



Effets d'un vieillissement longue durée sur deux alliages d'aluminium de la série 2000

Nicolas Bello

► To cite this version:

Nicolas Bello. Effets d'un vieillissement longue durée sur deux alliages d'aluminium de la série 2000. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2018. Français. NNT : 2018TOU30301 . tel-02064738v2

HAL Id: tel-02064738

<https://hal.science/tel-02064738v2>

Submitted on 4 Dec 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

Présentée et soutenue le 29 Novembre 2018 par :

NICOLAS BELLO

**Effets d'un vieillissement longue durée sur deux alliages
d'aluminium de la série 2000**

JURY

Christine BLANC

Professeur, INP Toulouse

Présidente du jury

Alexis DESCHAMPS

Professeur, INP Grenoble

Rapporteur

Véronique MASSARDIER

Maître de Conférence, INSA Lyon

Rapporteur

Anne JOULAIN

Professeur, Université de Poitiers

Examinatrice

Joël DOUIN

Directeur de Recherche, CNRS

Directeur de Thèse

Céline LARIGNON

Chef de Projet, IRT Saint Exupéry

Co-Directrice de thèse

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED Science De la Matière : Physique de la matière

Unité de recherche :

CEMES, Université de Toulouse, CNRS (UPR 8011)

Remerciements

Après ces trois années au sein d'une structure en pleine croissance, je tiens à remercier messieurs Ariel Sirat et Gilbert Casamata. Merci de l'opportunité que vous m'avez offerte de travailler à vos côtés afin de faire grandir la belle idée qu'est l'IRT Saint Exupéry.

J'aimerais ensuite remercier les directeurs d'unité du laboratoire où une grande partie de ces travaux ont été réalisés. Je pense notamment à Alain Claverie, Virginie Serin ainsi qu'Etienne Snoeck et Alain Couret. Je vous suis reconnaissant de votre accueil au sein du CEMES, de l'Université de Toulouse et du CNRS, tant pour ma période de stage que pour ma thèse.



Pendant ces 3 années passées entre l'IRT et le CEMES, j'ai pu échanger et travailler avec beaucoup de personnes que je souhaite remercier.

Je pense tout d'abord à l'ensemble des membres du projet Metaltechnics, les premiers à avoir croisé ma route au sein de l'IRT : Claude, Benoit, Jonathan, Bertrand, Vincent R., Thierry et Lucie. Je compte garder longtemps en mémoire les réunions d'équipe ou encore les différents conseils que vous avez pu me donner. J'espère que l'on fera toujours quelques apéros ! Je désire également remercier ceux et celles, du domaine Matériaux notamment (Plateformes incluses), avec qui j'ai pu échanger scientifiquement ou non : Laure, Thomas, Pablo, Hélène, Cédric, Vivien, Antoine (le grand), Antoine (le petit), et bien d'autres encore.

J'ai de plus une pensée pour toutes celles et ceux qui assurent des fonctions parfois invisibles mais néanmoins indispensables : Jennifer, Morgane, Sophie, Fadila, Carole, Laurent, le service informatique, ...

Je veux ensuite faire un clin d'œil spécial aux collègues, amis et co-bureaux thésards : Antoine (le thésard), Saber, Pierre, Vincent B., Marie, Marion, Vincent R., ...

Ma reconnaissance va tout particulièrement à Thomas Delsol et Simon Pérusin. Merci à toi Thomas d'avoir suivi ma thèse pendant quelques mois et de m'avoir beaucoup apporté, notamment en matière d'organisation. Merci à toi Simon pour le recul que tu as pu m'apporter sur mes travaux et tes conseils toujours justes et avisés. C'était un plaisir de travailler au sein de ton équipe.

Je remercie aussi toutes les personnes que j'ai pu croiser lors de ces années à l'IRT. J'espère que vous pourrez garder dans vos nouveaux locaux la complicité que nous avons dans les pré-fabriqués !

« Faites que le rêve dévore votre vie afin que la vie de dévore pas votre rêve. » - Antoine de Saint-Exupéry

Je désire à présent remercier l'ensemble des personnes du CEMES. Ces 45 mois au sein de cette structure ont été extrêmement agréables et riches d'échanges et de rencontres. Dès les premiers jours, vous avez su me mettre en confiance et avez toujours su prendre mes opinions, mes propositions et mon avis en considération. J'espère que vous garderez cette dynamique pendant encore longtemps !

Merci aux membres du groupe de recherche PPM !

- Marc : pour les discussions toujours intéressantes et enrichissantes sur la technologie, les thésards, les fournitures, Boston...
- Lise : pour les conseils, les poèmes toujours avisés (« c'est un alexandrin » - Astérix & Obélix : Mission Cléopâtre)
- Fred & Jean-Philippe : pour l'organisation des Plastalks, je m'avoue vaincu pour le concours de consommation de café !
- Daniel : pour avoir maintenu les rations de café malgré la consommation outrageuse de l'équipe !

Je n'oublie certainement pas Florence et Muriel !

Merci à toi Florence pour la confiance que tu m'as accordée depuis les premières années d'Université en cours puis en stage. Je ne pense pas oublier les cours en Einstein où le surnom - fièrement porté - de Monsieur Mac m'a été attribué :-). Merci à toi Muriel d'avoir accepté que je partage ton bureau quelques temps, j'aurais aimé que ça dure plus long- temps !

Merci à toutes les deux de m'avoir fait mettre un pied au CEMES et fait découvrir l'univers des dislocations ! C'est avec beaucoup de plaisir que j'ai passé tous ces mois à vos côtés, à Toulouse, mais aussi à l'étranger ;-) !

Comme j'ai déjà pu l'écrire, j'ai eu l'opportunité de travailler avec beaucoup de personnes du laboratoire et je tiens à les remercier sincèrement, surtout pour leur patience - entre le nombre d'échantillon à préparer et à observer... - mais aussi pour leur réconfort lors des différents coups durs.

Merci à vous !

Par service,

Service Mécanique : Pierre, Olivier et Bertrand. Merci à vous pour votre disponibilité, le nombre - presque indécent - d'éprouvettes que vous avez réalisé et surtout la bonne humeur avec laquelle vous m'avez toujours accueilli.

Service Microscopie : Cécile, Florent et Sébastien. Merci à vous trois pour les formations, les conseils, les discussions, les balades en France ou à l'étranger !

Service Prépa : Robin, Dominique et Cathy. Merci à vous pour votre disponibilité, le nombre - cette fois ci totalement indécent - de parfaites éprouvettes qui ont permis de faire de si belles images. Merci à vous !

Merci également à ceux qui sont intervenus ponctuellement : David, Christophe... Merci à toi David pour les ATD, j'aurai aimé avoir plus de temps pour les travailler davantage. Merci Christophe pour toutes ces discussions et pour les essais mécaniques. J'espère qu'il va servir ce banc de traction !

Je souhaite remercier tout particulièrement les microscopistes du laboratoire - et tous ceux que j'ai pu rencontrer par ailleurs - pour leurs conseils et accueil au sein de cette - petite - communauté ! J'espère pouvoir être présent au(x) prochain(s) QEM ! Merci à Bénédicte, Aurélien, Christophe, Raphael, ... C'était fun Microscopy !

Merci également aux doctorants et post-doctorants du laboratoire pour leur sourire et les discussions interminables sur « Comment changer le monde en 3 leçons ? ». À ceux qui sont en train de terminer j'aimerais dire : « ne vous inquiétez pas, en vrai ça ira ! ». Pour les autres, merci de m'avoir supporté, surtout sur la fin... Merci à vous, Elie, Arthur, Winnie, Soumaya, Roberta, Giuseppe, Adriana, Peter, Xavier, Barth, Julien, Guillaume, Melvyn, Ségolène, Mia, Romain, Gautier, Ariane, David, Raphael, ...

« There is a fine line between wrong and visionary... Unfortunately, you have to be a visionary to see it. » - Sheldon Cooper in The Big Bang Theory.

Je veux également exprimer toute ma gratitude aux personnes autour de moi, mes amis et ma famille qui ont été là tout au long de ces trois années. Mais aussi ceux qui étaient des collègues et qui sont maintenant des amis. Je ferai tout mon possible pour maintenir ces amitiés - qui me sont chères - et pour rendre plus perméables les cercles différents dans lesquels vous évoluez à mes côtés.

MERCI À VOUS !

« - *Je suis riche maman ! - Ah oui ? - Oui j'ai plein d'amis !* »
- *Nicolas Bello, 10 ans.*

Je tiens à remercier les membres du jury en commençant par les rapporteurs Alexis Deschamps et Véronique Massardier. Merci à vous deux d'avoir accepté d'évaluer mon travail de thèse et d'avoir apporté vos connaissances sur les alliages d'aluminium et les vieillissements thermiques sur de tels matériaux. Vos commentaires et nos discussions m'ont permis d'agréments mon manuscrit et d'enrichir mes interprétations. Je remercie ensuite mes examinatrices Anne Joulain et Christine Blanc, qui était également présidente du jury, d'avoir évalué mon travail de thèse et d'avoir participé aux discussions qui ont suivi la soutenance.

Enfin, je remercie mes directeurs de thèse Céline Larignon et Joël Douin.

La thèse de doctorat étant ce qu'elle est, il est aujourd'hui rare de trouver des jeunes docteurs qui, s'ils avaient la possibilité de la reprendre à zéro, choisiraient de faire exactement la même thèse dans les mêmes conditions. C'est pourtant mon cas. J'ai déjà eu l'occasion de le dire mais si c'était à refaire je ne changerais rien, et surtout pas le cadre dans lequel j'ai effectué ma thèse ni mes directeurs de thèse. Merci à vous deux pour ces 3 années !

Merci de la confiance que vous avez su m'accorder dès le début de ma thèse et qui m'a permis de gagner rapidement en autonomie et de m'approprier le sujet. Merci à Céline de m'avoir intégré au projet à l'IRT. Cette dimension projet était très importante pour moi et c'est quelque chose que j'ai beaucoup apprécié au sein de l'IRT.

Je terminerai en vous disant que vous m'avez apporté beaucoup lors de ces trois années et qu'il est assez rare de rencontrer des personnes aussi exceptionnelles. C'était un honneur et un privilège pour moi de faire ma thèse avec vous !

Merci Céline !

Merci Joël !

*A vous qui avez fait et qui faites de moi la personne que je suis aujourd'hui.
A vous qui n'avez fait que passer dans ma vie, vous qui l'avez définitivement quittée et
vous qui êtes encore présents aujourd'hui.*

Introduction

L'IRT Saint Exupéry, au sein duquel cette thèse s'inscrit, fait partie des 8 Instituts de Recherche Technologique (IRT) français. Ces instituts ont pour objectif de faciliter le transfert technologique entre les laboratoires de recherche et les industries. Ainsi, l'Institut de Recherche Technologique Aéronautique, Espace et Systèmes Embarqués appelé IRT Saint Exupéry, vise à faire progresser la recherche de laboratoire vers la recherche industrielle dans les domaines des matériaux multifonctionnels et hautes performances, des systèmes embarqués et de l'aéronef plus électrique.

C'est au sein du domaine des matériaux multifonctionnels et hautes performances dans le pôle des Matériaux Métalliques et Procédés (MMP) et plus particulièrement, au sein du projet Metaltechnics que ce travail de thèse a été réalisé. Le projet Metaltechnics a pour principaux objectifs d'étudier les alliages métalliques de titane et d'aluminium afin d'augmenter leurs performances en termes de tenue à la fissuration, au vieillissement ou encore à la température. Au sein de ce projet, plusieurs membres industriels et académiques sont présents :

- | | |
|--|--|
| ❖ Airbus (Commercial Aircrafts & Defence and Space), | ❖ Timet, |
| ❖ Thales Alenia Space, | ❖ Element (anciennement Exova), |
| ❖ Tomoadour, | ❖ Aubert & Duval, |
| ❖ Esteve, | ❖ Ecole Nationale d'Ingénieur de Tarbes, |
| ❖ 3A (Applications Additives Avancées entreprise pilotée par AddUp), | ❖ CNRS (sites du CEMES, Toulouse et de l'institut P', Poitiers). |

C'est donc au sein de ce projet que cette thèse sur les effets d'un vieillissement sur les alliages d'aluminium de la série 2000 s'inscrit. Les problématiques industrielles développées lors de ces travaux sont l'allègement et la diminution des coûts des structures primaires d'aéronefs.

En effet, aujourd'hui les améliorations sur les aéronefs sont des améliorations structurales qui ont pour objectif de diminuer les coûts tant pour les avionneurs, via des matériaux moins chers plus facilement usinables, que pour les compagnies aériennes, via des coûts en services moindre grâce à de nouveaux moteurs ou des matériaux plus légers qui permettent de réduire les consommations de carburant. Les évolutions sur les structures d'aéronefs des dernières décennies ont cependant amené les industriels à choisir des matériaux plus résistants en température, principalement en raison de l'augmentation de la température de fonctionnement des moteurs, de l'augmentation des vitesses de vols... Naturellement, les avionneurs se sont tournés vers des matériaux métalliques robustes à plus haute température laissant, ce faisant, de côté les alliages d'aluminium.

Malgré la légèreté des alliages d'aluminium, leur tenue mécanique à des températures de plus de 100°C maintenues pendant 10000h sont très limitées, Figure I-1. Même si l'histoire de l'aviation civile a connu des alliages d'aluminium certifiés pour voler à plus de 100°C, comme pour l'alliage Concorde, aujourd'hui sur des structures primaires, elles restent limitées à des températures maximales de 80°C.

L'objectif de ce travail de thèse est de montrer qu'il est possible d'augmenter la température en service des pièces primaires en alliages d'aluminium. Augmenter cette température peut permettre aux avionneurs de remplacer des alliages de titane actuellement utilisés là où les

contraintes ne sont que thermiques et non mécaniques. Un des objectifs de ces travaux étant de fournir aux membres industriels une partie des informations quantitatives nécessaire à la qualification d'alliages métalliques pour des applications structurales lors de sollicitations en température maintenue.

Afin de répondre à cette problématique, l'influence de vieillissements longs sur des alliages d'aluminium de la série 2000 est étudiée. Cette série présente de meilleures propriétés mécaniques après une longue exposition en température, Figure I-1. Ainsi, dans une pré-étude à ces travaux de thèse, l'influence d'un vieillissement de 1000h à 200°C a été réalisé et a montré des comportements très différents et peu attendus entre des alliages récents développés pour des utilisations en température et des alliages plus anciens. C'est cette différence de comportement qui est développée dans ce manuscrit et étendue jusqu'au comportement des alliages jusqu'à 10000 heures de vieillissement à 200°C.

