence entre les réseaux Al et Q dans  $[510]_{Al}$  direction, illustré à la Figure 2.6 [23].

Le métastable Q' croît sous forme d'aiguilles cohérentes à l'intérieur de la matrice d'Al avec des directions d'aiguille le long de  $\langle 100 \rangle_{Al}$ , tandis que la phase d'équilibre Q a la même structure et une composition similaire (un peu plus de Cu dans Q que Q' a été rapporté [21]) avec des paramètres de réseau légèrement différents suggérant que la phase Q d'équilibre est en fait une version incohérente de la phase Q' et peut se développer sous forme de cristaux macroscopiques à l'extérieur de la matrice d'Al [25]. Il a été constaté que la composition stœchiométrique exacte de la phase Q varie entre différentes études, telles que  $Al_3Cu_2Mg_9Si_7$ ,  $Al_4Cu_2Mg_8Si_7$ ,  $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$  and  $Al_{14}Cu_1Mg_5Si_4$  [26].

Récemment, les relations d'orientation multiples des précipités Q dans l'alliage Al – Mg – Si – Cu ont également été trouvées. L'angle entre un  $\langle 112\bar{0} \rangle_Q$  avec son  $\langle 100 \rangle_Q$  a le plus proche a été mesuré pour être compris entre  $\sim 3^\circ$  et  $15^\circ$ . Cinq groupes OR différents ont été identifiés et la distribution des valeurs d'angle n'était pas uniforme dans cette plage de variation [27].

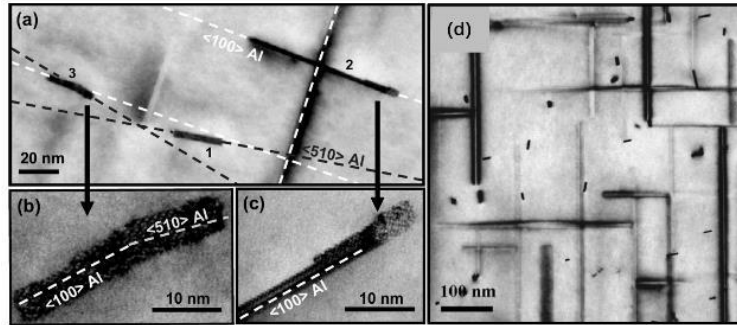


Figure 2.6 (a~c) Une image TEM montrant un précipité Q 'avec une section allongée le long de  $\langle 510 \rangle$  Al avec un précipité mixte allongé le long des deux  $\langle 100 \rangle$  Al dans  $\text{Al}_{0.86}\text{Mg}_{0.13}\text{Cu}_{0.43}\text{Si}$  [21]. (d) Images de fond clair dans  $\langle 100 \rangle$  axe de la zone Al à partir d'un alliage de  $260\text{ }^\circ\text{C}$  3h  $\text{Al}_{0.52}\text{Mg}_{0.3}\text{Cu}_{0.75}\text{Si}$  vieilli [20].

Habituellement, les propriétés mécaniques des alliages Al-Si de type 356 diminueront considérablement à la température de travail, en raison de la maturation Ostwald des précipités de renforcement conventionnels (principalement le  $\beta'$ - $\text{Mg}_2\text{Si}$  et le Q'- $\text{AlCuMgSi}$ ) [4, 28]. Par conséquent, comment améliorer les propriétés à température élevée des alliages de fonderie Al-Si est d'une importance primordiale pour leur développement durable. De nombreuses recherches ont été menées en ajoutant des éléments de transition tels que Ni, V, Mn, Cr, Sc et Zr, etc. pour former des dispersoïdes et le renforcement de la dispersion des dispersoïdes thermiquement stables s'est avéré être l'un des meilleurs moyens de renforcement pour Alliages Al-Si à température élevée [28-30].

### 2.2.2 Développement d'alliages coulés Al-Cu et leurs précipitations

Au début, les alliages aluminium-cuivre sont principalement développés et servis avec l'évolution de l'industrie aéronautique, et la chronologie des applications est indiquée dans la Figure 2.2 (a). Au cours des 80 dernières années, les alliages d'aluminium sont devenus le principal matériau des pièces de structure des avions commerciaux et militaires en raison de leurs excellentes propriétés, de leurs méthodes de conception arrondies, de leur fabrication et de leurs techniques d'inspection fiables. Selon les essais de conception, la diminution de la densité du matériau est environ 3 à 5 fois plus efficace que l'augmentation

de la résistance à la traction, du module élastique ou de la tolérance aux dommages si l'on considère les performances et le coût [2]. Une illustration du développement résistance-ténacité dans les alliages d'aluminium pour l'aérospatiale est présentée sur la Figure 2.2 (b).

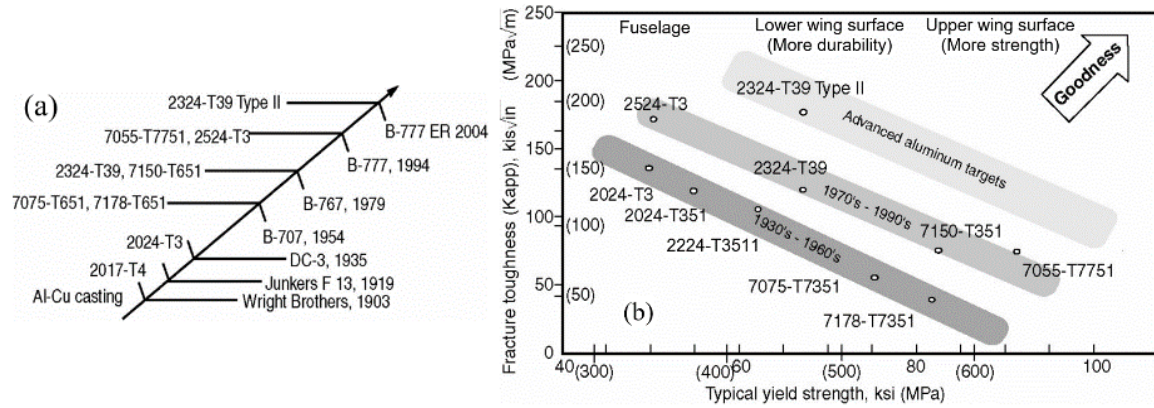


Figure 2.7 (a): Chronologie mettant en évidence l'introduction d'alliages d'aluminium dans les avions; (b): Illustration du développement continu de la résistance-ténacité dans les alliages d'aluminium (modifié d'après modified based on [31]).

Les alliages Al-Cu sont les principaux alliages appliqués dans les composants structurels de la cellule où la tolérance aux dommages est le principal critère de conception. Les alliages Al-Cu contenant du magnésium ont une résistance plus élevée en raison du renforcement des précipitations  $Al_2Cu$  et  $Al_2CuMg$  et une tolérance aux dommages supérieure et une bonne résistance à la croissance des fissures de fatigue par rapport aux autres séries d'alliages d'aluminium. Il est bien connu que différents composants de cellule nécessitent diverses propriétés mécaniques pour une conception optimale en raison des différentes conditions de charge qui leur sont imposées. Par exemple, le fuselage est toujours soumis à des charges de traction et de cisaillement de la cabine, où la ténacité à la rupture (résistance à la croissance des fissures) est souvent le paramètre de conception limitant [32].

L'alliage 2024 d'origine était l'un des alliages les plus largement utilisés dans la fabrication de fuselage d'aéronef, et il conserve son importance en tant que matériau de structure d'aéronef en raison de sa très bonne tolérance aux dommages et de sa résistance élevée à la

propagation des fissures de fatigue en condition vieillie T3. La limitation de cet alliage travaillant dans les régions fortement sollicitées est sa faible limite d'élasticité et son niveau de ténacité à la rupture modéré [33]. Grâce aux améliorations des techniques de contrôle et de traitement de la composition, une ténacité à la rupture et une résistance à l'amorçage et à la croissance des fissures de fatigue plus élevées ont été obtenues en réduisant les impuretés, en particulier le fer et le silicium.

Cependant, bien que l'ajout de Cu et de Mg dans une solution solide entraîne une résistance plus élevée, la résistance à la corrosion de l'alliage Al-Cu chute considérablement en raison de la formation de particules de phase intermétallique. Les alliages sont généralement sensibles aux attaques localisées, aux piqûres faciles à obtenir, à la corrosion intergranulaire et à la fissuration par corrosion sous contrainte [34]. Plusieurs recherches basées sur différents types de revêtements de conversion (composés de chrome hexavalent, sol-gel, polymères conducteurs, films à base de terres rares et acide phytique, etc.), ont été menées afin d'augmenter la résistance à la corrosion des alliages de la série 2000 [35-37].

Les compositions chimiques et les propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium de la série 2000 largement utilisés dans la cellule sont présentées dans les Tableau 2.6 [38].

Tableau 2.6 Composition chimique et propriétés mécaniques de certains alliages Al-Cu aérospatiaux [38].

2000 Series	Cu	Zn	Mg	Mn	Fe	Si	Cr	Zr	Ti	Al
2024	4.4	-	1.5	0.6	≤0.5	≤0.5	0.1	-	0.15	Remainder
2026	3.6-4.3	0.1	1.0-1.6	0.3-0.8	0.07	0.05	-	0.05-0.25	0.06	Remainder
2224	4.1	-	1.5	0.6	≤0.15	≤0.12	-	-	-	Remainder
2324	3.8-4.4	0.25	1.2-1.8	0.3-0.9	0.12	0.1	0.1	-	0.15	Remainder
2524	4.0-4.5	0.15	1.2-1.6	0.45-0.7	0.12	0.06	0.05	-	0.1	Remainder
2000 Series	UTS (MPa)		Yield Strength (MPa)		Fracture Toughness, $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )				Elongation (%)	
2024-T351	428		324		37				21	
2026-T3511	496		365		NA				11	
2224-T39	476		345		53				10	
2324-T39	475		370		38.5-44.0				8	
2524-T3	434		306		40 (TL)				24	

Bien que les matériaux composites aient été de plus en plus utilisés pour les fuselages, les ailes et les autres composants structurels des alliages d'aluminium au cours des deux dernières décennies, les alliages d'aluminium à haute résistance restent leur importance dans la construction de la cellule. Parce que l'aluminium en tant que métal à faible coût,

léger, facile à produire et à haute performance peut être traité thermiquement et chargé à des niveaux de contraintes relativement élevés, ce qui peut réduire les coûts de fabrication et de maintenance. Un exemple est l'avion de grande taille A380 (Figure 2.8) qui montre que 66% du poids à vide est composé d'alliages d'aluminium, 16% de composites (plastiques renforcés de fibres de carbone, CFRP), 10% de titane et d'acier et 4 % de stratifié de fibre métallique.

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium nouvellement développés des séries 2000 et 7000 et des alliages Al-Li de nouvelle génération peuvent encore rivaliser avec les matériaux composites modernes, de sorte que l'application aérospatiale des alliages d'aluminium restera pendant un certain temps à l'avenir [38]. Cependant, les matériaux non métalliques, malgré les problèmes tels que les coûts de certification et de production plus élevés, l'absorption d'humidité, deviennent mous / cassants lorsqu'ils sont exposés à des environnements chauds / froids. etc., en raison de leurs propriétés de résistance spécifique supérieures offrent une alternative très compétitive, les producteurs d'aluminium doivent donc continuer à investir et faire de grands efforts pour améliorer les propriétés thermomécaniques des alliages Al-Cu aérospatiaux, par ex. une résistance et une tolérance aux dommages plus élevées, un meilleur comportement à la corrosion, une densité plus faible, etc. [38].

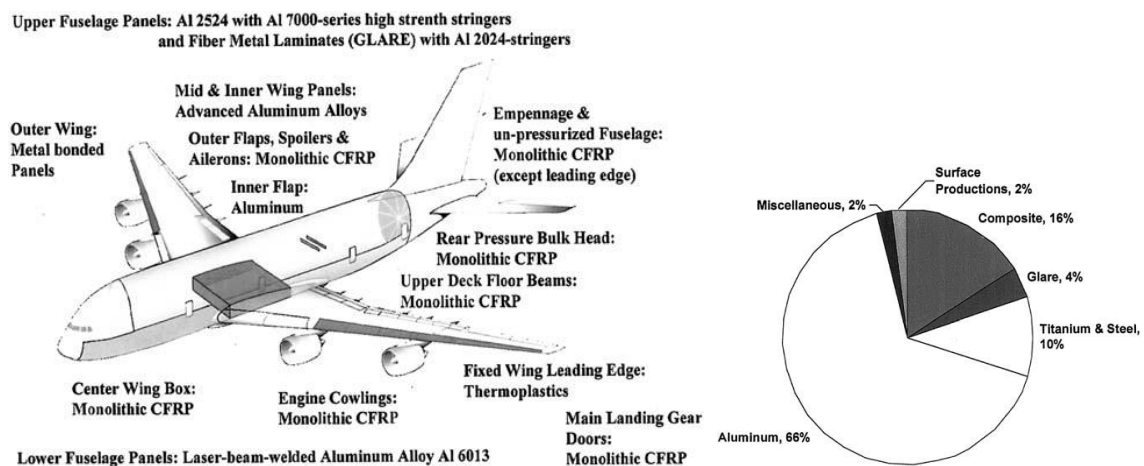


Figure 2.8 Schéma illustrant les matériaux choisis utilisés dans l'Airbus A-380 [32].

La famille Al-Cu est le système anti-âge le plus étudié. En fonction du degré de sursaturation et de la température de vieillissement, la séquence de précipitation varie. Le coin riche en Al d'un diagramme de phase d'équilibre Al-Cu avec le solvus métastable de la zone GP,  $\theta''$  et  $\theta'$  est montré sur la Figure 2.9.

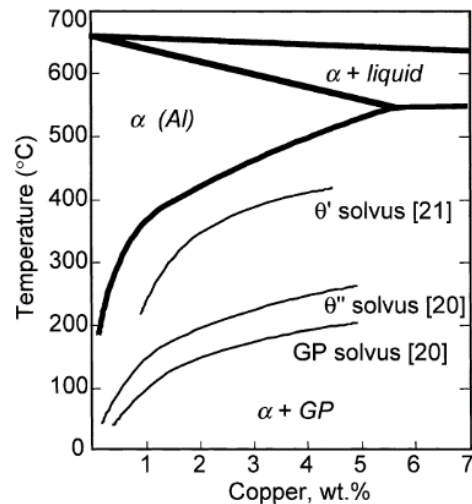


Figure 2.9 Coin riche en Al du diagramme de phase Al – Cu montrant les limites du solvus métastable pour les zones GP,  $\theta''$  et  $\theta'$ , ainsi que la ligne de solvus d'équilibre pour la phase  $\theta$  [39].

Il est communément admis que la séquence complète de décomposition des précipités dans ce système est la suivante [1, 40]

Supersaturated Solid Solution (SSSS)  $\rightarrow$  Guinier-Preston zones (GP zones)

$\rightarrow \theta''$  (GP II zones)  $\rightarrow \theta' \rightarrow \theta$

La séquence complète ne peut se produire que lorsque la température de vieillissement est inférieure au solvus de la zone GP. Les atomes de cuivre du soluté pourraient se regrouper spontanément dans la matrice d'Al après trempe à des températures inférieures au solvus de la zone GP métastable pour former les couches à un seul atome ou les multicouches de Cu sur les plans  $\{001\}_\alpha$ , appelés zones GP. Le diamètre critique de la zone GP est signalé entre 5 et 10 nm, après ça une période d'incubation commence pendant laquelle la taille de la zone et l'effet de renforcement restent constants. La phase  $\theta''$  précipite alors, qui est considérée comme 2 couches d'atomes de Cu mais séparées par 3 couches d'atomes de



$\{001\}_{\alpha\text{-Al}}$  et c'est la différence avec les zones GP [41], comme leur structures illustrées à la Figure 2.8. La phase  $\theta''$  en forme de plaque présente une cohérence avec la matrice Al sur de larges faces, tandis que les bords des plaques peuvent être semi-cohérents lorsque les plaques deviennent épaisses [42]. La formation de  $\theta''$  est également suivie d'une période d'incubation plus courte et de la formation ultérieure de la phase métastable  $\theta'$ . Le  $\theta'$  se présente comme un disque ou des plaques de forme octogonale avec la même relation d'orientation avec  $\theta''$  ( $(001)_{\theta'} // (001)_{\theta''}$ ,  $[010]_{\theta'} // [010]_{\theta''}$ ) et la structure cristalline de  $\theta'$  est tétragonale centrée sur le corps (groupe d'espace I4/mcm,  $a=0,404\text{nm}$  et  $c=0,580\text{nm}$ ) par rapport à la matrice cubique en aluminium à face centrée ( $a_{\alpha} = 0,405\text{nm}$ ). Les plaquettes en phase  $\theta'$  finement dispersées sont considérées comme extrêmement résistantes au cisaillement qui sont cohérentes sur de larges faces et semi-cohérentes sur leurs bords [42]. Des recherches récentes ont suggéré que lors de la transformation de  $\theta''$  en  $\theta'$ , une partie des précipités de  $\theta''$  se dissolvent pour fournir des atomes de cuivre supplémentaires car  $\theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) a une concentration en cuivre plus élevée que  $\theta''$  ( $\text{Al}_3\text{Cu}$ ) et  $\theta'$  les phases nucléées dans le précipité  $\theta''$  via le réarrangement à l'échelle atomique des éléments, plutôt que la nucléation indépendante de la phase  $\theta'$  aux dépens de la phase  $\theta''$  [40]. Les segments  $\theta'$  préformés peuvent se développer à l'intérieur d'un précipité  $\theta''$  en forme de plaque le long de sa direction axiale, qui finalement se rencontrent et fusionnent en un précipité  $\theta'$  entier. De plus, les phases  $\theta''$  et  $\theta'$  ont la même structure de réseau sur les larges interfaces [43]. Un vieillissement prolongé entraîne la formation des phases  $\theta$  d'équilibre avec également une structure cristalline tétragonale (I4/mcm,  $a=0,6066\text{nm}$ ,  $c=0,4874\text{nm}$ ) mais a une variété d'orientations et de morphologies (159 orientations ont été rapportées pour un relatif de particules  $\theta$  à la matrice  $\alpha\text{-Al}$ ) [44].

Cependant, si la température de vieillissement est supérieure au solvus des zones GP,  $\theta''$  va directement nucléer dans la matrice et la nucléation de  $\theta'$  aux sites  $\theta''$  sera également accélérée. La force motrice de précipitation plus petite, la diffusivité du soluté plus élevée et la fraction volumique inférieure de  $\theta''$  peuvent entraîner une taille plus grossière des

précipités, puis un effet de renforcement plus faible [39].

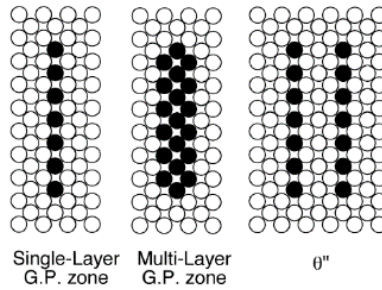


Figure 2.10 Diagrammes schématiques de la structure des zones GP monocouche, des zones GP multicouches et des précipitations  $\theta''$ , respectivement [39].

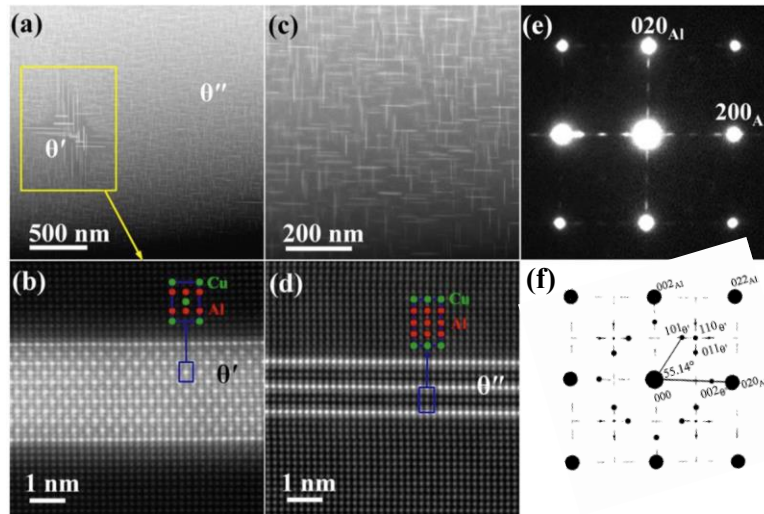


Figure 2.11 (a) L'image HAADF à faible grossissement le long de  $\langle 100 \rangle_{\alpha-Al}$ ; (b) Image HAADF des gros précipités; (c) l'image agrandie montrant les petits précipités; (d) Image HAADF des petits précipités; (e) les modèles SAED de la matrice  $\theta''$  et  $\alpha-Al$  [40]. (f) Schémas indexés du diagramme de diffraction électronique observé de  $\theta'$  [45].

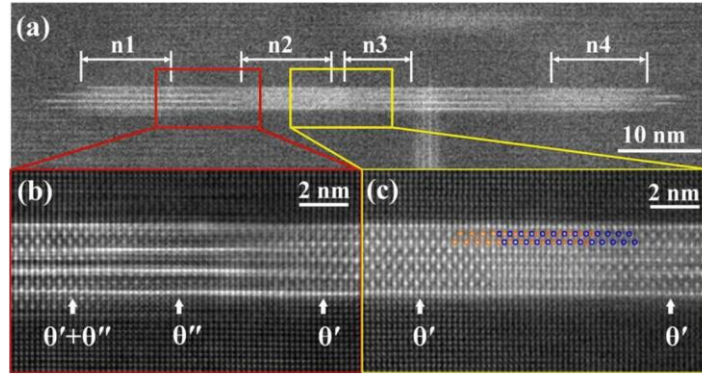


Figure 2.12 (a) Image HAADF d'un précipité  $\theta''$  endurent la transformation. Les sections n1–n4 se sont transformées en  $\theta'$ . (b and c) Images HAADF agrandies (filtrées), diagramme schématique de l'extension des sections n2 et n3 est superposé sur (c), les cercles orange représentent les atomes de cuivre dans la section n2 et bleus la section n3, les atomes d'Al sont omis [40].

Les zones GP en forme de disque ou de raboteuse présentent une forme de tige normale à leurs plans d'habitude  $\{001\}_\alpha$ , donnant lieu à des stries continues dans les directions  $\langle 010 \rangle_\alpha$  dans les modèles SAED. Habituellement, la caractéristique des précipités cohérents  $\theta''$  -  $\text{Al}_3\text{Cu}$  est les stries discontinues allongées le long des directions  $\langle 010 \rangle_\alpha$  avec des maxima d'intensité à  $1/4$ ,  $1/2$  et  $4/3$  de la position du réseau réciproque du  $\{200\}$  réflexions, comme le montre la Figure 2.11 (e). Le  $\theta'$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  a des réélections ponctuelles autour de  $\{001\}$  et  $\{011\}$  comme le montre la Figure 2.11 (f).

Lors du grossissement du  $\theta'$ , les changements d'épaisseur moyenne (d) et de diamètre moyen (L) sont différents [46, 47]. Lorsque les précipités sont petits, le modèle cinétique de «croissance du rebord» suggère une augmentation linéaire du rapport d'aspect de  $\theta'$  avec le diamètre moyen, car les précipités «limités à la nucléation limités» s'étalent à une valeur constante d'épaisseur. Le modèle thermoélastique prédit une dépendance plus complexe qui se simplifie à  $\kappa = L / d \propto \sqrt{L}$  lorsque les précipités sont importants. Ce qui signifie qu'au début de la croissance de la phase  $\theta'$ , son épaisseur reste presque aussi constante; tandis qu'au stade du grossissement, l'épaisseur et le diamètre augmentent simultanément mais le diamètre augmente encore plus rapidement [48].

Généralement, plus de 2 types de phases peuvent coexister au cours d'étapes données du processus de vieillissement. Le mécanisme de la transformation de la phase précédente à la suivante implique généralement une nucléation hétérogène aux sites des produits antérieurs, une distribution fine et uniforme des précipités peut donc se produire.

Lorsque le contenu approprié de Mg est ajouté dans le système Al-Cu, le système de vieillissement Al-Cu-Mg se formera. Les alliages Al-Cu-Mg ont de larges applications dans de nombreuses applications structurelles légères importantes, telles que l'aérospatiale, le transport ferroviaire rapide et les domaines automobiles, en raison de leur haute résistance spécifique et de leur bonne résistance à la corrosion / fatigue. Par exemple, les alliages AA2024 (compositions nominales autour d'Al – 4,2Cu – 1,5Mg – 0,6Mn (% en poids)) ainsi que les dérivés AA2x24 (x = 1–5), avec des limites plus strictes sur les niveaux d'impuretés Fe et Si.

Il a été suggéré que, pour un rapport Cu / Mg inférieur à 4, la précipitation de S sera prédominante en supposant qu'aucun Si n'est ajouté dans l'alliage; Pour un rapport Cu / Mg compris entre 4 et 8, la séquence de précipitation conduit à la formation des phases d'équilibre  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et S-Al<sub>2</sub>CuMg. La séquence de précipitation conduisant au S-Al<sub>2</sub>CuMg est connue pour fournir un durcissement plus élevé à température ambiante que celui conduisant au  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu [49]. L'indication coïncide bien avec la Figure 2.13. La séquence de précipitation conduisant à S-Al<sub>2</sub>CuMg est connue pour fournir un durcissement plus élevé à température ambiante que celui conduisant à  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu [49].

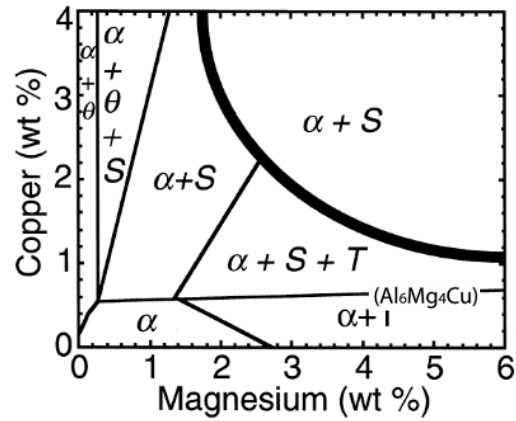


Figure 2.13 Diagramme de phase Al–Cu–Mg montrant les limites de phase à 190 °C. Le trait plein épais définit la limite de phase  $\alpha / \alpha + S$  à 500 °C [39].

La première séquence de précipitation de la phase S pour le vieillissement des alliages Al – Cu – Mg a été proposée par Bagaryatsky au début des années 1950 en quatre étapes [50]:

SSS  $\rightarrow$  GPB zones (Guinier–Preston–Bagaryatsky zones)  $\rightarrow$

$S''/GPB-II + S' \rightarrow S' + S \rightarrow S$

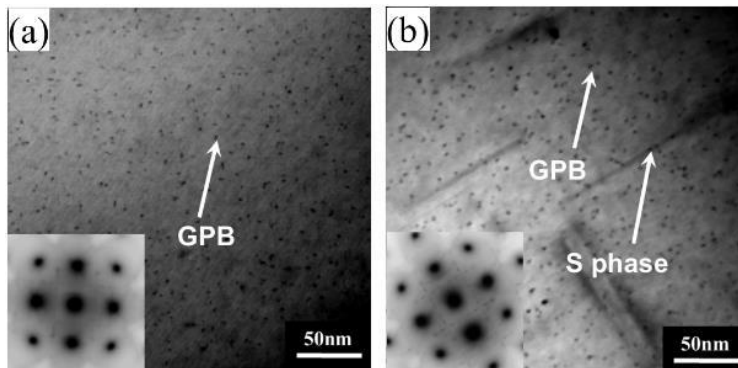


Figure 2.14 Images TEM et les profils SAED correspondants enregistrés près de  $\langle 100 \rangle$  Al d'alliages Al – 4Mg – 1Cu – 0,5Si (% en poids) vieillis: (a) 200 ° C pendant 1 h, (b) 200 ° C pendant 16h (dureté maximale) [51].

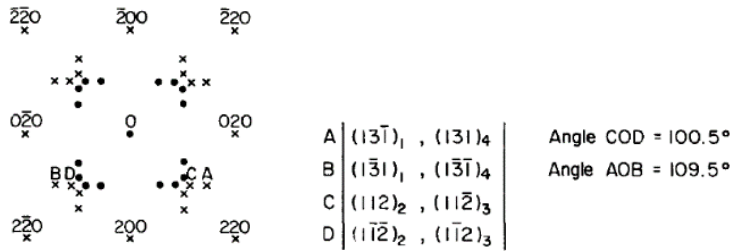


Figure 2.15 Interprétation du diagramme de diffraction avec la direction du faisceau matriciel [001]. Les croix représentent des réflexions primaires tandis que les cercles pleins sont des taches de double diffraction. Les variantes contribuant aux réflexions A, B, C et D sont répertoriées dans le tableau [52].

La zone GPB était considérée comme un ordre à courte portée des atomes de soluté de Cu et Mg. Il a été rapporté que S'' / GPB2 avait des structures variées (orthorhombique, cubique, tétragonale et monoclinique). Généralement, la phase S' est considérée comme semi-cohérente avec la matrice, possédant la même structure que la phase S avec seulement une légère différence de paramètres de réseau ( $a = 0,404$  nm,  $b = 0,925$  nm,  $c = 0,718$  nm) La zone GPB était considérée comme un ordre à courte portée des atomes de soluté de Cu et Mg. Il a été rapporté que S'' / GPB2 avait des structures variées (orthorhombique, cubique, tétragonale et monoclinique). Généralement, la phase S' est considérée comme semi-cohérente avec la matrice, possédant la même structure que la phase S avec seulement une légère différence de paramètres de réseau ( $a = 0,404$  nm,  $b = 0,925$  nm,  $c = 0,718$  nm) [53], par conséquent, de nombreuses publications récentes ne font aucune distinction entre elles [39, 54]. La phase S est une phase d'équilibre et est incohérente avec la matrice Al. Le modèle de phase S avec une composition d'Al<sub>2</sub>CuMg déterminée comme une structure orthorhombique Cmc<sub>m</sub> [55] ( $a = 0,400$  nm,  $b = 0,923$  nm,  $c = 0,714$  nm) connu sous le nom de modèle PW (Perlitz-Westgren) est le plus accepté jusqu'à maintenant.

Cependant, [56] ont trouvé l'existence des quatre phases différentes simultanément dans un alliage Al-Cu-Mg vieilli, et ont signalé différents paramètres de réseau de la phase S orthorhombique semi-cohérente ( $a = 0,405$  nm,  $b = 0,89$  nm,  $c = 0,76$  nm) et phase S d'équilibre incohérente ( $a = 0,405$  nm,  $b = 0,921 \pm 0,006$  nm,  $c = 0,719 \pm 0,012$  nm). Ils

ont également suggéré 2 sortes de précipités à basses températures, des amas ellipsoïdaux riches en Mg contenant des atomes de cuivre et des lacunes, et des zones GPB riches en Cu monocouches d'épaisseur contenant certains atomes de Mg. Les clusters Mg-Mg sont les premiers à apparaître, suivis des co-clusters Cu-Cu et Cu-Mg car l'énergie de liaison des atomes de Mg est plus élevée que celle des atomes de Cu et l'énergie d'activation pour la diffusion du Mg dans Al est également plus faible que pour Diffusion de Cu.

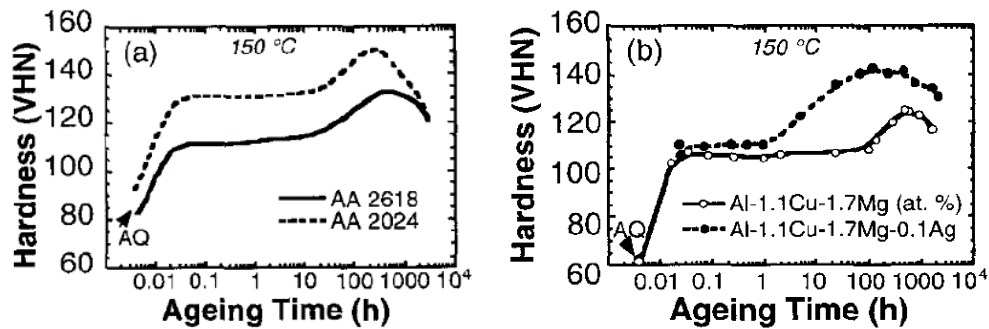
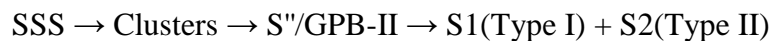


Figure 2.16 Courbes de durcissement à 150 °C pour (a) AA 2618 et AA 2024 et (b) Al-1.1Cu-1.7Mg (at.%) et Al-1.1Cu-1.7Mg-0.1Ag (at.%) [57].

Certains résultats de dureté des alliages Al-Cu-Mg avec le temps de vieillissement sont présentés sur la Figure 2.16 qui peut révéler certaines découvertes typiques d'alliages renforcés par des précipités S. L'effet de durcissement au vieillissement après trempe se produit en 2 étapes séparées avec un plateau pendant plusieurs heures entre les deux. La première étape du durcissement se produit très rapidement, se termine généralement dans les 60 ans et occupe presque 60% du durcissement total. Le premier stade de durcissement dans les alliages Al – Cu – Mg est généralement attribué à la formation de zones GPB (S'' n'a pas été observé dans cette étude), tandis que le deuxième stade de durcissement est généralement attribué à la formation du S' ou Phase S [39].

Aujourd'hui, la séquence de formation de la phase S par nucléation homogène est de plus en plus acceptée comme [54, 58, 59]:



Les précipités de type I ont la relation d'orientation rationnelle classique:  $(001)_S // (021)_\alpha$ ,  $[100]_S // [100]_\alpha$ , qui ont la forme parfaite de lattes à côtés parallèles avec plan, avec des interfaces cohérentes parallèles à  $(001)_S // (021)_\alpha$ . Cependant, il est également courant d'observer les rotations du réseau de la phase S autour des axes communs  $[100]_S // [100]_\alpha$ . Le sens de rotation est unique et unidirectionnel, avec une valeur maximale autour de  $7^\circ$  [59]. À cette limite de rotation maximale, les précipités de type II possèdent une deuxième relation d'orientation rationnelle avec la matrice:  $(0\bar{2}1)_S // (014)_\alpha$ ,  $[100]_S // [100]_\alpha$ . Le type II est un précipité non cohérent et est le plus stable des deux. Les 2 types de précipités sont représentés sur la Figure 2.17 (a)(b). [60] ont donné une illustration de 12 orientations équivalentes de précipitations S1, comme le montre la Figure 2.17 (c).

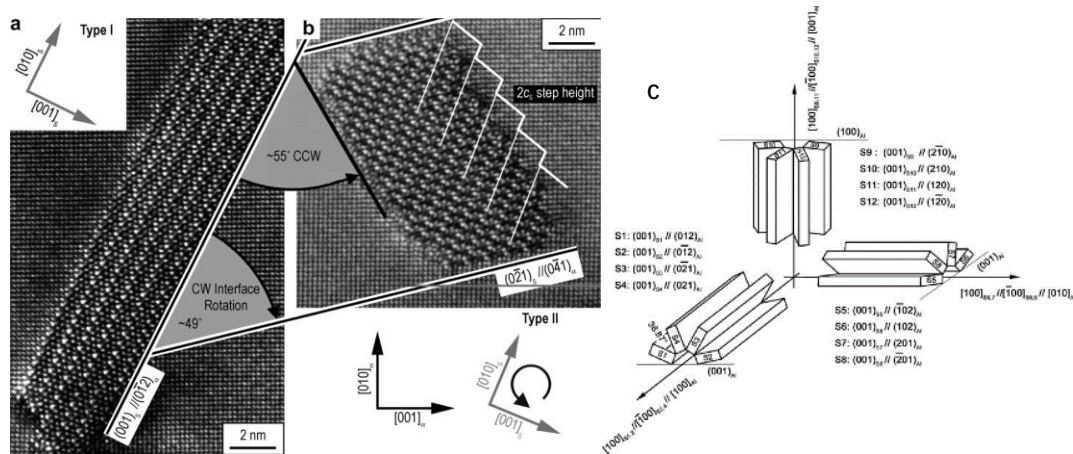


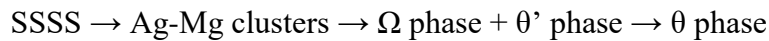
Figure 2.17 Comparaison des précipités (a) de type I et (b) de type II [59]. (c) Illustration schématique de 12 variantes équivalentes de type I dans la matrice Al.