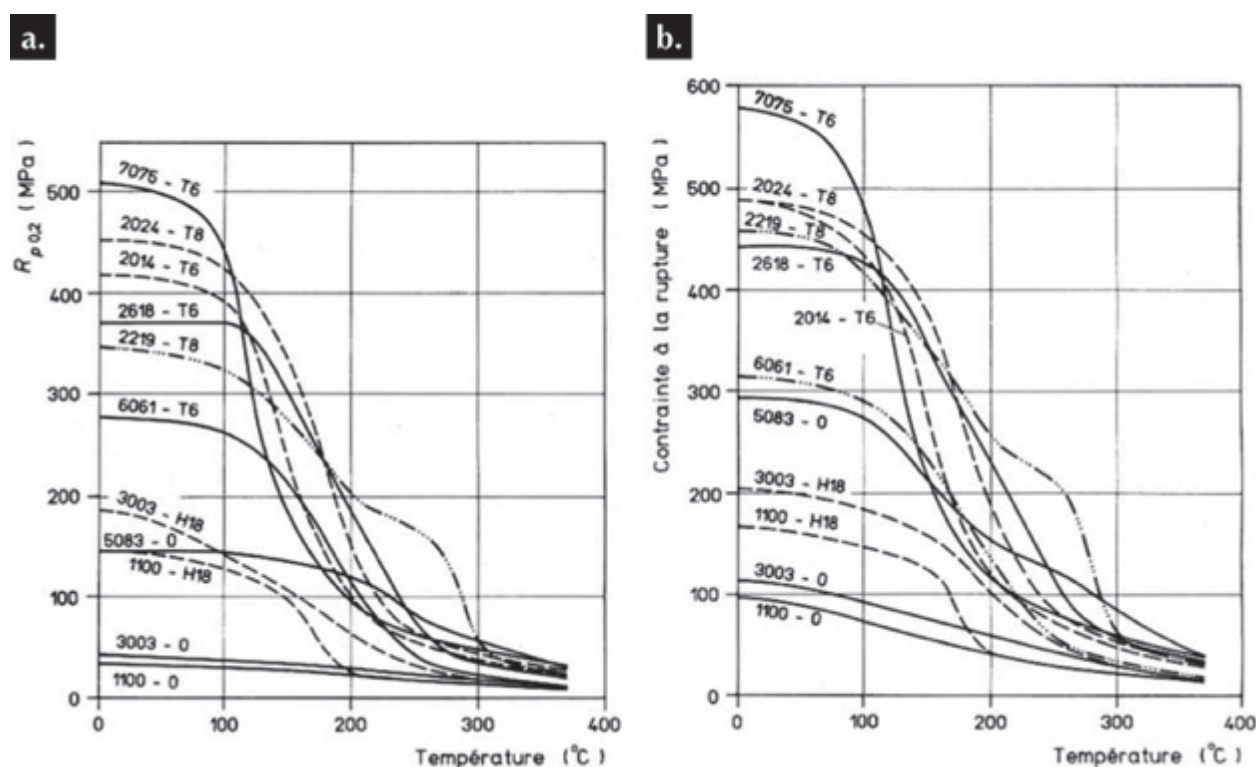


Figure I-1. Évolution de a. la limite élastique et b. la contrainte à la rupture de plusieurs alliages d'aluminium après 10000h d'exposition à la température indiquée (Develay 1992). (Note : les informations sur les conditions expérimentales d'obtention de ces courbes ne sont pas disponibles, et semblent même inconnues de la société Pechiney qui a financé cette étude à l'époque).

Pour caractériser les évolutions des nuances étudiées, différentes techniques et échelles d'observations sont considérées. Ainsi des essais mécaniques macroscopiques et des observations multi-échelles à l'aide de techniques de microscopies conventionnelles et électroniques sont utilisés.

Une majorité des travaux d'observations multi-échelles ont été réalisées au CEMES, Université de Toulouse, CNRS (UPR8011 : Centre d'Élaboration des Matériaux et d'Étude Structurales). Anciennement appelé Laboratoire d'Optique Électronique (LOE créé en 1957 par le professeur Gaston Dupouy), ce laboratoire est principalement connu pour ces travaux en Microscopie Électronique en Transmission. Cette technique est indispensable pour l'observation des alliages d'aluminium de la série 2000. C'est, en effet, à l'échelle nanométrique que les éléments permettant de donner à ces alliages des propriétés mécaniques appréciables pour des utilisations aéronautiques sont observables. Une

majeure partie des observations MET sont donc réalisées au sein de ce laboratoire dans le groupe de recherche sur la Physique de la Plasticité et Métallurgie (PPM).

Afin de répondre aux diverses problématiques, ce manuscrit s'articule autour de cinq chapitres.

Dans un premier temps, l'intérêt est porté sur l'état de l'art des alliages d'aluminium. Ce chapitre présente les généralités sur les alliages d'aluminium et se concentre ensuite sur les alliages de la série 2000, et plus particulièrement sur les nuances 2050-T84 et 2219-T851. L'effet de la température sur les propriétés et les évolutions des microstructures sont également abordés au sein de ce chapitre.

A la suite de ce chapitre, les différentes méthodes et techniques utilisées pour ce travail sont décrites au sein du Chapitre II. Les techniques de préparation, d'observation et de caractérisation sont abordées.

Le Chapitre III présente les nuances 2219-T851 et 2050-T84 dans leurs états de réception. La caractérisation des propriétés mécaniques, des microstructures ainsi que le comportement thermique est effectuée dans ce chapitre.

L'influence d'un premier vieillissement de 1000h à 200°C sur les propriétés mécaniques, les microstructures et le comportement thermique des nuances 2219 et 2050 est traitée dans le Chapitre IV. Ce chapitre présente les résultats de la pré-étude réalisée sur quatre nuances déjà certifiées pour être utilisées sur des avions. Les nuances 2219-T851, 2618-T851, 2050-T84 et 2122-T851 qui semblaient les plus prometteuses et qui sont déjà employées à de plus faibles températures sur des structures d'avions ont été sélectionnées afin d'effectuer une pré-étude sur l'influence du vieillissement. L'objectif de cette pré-étude est de déterminer l'abaissement des propriétés mécaniques des nuances sélectionnées.

Les résultats de cette pré-étude ont pu faire ressortir des variations nettes de comportement vis-à-vis de la température, et particulièrement un comportement très distinct pour deux des nuances étudiées. En effet, il a été possible d'observer que le 2050-T84 a une très faible tenue au vieillissement thermique contrairement au 2219-T851. A l'issue de la pré-étude, l'objectif de la thèse a pu être consolidé. Nous nous sommes concentrés sur la compréhension des différents changements de la microstructure qui permettent d'expliquer les comportements des deux nuances d'intérêt présentant des réponses au vieillissement très différentes : le 2219-T851 et le 2050-T84.

Par la suite, c'est l'influence d'un vieillissement plus long qui est présentée dans le Chapitre V. Ce chapitre, découpé en deux parties, présente l'influence d'un vieillissement allant jusqu'à 10000h à 200°C respectivement sur les nuances 2050 et 2219. Les évolutions de la microstructure à différentes échelles d'observations ainsi que les évolutions des propriétés mécaniques sont présentées. Dans ces chapitres, un intérêt particulier est porté sur le lien entre les évolutions des microstructures et des propriétés mécaniques.

Sommaire

CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	29
CHAP I. 1. GENERALITES SUR LES ALLIAGES D'ALUMINIUM	31
I. 1 - 1. METHODE D'ELABORATION	31
I. 1 - 2. COMPOSITIONS ET NOMENCLATURES DES NUANCES	31
CHAP I. 2. NUANCES ETUDIEES LORS DE LA THESE	35
CHAP I. 3. MICROSTRUCTURE	37
I. 3 - 1. MICROSTRUCTURE A L'ECHELLE DU GRAIN	37
a. Taille et orientation des grains	37
b. Précipités micrométriques	38
I. 3 - 2. MICROSTRUCTURE FINE	39
a. Les précurseurs : GP, GPB-zones et GP _{T1}	40
b. La phase de type θ – Al ₂ Cu (cas des alliages Al-Cu)	42
c. La phase S	44
d. La phase T ₁	45
e. Les autres phases	46
f. Propriétés cristallographiques des précipités nanométriques	47
CHAP I. 4. PROPRIETES MECANIQUES	52
I. 4 - 1. PROPRIETES MECANIQUES A TEMPERATURE AMBIANTE	52
a. Essais statiques	52
b. Interaction des dislocations avec la microstructure	54
c. Fatigue	58
I. 4 - 2. ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES EN TEMPERATURE	60
CHAP I. 5. COMPORTEMENT DES ALLIAGES D'ALUMINIUM LORS DE L'APPLICATION D'UNE TEMPERATURE	62
I. 5 - 1. COMPORTEMENT THERMIQUE DES ALLIAGES	62
I. 5 - 2. ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES	67
I. 5 - 3. ÉVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES	71
a. Échelle intermédiaire	71
b. Évolution des nano-précipités	73

CHAPITRE II. MATERIELS ET METHODES	77
CHAP II. 1. VIEILLISSEMENT ET ANALYSES THERMIQUES	79
II. 1 - 1. VIEILLISSEMENT	79
II. 1 - 2. ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE	80
CHAP II. 2. ESSAIS MECANQUES	80
II. 2 - 1. SOLLICITATIONS MONOTONES	80
II. 2 - 2. SYNTHÈSE DE L'ENSEMBLE DES ESSAIS MECANQUES RÉALISÉS SUR LES NUANCES ÉTUDIÉES	82
CHAP II. 3. OBSERVATIONS MICROSTRUCTURALES	84
II. 3 - 1. MICROSCOPIE PHOTONIQUE	84
a. Préparation d'échantillons	84
b. Détermination de la taille de grains	85
II. 3 - 2. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE	85
a. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back-Scattered Diffraction)	86
b. Détermination des dimensions des précipités intermétalliques grossiers	86
c. EDS	87
II. 3 - 3. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION	88
b. Préparation d'échantillons	88
c. Microscopie conventionnelle pour l'observation des défauts, MET-C	89
d. Microscopie à haute résolution, MET-HR	90
e. Analyses chimiques, MET-B et EDX	91

CHAPITRE III. NUANCES A RECEPTION	95
CHAP III. 1. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE	97
III. 1 - 1. MICROSCOPIE PHOTONIQUE	97
III. 1 - 2. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE	100
III. 1 - 3. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION	103
CHAP III. 2. PROPRIETES MECANQUES EN TRACTION	107
III. 2 - 1. ESSAIS REALISES A TEMPERATURE AMBIANTE	107
III. 2 - 2. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE L'ESSAI	110
III. 2 - 3. INTERACTION ENTRE LES DISLOCATIONS ET LES PRECIPITES	112
CHAP III. 3. COMPORTEMENT THERMIQUE	114
III. 3 - 1. ANALYSES THERMIQUES DIFFERENTIELLES	114
a. Pics de fusion et de solidification	115
b. Dissolution et formation de la phase θ	115
c. Pics entre 550 et 650°C	115
d. Pics entre 300 et 500°C	116
III. 3 - 2. MET IN SITU EN TEMPERATURE	118
a. 2219-T851	118
b. 2050-T84	120
c. Comparaison entre les essais <i>in situ</i> et les analyses thermiques différentielles	122
CHAP III. 4. PRINCIPALES CONCLUSIONS	123

CHAPITRE IV. INFLUENCE D'UNE EXPOSITION DE 1000H A 200°C DES NUANCES 2050-T84 ET 2219-T851

127

CHAP IV. 1. ÉVOLUTIONS DES MICROSTRUCTURES

129

IV. 1 - 1. MICROSCOPIE PHOTONIQUE 129

IV. 1 - 2. ÉVOLUTION DES PRECIPITES INTERMETALLIQUES GROSSIERS 130

a. 2219 130

b. 2050 132

IV. 1 - 3. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE FINE DES NUANCES 133

a. Évolutions de la microstructure fine de la nuance 2219 133

b. Évolutions de la microstructure fine de la nuance 2050 134

CHAP IV. 2. ÉVOLUTIONS DES PROPRIETES MECANIQUES

138

IV. 2 - 1. ÉVOLUTIONS DES PROPRIETES MECANIQUES A TEMPERATURE AMBIANTE 138

a. 2219 139

b. 2050 144

IV. 2 - 2. ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES LORS DES ESSAIS REALISES EN TEMPERATURE 148

CHAP IV. 3. ÉVOLUTION DU COMPORTEMENT THERMIQUE

152

IV. 3 - 1. PICS DE FUSION ET DE SOLIDIFICATION 152

IV. 3 - 2. DISSOLUTION ET FORMATION DE LA PHASE θ 153

IV. 3 - 3. AUTRES PICS 153

CHAPITRE V. EFFETS LIES A UN VIEILLISSEMENT ALLANT JUSQU'A 10000H A 200°C

155

CHAP V. 1. ÉVOLUTIONS DE LA NUANCE 2050	157
V. 1 - 1. ÉVOLUTION DES MICROSTRUCTURES	157
a. Évolution des précipités intermétalliques grossiers	157
b. Évolution de la microstructure fine des alliages	160
c. Détermination de la taille de grains	167
V. 1 - 2. ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANQUES DU 2050	168
V. 1 - 3. CONCLUSIONS	170
CHAP V. 2. ÉVOLUTION DE LA NUANCE 2219	171
V. 2 - 1. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE	171
a. Évolution des précipités intermétalliques grossiers	171
b. Évolution de la microstructure fine de la nuance 2219	174
V. 2 - 2. ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANQUES	178
V. 2 - 3. CONCLUSIONS	181
CHAP V. 3. SYNTHÈSE DES CHAPITRES PRÉCÉDENTS	182
V. 3 - 1. SYNTHÈSE DES ÉVOLUTIONS DE LA NUANCE 2050-T84	182
V. 3 - 2. SYNTHÈSE DES ÉVOLUTIONS SUR LA NUANCE 2219-T851	183

CHAPITRE VI. CONCLUSIONS	185
CHAP VI. 1. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DE LA THESE	185
VI. 1 - 1. <i>STABILITE DES PRECIPITES θ'.</i>	185
VI. 1 - 2. <i>ÉVOLUTIONS DES PRECIPITES INTERMETALLIQUES GROSSIERS.</i>	185
VI. 1 - 3. <i>ÉVOLUTIONS DES PROPRIETES MECANIQUES ET MECANISMES DE MICRO-PLASTICITE</i>	186
VI. 1 - 4. <i>PERSPECTIVES DES TRAVAUX.</i>	186
CHAP VI. 2. PERSPECTIVES INDUSTRIELLES	187
CHAPITRE VII. ANNEXE	191
CHAP VII. 1. MATERIELS ET METHODES	192
CHAP VII. 2. RESULTATS DES ESSAIS MECANIQUES SOUS SOLLICITATIONS CYCLIQUES	193
VII. 2 - 1. <i>ESSAIS MECANIQUES EN FISSURATION</i>	193
a. <i>Sollicitations à température ambiante</i>	193
b. <i>Influence de la température et du vieillissement sur la propagation de fissure du 2219-T851</i>	196
c. <i>Influence de la température et du vieillissement sur la propagation de fissure du 2050-T84</i>	197
VII. 2 - 2. <i>PROPRIETES EN FATIGUE</i>	198
a. <i>Influence de la température sur le comportement en fatigue</i>	199

Chapitre I.

Étude bibliographique

L'objectif de ce chapitre est de dresser un état de l'art sur les alliages d'aluminium pour une utilisation en température. En effet, les utilisations envisagées pour ces alliages se situent dans des zones continuellement exposées à des températures modérées comprises entre 80 et 200°C. Une attention particulière est portée sur les alliages de la série 2000 et plus particulièrement sur les nuances 2219 et 2050 qui font l'objet de ce travail. Ce chapitre se divise en trois parties.

La première partie dresse les généralités sur les alliages d'aluminium de leur élaboration à l'obtention du semi-produit. Elle se découpe en deux paragraphes où l'intérêt est porté sur les méthodes d'élaboration et les matériaux étudiés dans le cadre de ce travail de thèse. La deuxième partie s'intéresse plus particulièrement aux spécificités des alliages de la série 2000 étudiés : la nuance 2219-T851 et 2050-T84. Dans cette partie, les microstructures observées aux différentes échelles ainsi que les propriétés mécaniques des nuances à l'état brut de réception sont décrites. Enfin, une troisième partie s'intéresse à l'état de l'art concernant les applications en température pour les alliages d'aluminium de cette série. Cette partie permet de déterminer les éléments susceptibles d'évoluer lors d'une utilisation en température

Chap I. 1. Généralités sur les alliages d'aluminium

Cette partie succincte s'intéresse à l'élaboration des alliages d'aluminium et plus particulièrement à l'obtention du semi-produit utilisé pour les différentes études présentées dans ce document. Elle se découpe en deux parties l'une porte sur les méthodes d'élaboration des alliages et la seconde sur les nomenclatures utilisées pour décrire les alliages d'aluminium.

I. 1 - 1. Méthode d'élaboration

Après l'extraction de l'oxyde d'aluminium, appelé alumine, de la bauxite, celui-ci est réduit afin d'obtenir l'aluminium. Des éléments d'addition sont ajoutés en fonction de la nuance et des propriétés désirées.

En fonction de l'application, il existe deux types de formulation : les alliages destinés à être corroyés et ceux destinés à être fondus. Les alliages d'aluminium corroyés sont formulés de manière à faciliter la déformation à chaud (le laminage pour l'obtention de tôles, par exemple) alors que les alliages pour fonderie sont formulés afin d'obtenir une bonne coulabilité (pièces finies) (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003).

Il est alors possible de distinguer deux méthodes de référencement des alliages selon qu'ils appartiennent à la famille des produits corroyés (xxxx) ou de fonderie (xxx.x). Seuls les alliages corroyés sont étudiés dans le cadre de ce travail. De par leurs propriétés mécaniques globalement supérieures, ces derniers sont privilégiés pour la majorité des cas d'applications pour des éléments de structures aéronautiques.

I. 1 - 2. Compositions et nomenclatures des nuances

Le Tableau I-1 donne la nomenclature utilisée pour le référencement des différentes séries d'alliages d'aluminium, les séries sont définies avec l'élément majoritaire. Pour les alliages corroyés, le deuxième chiffre permet de suivre l'évolution d'une nuance (par exemple l'alliage d'aluminium (AA) 2219 est la seconde évolution de la nuance 2019). En outre, la particularité de la série 1XXX est que les deux derniers chiffres donnent la teneur en aluminium de l'alliage : 1050 : 99,50% d'aluminium.

Depuis la découverte d'Alfred Wilm en 1906 (Hardouin Duparc 2005), certaines séries d'alliages d'aluminium, appelées alliages à durcissement structural, sont connues pour pouvoir être durcies par traitement thermique. C'est le cas des séries 2000, 6000 et 7000. La formulation chimique de ces alliages permet la précipitation de fines structures ordonnées qui jouent un rôle primordial dans la capacité du matériau à se déformer en interagissant avec les dislocations.

De plus, avec les différentes techniques de mise en œuvre, par exemple sous forme de billettes ou de plaques après une coulée semi-continue verticale, les nuances possèdent des contraintes internes. L'existence de ces contraintes dans les billettes a été observée par diffraction des neutrons ou par des modélisations thermomécaniques (Drezet and Pirling 2014; Drezet, Evans, and Pirling 2011). Les auteurs ont montré que ces contraintes étaient principalement dues à la coulée semi-continue qui induit des gradients de températures importants sur l'ensemble de la pièce. Des procédés comme le laminage permettant l'obtention de tôles de différentes épaisseurs induisent également des contraintes. Ce sont les différents traitements thermomécaniques qui suivent la mise en forme qui permettent de réduire ces contraintes.

Il est possible de distinguer différentes étapes de transformations qui sont décrites par des lettres suivies de numéros comme le montrent les Tableaux I-2, I-3 et I-4 en accord avec la norme NF EN 515.

Séries d'alliages corroyés	Éléments d'alliages principaux	Séries d'alliages de fonderie	Éléments d'alliages principaux
1XXX	Aucun (99% d'aluminium minimum)	1XX.X	99% d'aluminium minimum
2XXX	Cuivre	2XX.X	Cuivre
3XXX	Manganèse	3XX.X	Silicium + cuivre et/ou magnésium
4XXX	Silicium	4XX.X	Silicium
5XXX	Magnésium	5XX.X	Magnésium
6XXX	Magnésium et silicium	7XX.X	Zinc
7XXX	Zinc	8XX.X	Autres éléments
8XXX	Autres éléments	9XX.X	Autres éléments

Tableau I-1. Désignation des alliages d'aluminium (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012a) Traitements thermiques / thermomécaniques.

Lettre	Signification
F	<u>État brut de fabrication</u> : Cette désignation s'applique pour les produits n'ayant pas subi de transformations ou traitements thermiques.
O	<u>État recuit</u> : Cette désignation s'applique pour les produits ayant subi un traitement thermique, ce qui donne les propriétés de résistance les plus faibles afin d'améliorer la ductilité et la stabilité dimensionnelle en diminuant les contraintes internes du matériau.
H	<u>État durci par écrouissage (spécifique aux familles 1000, 3000, 5000 et 8000)</u> : Cette désignation s'applique pour les produits écrouis par déformation à froid qui peut être suivie d'un traitement thermique, ce qui diminue la résistance en partie. La lettre H est toujours suivie de deux chiffres (Tableau I-3).
W	<u>État trempé après mise en solution</u> : État instable qui n'est appliqué que sur des alliages qui vieillissent spontanément à température ambiante.
T	<u>État traité thermiquement (spécifique aux familles 2000, 6000 et 7000)</u> : Afin d'avoir un état stable après mise en solution (autre que F, O et H). La lettre T est toujours suivie d'un ou plusieurs chiffres (Tableau I-4).

Tableau I-2. Désignation de l'état de livraison (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b).

<i>Le premier chiffre après H désigne le traitement de base</i>	
H1 – Uniquement écroui	H3 – Écroui et stabilisé
H2 – Écroui et partiellement recuit	H4 – Écroui et verni ou laqué
<i>Le deuxième chiffre après H désigne le degré d'écrouissage</i>	
HX2 – 1/4 dur	HX8 – 4/4 dur (pleinement écroui)
HX4 – 1/2 dur	HX9 – Extra dur
HX6 – 3/4 dur	

Tableau I-3. Subdivisions de H – écrouissage (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b)

	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9	T10
Mise en solution			X	X		X	X	X	X	
Transformation à chaud	X	X			X					X
Écrouissage		X	X					X		X
Vieillissement naturel	X	X	X	X						
Vieillissement artificiel					X	X	X*	X	X	X
Écrouissage									X	

*Surrevenu = stabilisé

T7X : pour les états T7, le deuxième chiffre indique le degré de surrevenu. Ce chiffre va de 9 (faiblement surrevenu) à 3 (surrevenu maximum).

Traitements supplémentaires

TX51 ou TXX51 : détensionnement par traction

TX52 ou TXX52 : détensionnement par compression

Tableau I-4. Subdivisions de T – Traitement thermique dans l'ordre chronologique (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b).

La première étape du traitement thermique consiste à dissoudre les précipités dans la matrice d'aluminium et ainsi former une solution solide sursaturée (SSS). Il s'agit de la **mise en solution**. Cette étape est suivie d'une trempe qui a pour but de figer la microstructure. C'est à la suite de cette trempe que les zones de Guinier Preston (Guinier 1938; Preston 1938) se forment.

L'**écrouissage avant le vieillissement** sert à générer des dislocations qui seront un lieu privilégié pour la germination des précipités durcissants (An et al. 2012).

Lors du **vieillissement, naturel** (à température ambiante pour des durées relativement longues) ou **artificiel** (à plus haute température pendant des durées plus courtes), le but est de faire croître les différents précipités.

Enfin, un dernier **écrouissage** permet de durcir l'alliage en y introduisant des dislocations, qui vont pouvoir interagir avec les dislocations mobiles : c'est le mécanisme de durcissement dit par la forêt.

Le détensionnement par traction ou par compression n'est pas qualifié d'écrouissage. En effet, dans le cas d'un détensionnement des dislocations sont introduites dans le matériau pour diminuer les contraintes internes liées aux procédés de fabrication, ces dislocations ne sont pas là pour durcir le matériau. Ce traitement est la dernière étape de mise en forme du semi-produit et est appliqué en plus des traitements Tx. (Colombié 2008)

Chap I. 2. Nuances étudiées lors de la thèse

Dans le cadre de ce travail de thèse, deux nuances ont été retenues : le 2219-T851 et le 2050-T84. Les deux nuances étudiées se trouvent dans deux états métallurgiques différents. La nuance 2219-T851 a été mise en solution (à 535°C), écrouie (écrouissage de l'ordre de 4%) puis vieillie entre 5 et 48h à des températures comprises entre 93 et 191°C (brevet n°US20160047022A1). Ces traitements correspondent à l'état T8. Cette nuance a ensuite subi un détensionnement par traction compris entre 1 et 3%. L'alliage 2050-T84 a, quant à lui subi, les mêmes étapes que celles du traitement T8, avec une température de mise en solution comprise entre 490 et 530°C d'une durée comprise entre 15 min et 8 heures, un écrouissage allant de 1 à 6% de déformation et d'un vieillissement à des températures comprises entre 130 et 170°C avec un temps de traitement compris entre 5 et 100h.

Ces nuances ont été approvisionnées sous forme de tôle épaisse de 80mm pour le 2219-T851 et de 130 mm pour le 2050-T84. Ces formats et états thermomécaniques – correspondant à un traitement au pic de durcissement – sont cohérents avec les utilisations actuelles sur des structures aéronautiques.

Comme présenté lors de l'introduction, l'objectif de l'étude est de déterminer dans quelle mesure il est possible d'utiliser des alliages d'aluminium en remplacement d'alliages de titane là où les températures d'utilisation sont supérieures à 80°C. Afin de se positionner au plus près des besoins industriels, le choix s'est porté sur des nuances déjà certifiées et qualifiées pour être utilisées en vol sur des pièces structurales primaires. En effet, les nuances 2219-T851 et 2050-T84, dont les compositions sont données dans le Tableau I-5, sont des alliages d'aluminium certifiés.

Ce tableau permet de mettre en avant deux formulations très différentes. En effet la nuance 2219 est plus riche en cuivre que le 2050 pour lequel une partie du cuivre est substitué par du lithium. De plus, la nuance 2050 contient plus de magnésium que le 2219. D'autres éléments sont également présents dans la composition chimique des deux nuances comme le manganèse, le fer, le silicium, l'étain et le zirconium.

Nuance	Constituants										
	Ag	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	V	Zn	Zr	Li
2219	0,47 ppm*	<u>5,80-</u> <u>6,80</u>	<0,30	0,02	0,20- 0,40	<0,20	0,02- 0,10	0,05- 0,15	<0,10	0,10- 0,25	-
2050	0,29*	<u>3,20-</u> <u>3,90</u>	0,1	0,20- 0,60	0,20- 0,50	0,08	-	-	0,25	0,06- 0,14	<u>0,70-</u> <u>1,30</u>

Tableau I-5. Composition chimique des nuances étudiées, valeurs exprimées en pourcentage massique (sont soulignés les éléments d'addition majoritaires) (The Aluminum Association Inc. 2015). *Analyses effectuées en ICP-OES.

Les différents éléments d'addition ont chacun un rôle sur les propriétés de l'alliage. Les propriétés mécaniques sont améliorées par l'ajout du cuivre, du magnésium, du manganèse, du silicium et du zinc chacun formant des précipités avec l'aluminium qui vont plus ou moins permettre de stabiliser les propriétés mécaniques de l'alliage en température. La résistance à la corrosion est principalement assurée par le magnésium, le manganèse et le silicium (ALMET 2012c). D'autres éléments peuvent être ajoutés afin de stabiliser certaines phases, comme l'effet de l'argent sur la phase Ω par exemple (Zhou et al. 2013).

La suite de ce chapitre s'intéresse à présent aux alliages étudiés et aux différents éléments présents dans la littérature les concernant. Pour ce faire, il se découpe en trois parties. La première porte sur la microstructure aux différentes échelles d'intérêt et la deuxième sur les propriétés mécaniques. Dans une troisième partie, l'intérêt est porté sur le comportement en température des alliages d'aluminium de la série 2000.

Chap I. 3. Microstructure

Cette partie se focalise sur la microstructure des alliages d'aluminium étudiés et peut se découper en deux paragraphes. Le premier paragraphe porte sur l'aspect à l'échelle du grain où l'intérêt est porté sur la taille des grains et les précipités micrométriques. Le second paragraphe s'intéresse aux précipités nanométriques.

En effet, dans le cas des alliages d'aluminium dits « à durcissement structural », c'est principalement le durcissement par précipitation fine qui contrôle les propriétés mécaniques de l'alliage. Les obstacles intrinsèques comme la friction de réseau ou les joints de grains ne participent que très peu au durcissement de ces alliages, même si les structures présentant des sous joints de grains sont plutôt bénéfiques pour les propriétés des alliages (Marion Le Fournier 2012; Decreus 2010). Le durcissement par écrouissage et par solution solide peut également contribuer mais n'est pas prépondérant.

Il est important de noter que les nuances étudiées ici et plus particulièrement le 2050-T84 sont relativement récentes et de ce fait, peu d'informations sont disponibles dans la littérature. Ainsi, certaines illustrations seront issues d'alliages similaires Al-6%Cu pour le 2219-T851 et Al-Cu-Li de troisième génération (Rioja and Liu 2012) pour le 2050-T84 (valeurs exprimées en pourcentage massique). De plus, des comparaisons avec des nuances plus connues comme le 2024 seront également effectuées. Cet alliage d'Al-Cu-Mg a été très étudié et est toujours très utilisé dans l'aéronautique. Comme cela a été présenté dans l'introduction, d'autres nuances ont été étudiées dans le cadre de la pré-étude. La nuance 2618-T851, un alliage Al-Cu-Mg, a également beaucoup été étudié et pourra servir de comparaison dans cette partie.

I. 3 - 1. Microstructure à l'échelle du grain

a. Taille et orientation des grains

Lors de la mise en forme des semi-produits, la microstructure évolue différemment en fonction des procédés utilisés. Par exemple, lors du laminage¹ pour former des semi-produits sous forme de tôles épaisses, une texturation de la microstructure est observée (Guerin 2014; Contrepois 2010). Les grains sont déformés dans la direction de laminage, il est alors possible de distinguer le sens de laminage (appelé L dans la suite du document) de la direction travers long et travers court (respectivement TL et TC). Cette morphologie de grain peut être observée sur l'alliage 2050-T84 et est visible sur la Figure I-1.

La Figure I-1 illustre l'effet du laminage sur la morphologie des grains de la microstructure. Plusieurs auteurs ont montré que le taux de laminage a une influence sur la taille et la texture granulaire du matériau (Kamp et al. 2007; Shou et al. 2016). Des auteurs ont également montré que l'influence du laminage sur la morphologie des grains dépend de la profondeur de la zone de prélèvement de l'échantillon analysé au sein de tôles épaisses, Figure I-1 (Hafley et al. 2011). Lors de cette étude, différentes directions de prélèvement ont été testées de même que les différents plans d'observations lors des caractérisations microstructurales. Les différentes analyses et observations sont également effectuées au cœur de la matière.