Le système Al–Cu–Mg–Ag appartient également à la série 200/2000. Il a été démontré qu'une trace supplémentaire d'Ag ( $\sim 0,1$  at.%) Dans des alliages à rapport Cu / Mg élevé ( $\sim 10:1$ ) renforce considérablement l'alliage après des traitements thermiques de vieillissement appropriés en raison de la formation de disques fins et subtils Les précipités  $\Omega$  qui nucléent et croissent sur les plans  $\{111\}$  en plus des phases  $\theta$  traditionnelles sur les plans  $\{001\}$ , comme le montre la Figure 2.18 [61, 62]. La phase  $\Omega$  a été proposée pour la première fois par Polmear dans les années 1960 [63] et la structure cristalline la plus



acceptée de la phase  $\Omega$  est l'orthorhombique à face centrée avec des paramètres de réseau  $a = 0,496 \text{ nm}$ ,  $b = 0,859 \text{ nm}$ ,  $c = 0,848 \text{ nm}$  et le groupe spatial Fmmm [61]. La relation d'orientation des précipités  $\Omega$  et de la matrice serait:  $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$ ,  $[010]_{\Omega} // [10\bar{1}]_{\alpha}$ ,  $[100]_{\Omega} // [1\bar{2}1]_{\alpha}$  [64].

La séquence de précipitation des alliages Al-Cu-Mg-Ag non précontraints à une température de vieillissement entre 120-250°C peut être écrite comme suit [65]:



Il est généralement admis que la phase  $\Omega$  est simplement  $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$  déformée par sa forte interaction avec la couche limite plaquettaire sur  $(111)_{\alpha}$  [66, 67]. La surface  $(111)_{\alpha}$  est le principal plan de glissement de l'aluminium, ce qui fait que  $\Omega$  possède un excellent effet de renforcement et une propriété mécanique relativement élevée par rapport à l'alliage d'aluminium [68]. Les plaques en phase  $\Omega$  possèdent une résistance au grossissement supérieure au vieillissement à des températures inférieures à 200 °C et pourraient maintenir une cohérence le long des plans  $(111)_{\alpha}$  à des températures allant jusqu'à 250 °C [65], mais un grossissement rapide et une transformation à l'équilibre La phase  $\theta$  se déroule à des températures plus élevées [66].

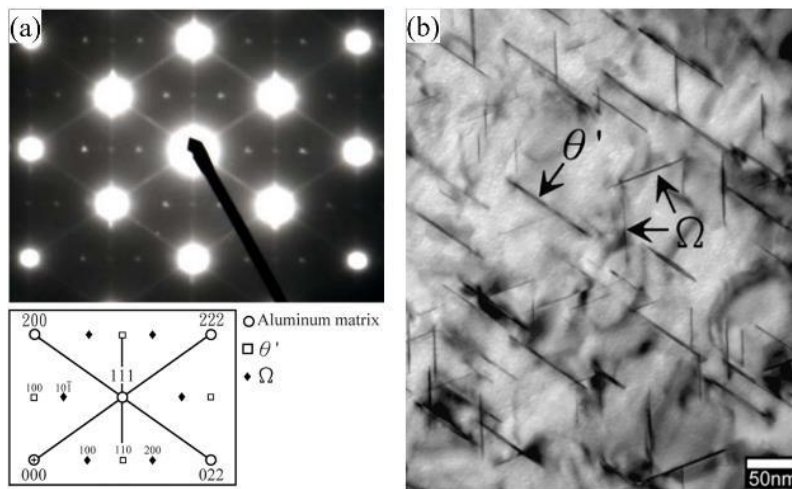


Figure 2.18 (a) Un diagramme de diffraction montrant les diverses intensités de taches et de stries des phases  $\Omega$  et  $\theta'$  dans un alliage A201-T7 avec un axe de zone  $\langle 011 \rangle_{\alpha}$ ; (b) Image TEM à champ clair [69].

Il a été confirmé que les précipités  $\Omega$  évoluent à partir de co-clusters Ag-Mg en continu, plutôt que hétérogènes nucléés sur certaines phases dites précurseurs de  $Mg_3Ag$ , par conséquent, sa distribution est uniforme [42, 70]. Les précipités  $\Omega$  contiennent des solutés de Cu, Mg et Ag dans le précipité à un stade précoce, cependant, les atomes Ag et Mg se séparent aux interfaces  $\Omega / \alpha$  pendant le grossissement entraîné par une énergie de déformation inadaptée réduite à la large interface [70]. Une étude récente a démontré une structure interfaciale à double couche très stable entre une phase  $\Omega$  grossière et une matrice d'Al dans un alliage Al-Cu-Mg-Ag, et certaines substitutions d'Al pour les atomes de Mg à l'interface  $\Omega / \alpha$  pourraient minimiser la déformation inadaptée et l'énergie libre, puis stabilisent considérablement la structure de l'interface ainsi que la phase  $\Omega$  [62].

### **2.2.3 Potentiel de l'alliage coulé Al-Cu dans les applications automobiles**

Comme nous l'avons mentionné, les systèmes d'aluminium les plus couramment utilisés dans les applications de moteurs sont les alliages coulés Al-Si-Mg et Al-Si-Cu-Mg. Le silicium dans ces alliages assure une fluidité idéale, une résistance à la déchirure à chaud et de bonnes caractéristiques d'alimentation de moule [1]. Les tendances récentes en matière d'excogitation des systèmes d'alimentation automobile poursuivent des conceptions modernes à haut rendement par le biais de moteurs plus petits et turbocompressés. Cependant, ces moteurs surpressés devraient augmenter la température de fonctionnement du moteur, en particulier la culasse, à 300–350 °C dans un proche avenir. Alors que, dans une telle plage de températures, les alliages de type 356- ou 319- seront extrêmement mous en raison de leurs précipités de renforcement entièrement grossiers ou transformés à l'équilibre. Bien que les propriétés à haute température de ces alliages puissent être encore améliorées en augmentant la stabilité thermique des précipités de renforcement principaux ou en introduisant des dispersoïdes thermostables contenant des éléments de transition (Sc, Zr, V, Mo, etc.) comme diffuseurs lents, les effets de renforcement dans les alliages à haute teneur en Si ne pouvaient guère être un niveau

révolutionnaire.

Des alliages Al-Cu 206 ont également été utilisés pour la fabrication de culasses automobiles. Une étude récente [71] a démontré que l'ajout de traces de Mg dans 224 alliages peut considérablement améliorer la résistance à 142 MPa à 300 °C. Pour clarifier les grandes différences de propriétés à température élevée entre Al-Cu et les alliages de culasse Al-Si-Cu(-Mg) et Al-Si les plus utilisés, une certaine limite d'élasticité à 300 °C après stabilisation est indiquée dans le Tableau 2.7. Grâce à la propriété supérieure à haute température des alliages coulés Al-Cu, il promet d'être le matériau de moteur automobile de prochaine génération et de pousser l'efficacité du moteur à un niveau beaucoup plus élevé.

Tableau 2.7 Comparaison de la limite d'élasticité à 300 °C de divers alliages d'aluminium coulé [71].

Alliages	YS (MPa) à 300 °C avec stabilisations		
	100 h	200h	1000 h
224-(0Mg)-T7	110	~105	--
224-(0.13Mg)-T7	142		125
Al5CuMg-T6 (206)		60	--
Al5CuNiMnZr-T6 (RR350)		105	--
356-T6	~28		~24
356ZrV-T6	41		--
3560.5Cu-T7	33		--
3560.5Cu0.3Mo-T7	47		--
319-T7	51		34
3190.25Mn0.3Mo-T7	60		54

Il a été révélé que les précipités  $\theta'$  dans les alliages Al-Cu ont une stabilité à la température élevée beaucoup plus élevée que les alliages Al-Si-Cu-Mg [15, 16]. La raison des grandes différences de propriétés à haute température entre les alliages Al-Cu et Al-Si-Cu-Mg peut être que certains éléments de soluté comme le Si, ont tendance à accélérer la transformation de  $\theta'$  à l'équilibre  $\theta$ , ce qui détériore les propriétés mécaniques des les alliages Al-Si-Cu-Mg [72].

Une étude récente [73] a démontré expérimentalement que la température de travail des alliages Al-Cu coulés pouvait être étendue à au moins 300°C en stabilisant le précipité  $\theta'$  avec le microalliage Mn et Zr. L'enquête a révélé que les atomes de soluté ségrégués aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes entre Al et  $\theta'$  contribuaient à la stabilisation à haute température des interfaces grâce à la barrière de diffusion, à la traînée du soluté, à la réduction de l'énergie interfaciale et à la modification de la déformation du réseau, comme le montre la Figure 2.19 [74-77].

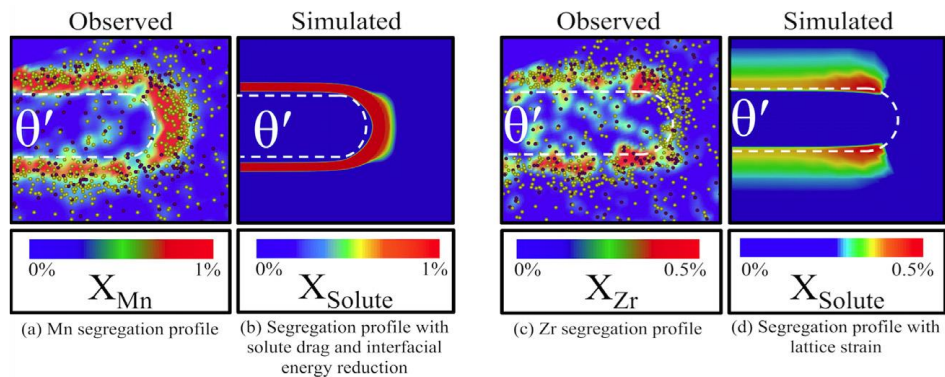


Figure 2.19 Profils de ségrégation de soluté prédits par des simulations de champ de phase par rapport aux profils de ségrégation empiriques observés avec APT [74].

De plus, une base de données de premiers principes décrivant l'énergie de ségrégation des solutés aux interfaces  $\alpha / \theta'$  basée sur une simulation de la théorie fonctionnelle de la densité (DFT) a été récemment développée [76, 78], comme le montre la Figure 2.20, qui peut également servir de référence pour la ségrégation multiple des solutés dans le système Al-Cu et la conception d'alliages Al-Cu à durcissement par vieillissement à composants multiples avec stabilité thermique à l'avenir. De plus, l'existence d'atomes Mn, Zr et Sc diffusifs lents ont également été confirmés aux interfaces  $\alpha / \theta'$  dans les alliages Al-Cu qui pourraient inhiber le grossissement des précipités par de nombreuses recherches récentes, et leur effet de renforcement sur les propriétés à haute température était aussi impressionnant.

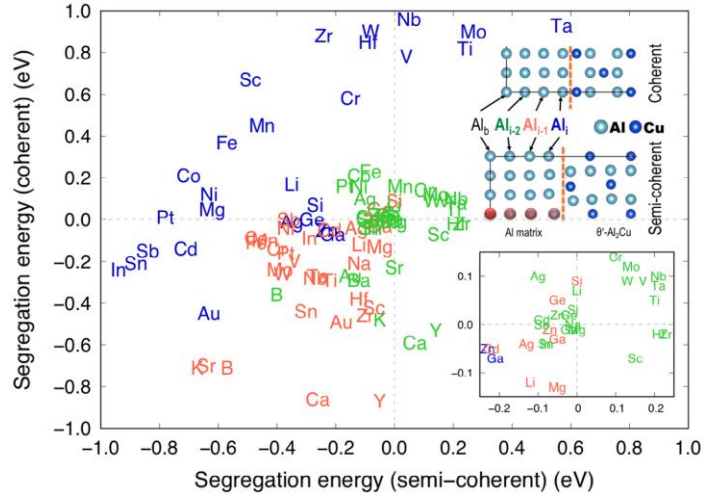


Figure 2.20 Énergies de ségrégation DFT de 34 solutés à chaque plaquette ( $Al_{i-2}$ ,  $Al_{i-1}$  et  $Al_i$ ) aux interfaces cohérentes et semi-cohérentes entre la matrice Al et  $\theta'$ . Seules les énergies de ségrégation les plus faibles à des plaquettes données sont indiquées [78].

Avant que le comportement de ségrégation des éléments de transition dans les alliages d'aluminium ne soit observé, le mécanisme de liaison au soluté est généralement utilisé pour expliquer l'effet des éléments d'alliage sur le processus de vieillissement. Par exemple, le vieillissement naturel réduit ou inhibé dans les alliages Sn, Cd et In contenant Al-Cu pourrait s'expliquer par leurs énergies de liaison à haute vacance [79]. En fait, le mécanisme peut aider à comprendre de nombreux processus physiques de base, tels que la diffusion, la ségrégation et l'ordre, etc. autre. Les énergies de liaison soluté-vacance du plus proche voisin de certains éléments de transition communs sont représentées sur la Figure 2.21 [79].

Les éléments de transition 3d et 4d ont généralement une forte interaction répulsive avec la vacance en raison de la rupture des fortes liaisons sp-d (hôte-impureté) [80]. Il est prouvé que la diffusion d'atomes de métaux de transition avec des énergies de liaison au soluté élevées dans l'aluminium telles que V et Ti, est limitée par les échanges de soluté-vacance qui nécessitent des énergies d'activation remarquablement élevées et leurs diffusivités dans Al ont de fortes tendances avec le nombre de d électrons à valence [81]. Alors que, pour les atomes dont l'énergie de liaison au soluté est faible, comme le Co et le Cu, leur diffusion

dépend fortement de l'échange de vacance. En conséquence, les atomes de liaison à forte diffusion de soluté à diffusion lente peuvent provoquer une déviation de la concentration de vacance près d'un atome de soluté par rapport à la valeur en vrac conduisant à la redistribution des lacunes. Ainsi, la diffusion de ces atomes de liaison à faible vacance sera influencée.

Des recherches récentes suggèrent que l'existence d'atomes avec une grande amplitude d'énergies de liaison soluté-vacance telles que Nb et Zr qui reste dans la matrice  $\alpha$ -Al, peut ralentir la diffusion des atomes de Cu en contrôlant les migrations de vacance, contribuant au ralentissement du grossissement de précipités que ceux en alliage binaire Al-Cu [82].

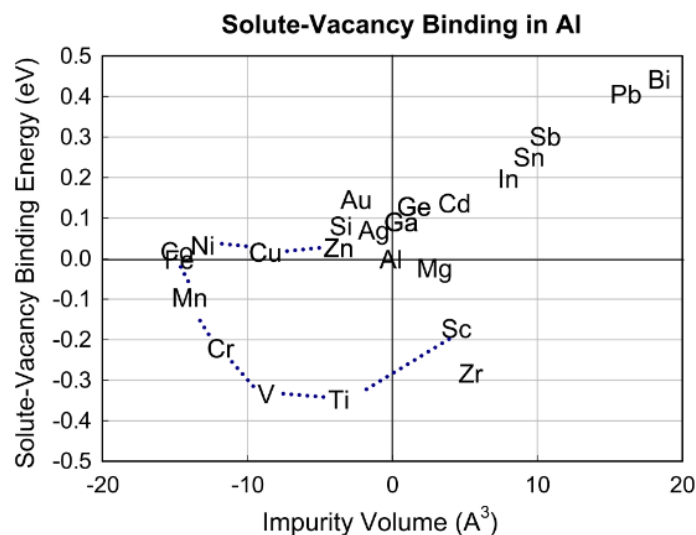


Figure 2.21 Premiers principes calculés des énergies de liaison au soluté du plus proche voisin en fonction du volume d'impureté du soluté unique [79].

Il a également été rapporté que le dispersoïde cohérent préexistant Sc, Zr contenant  $L1_2$  dans les alliages Al-Cu peut favoriser la formation et ralentir le taux de grossissement des phases  $\theta''$  et  $\theta'$  qui découle des comportements d'interaction entre les dispersoïdes et les précipités tels que les dispersoïdes offrant des sites de nucléation supplémentaires hétérogènes pour les précipitations et réduisant l'énergie de déformation des champs de souche dispersoïdes-précipitation chevauchants [82]. Ces découvertes révèlent davantage

d'occasions de repousser davantage les limites de température élevées des alliages durcis par précipitation.

## **2.3 L'effet des éléments de transition dans les alliages d'aluminium**

### **2.3.1 Mn**

Les alliages d'aluminium contiennent toujours du fer comme impureté, ce qui favorise inévitablement la formation de diverses phases intermétalliques en fonction de la composition de l'alliage, de la vitesse de refroidissement lors de la solidification et du traitement thermique. Les phases intermétalliques riches en fer sont bien connues pour avoir une forte influence sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si. Les alliages moulés 3XX contiennent généralement deux intermétalliques contenant du Fe ( $\pi$ -Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub> and  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi). La phase  $\pi$ -Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub> avec la morphologie du script chinois se décompose généralement pendant le traitement de la solution. Cependant, la phase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi est thermodynamiquement stable à la température de la solution et ne peut pas être dissoute pendant le traitement de la solution, comme leurs morphologies sont représentées sur la Figure 2.22. On pense que le  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi fragile avec des morphologies en forme d'aiguille ou de plaque qui s'est formé à la fin du processus de solidification et peut inhiber l'alimentation interdendritique conduisant aux pores de rétrécissement aurait des effets néfastes sur la ductilité et la ténacité à la rupture des alliages [28].

Des recherches ont été menées pour réduire les effets négatifs de la phase  $\beta$  en la convertissant en la phase  $\alpha$  moins nocive, qui a une morphologie d'écriture chinoise, comme le montre la Figure 2.22 (a). Ceci est accompli le plus souvent en ajoutant de petits ajouts de Mn [83]. Il a été signalé que le niveau critique de Mn / Fe dans les alliages était d'environ 1,2 pour transformer complètement la phase  $\beta$ , tandis que des quantités plus

élevées de Mn conduisent à une augmentation indésirable de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  [84].

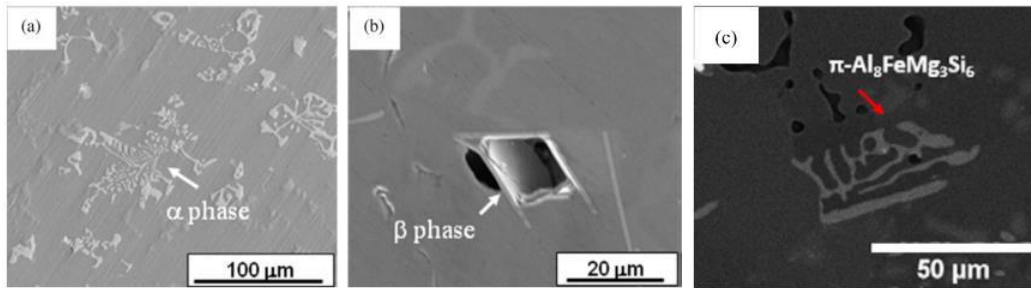


Figure 2.22 Microstructures des 3 différents types de phases intermétalliques du fer: (a) phase chinoise  $\alpha$ -Al (Fe, Mn) Si en script et (b) phase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi en forme de plaque dans un alliage d'aluminium de type 319. [83] (c) Script chinois  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub> en phase dans un alliage d'aluminium de type 356 [85].