¹ Le laminage est un procédé de fabrication de tôles de différentes épaisseurs par de la déformation plastique. La déformation est obtenue par compression continue au sein d'un laminage constitué de deux cylindres contrarotatifs.

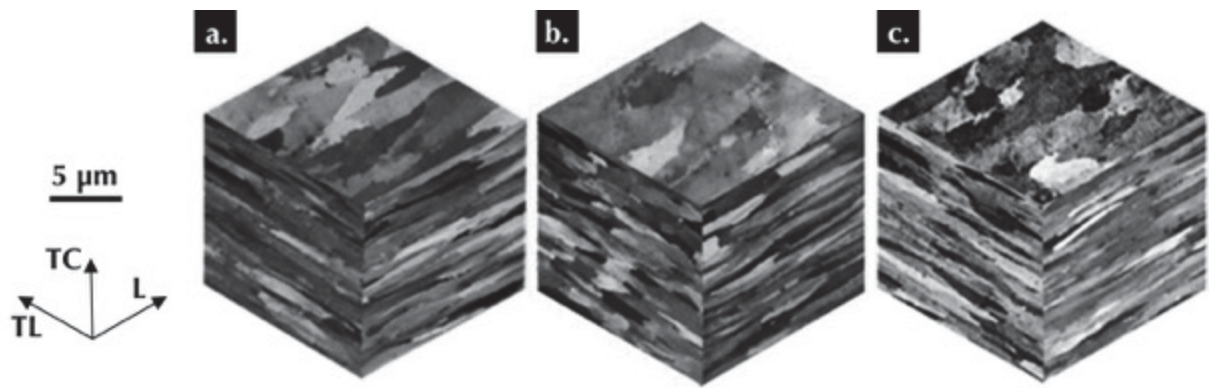


Figure I-1. Micrographies optiques d'un alliage 2050-T84 mise en forme sous forme de tôle épaisse de 100 mm en fonction de la profondeur de prélèvement a. 1/6, b. 1/2 et c. 5/6 (Hafley et al. 2011).

b. Précipités micrométriques

Il est possible de distinguer deux types de précipités micrométriques, les précipités intermétalliques grossiers d'une part et les dispersoïdes d'autre part.

Les précipités intermétalliques grossiers sont généralement formés lors de la coulée de l'alliage. Ce sont des agglomérats principalement structurés d'éléments lourds souvent sous la forme $Al(Cu, Fe, Mn)$. Au refroidissement, ils ont tendance à se placer aux joints de grains. C'est ensuite lors des différents procédés de laminage qu'ils ont tendance à être allongés dans la direction de laminage. Lors de ces procédés, ces précipités sont rompus et laissent apparaître des faciès de rupture très abrupts signe d'une rupture fragile (Guerin 2014; Viejo et al. 2010). Deux exemples présentant la microstructure de deux alliages d'aluminium sont présentés sur la Figure I-2.

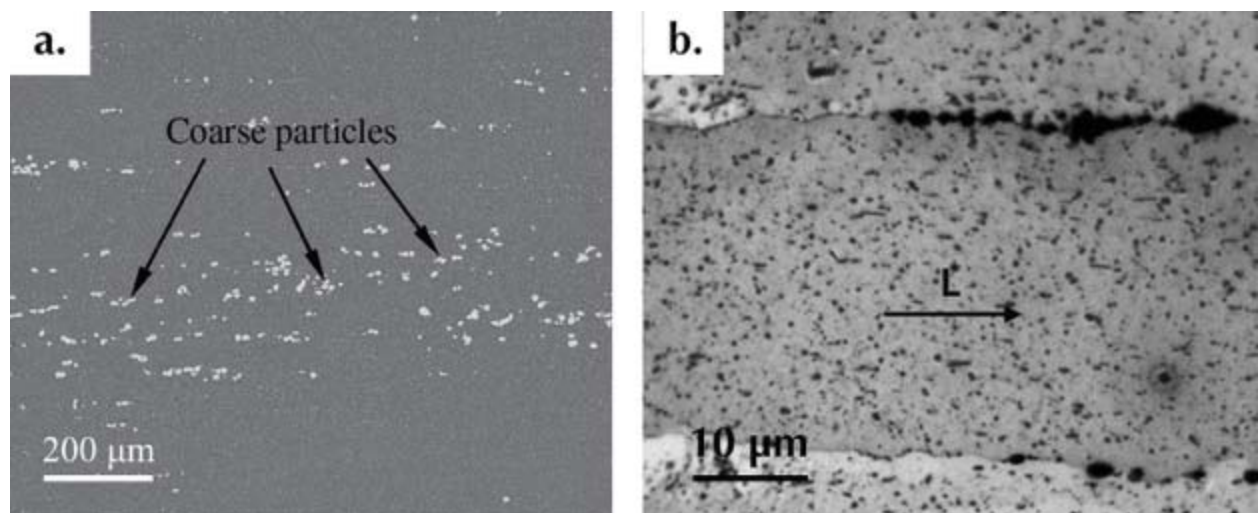


Figure I-2. Microstructure de deux alliages d'aluminium a. micrographie MEB d'un alliage 2219-T8 laissant apparaître en blanc les précipités intermétalliques grossiers (He et al. 2018) b. micrographie optique d'un 2050 laissant apparaître des précipités intermétalliques grossier en contraste sombre (Guerin 2014).

La composition chimique de ces précipités a fait le sujet de plusieurs études. Des auteurs ont pu déterminer quelques compositions telles que celles des précipités présents dans une

nuance 2618² : Al_9FeNi , Al_2CuMg , Mg_2Si , $AlCuNi$ et Al_7Cu_2Fe (Nový, Janeček, and Král 2009; Elgallad et al. 2014; Ceschini et al. 2015). Dans une nuance Al-Cu-Li de composition proche de la nuance 2050 étudiée ici, des auteurs ont mis en avant la présence des phases $Al_{20}Cu_2Mn_3$, Al_6CuLi_3 , Al_3Zr et Al_3Li (Rioja and Liu 2012). Certains de ces précipités sont de taille intermédiaire sous forme de dispersoïdes au sein de grains. Ils sont généralement de composition Al_3X où X est un élément lourd tel que Zr, Cr ou Cu.

Ces dispersoïdes ont plusieurs fonctions. Dans des alliages 2099 et 2199 proches de la nuance 2050, les précipités de composition Al_6CuLi_3 , Al_3Zr et $Al_{20}Cu_2Mn_3$ permettent de contrôler la dureté de ces alliages. Les précipités $Al_{20}Cu_2Mn_3$ sous forme de dispersoïdes permettent également de contrôler la taille de grains, leur texture et augmentent également la résistance à la fatigue (Rioja and Liu 2012).

I. 3 - 2. Microstructure fine

Dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur les précipités nanométriques qui sont à l'origine des propriétés macroscopiques des alliages d'aluminium à durcissement structural de la série 2000. Les microstructures types des alliages Al-Cu-Li et Al-Cu sont présentées sur la Figure I-3.

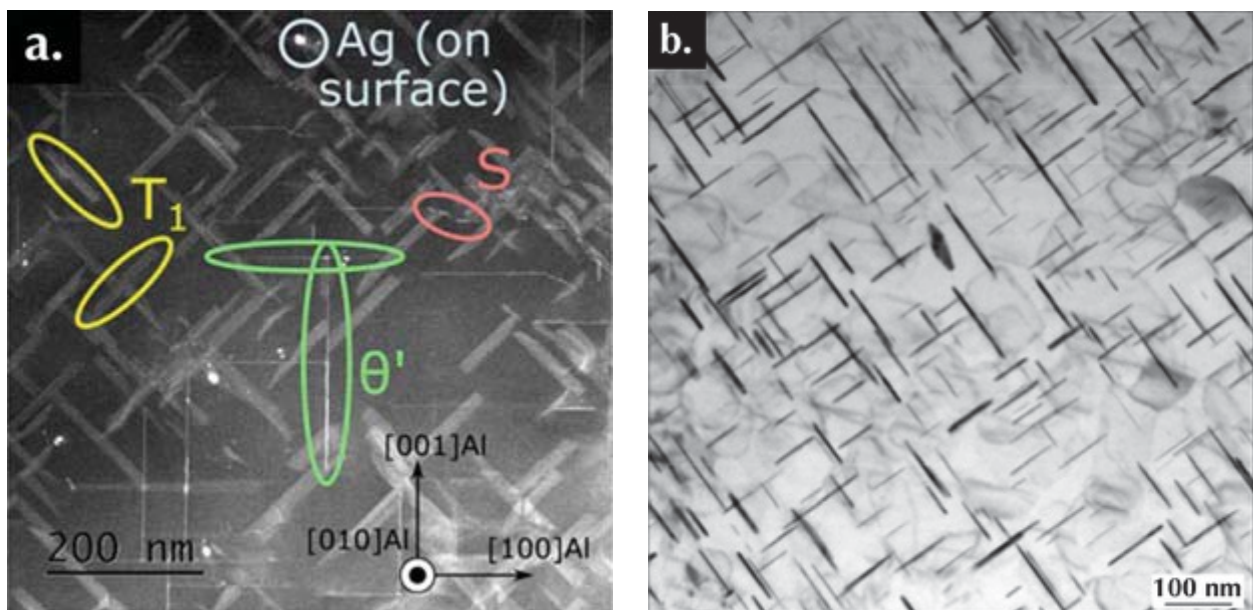


Figure I-3. Observations en Microscopie Électronique en Transmission d'un alliage a. Al-Cu-Li 2055-T83³ (Balducci et al. 2017) sur lequel sont mis en évidence des précipités de types T_1 , θ' et S et b. 2219⁴ ((An et al. 2012) l'échelle a été corrigée⁵) avec une pré-déformation de 1,13% et une déformation totale de 9,41% sur lequel seuls les précipités θ' sont visibles. Il est également possible d'observer sur la figure a. la présence d'Ag sur la surface de l'échantillon qui est probablement due à la préparation des lames minces.

² 2618 (Al 9–2,7%Cu 1,3–1,8%Mg 0,9–1,0%Mg 0,90–1,30%Fe 0,10–0,25%Si 0,04–0,1%Ti, valeurs en pourcentage massique (Nový, Janeček, and Král 2009)).

³ 2055-T83 (Al 3,2–4,2%Cu 1,0–1,3%Li 0,2–0,7%Ag 0,1–0,5%Mn 0,2–0,6%Mg 0,1%Ti 0,05–0,15%Zr 0,1%Fe valeurs en pourcentage massique (Balducci et al. 2017))

⁴ 2219 (Al 5,80–6,80%Cu 0,20–0,40%Mn 0,20–0,40%Si 0,30%Fe 0,02%Mg 0,10%Zn 0,10–0,25%Zr 0,02–0,10%Ti 0,05–0,20%V valeurs en pourcentage massique (An et al. 2012))

⁵ L'échelle reportée sur la figure de la publication est de 100 μm .

Les différents précipités présents ont pour origine les phases de Guinier-Preston ou de Guinier-Preston-Bagaryatsky formées après la trempe qui suit la mise en solution ou la transformation à chaud. En fonction des éléments d'addition, différentes phases peuvent se former et vont évoluer vers leur structure la plus stable. L'ensemble des phases présentes dans les alliages d'aluminium 2050-T84 et 2219-T851 sont présentées dans ce paragraphe.

Comme le montre la Figure I-3, quatre types de précipités peuvent être trouvés dans les microstructures des alliages étudiés. De plus, les précurseurs de ces précipités seront également présentés dans ce paragraphe. Il est important de noter que plusieurs types de précipités ne sont pas présentés dans cette partie en raison de la composition chimique des alliages étudiés. En effet, les précipités à base de silicium ne sont pas présents en raison d'un ratio Mg/Si ou Cu/Mg trop faible ou avec des teneurs très faibles en silicium et magnésium (Eskin 2003).

a. Les précurseurs : GP, GPB-zones et GP_{T1}

Les zones de Guinier-Preston (GP ou Guinier-Preston Zones : GPZ) se forment après la trempe qui suit la mise en solution des alliages d'aluminium. Il est possible de considérer l'alliage comme une solution d'aluminium sursaturée en éléments d'addition, il se forme alors des zones où des éléments d'addition contraignent la matrice (Figure I-4) : ce sont les zones de Guinier-Preston. Elles ont été découvertes en 1938 par diffraction des rayons X aux petits angles par Guinier (Guinier 1938) et confirmées par Preston (Preston 1938). Par la suite, leur présence a été mise en évidence à l'aide d'observations en microscopie électronique en transmission à haute résolution dès 1988 (Yoshida 1988; Sato and Kamio 1991).

Comme le montre la Figure I-4, il s'agit d'une concentration d'atomes différents de l'aluminium dans les plans {100} sous forme de disques (Guinier 1938; Preston 1938). Lorsque ces disques sont observés dans une direction de type $\langle 100 \rangle_{Al}$, ils apparaissent sous forme de couches d'atomes, comme l'illustre la Figure I-5. La présence de ces zones engendre des déformations élastiques du réseau et sont déjà un premier obstacle à la propagation des dislocations.

Ces zones GP tendent à évoluer vers la phase stable θ via différentes structures métastables décrites dans les points suivants.

Dans les alliages Al-Cu-Mg un second type de zone apparaît, il s'agit de la zone de Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB). Ces zones GPB ont été décrites en 2008 par Kovarik *et al.* comme étant des agglomérats d'aluminium, cuivre et magnésium présentant une structure composite, pour les plus grosses particules, avec une structure de cœur nommée GPBII et différente de la structure coquille appelée GPB. Cette structure est visible sur la Figure I-6 (Kovarik *et al.* 2008). L'observation à l'échelle de la microscopie électronique en transmission (TEM) et en haute résolution (HRTEM) et la comparaison avec des calculs *ab initio*⁶ a permis aux mêmes auteurs de déterminer la structure de ces deux zones (Kovarik and Mills 2011). Ces phases GPB/GPBII sont les précurseurs de la phase $S - Al_2CuMg$ décrite dans la suite de ce paragraphe.

⁶ Un calcul est qualifié de calcul *ab initio* quand il repose sur les principes de base de la physique (id. résolution des équations de la mécanique quantique), aucun modèle supplémentaire n'est appliqué.

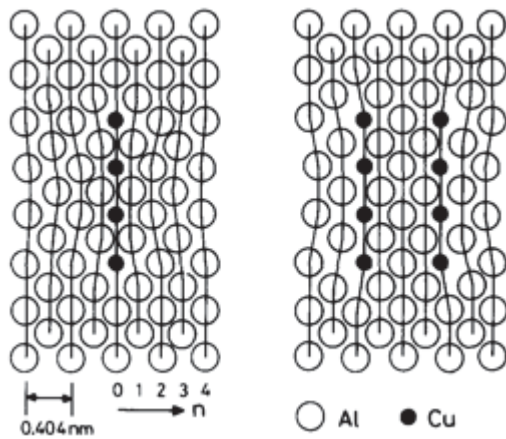


Figure I-4. Illustration des zones de Guinier-Preston (à gauche une couche et à droite deux) (Sato and Kamio 1991).