La structure de la phase  $\alpha$  est largement acceptée comme étant un groupe d'espace  $Im\bar{3}$  cubique avec un paramètre de réseau d'environ 1,25 nm [53, 83, 86]. Son schéma EBSD avec des «bandes doubles» asymétriques représentant des bandes presque parallèles correspondant aux {235} et {358} est censé être étroitement lié à la phase quasicristalline  $m\bar{3}\bar{5}$  icosaédrique, comme le montre la figure 2, cohérente avec le  $\alpha$  la phase étant approximative de la phase icosaédrique. La structure de la phase  $\beta$  est déterminée comme étant orthorhombique (groupe d'espace Cmc<sub>2</sub>m) avec des paramètres de réseau:  $a = 0,618$  nm,  $b = 0,620$  nm et  $c = 2,08$  nm [83, 87]. Les plaquettes  $\beta$  étaient des monocristaux contenant fréquemment une densité élevée de (100) défauts [83].



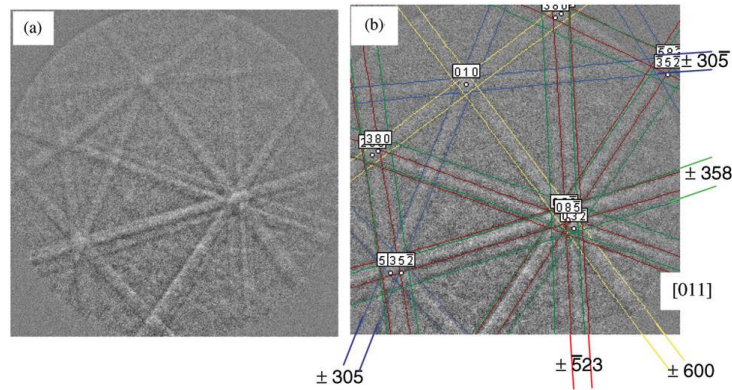


Figure 2.23 (a) Diagrammes de diffraction de rétrodiffusion d'électrons de la phase Si du script chinois  $\alpha$ -Al(Fe,Mn)Si. Notez les «bandes doubles» asymétriques dans (b) [83].

De même, dans les alliages à faible teneur en Si comme 3xxx, Fe diminue la solubilité de Mn et augmente donc la probabilité de formation de grosses particules intermétalliques primaires d' $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ , qui ont également un effet négatif sur la ductilité.

D'autre part, l'addition de Mn pourrait augmenter la précipitation des dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si ou  $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$  de la matrice sursaturée pendant le traitement en solution en fonction des conditions de l'alliage, et améliorer la limite d'élasticité, comme tant que la concentration de Mn était inférieure à la limite de la solution solide [88-90]. Il a été signalé que la «phase u» est une phase intermédiaire lors de la formation des dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si d'équilibre, qui se nucléent sur les phases  $\beta$  de dissolution en raison de la similitude structurale entre la «phase u» et  $\beta'$  ainsi que la matrice. Les dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si nucléent de façon hétérogène sur la «phase u» et finissent par consommer complètement la «phase u». Le résultat est une chaîne de dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si le long de la direction de longueur du précipité  $\beta'$  d'origine [91]. Ce processus est illustré à la Figure 2.24.

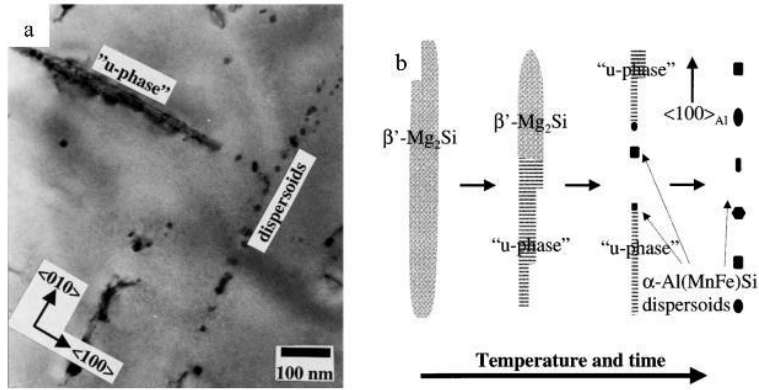


Figure 2.24 (a) Micrographie à fond clair TEM d'une particule en «phase u» et de dispersoïdes après chauffage continu à 400°C (alliage C). (b) Un modèle de précipitation des dispersoïdes [91].

### 2.3.2 Ti (Al–5Ti–B)

Le raffinement du grain a été défini comme «une suppression délibérée de la croissance des grains cylindriques dans les lingots et les pièces moulées et la formation d'une fine structure de solidification équiaxe dans tout le matériau» [92]. Il a été découvert en 1930 que des ajouts de titane à de l'aluminium liquide produisaient des grains plus petits et plus équiaxes dans le produit par rapport à aucun ajout. L'addition de titane représente normalement 0,1 wt.% en poids ou moins de la limite de solubilité de  $\text{Al}_3\text{Ti}$  dans  $\alpha\text{-Al}$ , les noyaux se dissolvent dans un court laps de temps, puis l'effet d'affinage du grain s'estompe. Lorsque du bore est ajouté pour former un alliage maître ternaire Al-Ti-B, l'efficacité du raffinage des grains sera considérablement améliorée: la taille moyenne des grains est plus petite que celle avec le même niveau d'addition de titane, et le temps supportable augmente également [93]. Il a été démontré qu'une taille de grain plus fine et plus équiaxe entraîne une augmentation de la résistance, de la ténacité et de la qualité de finition de surface du métal solide et une amélioration de l'uniformité des propriétés mécaniques, qui sont bénéfiques pour le traitement, le laminage et l'extrusion, etc. [94].

De nos jours, le raffinage des grains en ajoutant des raffineurs de grains comme la tige Al–5Ti–B de 9,5 mm de diamètre la plus couramment utilisée a été largement utilisé pour la

coulée d'alliages d'aluminium dans l'industrie, ce qui donne ~100 ppm de Ti et 20 ppm de B dans le moulages finaux [95]. L'introduction de raffinements des grains peut réduire la taille des grains moulés à un niveau de 200  $\mu\text{m}$  et rendre les alliages d'aluminium plus coulables. Cependant, le mécanisme exact du raffinage des grains n'est pas encore clair, bien que plusieurs mécanismes possibles aient été proposés depuis 1945, lorsque des raffineurs de grains Al-Ti-B ont été découverts [94, 96].

La nucléation hétérogène est beaucoup plus courante que la nucléation homogène lors de la solidification de l'aluminium car il y a toujours des impuretés présentes sous forme de parois de récipient et de particules contaminantes dans le liquide. La nucléation hétérogène est également plus courante en général en raison du fait qu'elle est plus favorable sur le plan énergétique que la nucléation homogène, car l'énergie interfaciale entre la nouvelle phase solide et l'ancienne phase liquide est plus faible pour la nucléation hétérogène (en raison de la plus petite surface de la calotte sphérique au contact du liquide) [97].

L' $\text{Al}_3\text{Ti}$  a la structure cristalline  $\text{D0}_{22}$ . Cette structure est l'une des longues structures périodiques dérivées de la structure  $\text{L1}_2$ , et  $\text{L1}_2$  est une structure régulière typique basée sur FCC. En introduisant une limite antiphase (APB) avec le vecteur  $1/2[001]$  sur la face No. M (001), les longues structures périodiques peuvent être construites. Alors pour  $\text{D0}_{22}$ ,  $M=1$ ,  $(c/a)\approx 2$ ; for  $\text{D0}_{23}$ ,  $M=2$ ,  $(c/a)\approx 4$ ... comme indiqué sur la Figure 2.25. Tous les éléments du groupe IVB et VB, y compris Sc, peuvent former les intermétalliques  $\text{Al}_3\text{M}$  avec des structures  $\text{D0}_{22}$  ou  $\text{D0}_{23}$  [98].

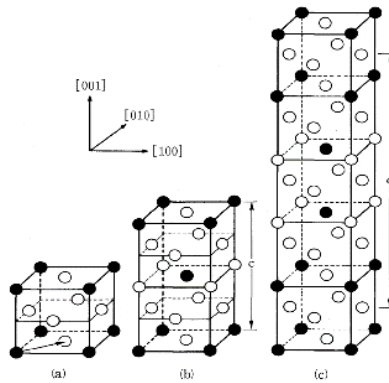


Figure 2.25 La structure de LI<sub>2</sub>-type, D0<sub>22</sub>-type et D0<sub>23</sub>-type [98].

On pense que l' $\text{Al}_3\text{Ti}$  peut avoir 3 morphologies différentes en fonction de l'historique de température de l'alliage maître. Le refroidissement rapide d'une solution saturée à haute température forme des formes de pétales; un refroidissement lent à haute température produit des plaques; et les réactions chimiques à basse température produisent un cristal  $\text{Al}_3\text{Ti}$  "en bloc". Il a été constaté que la réponse de raffinement des grains de l'alliage dépend de la morphologie de l'aluminium de titane [99, 100]. Les cristaux en blocs ont tendance à agir rapidement, mais leur effet s'estompe rapidement. Les structures en pétales et en flocons agissent plus lentement, mais leur efficacité d'affinage des grains s'améliore avec le temps et dure plus longtemps. La structure en blocs est la plus importante sur le plan commercial pour les producteurs d'aluminium qui effectuent des ajouts de raffineur de grains sous forme de tige lorsqu'un raffineur de grain à action rapide est requis; cependant, la structure en forme de plaque plus durable est préférée lorsque des ajouts au four sont effectués [93]. Les structures cristallographiques des trois formes sont similaires, comme le montre la Figure 2.25. Elles se forment toutes et se développent le long de (100) plans, empilées en différentes morphologies en fonction de la vitesse de refroidissement. Les plans cristallins prédominants en contact avec le métal liquide sont les (100) et (110) avec une bonne correspondance avec certaines orientations en Al qui sont des substrats de nucléation efficaces pour l'aluminium solide.

Une représentation schématique du processus de nucléation et de croissance est donnée sur

la Figure 2.26(d). La réaction péritectique:  $L + Al_3Ti \rightarrow Solid$ , à des températures supérieures au point de fusion de l'aluminium pur, a une influence particulière sur la vitesse de croissance des noyaux d'aluminium solides. Peu de temps après l'ajout d'un alliage maître, un champ de diffusion se formera autour des particules d' $Al_3Ti$ . La teneur en titane dans le métal liquide près de la surface de l' $Al_3Ti$  est beaucoup plus élevée que la concentration loin de la particule. Le titane élève le point de fusion du métal et l' $Al_3Ti$  est un nucléant extrêmement efficace. Ainsi, lorsque le métal est refroidi, de l'aluminium solide se forme à la surface des particules d' $Al_3Ti$  à des températures supérieures au point de fusion du métal en vrac. Ensuite, la croissance supplémentaire devient limitée par la diffusion de titane à partir d' $Al_3Ti$  parce que la particule  $Al_3Ti$  est recouverte par la coque en aluminium solide. Une croissance dendritique normale est difficile à réaliser car le noyau métallique solide est toujours au-dessus de la température de croissance du métal en vrac [99, 100].

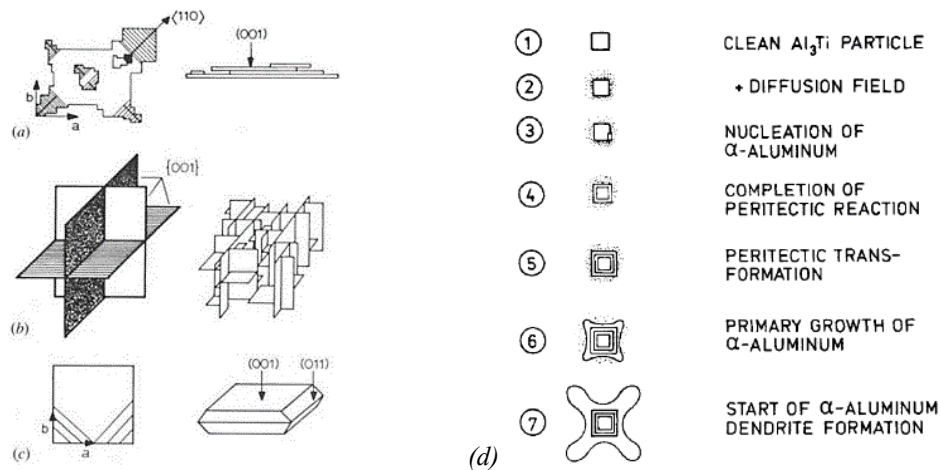


Figure 2.26 Dessins schématiques des différentes morphologies présentées par les cristaux d' $Al_3Ti$ : (a) cristaux en forme de flocons, (b) cristaux en forme de pétales et (c) cristaux en blocs; (d) procédé de solidification dans des échantillons d'aluminium à grains affinés avec du titane. Les états 1 à 7 représentent les stades progressifs trouvés pendant le refroidissement [93].

Il a été démontré que le sous-refroidissement constitutionnel entraînant la croissance dans

un système d'alliages multicomposants est lié à la composition de l'alliage. Le paramètre utilisé pour décrire l'influence de la composition de l'alliage sur la croissance s'appelle le facteur de restriction de croissance,  $Q$  (en un autre mot, le facteur de croissance,  $X$ ) qui peut être dérivé du diagramme de phase correspondant du système [94].

$$Q = 1/X = \sum_i m_i (k_i - 1) C_{0,i} \quad (2.1)$$

Où  $m$  est le taux de variation du point de fusion (la pente du liquidus, en °C/wt.%),  $k$  est le coefficient de partage à l'équilibre de l'élément (concentration en solide divisée par concentration en liquide) et  $C_0$  la concentration de l'élément d'alliage,  $i$ , dans l'alliage. Le paramètre de surfusion connexe,  $P = Q/k$  [101] est également utilisé, mais il semble qu'il soit moins applicable dans de nombreuses situations. Ils peuvent être déduits du diagramme de phase correspondant du système, comme annoté sur la Figure 2.27.

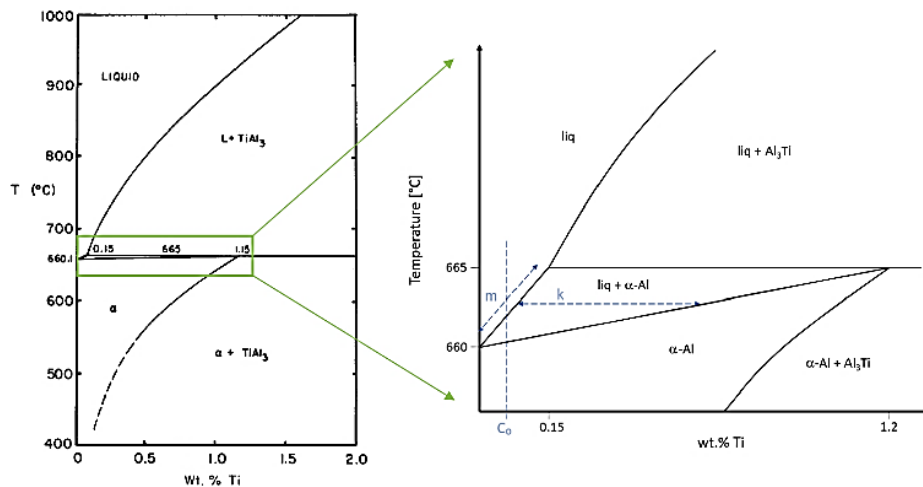


Figure 2.27 Diagramme de phases Al-Ti montrant une réaction péritectique d'aluminium liquide et d' $Al_3Ti$  pour former  $\alpha$ -Al [102].

Certaines données sont répertoriées dans le Tableau 2.8. D'après le tableau, il est clair qu'avec la même concentration, l'addition de titane fournit une restriction de croissance significativement plus importante dans l'aluminium que tout autre élément d'alliage courant. En outre, le titane peut être ajouté à des concentrations plus faibles que tout autre élément tout en acquérant la même restriction de croissance. De petits changements dans la

concentration de titane équivalent à de grands changements dans la restriction de croissance et par la suite le taux de croissance.

Tableau 2.8 Données requises pour calculer le facteur de restriction de croissance, Q, et le paramètre de surfusion, P, pour les alliages d'aluminium binaires. La magnitude relative de Q et P des différents solutés peut être comparée en utilisant les données dans les colonnes  $m(k-1)$  et  $m(k-1)/k$  respectivement [103].

Element	$k$	$m$	max. conc. (wt%)	$m(k-1)$	$m(k-1)/k$
Ti	7.8	33.3	0.15	~220	~30
Ta	2.5	70	0.10	105	42
V	4.0	10.0	~0.1	30.0	7.5
Hf	2.4	8.0	~0.5	11.2	4.7
Mo	2.5	5.0	~0.1	7.5	3.0
Zr	2.5	4.5	0.11	6.8	2.7
Nb	1.5	13.3	~0.15	6.6	4.4
Si	0.11	-6.6	~12.6	5.9	53.7
Cr	2.0	3.5	~0.4	3.5	1.8
Ni	0.007	-3.3	~6	3.3	4714
Mg	0.51	-6.2	~3.4	3.0	5.9
Fe	0.02	-3.0	~1.8	2.9	145
Cu	0.17	-3.4	33.2	2.8	16.5
Mn	0.94	-1.6	1.9	0.1	0.1

Recherches récentes [96] ont rapporté que le raffinement du grain de l'aluminium en ajoutant des alliages maîtres Al-5Ti-B passe par la formation d'une couche dynamique d' $Al_3Ti$  à la surface des particules de borure (l'interface  $Al_3Ti$ /borure s'est révélée cohérente). La concentration de titane doit être maintenue à un certain niveau qui non seulement peut former des couches dynamiques d' $Al_3Ti$  lors de la solidification, mais peut également éviter l'agglomération ou la croissance d' $Al_3Ti$ . La couche dynamique, par nature, n'aura qu'une ou deux atomes d'épaisseur.  $TiB_2$  réagira avec l'aluminium pour former une solution solide  $(Ti,Al)B_2$  conduisant à la libération constante de titane dans l'aluminium pour maintenir une couche dynamique d' $Al_3Ti$  en présence de titane et de bore excédentaire par rapport à la stoechiométrie du  $TiB_2$  lorsqu'un Al-Ti-B un alliage maître est ajouté.  $TiB_2$  favorise la formation d'une couche d' $Al_3Ti$  à travers une interface de cohérence et la libération constante de titane par la formation de solution solide  $(Ti,Al)B_2$ .

Le raffineur de grains peut induire une structure dendritique en colonnes ou équiaxe, tandis qu'une faible surchauffe (ou un temps de solidification court) produit généralement des morphologies de grains ressemblant à des rosettes ou non dendritiques [104, 105].

Selon les expériences [93], il apparaît que Cu, Si et Zn dans l'aluminium empoisonnent l'efficacité d' $\text{Al}_3\text{Ti}$  en tant que nucléant, mais favorisent le rôle de  $(\text{Al},\text{Ti})\text{B}_2$ . Les éléments de transition comme V, Zr, Sc et Mo semblent faire le contraire qui empoisonne l'action des borures dans l'aluminium [106-110]. Dans les alliages à haute teneur en Si comme les alliages 356/319, les niveaux de Ti sont suggérés comme étant inférieurs ou proches de 0,10 wt.% [111].

### 2.3.4 V

En tant qu'élément du groupe 5B, le vanadium devrait être un diffuseur extraordinairement lent en  $\alpha$ -Al, beaucoup plus lent que Sc et ses éléments voisins du groupe 4B Ti, Zr ou Hf. En raison de sa faible diffusivité et de sa solubilité dans les alliages d'aluminium, le V est connu pour améliorer la résistance à haute température des alliages d'aluminium en formant des dispersoïdes contenant du V thermiquement stables [112, 113]. Semblable aux systèmes péritectiques tels que les alliages Al-Zr, la solidification péritectique du système Al-V a eu tendance à séparer et à enrichir les atomes de vanadium dans les centres de dendrite pendant la solidification et par la suite un plus grand nombre de dispersoïdes dans les centres de cellules de dendrite [114].

Les dispersoïdes binaires contenant du V intitulés  $\text{Al}_{11}\text{V}$  (Cubic,  $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ ,  $a = 1.4568 \text{ nm}$ ) ou  $\text{Al}_{21}\text{V}_2$  (Cubic,  $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ ,  $a = 1.4492 \text{ nm}$ ) peuvent se produire dans certains alliages spécifiques généralement à faible teneur en Si dans des conditions appropriées [112, 115]. Une augmentation significative de la résistance à la recristallisation pendant le recuit post-déformation et une meilleure résistance à haute température dans les alliages 7150 ( $\text{Al}6.3\text{Zn}2.2\text{Mg}2.3\text{Cu}0.16\text{Si}$ ) ont été rapportées avec une addition de 0,1~0,2wt.% V en présence d'un grand nombre de dispersoïdes  $\text{Al}_{21}\text{V}_2$  [112], comme le montre la Figure 2.28.



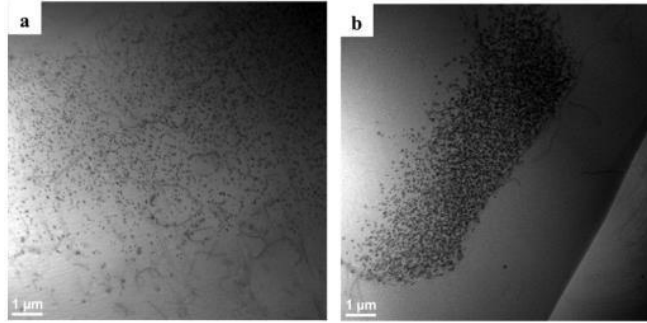


Figure 2.28 Distribution de dispersoïdes contenant du V dans un alliage 7150 + 0,19 V: (a) distribution normale dans la cellule de dendrite et (b) distributions en forme de bande et non uniformes à certains endroits [112].

L'ajout de 0,1~0,15wt.% V peut généralement améliorer les propriétés globales de l'alliage Al-Si (3xx) eutectique, y compris la résistance, l'allongement, la résistance à l'usure et le CRSS (contrainte de cisaillement résolu critique), en particulier dans un état extrudé en raison de la fin  $\alpha$ -Al(Fe,V)Si dispersoïdes [116, 117]. Dans les alliages 6xxx, une addition de 0,1 wt.% V a accéléré la cinétique de précipitation des précipités  $\beta'$  et  $\beta''$  et conduit à la formation de dispersoïdes AlFeMnVSi. L'effet de V comme inhibiteur de recristallisation a été clairement observé. Cependant, au contraire, les ajouts de V aux alliages 6063 (Al0.6Mg0.4Si0.05Mn) ont généralement un effet néfaste sur la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction, ne montrant qu'un effet bénéfique pour certaines conditions spécifiques [115].

Bien que l' $\text{Al}_3\text{V}$  ne soit pas considéré comme étant en équilibre avec  $\alpha$ -Al [114], les trialuminides  $\text{L}_{12}\text{-Al}_3\text{V}_{1-x}\text{M}_x$  sont potentiellement plus stables thermiquement que l' $\text{Al}_3\text{Sc}$  et l' $\text{Al}_3\text{Zr}$  conventionnels. Il a été rapporté que les précipités  $\text{Al}_3\text{Sc}_{1-x}\text{V}_x$  maintiennent le diamètre ~12-15nm même après un vieillissement isochrone à 500°C avec du V toujours sursaturé dans la matrice [113].

Les recherches sur l'effet de l'addition de V sur le renforcement des précipités d'Al-Cu sont encore limitées. Il est également rapporté que V favorise les précipitations  $\theta'$  le long des joints de grains, mais augmente le taux de croissance de  $\theta'$  dans la matrice Al [118]. Bien

que l'ajout de V puisse augmenter la taille moyenne des grains d'un alliage d'Al à haute teneur en Cu [119], il a tendance à affiner le grain de l'alliage Al-(Mg)-Si [115-117]. En tant que raffineur de grains, le vanadium est plutôt inefficace par rapport aux raffineurs de grains normaux tels que le titane et le zirconium [53, 120]. L'addition de vanadium a été approuvée pour évoquer le raccourcissement de la longueur des particules en forme d'aiguille à base de Fe comme correcteur de fer dans les alliages coulés Al-Si [121].

### 2.3.5 Zr et Sc

Le renforcement par des précipités nanométriques de type  $L1_2$  stables  $Al_3Sc$  et métastables  $Al_3M$  ( $M = Zr, Li...$ ) qui peuvent maintenir leur cohérence avec la matrice à des températures élevées sont souvent appliqués dans les alliages d'aluminium corroyé [114, 122-124].

En plus de favoriser la formation de précipités de taille nanométrique cohérents, l'ajout de Sc et de Zr peut également modifier l'interface précipité-matrice, retardant la cinétique de grossissement du précipité de  $\theta'$ ,  $Q'$ , etc. et améliorant ainsi la stabilité thermique [125-128]. La relation d'orientation entre la matrice fcc  $\alpha$ -Al,  $L1_2$ - $Al_3Zr$  et les précipités  $\theta'/\theta''$  peut être écrite comme suit:  $[001]_{Al} // [001]_{\theta'/\theta''} // \{001\}_{L1_2}$ ,  $(001)_{Al} // (001)_{\theta'/\theta''} // \{001\}_{L1_2}$ .

Par exemple, il est confirmé que Sc a tendance à se ségréger à l'interface  $\alpha$ -Al /  $\theta'$  avec une concentration maximale 10 fois plus élevée dans la matrice, ce qui inhibe efficacement le grossissement des précipités  $\theta'$  [127]. En effectuant un traitement thermique approprié, tel que le traitement thermique de Rétrogression et de Re-vieillissement (RRA), le  $\theta'$  dissous pourrait offrir plus de précurseurs d' $Al_3Sc$ , d'autre part, la haute densité d' $Al_3Sc$  uniformément distribuée pourrait servir de sites de nucléation hétérogènes pour  $\theta'$ , comme le montre la Figure 2.29 [126]. L'énergie interfaciale est réduite et la diffusion de Cu est ralentie, en conséquence, la résistance grossière des précipités est considérablement améliorée.

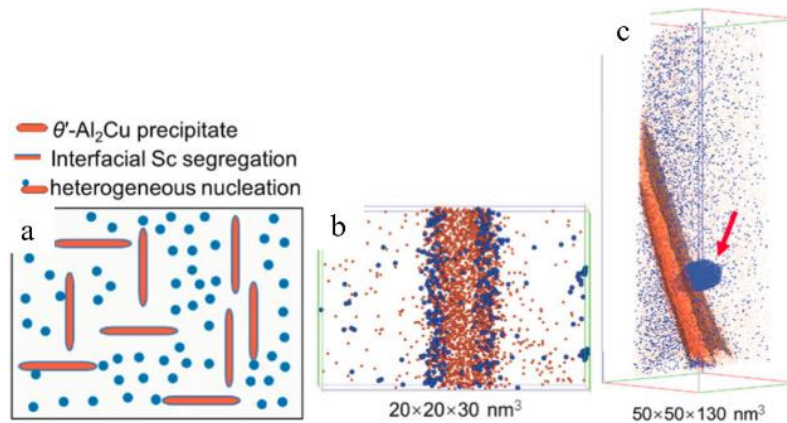


Figure 2.29 Schéma montrant l'interaction de  $\text{Al}_3\text{Sc}$  et des précipités  $\theta'$  dans un alliage Al-Cu-Sc traité par RRA: (a) Microstructure. (b) Ségrégation Sc à l'interface  $\alpha\text{-Al} / \theta'$ . (c)  $\theta'$  précipite nucléé sur les particules d' $\text{Al}_3\text{Sc}$  [126].

Il a également été rapporté que les précipités d' $\text{Al}_3\text{Zr}$  fournissent des sites de nucléation hétérogènes pour les précipités  $\theta'' / \theta'$  [82, 129]. Les précipités d' $\text{Al}_3\text{Zr}$  peuvent être entourés de larges faces de précipités  $\theta''$  pour former des morphologies de précipités de type sandwich, ce qui peut réduire considérablement la déformation de cohérence (énergie de déformation élastique) et retarder la croissance des précipités  $\theta''$  ainsi que la transformation en semi-cohérent plaques  $\theta'$ . D'un autre aspect, les atomes de Zr présentent une énergie de liaison de vide de soluté élevée de l'ordre de  $0,24 \pm 0,02 \text{ eV}$  par rapport aux atomes de Cu ( $0,0 \pm 0,12 \text{ eV}$ ). Étant donné que la diffusion du soluté se produit par migration de vide, une énergie de liaison de soluté-vide Zr plus élevée ralentit la diffusion des atomes de Cu dans la matrice, retardant ainsi la croissance et le grossissement des précipités de  $\theta''$  et  $\theta'$  [82, 129].

Il a été montré que la combinaison du soluté de formation eutectique Sc ( $k_0 < 1$ ) et du soluté de formation péritectique ( $k_0 > 1$ ) Zr peut éliminer les régions exemptes de précipité [130]. Dans l'alliage ajouté combiné Sc et Zr, les précipités  $\text{L1}_2$  peuvent avoir un noyau riche en Sc avec une coque externe riche en Zr dans certaines conditions, montrant le contraste brillant associé à la coque comme indiqué sur la Figure 2.30, qui offre une meilleure résistance au grossissement que seulement Sc mais avec une densité numérique élevée,

compte tenu de la grande différence de vitesse de diffusion entre Sc et Zr [114, 131-133]. Cependant, le coût élevé du Sc et sa disponibilité limitée limitent son utilisation dans les alliages d'Al commerciaux [82].

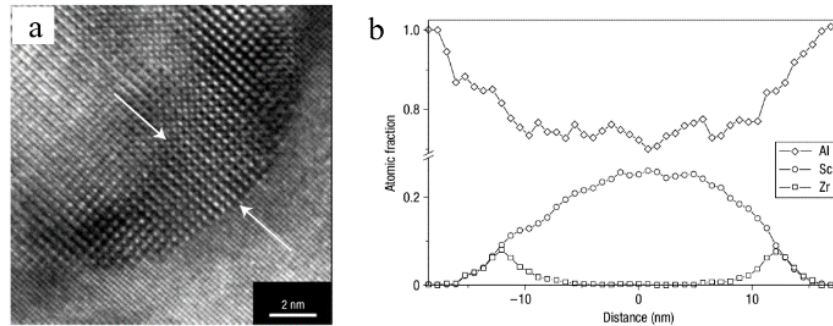


Figure 2.30 Image HAADF et analyse des précipités d'  $\text{Al}_3\text{Zr}_x\text{Sc}_{1-x}$ . (a) L'image HAADF d'une particule montre le contraste plus élevé de la région de la coquille entre les flèches, en raison de l'augmentation de la concentration des atomes de Zr plus lourds. (b) Le balayage linéaire EDS de la particule [131].

Cependant, l'existence d'  $\text{Al}_3\text{Zr}$  ( $L_{12}$ ) métastable dans les alliages de fonderie Al-Si avec un taux de Si élevé ( $>3$  wt.%) est très controversée et a rarement été observée, car on pense que le Si accélère la transformation d'  $\text{Al}_3\text{Zr}$  de  $L_{12}$  à stable. Structure  $D_{023}$  [134-138]. Il est largement admis que l'ajout de Zr dans les alliages Al-Si conduit généralement à la formation de dispersoïdes à l'équilibre en forme de bâtonnet  $(\text{Al},\text{Si})_3\text{Zr}$  ( $D_{023}$ ) [125, 139]. [140] ont rapporté que les intermétalliques  $(\text{Al},\text{Si})_3\text{Zr}$  formés dans les alliages de coulée Al-(3-13)Si et sa structure cristalline sont similaires à  $D_{023}\text{-Al}_3\text{Zr}$  (système tétragonal centré sur le corps) avec certains atomes d'Al substitués par Si dans la structure en treillis. En outre, des intermétalliques  $(\text{Al},\text{Si})_2\text{Zr}$  formés dans des alliages Al-(14-60)Si avec une structure de réseau orthorhombique centrée sur les extrémités. L'ajout de 0,11% de Zr peut améliorer la propriété globale des alliages Al-Si, tandis que l'ajout de 0,46% de Zr est préjudiciable aux propriétés [140].

[120] ont observé les particules péritectiques primaires d'  $\text{Al}_3\text{Zr}$  près des centres de grains, conduisant au raffinement de la matrice  $\alpha\text{-Al}$  dans l'alliage Al-7Si-3Cu-0.3Mg; V a un effet d'affinage du grain similaire en fournissant un sous-refroidissement constitutionnel plus

important, ce qui fait que certaines particules deviennent actives pour la nucléation de  $\alpha$ -Al; L'addition combinée de V et de Zr donne le meilleur raffinement du grain, attribuable à l'accumulation de V dans et à l'augmentation de la densité numérique du trialuminide riche en Zr et à l'augmentation du sous-refroidissement constitutionnel.

Il a été démontré que l'addition de Sc et de Zr avait un effet néfaste important sur la précipitation des dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si conduisant à une densité de nombre moindre et une taille plus grossière, bien qu'ils ne semblent pas être les éléments essentiels pour la formation de  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si dispersoïdes [124]. Cela pourrait être attribué au fait que l'ajout de Zr réduit la solubilité du Mn [141]. Une autre explication est que les précipités d' $\text{Al}_3\text{Zr}$  peuvent également nucléer et consommer la phase  $\alpha$  (hexagonale,  $a = 0,670$  nm et  $c = 0,808$  nm) qui est le précurseur des dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Mn,Fe)Si qui est semi-cohérent avec le réseau Al dans une  $[100]_{\text{Al}}$  direction [91, 142].

### 2.3.6 Mo

Le Mo attire également l'attention des gens en tant que formateur dispersoïde dans les alliages de fonderie Al et les alliages corroyés récemment. La diffusivité de Mo dans Al est de  $2,3 \times 10^{-26} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  à 300 °C, et la solubilité solide limitée dans Al est d'environ ~0,25 wt.% à la température péritectique 660 °C), qui diminue rapidement avec la température décroissante.

Le 0,10wt.% de Fe peut être entièrement consommé par 0,27 wt.% de Mo dans l'alliage A356 (Al7Si0.5Cu0.3Mg) pour former des phases  $\alpha$ -Al(Fe,Mo)Si. YS, UTS et EI à 300°C des alliages contenant du Mo ont été augmentés d'environ 25, 15 et 35% respectivement et sa propriété de fluage est également considérablement améliorée en raison de la formation de dispersoïdes  $\alpha$ -Al(Fe,Mo)Si et de la modification des intermétalliques  $\beta$ -Fe [28].

A.R. Farkoos et. al. [143] ont étudié la combinaison de l'addition de Mo et de Mn sur la formation de dispersoïdes dans l' Al-7Si-0.5Cu-0,3Mg. La densité numérique des

dispersoïdes  $\alpha\text{-Al(Fe,Mn,Mo)Si}$  augmente et la taille moyenne des dispersoïdes diminue avec l'augmentation de la teneur en Mn jusqu'à 0,5%. Puisque le coefficient de partage solide-liquide de Mo,  $k_0 = C_S/C_L > 1$  tandis que Mn avec  $k_0 = C_S/C_L < 1$ , la combinaison Mo et Mn conduit à une distribution uniforme des dispersoïdes et à l'élimination de la DFZ, comme le montre la Figure 2.31. On peut voir que Mo est ségrégé dans le noyau d'Al dendrite tandis que Mn est ségrégé dans la région interdendritique. Mn remplace les atomes de Fe dans la structure de la phase dispersoïde  $\alpha\text{-Al(Fe,Mo)Si}$ . Les dispersoïdes dans différents alliages A356 contenant du Mn ont la formule stoechiométrique approximative de  $\text{Al}_{22}(\text{Fe}_{1-3}\text{Mn}_{4-6}\text{Mo})\text{Si}_4$ . Et leur structure cristalline ne change pas avec la teneur en Mn, juste avec une constante de réseau légèrement croissante. La diffusivité du Mn est de  $6,24 \times 10^{-19} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  à  $400^\circ\text{C}$ , ce qui est  $\sim 10$  fois plus faible que celle du Fe,  $5,41 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  à la même température. On rapporte que Mo ainsi que Mn (variant de 0,18% à 0,95%) ont peu d'influence sur le SDAS de l'alliage A356 tel que coulé [28, 143].