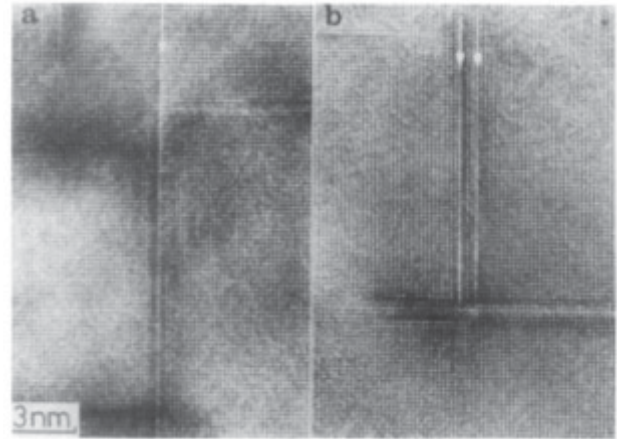


Figure I-5. Images en haute résolution d'un alliage Al-3,9% m. Cu illustrant des GPZ (a) couche simple et (b) double séparée par 3 rangées atomiques d'aluminium (Sato and Kamio 1991).

Il est également possible de trouver des zones de Guinier Preston appelées GP_{T1} dans des alliages Al-Cu-Li. Dans le cas de cette phase, il s'agit d'une accumulation d'atomes de cuivre dans un plans de type $\{111\}_{Al}$. Cette précipitation est le précurseur de la phase T_1 qui est décrite dans le point suivant.

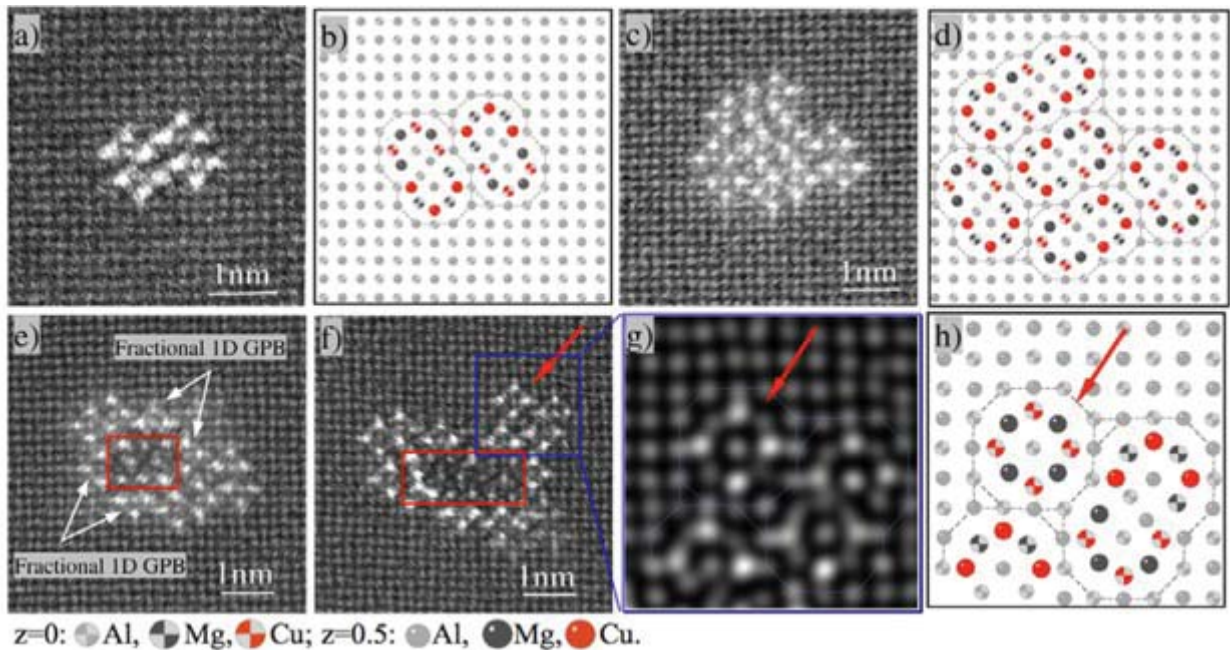


Figure I-6. Travaux de Kovarik et al. montrant les observations en STEM-HAADF (a et c) des zones GPB observées dans une direction de type $\{100\}_{Al}$, (e et f) des zones GPB/GPBII structure composite cœur-coquille montrant les éléments de base identifiés (fractional 1D crystal) et (g) un agrandissement de (f), l'image est déconvoluée pour en faciliter l'exploitation. Les figures (b, d et h) correspondent au modèle atomique correspondant montrant l'aspect modulaire de la structure et les positions atomiques pour le cristal de base (1D crystal) contenant (b) 16 atomes (d) 23 atomes. (h) Modèle atomique correspondant à (g) (Kovarik and Mills 2011).

b. La phase de type θ – Al_2Cu (cas des alliages Al-Cu)

Depuis la mise en évidence des zones de Guinier-Preston en 1938 (Guinier 1938; Preston 1938) par diffraction des rayons X, l'évolution de ces zones vers la phase de type θ a largement été étudiée. Plusieurs auteurs ont pu ainsi confirmer la séquence de précipitation et d'évolution de ce type de précipités. Il est possible de distinguer la zone GPI où seul un plan de cuivre existe au sein d'une matrice d'aluminium de la zone GPII qui correspond à une phase de type θ'' ou deux zones GPI sont à proximité.



De récents travaux apportent de nouvelles pistes de réflexion. En effet, des auteurs ont pu observer la présence de zones GPII séparées par deux et par trois couches monoatomiques d'aluminium. Sur la Figure I-7 il est possible d'observer le schéma de la structure cristalline de la phase θ'' laissant apparaître une séparation des zones GPI par trois plans monoatomiques d'aluminium (Dubost and Sainfort 1991). Cette structure a récemment été observée par d'autres auteurs (Shen et al. 2017) alors que d'autres auteurs ont observé des zones GPII/ θ'' avec seulement deux plans atomiques, Figure I-8 (Gladman 1999; Ambriz and Jaramillo 2014). Il est également possible de noter la présence d'une ségrégation de cuivre à l'interface entre le précipité et la matrice.

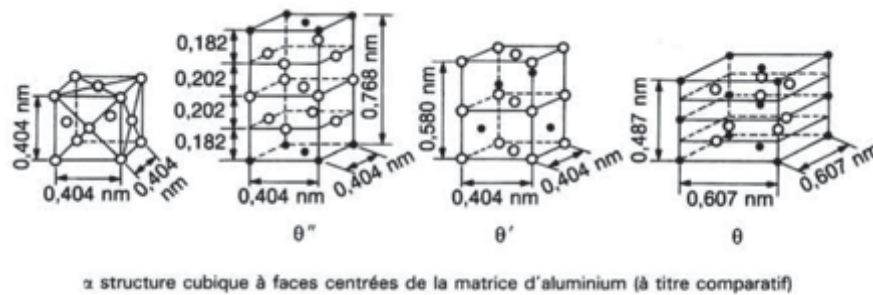


Figure I-7. Évolution de la phase thêta (à gauche l'aluminium pur, en noir les atomes de soluté et en blanc ceux de l'aluminium) (Dubost and Sainfort 1991).

L'évolution de ces précipités $GPII/\theta''$ a récemment été étudiée en HAADF-STEM (High Angle Annular Dark Field – Scanning Transmission Electron Microscopy) (C. Liu et al. 2017). Les auteurs ont pu mettre en avant la formation de précipités θ' à partir de zones $GPII/\theta''$ séparées par deux couches d'atomes d'aluminium. D'autres auteurs (Shen et al. 2017) ont mis en avant la coexistence de précipités $GPII/\theta''$ et θ' sur le même précipité. En revanche ces derniers observent des zones $GPII/\theta''$ avec trois couches d'atomes d'aluminium. Avec ces éléments, il est possible de confirmer l'évolution de la zone $GPII/\theta'' \rightarrow \theta'$. Par la suite, ces précipités peuvent croître jusqu'à atteindre une longueur de l'ordre du micromètre et une épaisseur allant jusqu'à la dizaine de nanomètres (Noble 1968).

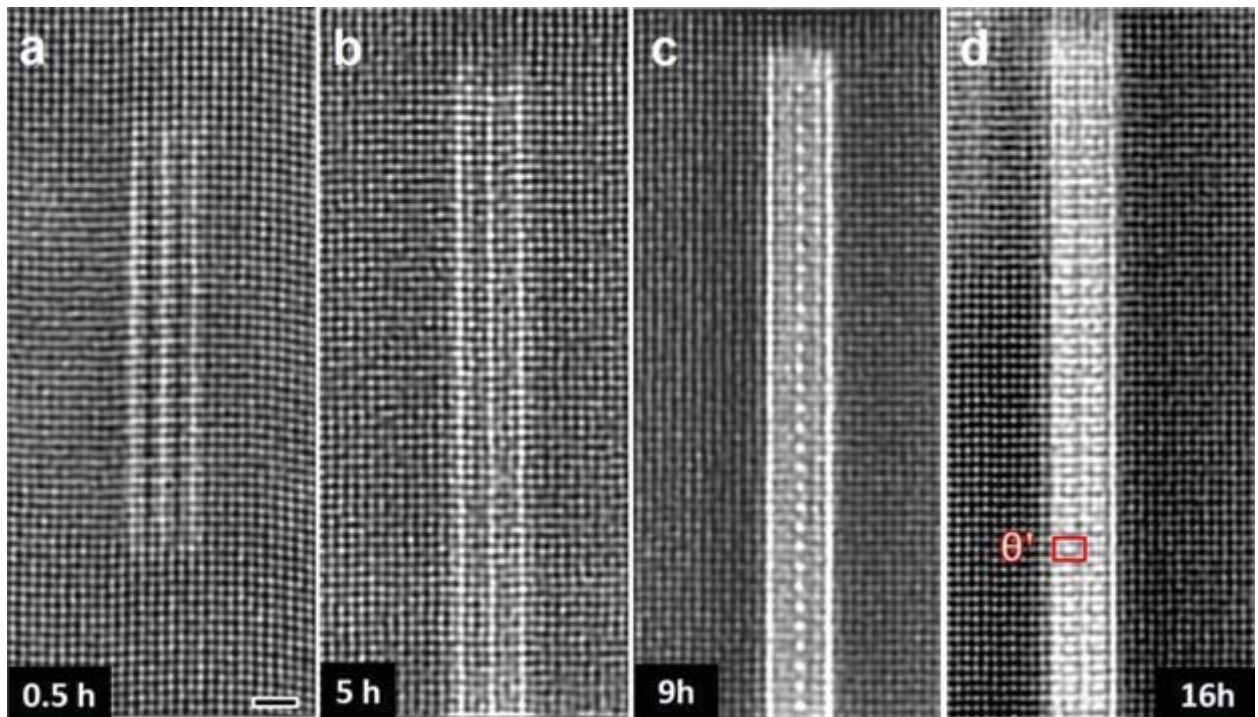


Figure I-8. Images HAADF-STEM mettant en avant la structure atomique du même précipité Al-Cu pendant un vieillissement à 160°C de (a) 0,5h, (b) 5h, (c) 9h et (d) 16h, échelle de 1 nm (C. Liu et al. 2017).

Bourgeois *et al.* ont également montré qu'il existe deux types de précipités θ' qui sont différenciés par deux étapes de croissance (Bourgeois et al. 2011). La première où l'interface entre la matrice et les précipités θ' est la même que celle décrite par Guinier et Preston (id. avec une ségrégation des atomes de cuivre à l'interface). La seconde où ils observent, lors de l'épaississement des précipités, la disparition de cette interface ; avec moins de cuivre disponible cette ségrégation disparaît au profit de l'épaississement.

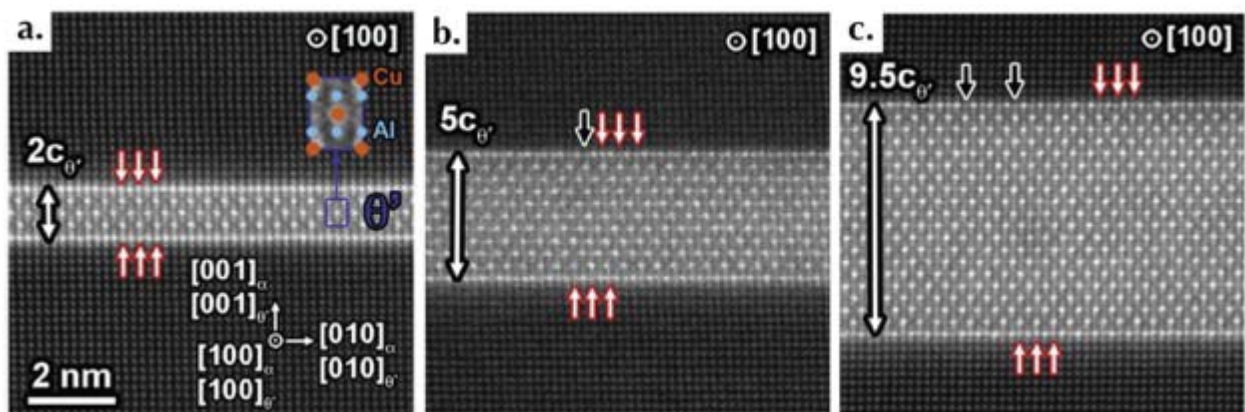


Figure I-9. Images HAADF-STEM de précipités θ' de différentes épaisseurs obtenues sur un Al-1,7Cu après 24h à 200°C (pourcentage atomique). Les flèches rouges indiquent la présence d'atomes supplémentaires sur la couche atomique entre la matrice et le précipité alors que les flèches noires indiquent l'absence de ces atomes (Bourgeois et al. 2011).

c. La phase S

La séquence de précipitation de la phase S – typiquement observée dans les alliages Al-Cu-Mg – a été le sujet de beaucoup de travaux. En effet, la séquence de précipitation ci-dessous est le résultat du travail de plusieurs équipes.



Cette séquence proposée par Wang *et al.* en 2007 décrit l'évolution de la phase de type S en partant d'une solution solide sursaturée (SSS) à un précipité S de type II (Wang and Starink 2005; Chen *et al.* 2016).

L'étape de la formation de clusters a été nommée ainsi suite à des travaux mettant en avant la formation de co-clusters de Cu-Mg (Starink *et al.* 2005) en plus de l'observation des phases GPB décrites plus haut (Majimel *et al.* 2002; Kovarik *et al.* 2008). Il est également intéressant de noter que cette étape contenait également une phase appelée S'' qui n'est finalement que la résultante d'une des 12 variations d'orientations de la phase $S(\text{Type I})$ (Novelo-Peralta *et al.* 2011).

Par la suite se forment les phases $S(\text{Type I})$ et $S(\text{Type II})$. Historiquement ces phases se retrouvent dans la littérature comme étant respectivement les phase S' et S . Elles ont une structure très proches et ne diffèrent que dans leurs paramètres de mailles (Wang and Starink 2005). Ces phases sont toutes deux semi-cohérentes (Ratchev *et al.* 1998) ou cohérentes (Mondolfo 1976) avec la matrice d'aluminium et le passage de l'une à l'autre n'est pas discret mais continu (Wang and Starink 2005).

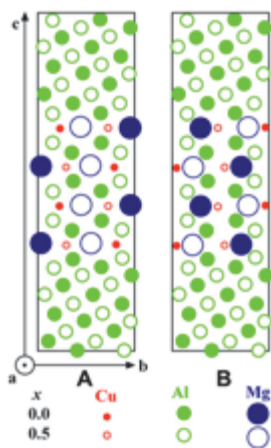


Figure I-10. Illustration de la maille pour le modèle PW (A) et RK (B) (Z. R. Liu *et al.* 2011).