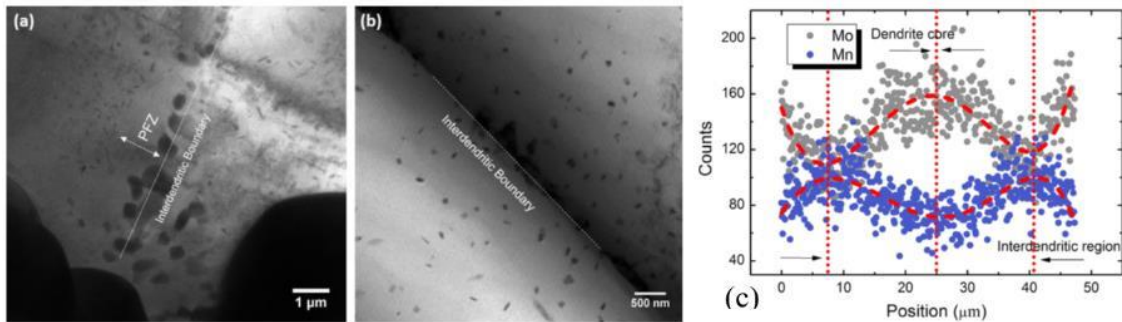


Figure 2.31 Distribution des dispersoïdes après 600 min de traitement en solution à  $540^\circ\text{C}$  dans les régions interdendritiques des alliages, montrant (a) un DFZ en A356 + 0,5Cu + 0,3Mo et (b) les présences des dispersoïdes dans une région interdendritique de A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn. (c) Balayage de ligne élémentaire EDS à travers une cellule de dendrite montrant les gradients de concentration de Mo et Mn (microségrégation) dans l'alliage A356 + 0,5Cu + 0,3Mo + 0,15Mn tel que coulé [143].

Les particules intermétalliques  $\text{Al}_{12}\text{Mo}$  formées en alliage Al-Mn-Mg 3004 avec une teneur en Mo supérieure à 0,35wt.% qui sont difficiles à dissoudre même à  $600^\circ\text{C}$ . La teneur

optimale en Mo est de 0,3% avec une taille de dispersoïde plus fine et une fraction volumique plus élevée [29]. On a observé que la fragmentation et la sphéroïdisation des particules eutectiques de Si ralentissaient avec l'addition de Mo pendant le traitement en solution dans les alliages Al-13%Si, ce qui entraînait de meilleures propriétés à température plus élevée pendant une exposition thermique à long terme [30].

## 2.4 Nucléation et cinétique grossière des précipités

La nucléation est un processus de réduction de l'énergie libre du système, et la possibilité de précipiter la phase précipitée à partir de la solution solide sursaturée dépend principalement de 3 parties, à savoir l'énergie libre chimique, l'énergie d'interface et l'énergie de déformation élastique. Le premier est la force motrice de la transformation de phase, tandis que les deux derniers entravent la transformation de phase [144]. La Figure 2.32 montre un diagramme schématique de l'énergie libre de Gibbs changeant avec la taille de la phase précipitée pendant le processus de nucléation de la phase précipitée en forme de bâtonnet. On peut voir que l'énergie libre de Gibbs a une valeur maximale avec la taille critique de nucléation de la phase précipitée. Ce n'est que lorsque la taille est supérieure à la taille critique de nucléation  $R_p^*$  que le noyau peut être stable.

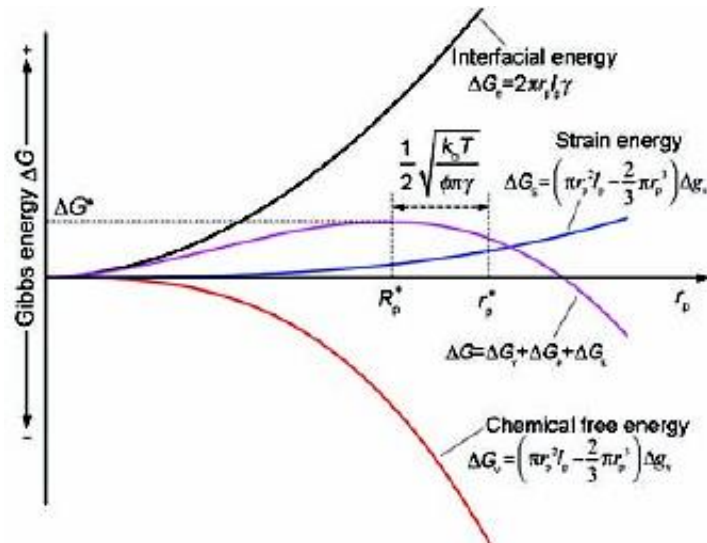


Figure 2.32 Représentation schématique de la variation de l'énergie libre de Gibbs avec le rayon du

précipité pendant le processus de nucléation (un exemple de particules en forme de bâtonnet) [145].

Selon la théorie classique de la nucléation, la nucléation est un processus dans lequel un noyau de précipité stable apparaît dans une solution solide sursaturée en raison des fluctuations locales des composants. Pour une nucléation homogène, la vitesse de nucléation est généralement exprimée par le modèle de nucléation KWN [144, 146]:

$$\frac{dN}{dt} = N_0 Z \beta^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_b T}\right) \exp\left(-\frac{\tau}{t}\right) \quad (2.2)$$

Où  $N$  est la densité de nucléation;  $N_0$  est la densité volumique effective des sites de nucléation en solution solide;  $Z$  et  $\beta^*$  sont respectivement le facteur de Zeldovich et le taux de condensation des atomes de soluté dans un groupe de taille critique;  $\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3\Delta G_v}$  est l'énergie critique d'activation de nucléation, c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour former un noyau de taille critique de nucléation  $R_p^*$ ;  $k_b$  est la constante de Boltzmann;  $T$  est la température de vieillissement;  $\exp(-\tau/t)$  est utilisé pour impliquer le temps d'incubation de la nucléation, où  $\tau = 2/(\pi\beta^*Z^2)$ ; et  $t$  est le temps de vieillissement.

Pour les alliages A1 à haute température, les phases de durcissement doivent être stables et ne pas se transformer en les autres phases indésirables lors d'une exposition de longue durée à la température appliquée. Selon la théorie de Lifshitz et Slyozov et Wagner (théorie LSW) du grossissement contrôlé par diffusion pour les dispersions diluées de particules binaires sphériques en négligeant l'énergie de déformation, la taille moyenne du précipité devrait augmenter avec le temps conformément à la relation [122, 147, 148]

$$\bar{r}^3 - r_0^3 = \alpha_{LSW} \Delta t \quad (2.3)$$

où  $\bar{r}$  est le rayon moyen des particules, et  $\alpha_{LSW}$  représente la constante de vitesse donnée par [148, 149]

$$\alpha_{LSW} = \frac{8c_\alpha(1-c_\alpha)\gamma DV_m}{9RT(c_\beta - c_\alpha)^2} \quad (2.4)$$



où,  $c_\alpha$  est la solubilité atomique solide de l'élément pertinent dans la matrice Al,  $c_\beta$  est la solubilité stoechiométrique de l'élément dans la phase de précipitation,  $\gamma$  est l'énergie interfaciale moyenne du précipité,  $D$  est la diffusivité du soluté contrôlant la vitesse,  $V_m$  est le volume molaire de la phase dispersée,  $R$  est la constante du gaz idéal et  $T$  est la température absolue. Ainsi, la phase dispersée idéale doit avoir une limite de solubilité, une énergie interfaciale et une diffusivité faibles, c'est-à-dire une faible  $c_\alpha\gamma D$ , pour empêcher le sur-vieillessement dû à la diffusion en vrac à la température d'application.

En tant qu'extension de la théorie LSW, le modèle de Kuehmann–Voorhees (KV) a été développé pour calculer la constante grossière qui traite des systèmes ternaires et plus composants. La constante de grossissement selon le modèle KV est donnée par [130, 150]

$$\alpha_{kv} = \frac{8\gamma V_m}{9RT[\sum c_i^\alpha(1-k_i)^2/D_i]} \quad (2.5)$$

où,  $k_i$  est le coefficient de distribution du ième élément entre la phase matrice ( $\alpha$ ) et dispersoïde ( $\beta$ ), soit  $k_i = c_i^\beta/c_i^\alpha$ .

Les diffusivités  $D$  des solutés dans  $\alpha$ -Al peuvent être calculées par une relation d'Arrhenius [114]:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.6)$$

où  $Q$  est l'enthalpie d'activation pour la diffusion du soluté et  $D_0$  est le facteur pré-exponentiel. Certaines données de diffusion des précipitations et dispersoïdes couramment utilisés induisant des éléments de transition sont résumées dans le Tableau 2.9.

Tableau 2.9 Données de diffusion calculées pour les solutés de métaux de transition dans  $\alpha$ -Al.

Solutes in $\alpha$ -Al	Al	Sc	Ti	V	Mn	Fe	Cu	Zr	Mo
Pre-exponential, $D_0$ $m^2 s^{-1}$	1.37E-05	5.31E-04	1.12E-01	1.60E+00	8.70E-03	7.70E-01	6.54E-05	7.28E-02	1.40E-03
Activation enthalpy, $Q$ $kJ mol^{-1}$	1.24E+02	1.73E+02	2.60E+02	3.03E+02	2.08E+02	2.21E+02	1.36E+02	2.42E+02	2.50E+02
Diffusivity at 200°C, $D$ $m^2 s^{-1}$	2.77E-19	4.16E-23	2.17E-30	5.52E-34	9.30E-26	3.02E-25	6.25E-20	1.37E-28	3.44E-31
Diffusivity at 300°C, $D$ $m^2 s^{-1}$	6.80E-17	8.99E-20	2.22E-25	3.82E-28	9.50E-22	5.49E-21	2.61E-17	6.32E-24	2.27E-26
Diffusivity at 400°C, $D$ $m^2 s^{-1}$	3.25E-15	1.98E-17	7.39E-22	4.85E-24	6.24E-19	5.41E-18	1.82E-15	1.20E-20	5.52E-23

## 2.5 Renforcement des modèles de renforcement des demandes

En raison de la différence dans les caractéristiques de taille et de déformation des phases précipitées dans la matrice, il existe généralement deux types de mécanismes de renforcement par précipitation à température ambiante, à savoir le mécanisme de coupe de particules (cisaillement) et le mécanisme de contournement (boucle) d'Orowan [151]. Au stade précoce du vieillissement, les tailles des phases précipitées sont assez petites, et elles restent cohérentes avec la matrice, dans laquelle le mouvement de dislocation par découpage des particules joue un rôle majeur. Avec la prolongation du temps de vieillissement, les phases précipitées continuent de croître, et l'effet gênant sur la dislocation est renforcé, faisant glisser les dislocations en contournant la phase précipitée, il y a donc une taille critique  $r_p^c$  que le mécanisme se transforme à partir de le mécanisme de passage au mécanisme de dérivation, comme illustré à la Figure 2.33.

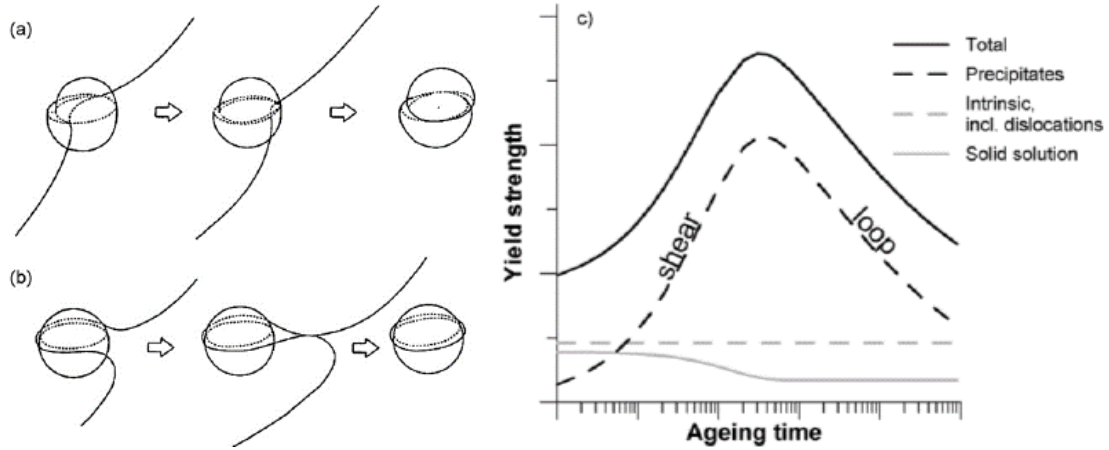


Figure 2.33 Luxations passant un précipité par a) cisaillement et b) bouclage (mécanisme Orowan). c) illustration des différentes contributions de la résistance à la limite d'élasticité totale [152].

La Figure 2.34 montre l'interaction entre les dislocations et les phases précipitées.  $\psi_c$  représente l'angle critique requis par la ligne de dislocation mobile pour surmonter la phase précipitée. La taille de cet angle est liée à la taille de la phase précipitée. On pense généralement que lorsque  $120^\circ \leq \psi_c \leq 180^\circ$ , la dislocation traverse la phase précipitée (Particules facilement déformables, obstacle faible), et lorsque  $0 \leq \psi_c < 120^\circ$ , les dislocations contournent la phase précipitée (Particules difficilement déformables, fortes obstacle). Selon l'équation de contrainte de cisaillement critique et le principe d'équilibre, la formule suivante peut être obtenue:

$$\tau_c = \frac{\Gamma}{bR_c} \quad (2.7)$$

$$F = 2\Gamma \cos\left(\frac{\psi_c}{2}\right) \quad (2.8)$$

où,  $\tau_c$  est la contrainte de cisaillement critique,  $\Gamma$  est la tension de la ligne de dislocation,  $R_c$  est le rayon de courbure de la ligne de dislocation,  $b$  est la valeur du vecteur de Burgers, et  $F$  est la force moyenne des phases de précipitation. En considérant la relation entre l'espacement effectif des particules de phase de précipitation  $L_F$  et le rayon de courbure de la ligne de dislocation  $R_c$  sur la surface de glissement:  $L_F = 2R_c \sin(\theta_c/2) = 2R_c \cos(\psi_c/2)$ , donc

$$\tau_c = \frac{F}{bL_F} \quad (2.9)$$

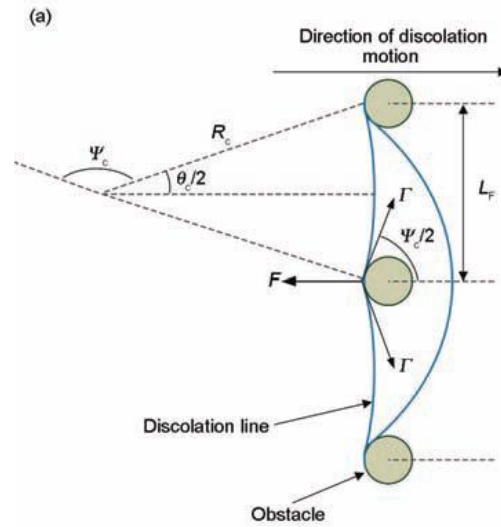


Figure 2.34 Représentation schématique de la force d'équilibre entre un précipité et une dislocation [145].

Le cisaillement des précipités, le contournement des précipités par boucle de dislocation ou une combinaison de ces deux mécanismes peuvent être généralement utilisés pour expliquer le durcissement des alliages renforcés par précipitation à gros grains non durcis par déformation à température ambiante [153].

Pour les précipités cohérents de petites tailles, le renforcement est contrôlé par le mécanisme de cisaillement, où une dislocation coupe et contourne le précipité. Le renforcement du précipité a trois contributions principales: (1) la discordance de module, (2) la discordance de réseau, et (3) le renforcement d'ordre.

L'incrément de résistance dû au renforcement du module,  $\Delta\sigma_{MMS}$ , causé par le décalage entre les modules de cisaillement de la phase précipitée et de la matrice d'aluminium est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{MMS} = M \cdot 0.0055(\Delta G)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{2f}{G}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{r}{b}\right)^{\frac{3m}{2}-1} \quad (2.10)$$

où  $M = 3,06$  est le facteur d'orientation de la matrice,  $\Delta G$  est le décalage de module entre la matrice et les précipités (supposé avoir la même rigidité, 68 GPa),  $f$  est la fraction volumique du précipité,  $G$  est le module de cisaillement de Al (25.4 GPa à 24 °C),  $b$  est

la grandeur du vecteur de Burgers pour les dislocations  $1/2\langle 110 \rangle_{Al}$  sur le plan de glissement  $\{111\}_{Al}$  (0,286 nm), et  $m = 0,85$  est une constante [153].

Le renforcement de l'inadéquation (cohérence) du réseau est dû aux interactions déformation-champ entre un précipité cohérent et une dislocation. L'incrément de résistance dû au renforcement de l'inadéquation du réseau,  $\Delta\sigma_{LMS}$ , est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{LMS} = M \cdot \chi(\varepsilon G)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{2rf}{Gb}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$

où  $\chi = 2,6$  pour les métaux cubiques à faces centrées (fcc),  $\varepsilon$  est le paramètre de réseau inadapté,  $\varepsilon \approx (2/3)\delta$ , avec  $\delta = \Delta a/a$  comme paramètre de réseau de température ambiante inadapté,  $r$  est le rayon moyen du précipité.

Le renforcement de l'ordre est dû à la formation d'une frontière antiphase (APB), qui se produit lorsqu'une dislocation de matrice cisaille un précipité ordonné. L'incrément de force dû au renforcement d'ordre,  $\Delta\sigma_{os}$ , est donné par [154]

$$\Delta\sigma_{os} = M \cdot 0.81 \frac{\gamma_{apb}}{2b} \left(\frac{3\pi f}{8}\right)^{1/2} \quad (2.12)$$

où,  $\gamma_{apb}$  est l'énergie APB de la phase précipitée.

L'incrément de résistance  $\Delta\sigma_{shear}$ , qui est attribué au mécanisme de cisaillement, est considéré comme la valeur maximale des mésappariements de module et de réseau ou le renforcement d'ordre ( $\Delta\sigma_{shear} = \max\{(\Delta\sigma_{os}), (\Delta\sigma_{MMS} + \Delta\sigma_{LMS})\}$ ).

Le mécanisme de contournement d'Orowan est généralement applicable pour les précipités qui ont des tailles relativement grandes. La contribution à la limite d'élasticité  $\Delta\sigma_{Orowan}$  des différentes phases due à ce mécanisme est déterminée comme suit.