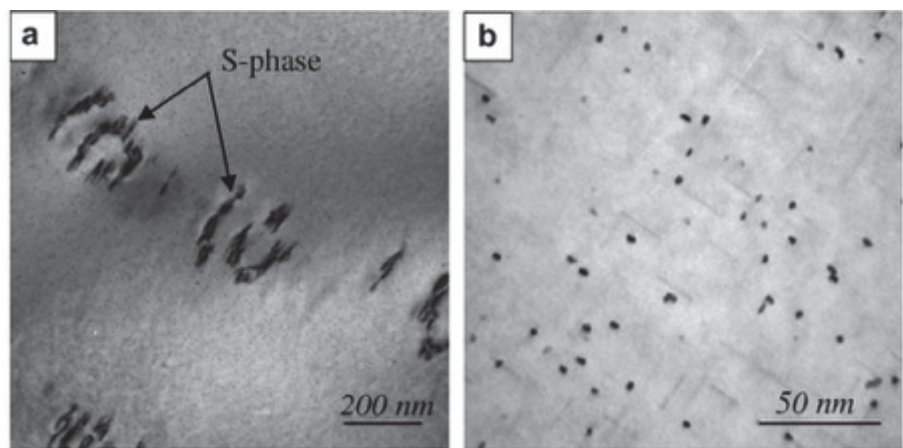


Figure I-11. Microstructure d'un alliage Al-2,99Mg-0,98Cu-0,05Si-0,15Fe (valeurs en pourcentage massique) après un vieillissement de 96h à 180°C. (a) Agglomérats de phase S ; (b) petites particules sous forme d'aiguilles (GPB zones) (Kovarik *et al.* 2008).

La structure de la phase $S(\text{Type II})$, proposée en 1965 par Wilson et Patridge (Structure PW Figure I-10 A) (Wilson and Partridge 1965), a été comparée à deux autres structures proposées par Mondolfo (Mondolfo 1976) en 1976 et par Radmilovic *et al.* (structure RK Figure I-10 B) en 1999 (Radmilovic *et al.* 1999). En 2011, Liu *et al.* ont conclu, avec des techniques HAADF-STEM et des calculs d'énergies d'interfaces réalisés sur les différentes structures proposées, que seule celle proposée par Wilson et Patridge est correcte (Z. R. Liu

et al. 2011). Ces auteurs ont également observé que la phase S forme des agglomérats en germant sur des dislocations (Wilson and Partridge 1965), c'est ce qui est observé par Kovarik et al. en 2008 et est reporté sur la Figure I-11a (Kovarik et al. 2008).

Il est intéressant de noter qu'il y a eu beaucoup de publications scientifiques sur cette phase, sa nature ou encore sa cristallographie. Il ressort aujourd'hui que seuls les précipités de Types I et II de la phase S existent et que la dénomination précédente, S' et S'' résultait uniquement des variations d'orientation de cette même phase.

d. La phase T_1

Cette phase a été mise en évidence très tôt dans la littérature. En 1972, Noble et Thompson ont décrit la phase T_1 de composition Al_2CuLi comme étant formée de précipités sous forme de plaquettes dans les plans $\{111\}_{Al}$, visibles sur la Figure I-12 (Noble and Thompson 1972). Des études en diffraction des rayons X ont permis, en 1990, de proposer une structure à ces précipités (Vansmaalen et al. 1990) (Figure I-13). En 2011, cette structure a été confirmée par microscopie électronique en transmission et retrouvée par des calculs *ab initio* (Dwyer et al. 2011). Elle a également été observée par d'autres auteurs et sa structure est présentée à la Figure I-13 (c) (Donnadieu et al. 2011).

Pour s'en convaincre, il est possible d'observer que la mesure effectuée sur la Figure I-14 entre les atomes les plus lourds, brillants, laisse apparaître une distance de 0,492 nm comme le prédit la structure décrite par Vansmaalen et al. Figure I-13 (c) où les atomes les plus lourds sont les atomes de cuivres.

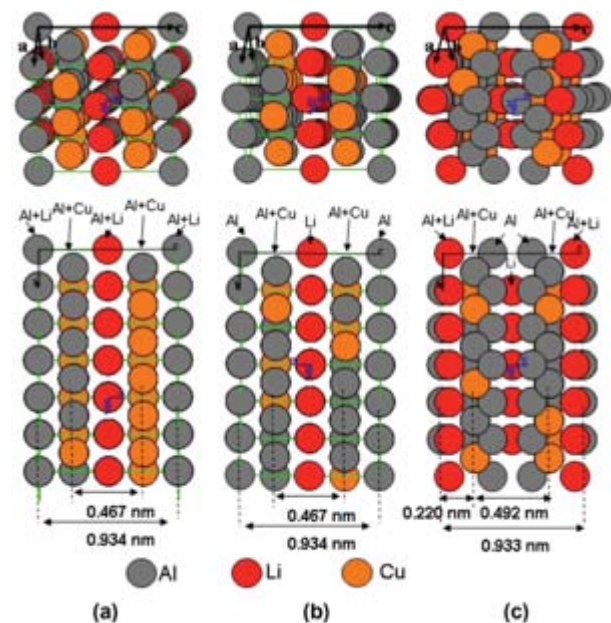
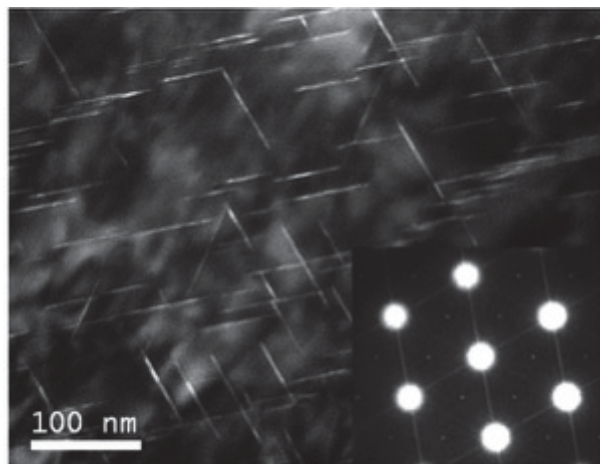


Figure I-12. Image en champ sombre en MET des précipités T_1 observés dans une direction $\langle 110 \rangle_{Al}$ dans un alliage Al-3Cu-1Li (wt%) (Donnadieu et al. 2011)

Figure I-13. Modèles atomiques proposés dans la littérature (Donnadieu et al. 2011). (a) Huang et Ardell (b) Howe et al. (Howe, Lee, and Vasudevan 1988) (c) Van Smaalen et al. (Vansmaalen et al. 1990)

Dès 1988, Howe et al. (Howe, Lee, and Vasudevan 1988) ont émis l'hypothèse que la phase T_1 précipite à l'aide d'une dislocation dissociée en deux dislocations partielles. Plus

récemment, Gao *et al.* ont montré quant à eux que les précipités T_1 précipitent seuls avec comme précurseurs des zones GP_{T_1} (Figure I-14) (Z. Gao et al. 2015). La Figure I-14(a) caractérise les zones GP_{T_1} comme étant deux plans atomiques de cuivre dans les plans $\{111\}_{Al}$ séparés par une couche monoatomique d'aluminium.

De récents travaux, ont permis de mettre en évidence que l'apparition de cette phase dans les alliages Al-Cu-Li est gouvernée par les autres éléments d'addition. Ainsi le magnésium est l'élément qui présente la plus grande importance, permettant de faire la précipitation de la phase T_1 au lieu de la phase θ' . La présence de l'argent peut également remplacer le magnésium et favoriser la précipitation de la phase T_1 . L'ajout d'argent ou d'étain à un alliage Al-Cu-Li-Mg permet d'augmenter la proportion de précipitation (Gumbmann et al. 2017).

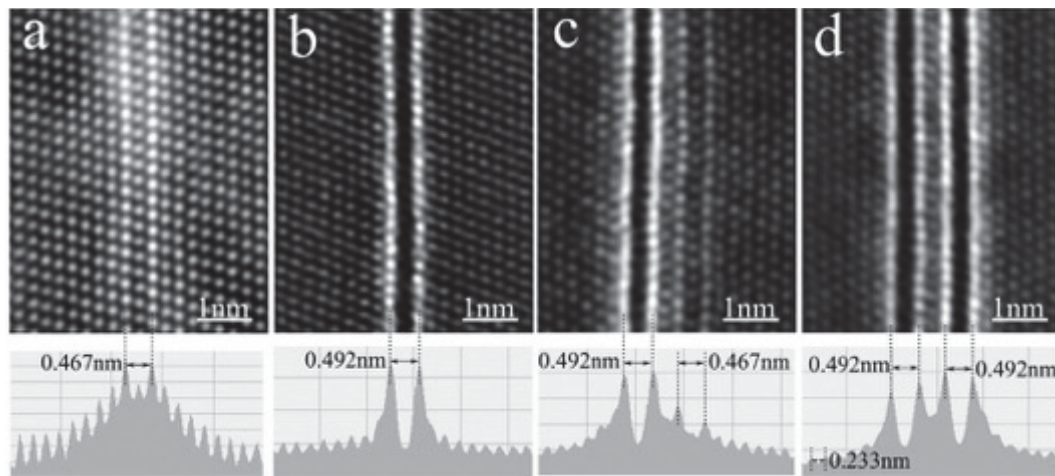


Figure I-14. Images en HAADF-STEM illustrant la croissance, dans un alliage Al-4,15Cu-1,15Li (wt.%), des précipités T_1 (a) la zone GP_{T_1} , (b) la phase T_1 d'une cellule d'épaisseur, (c) l'apparition d'une seconde zone GP_{T_1} à proximité du précipité et (d) l'apparition d'un précipité T_1 de deux cellules d'épaisseur (Z. Gao et al. 2015).

e. Les autres phases

Au regard de la composition chimique des nuances étudiées, il est possible d'observer la présence de deux autres phases. La phase Ω est présente dans les alliages Al-Cu-Mg-Ag et la phase δ dans les alliages d'aluminium-lithium.

i La phase Ω

La phase Ω a une structure cristallographique proche de la phase $\theta - Al_2Cu$ et précipite sous la forme de fines plaquettes hexagonales parallèles aux plans $\{111\}_{Al}$, Figure I-15 (Muddle and Polmear 1989). Elle a initialement été présentée comme étant une phase des alliages Al-Cu-Mg-Ag (Muddle and Polmear 1989). Cependant, Garg *et al.* ont montré que cette phase peut exister sans la présence d'argent mais que l'argent favorise sa formation (Zhou et al. 2013; Garg, Chang, and Howe 1990). De récents résultats montrent en effet qu'une interface Ag-Mg est présente tout au long du processus de formation de ce type de précipités. Ainsi, même si la structure est celle de la phase $\theta - Al_2Cu$ en surface une couche d'argent et de magnésium est présente et la composition de la phase Ω est Al-12,3Cu-1,4Mg-1,1Ag (%at.) (Reich, Murayama, and Hono 1998; Kang et al. 2018; Shollock, Grovenor, and Knowlcs 1990).

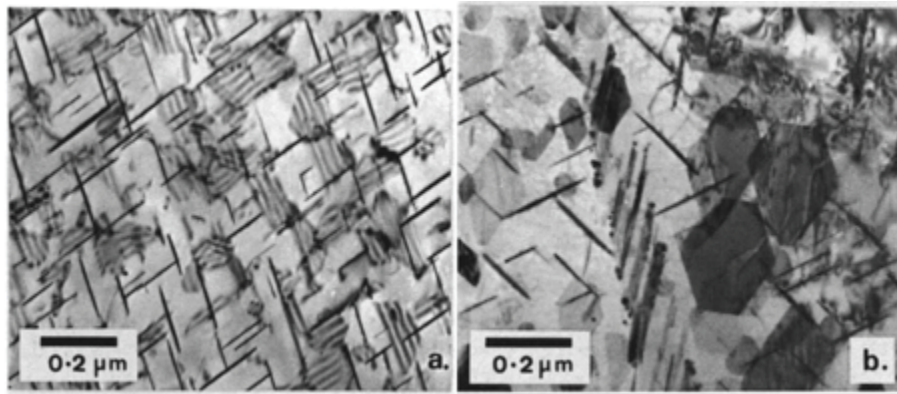


Figure I-15. Micrographies MET montrant les précipités Ω dans les plans $\{111\}_{Al}$ d'un alliage Al-4%Cu-0,3%Mg - 0,4%Ag (wt%) selon les directions d'observations a. $\langle 110 \rangle_{Al}$ et b. $\langle 111 \rangle_{Al}$ (Muddle and Polmear 1989).

ii La phase δ'

Cette phase est présente dans les alliages Al-Cu-Li-(Mg) sous forme de sphères de composition Al_3Li et est de structure $L1_2$, Figure I-16 (Abis et al. 1990; Davydov et al. 2000; Deschamps et al. 2012). Elle peut évoluer vers une phase d'équilibre $\delta - AlLi$ cubique à faces centrées.

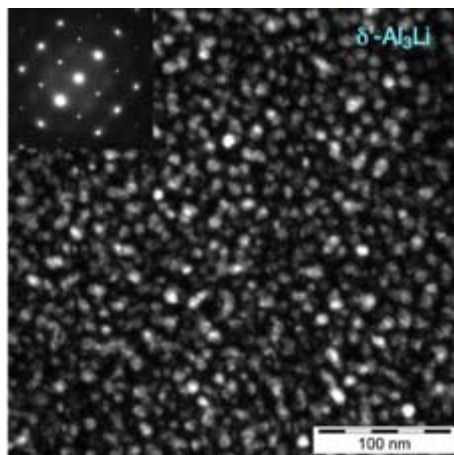


Figure I-16. Image MET en champ sombre montrant les précipités $\delta' - Al_3Li$ dans un alliage Al-5Mg-1,8Li (wt%) (Deschamps et al. 2012).

f. Propriétés cristallographiques des précipités nanométriques

Dans les paragraphes précédents, l'ensemble des précipités nanométriques qu'il est possible de trouver dans la microstructure fine des alliages étudiés lors de cette thèse a été répertorié. Le Tableau I-6 rassemble différentes informations de forme, relation d'épitaxie et les paramètres cristallographiques associés aux groupes d'espaces et aux positions atomiques.

Par ailleurs et en raison de la taille nanométrique des précipités, ils sont souvent caractérisés par microscopie électronique en transmission. Grâce à cette technique d'observation, il est possible d'avoir accès à la diffraction électronique locale des précipités et ainsi permettre de les identifier. En effet, les précipités ont des structures cristallographiques différentes et les taches de diffractions qui en résultent vont être propres au type de précipités.

Ainsi la Figure I-17 présente l'ensemble des taches de diffractions des différents précipités et observés selon une direction $\langle 001 \rangle_{Al}$. Ce schéma a été réalisé en fonction de clichés de diffractions en aire sélectionnée trouvés dans différentes publications. Certains travaux faisant également mention de clichés simulés, ils ont également été intégrés. Toutes ces références sont répertoriées dans le Tableau I-7. Il est intéressant de noter que d'autres orientations cristallographiques peuvent être étudiées comme la direction $\langle 110 \rangle_{Al}$. Cette

dernière n'est pas représentée puisqu'elle n'apporte pas d'information supplémentaire et ne permet pas, en outre, de différencier la phase T_1 de la phase Ω .