Pour les dispersions aléatoires de particules sphériques [153, 155],

$$\Delta\sigma_{Orowan} = M \cdot \frac{0.4Gb}{\pi\lambda\sqrt{1-\nu}} \ln\left(\frac{2\bar{r}}{b}\right) \quad (2.13)$$

Où,  $\nu = 0,345$  est le coefficient de Poisson de Al,  $\bar{r} = \sqrt{2/3} r$  est le rayon moyen d'une section transversale circulaire dans un plan aléatoire pour un précipité sphérique, et  $\lambda$  est l'espacement inter-précipité

$$\lambda = \left[ \left( \frac{3\pi}{4f} \right)^{1/2} - 1.64 \right] r \quad (2.14)$$

Pour application sur <100> particules en forme de bâtonnet orientées ( $\beta'$ ) de diamètre effectif  $D_r$  et de longueur  $l_r$  ( $\gg D_r$ ) [16, 156],

$$\Delta\sigma_{\beta'} = M \cdot \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left( \frac{1}{\left( \frac{1.0750 \times 1.1663}{\sqrt{f}} - 1.316 \right) D_r} \right) \ln \frac{1.316 D_r}{b} \quad (2.15)$$

Pour l'application aux {100} particules en forme de plaque ( $\theta'$ ) de diamètre  $d_{t\theta'}$  et d'épaisseur  $t_{\theta'}$  ( $\ll d_{t\theta'}$ ) [157],

$$\Delta\sigma_{\theta'} = M \cdot \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \left( \frac{1}{1.23 \frac{1.030}{\sqrt{N\nu} d_{t\theta'}} - \frac{\pi d_{t\theta'}}{8} - 1.061 t_{\theta'}} \right) \ln \frac{0.981 \sqrt{d_{t\theta'} t_{\theta'}}}{b} \quad (2.16)$$

L'effet de renforcement du cisaillement et les mécanismes de contournement d'Orowan sont pertinents pour la fraction volumique des précipités, qui augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique des particules. Cependant, la différence est que l'effet du mécanisme de cisaillement augmente avec une plus grande taille de particule, tandis que l'effet du mécanisme de contournement d'Orowan diminue avec une plus grande taille de particule.

L'incrément de résistance total dû à la structure de précipité mixte cisailable et non cisailable est déterminé en utilisant la loi de superposition ad hoc [158]. Les résultats du modèle de cisaillement et du modèle Orowan combinés à une loi d'addition exponentielle avec un exposant de 1,4 se sont avérés donner le meilleur ajustement empirique pour les combinaisons de particules fortes et faibles. Ainsi, l'augmentation totale prévue de la résistance au cisaillement due à la présence de précipités est donnée comme [159]

$$\Delta\tau_T^{1.4} = \Delta\tau_{Shear}^{1.4} + [(\sum \Delta\tau_{Orowan}^2)^{0.5}]^{1.4} \quad (2.17)$$

Cependant, à température élevée, la dislocation peut contourner les précipités en grimpant en raison d'une énergie thermique suffisante. Le mécanisme de montée de dislocation peut devenir actif lorsqu'il est déformé à une température élevée avec de faibles taux de

déformation parce que la diffusion des lacunes devient significative à une température supérieure à  $0,5T_m$  [155, 160]. Les composants de la réaction élastique sont dus à une discordance de réseau et à une discordance de module. En conséquence, l'incrément de résistance causé par le renforcement de la montée par dislocation est la somme de l'inadéquation du réseau et du renforcement de l'inadéquation du module ( $\Delta\sigma_{climb} = \Delta\sigma_{LMC} + \Delta\sigma_{MMC}$ ).

## Références

1. J. G. Kaufman. *Introduction to aluminum alloys and tempers*, ASM international, 2000
2. F. C. Campbell Jr. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*, Elsevier, 2011
3. M. Javidani, D. Larouche, X. Grant Chen. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **47**, 4818-4830 (2016).
4. M. Javidani, D. Larouche. *Int. Mater. Rev.* **59**, 132-158 (2014).
5. G. Thomas. *J. Inst. Metals*. **90**, 57-62 (1961).
6. I. Dutta, S. Allen. *Journal of Materials Science Letters*. **10**, 323-326 (1991).
7. R. Vissers, M. A. van Huis, J. Jansen, H. W. Zandbergen, C. D. Marioara, S. J. Andersen. *Acta Materialia*. **55**, 3815-3823 (2007).
8. A. G. Frøseth, R. Høier, P. M. Derlet, S. J. Andersen, C. D. Marioara. *Physical Review B*. **67** (2003).
9. P. H. Ninive, A. Strandlie, S. Gulbrandsen-Dahl, W. Lefebvre, C. D. Marioara, S. J. Andersen *et al.* *Acta Materialia*. **69**, 126-134 (2014).
10. G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, M. J. Couper. *Acta materialia*. **46**, 3893-3904 (1998).
11. K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio *et al.* *Journal of Materials Science*. **35**, 179-189 (2000).
12. W. Yang, M. Wang, R. Zhang, Q. Zhang, X. Sheng. *Scripta Mater*. **62**, 705-708 (2010).
13. S. J. Andersen, C. D. Marioara, A. Frøseth, R. Vissers, H. W. Zandbergen. *Materials Science and Engineering: A*. **390**, 127-138 (2005).
14. C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen, H. W. Zandbergen. *Acta Materialia*. **51**, 789-796 (2003).



15. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, T. R. Watkins, A. Shyam. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **48**, 2529-2542 (2017).
16. S. Roy, L. F. Allard, A. Rodriguez, W. D. Porter, A. Shyam. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **48**, 2543-2562 (2017).
17. D. J. Chakrabarti, D. E. Laughlin. *Progress in Materials Science*. **49**, 389-410 (2004).
18. F. Li, S. Chen, K. Chen, L. Huang. *Journal of Alloys and Compounds*. **819** (2020).
19. K. Chen, C. Liu, J. Yang, P. Ma, L. Zhan, M. Huang *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **769** (2020).
20. C. D. Marioara, S. J. Andersen, T. N. Stene, H. Hasting, J. Walmsley, A. T. J. Van Helvoort *et al.* *Philosophical Magazine*. **87**, 3385-3413 (2007).
21. M. Torsæter, W. Lefebvre, C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. C. Walmsley, R. Holmestad. *Scripta Materialia*. **64**, 817-820 (2011).
22. A study of the structural precipitation in the Al-Mg-Si-Cu system. *Proceedings of the 4th International Conference on Aluminum Alloys*, 1994
23. C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P. A. Buffat. *Philosophical Magazine A*. **79**, 2833-2851 (1999).
24. C. Cayron, P. A. Buffat. *Acta Materialia*. **48**, 2639-2653 (2000).
25. L. Ding, A. Orekhov, Y. Weng, Z. Jia, H. Idrissi, D. Schryvers *et al.* *Journal of Materials Science*. **54**, 7943-7952 (2019).
26. A. Biswas, D. J. Siegel, D. N. Seidman. *Acta Materialia*. **75**, 322-336 (2014).
27. M. Fiawoo, X. Gao, L. Bourgeois, N. Parson, X. Q. Zhang, M. Couper *et al.* *Scripta Materialia*. **88**, 53-56 (2014).
28. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A*. **620**, 181-189 (2015).
29. K. Liu, H. Ma, X. G. Chen. *J. Alloys Compd.* **694**, 354-365 (2017).
30. L. Jin, K. Liu, X. G. Chen. *J. Mater. Eng. Perform.* (2020).

31. Developments and challenges for aluminum--A boeing perspective. *Materials Forum*, 2004
32. J. C. Williams, E. A. Starke. *Acta Materialia*. **51**, 5775-5799 (2003).
33. B. Verma, J. Atkinson, M. Kumar. *Bulletin of Materials Science*. **24**, 231-236 (2001).
34. H. Shi, E.-H. Han, F. Liu, S. Kallip. *Applied Surface Science*. **280**, 325-331 (2013).
35. M. Kendig, R. Buchheit. *Corrosion*. **59**, 379-400 (2003).
36. B. Hinton. *Journal of Alloys and Compounds*. **180**, 15-25 (1992).
37. H. Shi, F. Liu, E. Han. *Materials Chemistry and Physics*. **124**, 291-297 (2010).
38. T. Dursun, C. Soutis. *Materials & Design (1980-2015)*. **56**, 862-871 (2014).
39. S. Ringer, K. Hono. *Materials characterization*. **44**, 101-131 (2000).
40. Z. Shen, Q. Ding, C. Liu, J. Wang, H. Tian, J. Li *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*. **33**, 1159-1164 (2017).
41. J. Silcock, T. Heal, H. Hardy. *J. Inst. Metals*. **82** (1954).
42. I. Zuiko, R. Kaibyshev. *Journal of Alloys and Compounds*. **759**, 108-119 (2018).
43. L. Bourgeois, C. Dwyer, M. Weyland, J.-F. Nie, B. C. Muddle. *Acta Materialia*. **59**, 7043-7050 (2011).
44. D. Vaughan, J. Silcock. *physica status solidi (b)*. **20**, 725-736 (1967).
45. D. G. Eskin. *Journal of Materials Science*. **38**, 279-290 (2003).
46. P. Merle, F. Fouquet. *Acta Metallurgica*. **29**, 1919-1927 (1981).
47. P. Merle, J. Merlin. *Acta Metallurgica*. **29**, 1929-1938 (1981).
48. D. Mitlin, J. Morris, V. Radmilovic. *Metallurgical and Materials Transactions A* **31**, 2697-2711 (2000).
49. A. Cochard, K. Zhu, S. Joulié, J. Douin, J. Huez, L. Robbiola *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **690**, 259-269 (2017).
50. Structural changes on aging Al–Cu–Mg alloys. *Dokl Akad SSSR*, 1952

51. C. Li, G. Sha, J. Xia, Y. Liu, S. P. Ringer. *Materials Chemistry and Physics*. **193**, 421-426 (2017).
52. A. K. Gupta, P. Gaunt, M. C. Chaturvedi. *Philosophical Magazine A*. **55**, 375-387 (1987).
53. L. F. Mondolfo. *Aluminum alloys: structure and properties*, 2nd Revised edition edn Butterworth & Co Publishers Ltd, 1976
54. M. J. Styles, C. R. Hutchinson, Y. Chen, A. Deschamps, T. J. Bastow. *Acta Materialia*. **60**, 6940-6951 (2012).
55. H. PERLITZ, A. WESTGREN. *Arkiv Kemi Mineral Geol B*. **13**, 16 (1943).
56. A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A. M. Zahra, C. Y. Zahra. *Acta Materialia*. **48**, 2751-2764 (2000).
57. S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear. *Acta Materialia*. **45**, 3731-3744 (1997).
58. S. C. Wang, M. J. Starink. *Acta Materialia*. **55**, 933-941 (2007).
59. G. B. Winkelman, K. Raviprasad, B. C. Muddle. *Acta Materialia*. **55**, 3213-3228 (2007).
60. Z. Feng, Y. Yang, B. Huang, X. Luo, M. Li, Y. Chen *et al.* *Philosophical Magazine*. **93**, 1843-1858 (2013).
61. K. M. Knowles, W. M. Stobbs. *Acta Crystallographica Section B: Structural Science*. **44**, 207-227 (1988).
62. S. J. Kang, Y.-W. Kim, M. Kim, J.-M. Zuo. *Acta Materialia*. **81**, 501-511 (2014).
63. I. J. Polmear. *Nature*. **186**, 303-304 (1960).
64. B. C. Muddle, I. J. Polmear. *Acta Metallurgica*. **37**, 777-789 (1989).
65. M. Gazizov, R. Kaibyshev. *Materials Science and Engineering: A*. **702**, 29-40 (2017).
66. T. J. Bastow, C. R. Hutchinson, A. J. Hill. *Philosophical Magazine*. **92**, 2022-2031 (2012).

67. K. Hono, N. Sano, S. S. Babu, R. Okano, T. Sakurai. *Acta metallurgica et materialia*. **41**, 829-838 (1993).
68. B. Q. Li, F. E. Wawner. *Acta materialia*. **46**, 5483-5490 (1998).
69. C. Chih-Horng. Alloying Elements (Silver and Magnesium) on The Stress Corrosion Cracking and Thermal Stability of A201 Aluminum Alloy. PhD Thesis, National Central University, 2005.
70. L. Reich, M. Murayama, K. Hono. *Acta Materialia*. **46**, 6053-6062 (1998).
71. J. Rakhmonov, K. Liu, L. Pan, F. Breton, X. G. Chen. *Journal of Alloys and Compounds*. **827**, 154305 (2020).
72. T. K. Akopyan, N. A. Belov, N. V. Letyagin. *Jom*. **71**, 1768-1775 (2019).
73. A. Shyam, S. Roy, D. Shin, J. D. Poplawsky, L. F. Allard, Y. Yamamoto *et al.* *Materials Science and Engineering: A*. **765** (2019).
74. P. Shower, J. Morris, D. Shin, B. Radhakrishnan, J. Poplawsky, A. Shyam. *Materialia*. **6** (2019).
75. D. Shin, S. Roy, T. R. Watkins, A. Shyam. *Computational Materials Science*. **138**, 149-159 (2017).
76. D. Shin, A. Shyam, S. Lee, Y. Yamamoto, J. A. Haynes. *Acta Materialia*. **141**, 327-340 (2017).
77. P. Shower, J. R. Morris, D. Shin, B. Radhakrishnan, L. F. Allard, A. Shyam. *Materialia*. **5** (2019).
78. D. Shin, S. Lee, A. Shyam, J. A. Haynes. *Sci Technol Adv Mater*. **18**, 828-838 (2017)e-pub ahead of print 2018/01/31.
79. C. Wolverton. *Acta Materialia*. **55**, 5867-5872 (2007).
80. T. Hoshino, R. Zeller, P. H. Dederichs. *Physical Review B*. **53**, 8971 (1996).
81. D. Simonovic, M. H. F. Sluiter. *Physical Review B*. **79** (2009).
82. S. Kumar Makineni, S. Sugathan, S. Meher, R. Banerjee, S. Bhattacharya, S. Kumar *et al.* *Sci Rep*. **7**, 11154 (2017)e-pub ahead of print 2017/09/13.

83. J. Y. Hwang, H. W. Doty, M. J. Kaufman. *Philos. Mag.* **88**, 607-619 (2008).
84. J. Y. Hwang, H. W. Doty, M. J. Kaufman. *Materials Science and Engineering: A.* **488**, 496-504 (2008).
85. A. R. Farkoosh, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **621**, 277-286 (2015).
86. M. V. Kral. *Mater. Lett.* **59**, 2271-2276 (2005).
87. J. G. Zheng, R. Vincent, J. W. Steeds. *Philos. Mag. A.* **80**, 493-500 (2000).
88. Y. J. Li, L. Arnberg. *Acta Mater.* **51**, 3415-3428 (2003).
89. Y. Li, A. Muggerud, A. Olsen, T. Furu. *Acta Mater.* **60**, 1004-1014 (2012).
90. Z. Li, Z. Zhang, X. Chen. *Metals.* **8**, 155 (2018).
91. L. Lodgaard, N. Ryum. *Materials Science and Engineering: A.* **283**, 144-152 (2000).
92. D. G. McCartney. *International Materials Reviews.* **34**, 247-260 (1989).
93. M. M. Guzowski, G. K. Sigworth, D. A. Sentner. *Metallurgical and Materials Transactions A.* **18**, 603-619 (1987).
94. M. A. Easton, M. Qian, A. Prasad, D. H. StJohn. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **20**, 13-24 (2016).
95. X. Wang, Z. Liu, W. Dai, Q. Han. *Metallurgical and Materials Transactions B.* **46**, 1620-1625 (2014).
96. X. Wang, Q. Han. Grain refinement mechanism of aluminum by Al-Ti-B master alloys. In: *Light Metals 2016*. Springer, 2016, pp 189-193
97. H. Vehkamäki. *Classical nucleation theory in multicomponent systems*, Springer Science & Business Media, 2006
98. S. Yamaguchi. *Keikinzoku.* **38**, 228-238 (1988).
99. I. Maxwell, A. Hellawell. *Acta Metall.* **23**, 229-237 (1975).
100. I. Maxwell, A. Hellawell. *Acta Metall.* **23**, 895-899 (1975).
101. T. E. Quested, A. T. Dinsdale, A. L. Greer. *Acta Mater.* **53**, 1323-1334 (2005).
102. G. K. Sigworth. *Metall. Trans. A.* **15**, 277-282 (1984).

103. M. A. Easton, D. H. StJohn. *Acta Mater.* **49**, 1867-1878 (2001).
104. H. Wang, D. H. StJohn, C. J. Davidson, M. J. Couper. *Aluminum Transactions.* **2**, 57-66 (2000).
105. G. Timelli, D. Caliari, J. Rakhmonov. *Journal of Materials Science & Technology.* **32**, 515-523 (2016).
106. G. P. Jones, J. Pearson. *Metall. Trans. B.* **7**, 223-234 (1976).
107. A. M. Bunn, P. Schumacher, M. A. Kearns, C. B. Boothroyd, A. L. Greer. *Mater. Sci. Technol.* **15**, 1115-1123 (2013).
108. A. A. Abdel-Hamid, A. I. O. Zaid. Poisoning of grain refinement of some aluminium alloys. In: *Current Advances in Mechanical Design and Production VII*. Elsevier, 2000, pp 331-338
109. Grain refinement of light alloys. ; 2008
110. J. Huang, L. Feng, C. Li, C. Huang, J. Li, B. Friedrich. *Scripta Materialia.* **180**, 88-92 (2020).
111. X. G. Chen, M. Fortier. *J. Mater. Process. Technol.* **210**, 1780-1786 (2010).
112. J. Lai, C. Shi, X. G. Chen. *Mater. Charact.* **96**, 126-134 (2014).
113. K. E. Knipling. *Microsc. Microanal.* **21**, 359-360 (2015).
114. K. E. Knipling. Development of a nanoscale precipitation-strengthened creep-resistant aluminum alloy containing trialuminide precipitates. DOCTOR OF PHILOSOPHY PhDT, Northwestern University, 2006.
115. S. Camero, E. S. Puchi, G. Gonzalez. *Journal of Materials Science.* **41**, 7361-7373 (2006).
116. A. Kumar, C. Sasikumar. *Mater. Today.* **4**, 307-313 (2017).
117. Y. Wu, H. Liao, K. Zhou. *Mater. Sci. Eng., A.* **602**, 41-48 (2014).
118. F. Meng, Z. Wang, Y. Zhao, D. Zhang, W. Zhang. *Metals.* **7** (2016).
119. A. Mahasneh, S. M. A. Al-Qawabah. *Modern Applied Science.* **5** (2011).
120. J. Rakhmonov, G. Timelli, F. Bonollo. *Mater. Charact.* **128**, 100-108 (2017).