Précipité	Forme et relation d'épitaxie	Paramètres cristallographiques (en nm)						Références
		Atome	Multiplicité / Lettre de	Position x	Position y	Position z	Occupation	
Les précurseurs								
GP	Disques dans les plans {100} _{Al} (Présence d'éléments d'alliages)				-			(Guinier 1938; Preston 1938)
GPB	Aiguilles / bâtonnets dans les directions $\langle 001 \rangle_{Al}$ ([Cu]/[Mg] ≤ 2% massique)				-			
Phase de type θ – Al ₂ Cu								
GPII/θ''	Plaquettes cohérentes dans les plans {100} _{Al} [100] _{θ''} ∥ [100] _{Al}	Quadratique (75 : P 4) a = 0,404 et c = 0,768						(Dubost and Sainfort 1991)
		Cu	2c	0,5	0,5	0,0	1	
		Cu	1a	0,0	0,0	0,0	1	
		Al	2c	0,0	0,0	0,5	1	
		Al	2c	0,5	0,0	0,75	1	
		Al	2c	0,5	0,0	0,25	1	
		Al	1b	0,5	0,	0,5	1	
θ'	Plaquettes cohérentes dans les plans {100} _{Al} [100] _{θ'} ∥ [100] _{Al}	Quadratique (119 : I 4̄ m 2) a = 0,404 et c = 0,580						(Bourgeois et al. 2011)
		Al	2a	00	0,0	0,	1	(Muddle and Polmear 1989; Wang and Starink 2005)
		Al	2b	00	00	0,5	1	
		Cu	2c	00	0,5	0,25	1	
θ	Plaquettes totalement incohérentes (visibles après un recuit supérieur à 300°C)	Quadratique (140 : I 4/m c m) a = 0,60637(2)et c = 0,48736(3)						(Grin et al. 2006)
		Cu	4a	0,0	0,0	0,25	1	(Meetsma, De Boer, and Van Smaalen 1989)
		Al	8h	0,1581	0,6581	0,0	1	

Précipité	Forme et relation d'épitaxie	Paramètres cristallographiques (en nm)						Références
Phase de type S								
		Orthorhombique (63 : $C m c m$)						
		Valeurs pour la structure relaxée calculées sur un massif ($S(Type II)$) :						
	Lattes, semi-cohérentes							
$S(Type I)$	$[100]_{S(Type I)} \parallel [100]_{Al}$	$a = 0,401, b = 0,929, c = 0,714$						(Z. R. Liu et al. 2011; Wang and Starink 2007; Mondolfo 1976)
$S(Type II)$	$[010]_{S(Type I)} \parallel [02\bar{1}]_{Al}$	Valeurs calculées pour un précipité dans la matrice d'aluminium ($S(Type II)$) :						
	$[001]_{S(Type I)} \parallel [012]_{Al}$	$a = 0,405, b = 0,916, c = 0,702$						
	Avec les 12 variant d'orientations	Valeurs pour la phase $S(Type I)$: $a = 0,404, b = 0,925, c = 0,718$						
		Cu	4c	0,0	0,778	0,25	1	(Wang and Starink 2005)
		Mg	4c	0,0	0,072	0,25	1	
		Al	8f	0,0	0,356	0,056	1	
Phase T_1								
	Plaquettes cohérentes dans les plans $\{111\}_{Al}$							
$T_1(Al_2CuLi)$	$[\bar{1}\bar{1}20]_{T_1} \parallel [\bar{1}\bar{1}2]_{Al}$	Hexagonal (191 : $P 6/m m$)						(Noble and Thompson 1972; Vansmaalen et al. 1990)
	$[1\bar{1}00]_{T_1} \parallel [1\bar{1}0]_{Al}$	$a = 0,495$ et $c = 0,933$						
	$[0001]_{T_1} \parallel [111]_{Al}$							
		Al	2c	1/3	2/3	0,0	1	
		Li	2d	1/3	2/3	0,5	1	
		Al	2e	0,0	0,0	0,3569	1	
		Li	2e	0,0	0,0	0,0519	2/3	
		Al	6i	0,5	0,0	0,2363	0,444	
		Cu	6i	0,5	0,0	0,2363	0,556	

Précipité	Forme et relation d'épitaxie	Paramètres cristallographiques (en nm)						Références
Autres types de précipités								
$\delta' - Al_3Li$	Sphères cohérentes $(100)_{\delta'} \parallel (100)_{Al}$ $[001]_{\delta'} \parallel [001]_{Al}$	Cubique $L1_2$ ($221 : P m \bar{3} m$) $a = 0,405$						(Abis et al. 1990; Wang and Starink 2005)
$\delta - AlLi$		Cubique ($227 : F d \bar{3} m$) $a = 0,637$						(Wang and Starink 2005)
		Al	8a	1/8	1/8	1/8	1	
		Al	8a	7/8	7/8	7/8	1	
		Li	8b	3/8	3/8	3/8	1	
		Li	8b	5/8	5/8	5/8	1	
Ω	Plaquettes hexagonales, cohérentes dans les plans $\{111\}_{Al}$ $[100]_{\Omega} \parallel [\bar{1}\bar{1}2]_{Al}$ $[010]_{\Omega} \parallel [1\bar{1}0]_{Al}$ $[001]_{\Omega} \parallel [111]_{Al}$	Orthorhombique $a = 0,496, b = 0,859, c = 0,848$						(Muddle and Polmear 1989; Garg, Chang, and Howe 1990)
		Cu	8f	0,25	0,5	0,25	1	(Knowles and Stobbs 1988)
		Al	8h	0,0	1/3	0,0	1	
		Al	8i	0,0	0,0	1/6	1	

Tableau I-6. Récapitulatif des propriétés cristallographiques des différents précipités présents dans les alliages d'aluminium Al-Cu-(Li) et références associées. Les valeurs des paramètres de maille a , b et c sont données en nanomètres.

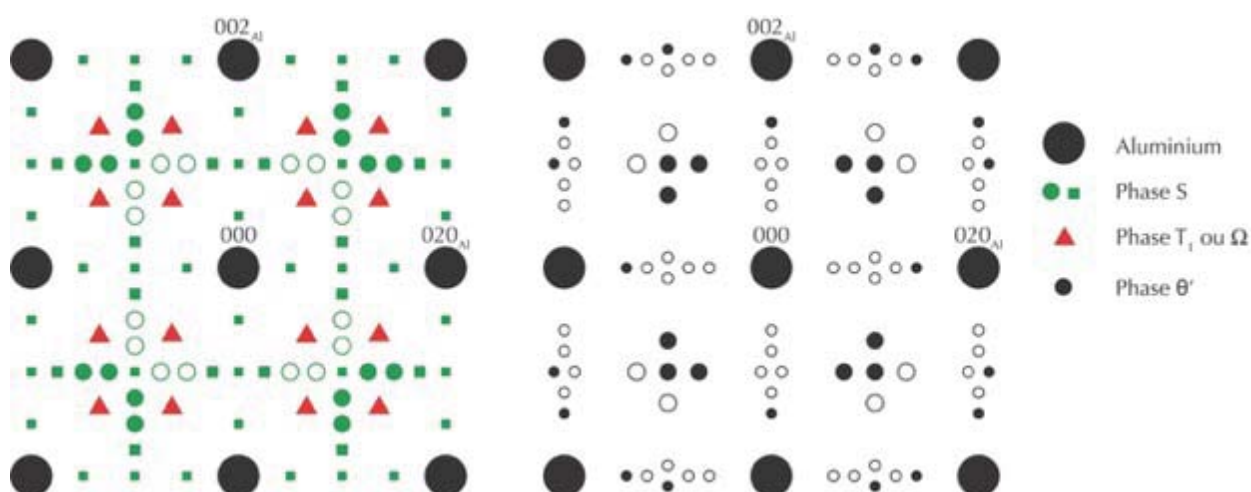


Figure I-17. Taches de diffraction correspondant aux précipités mentionnés observés dans une direction d'observation $\langle 001 \rangle_{Al}$. Les cercles vides sont les lieux de double diffraction.

Précipité	Références	
	Expérimental	Simulation
Type θ	(Deschamps et al. 2017; Yoshimura et al. 2003)	(Wang and Starink 2005)
Type S	(Du et al. 2012; Deschamps et al. 2017; Raviprasad et al. 2003)	(Wang and Starink 2005)
$T_1(Al_2CuLi)$	(Deschamps et al. 2017; Yoshimura et al. 2003)	
Type Ω	(Bakavos et al. 2008)	

Tableau I-7. Références ayant permis de synthétiser les clichés de diffraction des différents précipités

Chap I. 4. Propriétés mécaniques

Ce paragraphe s'intéresse au comportement des alliages d'aluminium de la série 2000 lors d'une sollicitation mécanique effectuée à température ambiante ou en température sur les alliages à l'état brut de réception. La première partie est axée sur les mécanismes de rupture et les faciès associés, alors que la seconde s'intéresse à l'interaction des dislocations avec la microstructure. Une attention particulière est accordée aux alliages étudiés dans le cadre de cette thèse : le 2219-T851 et le 2050-T84.

I. 4 - 1. Propriétés mécaniques à température ambiante

Cette partie traite des différentes propriétés mécaniques à température ambiante des alliages étudiés. Elle permet de donner les valeurs caractéristiques et les principaux mécanismes de déformations. Elle se découpe en deux paragraphes, l'un porte sur les essais statiques et l'autre sur les essais cyclés.

a. Essais statiques

Le principal essai statique est l'essai de traction. Celui-ci permet d'obtenir les propriétés de résistance mécanique maximale et de limite d'élasticité ainsi que l'allongement à la rupture. La Figure I-18 présente les différentes caractéristiques mécaniques des familles d'alliages d'aluminium. Cette figure met en avant plusieurs informations importantes.

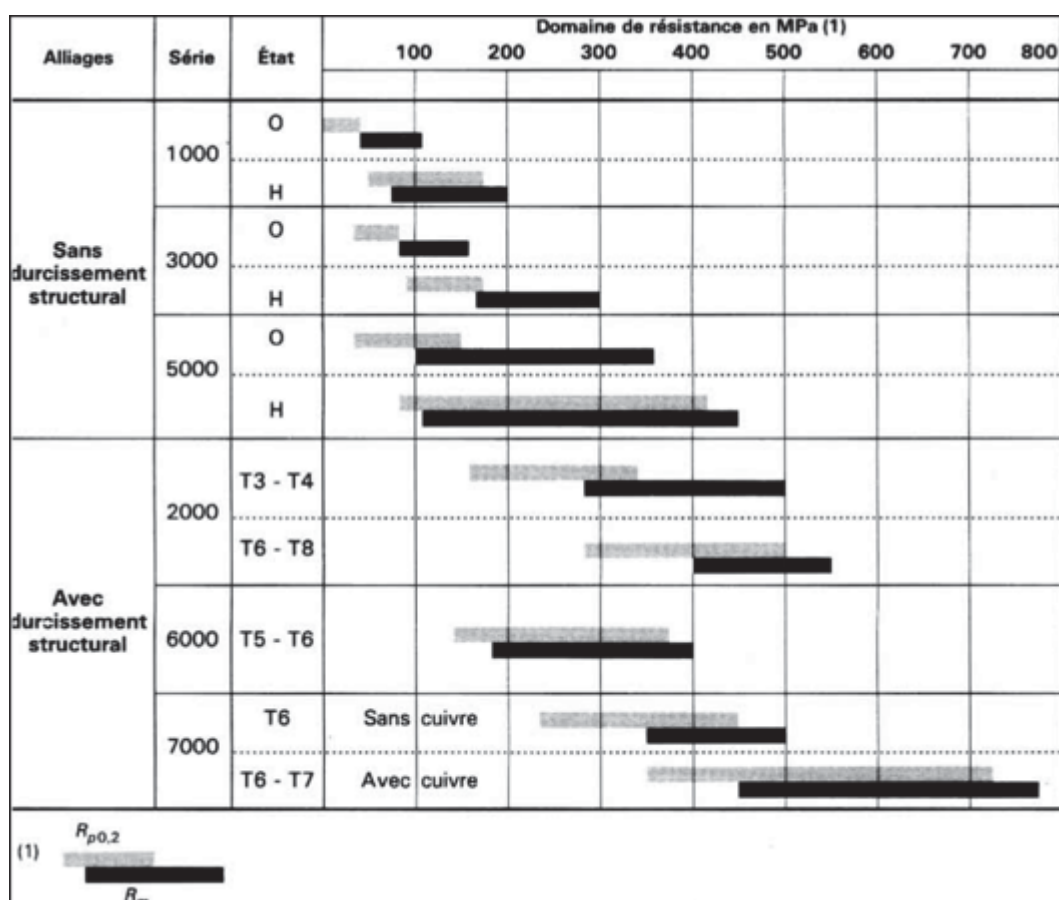


Figure I-18. Caractéristiques mécaniques des familles d'alliages d'aluminium corroyés (Develay 1992).

Il est tout d'abord possible d'observer l'influence des traitements thermomécaniques sur les différentes nuances. Pour les alliages à durcissement structural, un état vieilli artificiellement (T5 à T8) présente de meilleures propriétés qu'un état vieilli naturellement (T1 à T4).

Ensuite, il est clairement établi que les alliages d'aluminium à durcissement structural ont les meilleures propriétés mécaniques. Plus spécifiquement, il est possible d'observer que parmi ces alliages, la famille 7000 avec un traitement T6-T7 est celle qui présente les meilleures propriétés. Cependant, comme cela a été présenté lors de l'introduction (Figure I-1), lors d'un maintien en température les alliages issus de la série 7000 perdent rapidement leurs propriétés mécaniques. Cela est moins marqué sur des alliages de la série 2000.

La famille 2000 présente, pour cette étude, le plus d'intérêt (Gumbmann et al. 2017). Le Tableau I-8 présente les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 2050-T84 dans les trois directions de prélèvement et celles de la nuance 2219-T851 dans le sens de laminage. Ce tableau permet de mettre en évidence l'influence de la texture morphologique de la microstructure générée lors des opérations de laminage, par exemple. Cette texture morphologique, visible sur la Figure I-1 diffère en fonction des plans d'observation et influe sur les propriétés mécaniques mesurées.

	R _m (MPa)	R _{0,2} (MPa)	Allongement à rupture (%)	Références
2050-T84				
Sens de Laminage	490	455	5	(Lequeu, Smith, and Daniélou 2010)
<i>Sens Travers Long</i>	490	441	3	
<i>Sens Travers Court</i>	476	407	1,5	
2219-T851				
Sens de Laminage	415*	305*	5*	(MatWeb 2000)

Tableau I-8. Propriétés mécaniques en traction à température ambiante des nuances 2050-T84 et 2219-T851 *pour des plaques épaisses comprises entre 76 et 103 mm en accord avec la matière qui a été réceptionnée pour cette étude.

Ce tableau met également en avant les meilleures propriétés mécaniques du 2050-T84 par rapport à la nuance 2219-T851. En effet, les résistances mécaniques maximales et les limites élastiques sont respectivement de 490 et 455 MPa pour le 2050-T84 et de 415 et 305 MPa pour le 2219-T851. Il peut également être noté la faible proportion d'écrouissage pour le 2050-T84. Cette nuance a en effet une différence entre la résistance mécanique maximale et la limite d'élasticité de seulement 35 MPa contre 110 MPa pour le 2219-T851. Dans le sens de laminage, les deux nuances présentent un allongement à la rupture de 5%.