121. D. Bolibruchová, M. Žihlová. Archives of Metallurgy and Materials. **59**, 1029-1032 (2014).
122. M. Zedalis, M. Fine. Metall. Trans. A. **17**, 2187-2198 (1986).
123. D. Tsivoulas, J. Robson. Acta Mater. **93**, 73-86 (2015).
124. Z. Li, Z. Zhang, X. G. Chen. Materials Science and Engineering: A. **729**, 196-207 (2018).
125. M. Rahimian, S. Amirkhanlou, P. Blake, S. Ji. Mater. Sci. Eng., A. **721**, 328-338 (2018).
126. Y. H. Gao, C. Yang, J. Y. Zhang, L. F. Cao, G. Liu, J. Sun *et al.* Materials Research Letters. **7**, 18-25 (2018).
127. B. A. Chen, G. Liu, R. H. Wang, J. Y. Zhang, L. Jiang, J. J. Song *et al.* Acta Materialia. **61**, 1676-1690 (2013).
128. C. Yang, P. Zhang, D. Shao, R. H. Wang, L. F. Cao, J. Y. Zhang *et al.* Acta Materialia. **119**, 68-79 (2016).
129. S. Mondol, S. K. Makineni, S. Kumar, K. Chattopadhyay. Metallurgical and Materials Transactions A. **49**, 3047-3057 (2018).
130. J. D. Robson. Acta Materialia. **52**, 1409-1421 (2004).
131. E. Clouet, L. Lae, T. Epicier, W. Lefebvre, M. Nastar, A. Deschamps. Nat Mater. **5**, 482-488 (2006)e-pub ahead of print 2006/05/23.
132. P. W. Voorhees. Nature Materials. **5**, 435-436 (2006).
133. N. Q. Vo, D. N. Seidman, D. C. Dunand. Mater. Sci. Eng., A. **734**, 27-33 (2018).
134. P. Sepehrband, R. Mahmudi, F. Khomamizadeh. Scripta Mater. **52**, 253-257 (2005).
135. R. Mahmudi, P. Sepehrband, H. Ghasemi. Mater. Lett. **60**, 2606-2610 (2006).
136. H. A. Elhadari, H. A. Patel, D. L. Chen, W. Kasprzak. Mater. Sci. Eng., A. **528**, 8128-8138 (2011).
137. B. Baradarani, R. Raiszadeh. Mater. Des. **32**, 935-940 (2011).

138. W. Kasprzak, B. S. Amirkhiz, M. Niewczas. *J. Alloys Compd.* **595**, 67-79 (2014).
139. T. Gao, A. Ceguerra, A. Breen, X. Liu, Y. Wu, S. Ringer. *J. Alloys Compd.* **674**, 125-130 (2016).
140. T. Gao, D. Li, Z. Wei, X. Liu. *Mater. Sci. Eng., A.* **552**, 523-529 (2012).
141. L. L. Rokhlin, N. R. Bochvar, I. E. Tarytina, N. P. Leonova. *Russian Metallurgy (Metally)*. **2010**, 241-247 (2010).
142. C. Li. Precipitation behaviors of dispersoids induced from transition elements (Mn, Sc and Zr) and their effect on recrystallization resistance in AA6082 alloys. Mémoire de maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, 2018.
143. A. R. Farkoosh, X. Grant Chen, M. Pekguleryuz. *Mater. Sci. Eng., A.* **627**, 127-138 (2015).
144. R. Wagner, R. Kampmann, P. W. Voorhees. *Phase transformations in materials*. **5**, 213-303 (1991).
145. Rui Chen, Qingyan Xu, B. Liu. *ACTA METALLURGICA SINICA*. **52**, 987-999 (2016).
146. Q. Du, W. J. Poole, M. A. Wells. *Acta Mater.* **60**, 3830-3839 (2012).
147. I. M. Lifshitz, V. V. Slyozov. *Journal of physics and chemistry of solids*. **19**, 35-50 (1961).
148. C. Wagner. *Zeitschrift für Elektrochemie, Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*. **65**, 581-591 (1961).
149. Y. H. Gao, L. F. Cao, J. Kuang, J. Y. Zhang, G. Liu, J. Sun. *Journal of Materials Science & Technology*. **37**, 38-45 (2020).
150. C. J. Kuehmann, P. W. Voorhees. *Metallurgical and Materials Transactions A*. **27**, 937-943 (1996).
151. T. Gladman. *Mater. Sci. Technol.* **15**, 30-36 (2013).
152. A. M. A. Mohamed, F. H. Samuel. *Heat Treatment-Conventional and Novel Applications*. 55-72 (2012).



153. C. B. Fuller, D. N. Seidman, D. C. Dunand. *Acta Mater.* **51**, 4803-4814 (2003).
154. A. J. Ardell. *Metallurgical Transactions A.* **16**, 2131-2165 (1985).
155. J. Qin, Z. Zhang, X. G. Chen. *Metallurgical and Materials Transactions A.* **47**, 4694-4708 (2016).
156. A. W. Zhu, E. A. Starke Jr. *Acta Mater.* **47**, 3263-3269 (1999).
157. J. F. Nie, B. C. Muddle. *Acta Materialia.* **56**, 3490-3501 (2008).
158. A. W. Zhu, A. Csontos, E. A. Starke Jr. *Acta materialia.* **47**, 1713-1721 (1999).
159. D. L. Gilmore, E. A. Starke. *Metallurgical and materials transactions A.* **28**, 1399-1415 (1997).
160. D. N. Seidman, E. A. Marquis, D. C. Dunand. *Acta Mater.* **50**, 4021-4035 (2002).

# CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

## 3.1 Préparation de l'alliage et traitement thermique

Deux alliages coulés en série ont été préparés dans le présent travail: de type Al-Si 356 (Al-7Si-0,6Cu-0,35Mg) et de type 224 (Al-4,8Cu-0,33Mn-0,13Mg-0,09Si). Divers niveaux et combinaisons d'éléments de transition ont été ajoutés.

### 3.1.1 356 alliages

Pour l'alliage moulé de type Al-Si 356, cinq alliages avec différentes teneurs en V, Zr et Mo ont été préparés avec Al pur commercial (99,6%), Mg pur (99,9%), Al-50% Si, Al-25% Mn, Al-5% Ti-1% B, Al-50% Cu, Al-10% Sr, Al-5% V, Al-15% Zr et Al-10% Mo d'alliages mères. Leurs compositions chimiques analysées par un spectromètre d'émission optique sont présentées dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Composition chimique des alliages expérimentaux 356 (wt.%)

No.	Si	Fe	Mg	Mn	Ti	Cu	Sr	V	Zr	Mo	Al
0	7.3	0.13	0.36	0.18	0.19	0.61	0.01	-	-	-	Bal.
1	7.4	0.15	0.35	0.20	0.20	0.60	0.01	<b>0.28</b>	-	-	Bal.
2	7.2	0.13	0.35	0.18	0.19	0.59	0.01	-	<b>0.23</b>	-	Bal.
3	7.4	0.14	0.35	0.20	0.19	0.60	0.01	-	-	<b>0.31</b>	Bal.
4	6.8	0.12	0.33	0.20	0.19	0.60	0.01	<b>0.20</b>	<b>0.20</b>	<b>0.28</b>	Bal.

Pour chaque alliage, environ 3,5 kg de matériaux ont été fondus dans un creuset en argile-graphite à l'aide d'un four à résistance électrique. Le métal liquide a été maintenu à ~750 °C pendant 30 minutes, puis dégazé pendant 15 minutes avec de l'Ar haute pureté. Les cinq lots ont été affinés en grains en ajoutant l'alliage maître Al-5% Ti-1% B et modifiés par l'addition d'alliage maître Al-10% Sr. Le métal liquide a été versé dans le moule permanent préchauffé à 250 °C. Deux moules permanents différents ont été utilisés pour obtenir les différentes vitesses de refroidissement: l'un est un moule en acier permanent avec une faible

vitesse de refroidissement ( $\sim 2^\circ\text{C/s}$ ) et l'autre est un moule en cuivre permanent avec une vitesse de refroidissement élevée ( $\sim 10^\circ\text{C/s}$ ), comme le montre la Figure 3.1. L'échantillon du moule en acier était en forme de bloc en «Y» avec une dimension de  $80\text{ mm} \times 40\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ , qui a été désigné comme «Y» tandis que l'échantillon du moule en cuivre était la plaque mince d'une dimension de  $100\text{ mm} \times 80\text{ mm} \times 4,5\text{ mm}$  et désigné par «S».

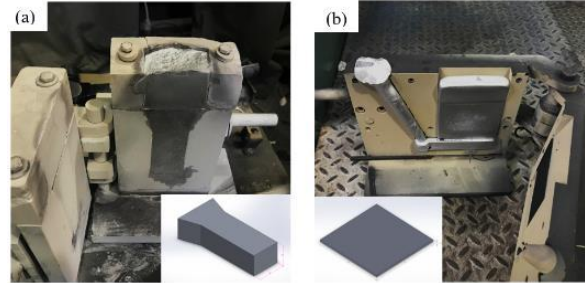


Figure 3.1 Dimension des moules de coulée du (a) bloc «Y» ( $80\text{ mm} \times 40\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ ); (b) Plaque en «S» ( $100\text{ mm} \times 80\text{ mm} \times 4,5\text{ mm}$ ).

Après la coulée, tous les échantillons ont été soumis à un traitement en solution en deux étapes ( $500^\circ\text{C}/2\text{h} + 520^\circ\text{C}/2\sim 12\text{h}$ ) comme le montre la Figure 3.2, pour évaluer les microstructures, la formation de dispersoïdes ainsi que les propriétés selon les littératures [1, 2]. Pour préparer les éprouvettes de traction, les alliages sont vieillis artificiellement à  $200^\circ\text{C}$  pendant 5 heures puis recuits à  $300^\circ\text{C}$  pendant 100 heures.

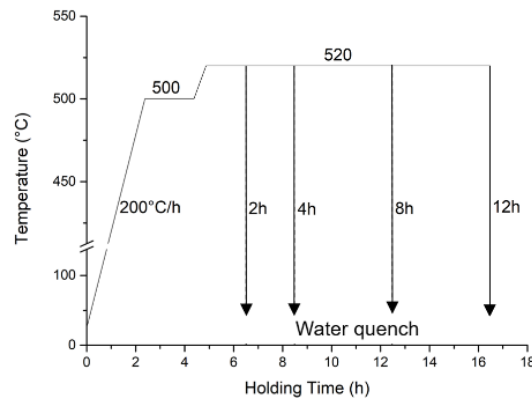


Figure 3.2 Procédures de traitement thermique de 356 alliages

### 3.1.2 224 alliages

Pour l'alliage moulé de type Al-Cu 224, cinq alliages avec différents ajouts de Zr, V et Sc ont été excogités dans la présente étude. Les résultats de l'examen de leurs compositions chimiques analysés par un spectromètre d'émission optique sont présentés dans le Tableau 3.2. Les alliages ont été préparés avec Al-50%Si, Al-25%Mn, Al-5%Ti-1%B, Al-50%Cu, Al-5%V, Al-15%Zr, Al-15%Sc alliages maîtres, Mg pur (99,9%) et aluminium pur commercial 1020 (99,6%). Pour chaque alliage, environ 3,2 kg de matériaux préparés ont été fondus et agités pour homogénéiser dans un creuset en argile graphite en utilisant un four à résistance électrique. Après avoir été maintenus à environ 750°C pendant 30 min avec une atmosphère protectrice pour dissoudre les éléments d'alliage, puis dégazés pendant 15 min avec du gaz Ar de haute pureté, les alliages ont été versés dans le moule en acier permanent préchauffé par gravité de 250°C (80 mm × 40 mm × 30 mm), le idem avec le bloc «Y» désigné sur la Figure 3.1.

Tableau 3.2 Composition chimique des alliages expérimentaux 224 (wt.%)

Alloys	Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Ti	Zr	V	Sc	Al
O	0.12	0.13	4.93	0.13	0.38	0.11	-	-	-	Bal.
A	0.1	0.13	4.95	0.11	0.36	0.1	<b>0.18</b>	-	-	Bal.
B	0.1	0.13	4.81	0.13	0.38	0.1	-	<b>0.25</b>	-	Bal.
C	0.08	0.13	4.65	0.12	0.35	0.09	<b>0.15</b>	<b>0.13</b>	-	Bal.
D	0.09	0.12	4.43	0.11	0.33	0.08	<b>0.15</b>	-	<b>0.16</b>	Bal.

Tous les alliages Al-Cu 224 ont été traités en solution avec un procédé en 2 étapes (495°C/2h + 523°C/10h) suivi d'une trempe à l'eau afin d'éviter une éventuelle fusion naissante des phases contenant du Cu [1]. Le vieillissement artificiel (200°C/4h) et suivi de 300°C/100h de stabilisation ont également été exécutés respectivement indiqués par T7 et T7A, comme le montre la Figure 3.3, pour préparer des éprouvettes de compression et de fluage.

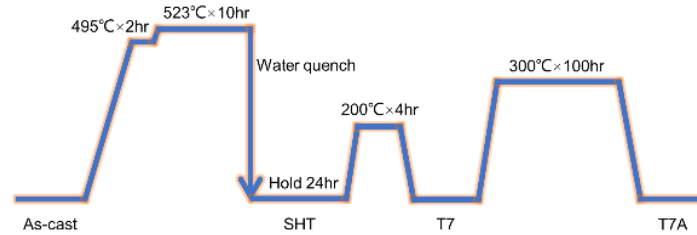


Figure 3.3 Représentation graphique des procédures de traitement thermique de 224 alliages

## 3.2 Caractérisation des matériaux

### 3.2.1 Métallographie

Pour l'observation métallographique, les échantillons après découpe ont été montés en utilisant un matériau de montage en poudre de graphite puis broyés consécutivement avec des papiers de verre SiC #120, #240, #320 et #500 avec de l'eau comme lubrifiant. Le polissage a été réalisé avec des suspensions DP de 6  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  avec du lubrifiant DP de Strues. Le polissage final a été effectué avec une suspension de silice colloïdale de 0,5  $\mu\text{m}$  avec de l'eau comme lubrifiant. Les échantillons polis ont été gravés avec une solution de 0,5% HF pendant 90 secondes pour révéler les dispersoïdes dans 356 alliages. Les échantillons EBSD peuvent être gravés avec les gravures de Keller pour obtenir une meilleure réponse.

### 3.2.2 Analyse de la microstructure

The brief microstructures including dendrites, intermetallic phases, dispersoid zone, etc. were observed with a metallurgical microscope (OM, Nikon ECLIPSE ME600L).

L'observation des phases intermétalliques et des dispersoïdes à fort grossissement ainsi que la détermination de la composition ont été effectuées sur un microscope électronique à balayage (SEM, JEOL JSM-6480LV) fonctionnant à 15kV ou 20kV avec une spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS, instrument Oxiford) . La granulométrie et la détection de phase structurale cristalline ont été réalisées avec un système de diffraction par rétrodiffusion électronique (EBSD, instrument HKL Oxiford) équipé sur le SEM.

Pour étudier en détail les dispersoïdes et les précipités, un microscope électronique à transmission (TEM, JEOL JEM-2100) fonctionnant à 200kV avec STEM-EDS a été utilisé. Les plaquettes de TEM perforées à 3mm de diamètre ont été broyées et polies à environ 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, suivies d'un double jet à 15V DC dans une solution d'acide nitrique à 30% et de méthanol à 70% avec une température contrôlée à environ -20 °C par l'azote liquide. Les logiciels d'analyse d'image CLEMEX PE 8,0 et ImageJ sont été utilisés pour effectuer des quantifications des dispersoïdes et des précipités sur la base des images numériques.

### 3.2.3 Propriétés mécaniques

La microdureté Vickers a été mesurée pour évaluer les propriétés à température ambiante. Les essais ont été réalisés par une machine d'essai de micro-dureté NG-1000 CCD avec une charge de 10g et un temps de séjour de 20s pour 356 alliages, une charge de 25g et un temps de séjour de 15s pour 224 alliages. 10 mesures ont été effectuées à la matrice  $\alpha\text{-Al}$  pour calculer la valeur de dureté moyenne pour chaque échantillon poli. La conductivité électrique a été mesurée par le dispositif d'essai de conductivité électrique Sigmascope SMP10 à température ambiante, avec l'unité% IACS.

Les essais de traction ont été menés à température élevée (300°C) avec le système d'essai thermomécanique Gleeble 3800 avec un taux de déformation réglé à  $0,001\text{s}^{-1}$  sur 356 alliages. Les alliages après traitement T7 (500°C/2h + 520°C/4h + 200°C/5h) puis de stabilisation (300°C/100h) ont été usinés pour être des «Subsize Specimens» d'épaisseur de  $4,0 \pm 0,1\text{mm}$  selon ASTM E8 [3], comme le montre la Figure 3.4.

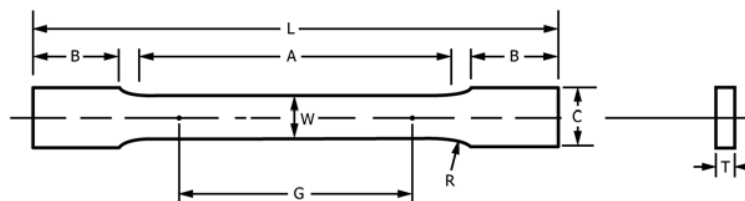


Figure 3.4 Dimensions des éprouvettes de traction ( $G=25,0\pm 0,1\text{ mm}$ ,  $W=6,0\pm 0,1\text{ mm}$ ,  $T=4,0\text{ mm}$ ,  $R=6\text{ mm}$ ,  $L=100\text{ mm}$ ,  $A=32\text{ mm}$ ,  $B=30\text{ mm}$ ,  $C=10\text{ mm}$ ).

Les essais de compression ont été réalisés à température ambiante et à 300°C avec le système Gleeble 3800 avec une déformation totale de  $\sim 0,4$  et une vitesse de déformation fixe de  $0,001\text{s}^{-1}$  sur 224 alliages traités T7 et T7A. Les échantillons ont été usinés en cylindres de 10,0 mm de diamètre et 15,0 mm de hauteur, comme le montre la Figure 3.5.

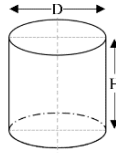


Figure 3.5 Dimensions des éprouvettes de compression et de fluage ( $H=15,0\pm 0,1$  mm,  $D=10,0\pm 0,1$  mm).

Des essais de fluage en compression ont été réalisés à 300 ° C pendant 100 heures avec une charge constante de 50 MPa sur des alliages 224-T7A. Chaque condition a été répétée trois fois. Les éprouvettes de fluage partagent la même dimension que les éprouvettes de compression du système Gleeble 3800 (Figure 3.5).