Le caractère ductile de la rupture a été étudié et se traduit par la présence de cupules autour de précipités intermétalliques grossiers. Ce type de faciès de rupture peut être observé sur la Figure I-19. Cette figure permet également de mettre en avant deux aspects de cupules.

La Figure I-19a. présentant le faciès de rupture d'un 2198-T351, laisse apparaître un faible nombre de cupules qui sont de grande dimension. Le nombre et la taille des cupules est en lien avec la microstructure de l'alliage et plus particulièrement avec la présence des précipités intermétalliques grossiers. B. Decreus a montré qu'en augmentant le temps de revenu plus de précipités sont présents dans la microstructure ce qui engendre l'augmentation du nombre de cupules et la diminution de leur taille (Decreus 2010).

Sur le faciès de rupture de la nuance 2219 visible sur la Figure I-19b., il est possible d'observer un grand nombre de cupules. Les auteurs ont pu mettre en avant la présence d'une microstructure plus riche en précipités intermétalliques (Gupta et al. 2015).

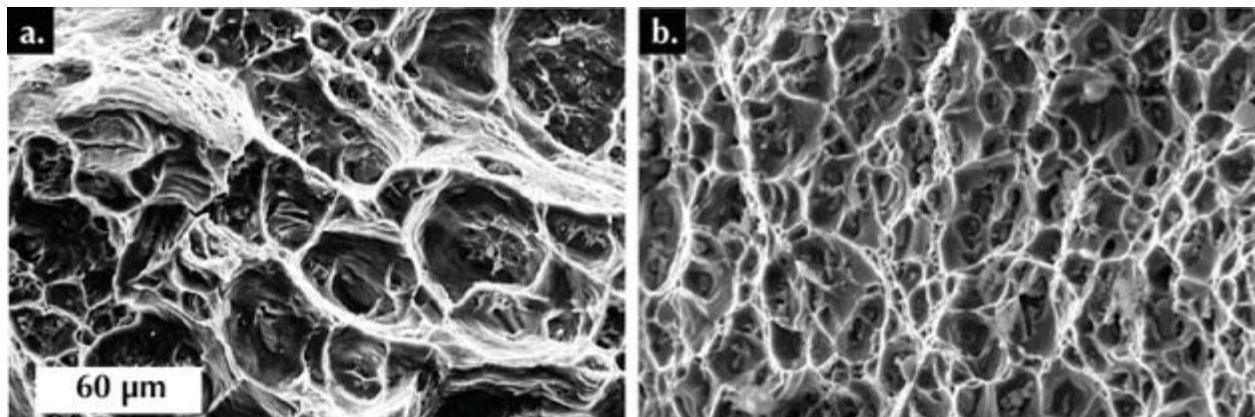


Figure I-19. Exemple d'un faciès de rupture ductile sur a. un alliage 2198-T351 (Decreus 2010) et b. un alliage 2219 (Gupta et al. 2015).

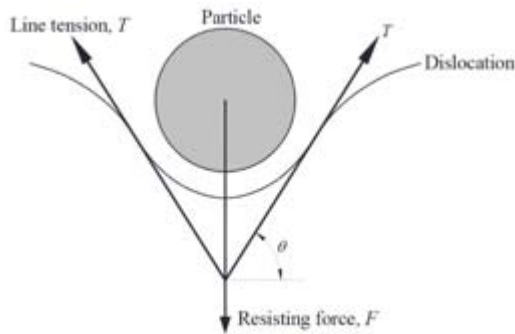
b. Interaction des dislocations avec la microstructure

Sous l'influence d'une contrainte, les dislocations vont se déplacer dans le matériau. S'il est pur, la dislocation ne va rencontrer aucun obstacle à sa propagation autre que la friction du réseau et va permettre une importante ductilité (eg. Les métaux purs sont en général ductiles).

A contrario, les alliages d'aluminium à durcissement structural présentent des défauts ou irrégularités dans leurs microstructures. Les dislocations vont rencontrer des obstacles et interagir avec eux imposant une contrainte plus forte pour la déformation. Parmi ces obstacles, il est possible de distinguer quatre niveaux de défauts : les défauts ponctuels (les lacunes, l'ordre à courte distance), les défauts linéaires (les dislocations), les défauts bidimensionnels (les joints de grains, les macles) et les défauts 3D (les précipités ou inclusions).

Ces défauts 3D vont gêner le mouvement des dislocations. Afin de permettre la déformation, les précipités doivent être franchis par les dislocations. Ces derniers vont pouvoir ralentir la propagation des dislocations et augmenter la résistance du matériau. Dans le cas où les dislocations ne sont pas en mesure de franchir les précipités, le matériau accumulera les dislocations jusqu'à la rupture fragile.

Dès 1965, différents mécanismes d'interaction des dislocations avec la microstructure ont été mis en évidence, et ceux-ci varient en fonction de la température et des contraintes appliquées. Deux principaux modes de franchissements peuvent être décrits : le cisaillement et le contournement d'Orowan. Dans le cas du cisaillement, la dislocation exerce une force suffisante sur le précipité pour pouvoir le cisailer et le franchir. La Figure I-20 présente les forces autour du précipité lorsqu'une dislocation va le franchir ainsi que la formule liant la force exercée par le précipité à la tension de ligne. Dans le cas où le précipité ne peut être franchi, la dislocation va pouvoir le contourner. Après le passage de la dislocation, une boucle va rester autour du précipité contourné.



$$F = 2T \sin \theta$$

avec F la force du précipité, T la tension de ligne et θ l'angle entre F et T .

Figure I-20. Forces exercées sur un précipité par une dislocation (Ambriz and Jaramillo 2014)(Gladman 1999).

Dans les alliages d'aluminium à durcissement structural, les particules durcissantes sont souvent cohérentes ou semi-cohérentes avec la matrice. Ces particules vont déformer le réseau cristallin environnant et induire des contraintes dans la matrice (Figure I-21) (Douin et al. 2001; Douin, Donnadieu, and Houdellier 2010; M. Le Fournier et al. 2012). L'existence de ces contraintes peut être analysée à l'aide du logiciel GPA⁷ (Hÿtch, Snoeck, and Kilaas 1998) qui permet de calculer la déformation de la maille cristalline au voisinage d'un défaut à partir d'une image en haute résolution.

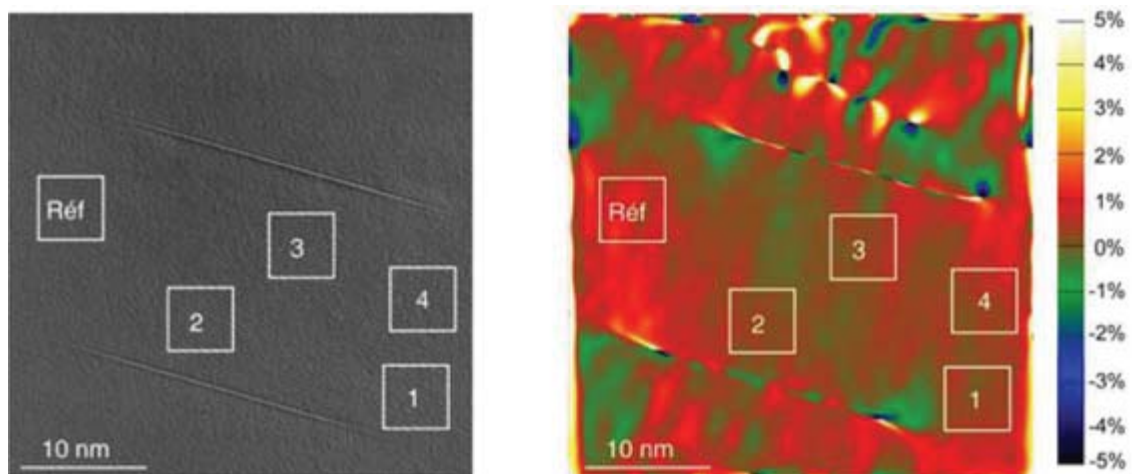


Figure I-21. Illustration des contraintes autour de précipités lenticulaires de type T_1 dans un alliage 2198-T8 proche de la composition de la nuance 2050-T84 étudiée lors de ces travaux. La matrice est orientée en axe de zone $[110]$ et les déviations standards de la déformation ϵ_{xx} sont représentées sur la cartographie à droite (Marion Le Fournier 2012).

- Franchissement des précipités

Lorsque la déformation se déroule à faible température ce sont les mécanismes de cisaillement des précipités et de contournement d'Orowan (Hull and Bacon 2011) qui semblent prévaloir. La plupart du temps le cisaillement intervient lorsque les particules sont petites et cohérentes. Le contournement des précipités s'observe quant à lui lorsque les particules sont incohérentes ou encore larges et cohérentes. D'autres paramètres tels que la taille des précipités, leur répartition (ie. la distance entre les précipités), la cohérence des

⁷ Geometric Phase Analysis

précipités avec la matrice (ie. le misfit⁸) ou encore la vitesse de déformation influent sur la distinction entre ces deux types d'interactions à faible température.

Lorsque la température augmente, d'autres types de mécanismes s'ajoutent à ceux déjà présents. Le contournement des précipités pourra se faire par glissement dévié (Figure I-22) ou par montée locale des dislocations. La montée, contrairement au glissement dévié, fait intervenir la migration de lacunes. Il est possible de distinguer deux types de montée des dislocations : i. la montée générale qui peut intervenir sans qu'il y ait d'obstacle à franchir et ii. la montée locale qui n'intervient que lorsqu'il est nécessaire de franchir un obstacle (Clark et al. 2005; Lagneborg 1973).

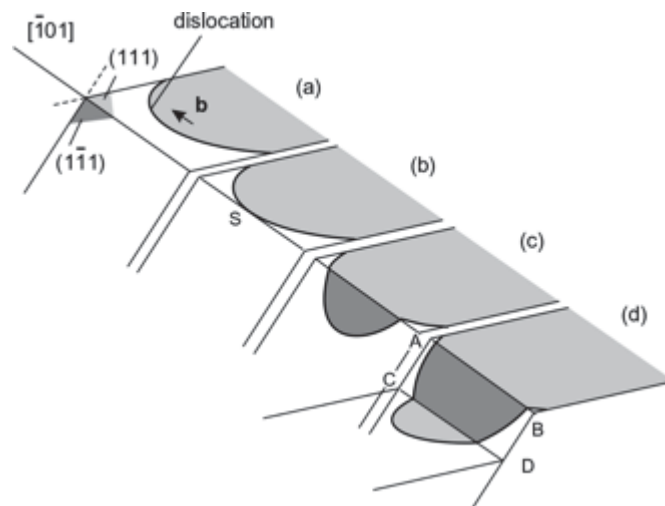


Figure I-22. Glissement dévié dans un matériau cubique à faces centrées (a), (b), (c) et double glissement dévié (d) (Hull and Bacon 2011).

Un parallèle énergétique peut être fait pour déterminer l'occurrence de ces mécanismes. Lors de l'application d'une contrainte, les dislocations vont se déplacer dans le but d'accommoder cette contrainte. Le mouvement des dislocations va se faire en consommant le moins d'énergie possible. Ainsi, lorsque la contrainte est faible, les mécanismes de cisaillement ou le contournement d'Orowan des précipités pourront se produire (Lagneborg 1973). Par ailleurs, si le contournement par glissement dévié est moins coûteux en énergie, il pourra également se produire. En revanche, la montée locale ou générale des dislocations demandant beaucoup d'énergie se produira le plus souvent lorsqu'une température sera appliquée.

- Durcissement par le mécanisme de la forêt

Le durcissement par le mécanisme de la forêt se fait par le biais de l'introduction d'une grande quantité de dislocations dans le matériau à l'aide, par exemple, de l'écrouissage. Ces dislocations, non mobiles, vont représenter les arbres de la forêt et les dislocations en mouvement vont interagir avec eux. Des simulations ont été réalisées et publiées en 1966 par Foreman et Makin afin de montrer l'influence de ces « arbres » sur le mouvement d'une dislocation (Foreman and Makin 1967) (Figure I-23).

⁸ Différence entre le paramètre de maille de la matrice et du précipité.

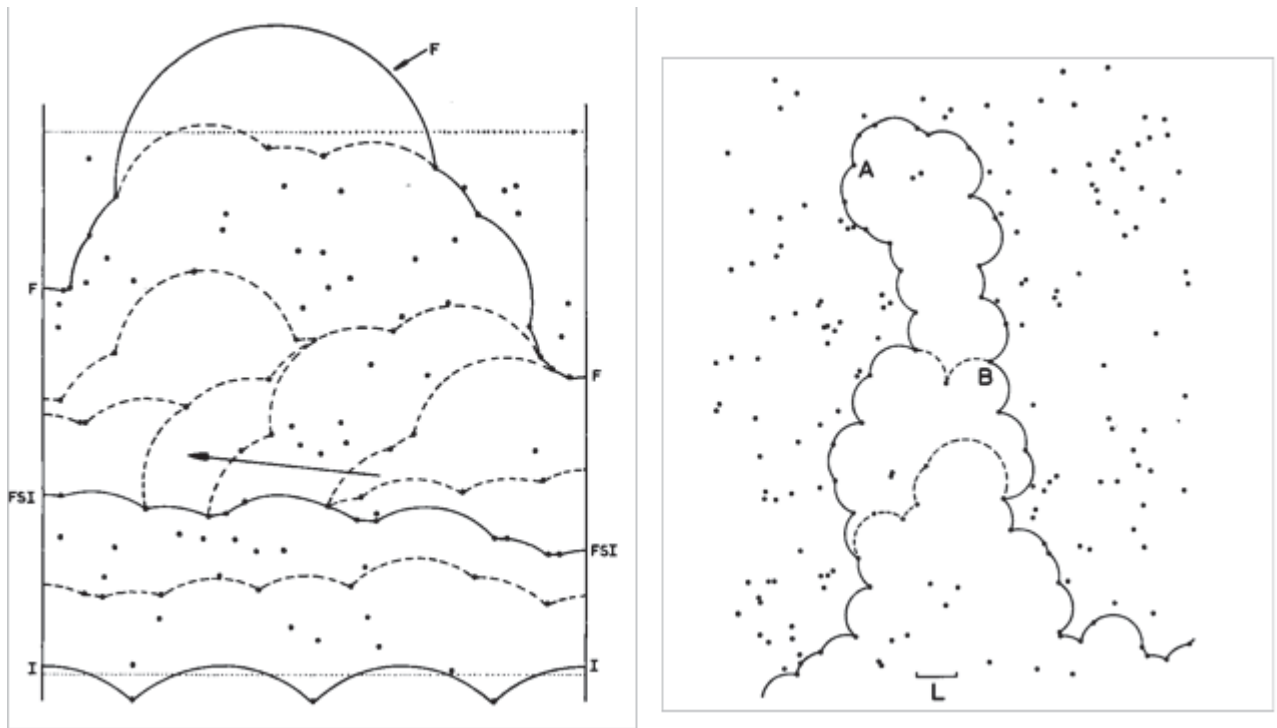


Figure I-23. Simulation du déplacement d'une dislocation dans une forêt de dislocations aléatoire (à gauche) et en présence d'un chemin privilégié (à droite) (Foreman and Makin 1967).

L'équation suivante met en relation la contrainte nécessaire τ pour déformer le matériau avec la densité de dislocation ρ :

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho}$$

avec τ la contrainte nécessaire pour déformer le matériau, α une constante, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et ρ la densité de dislocations.

- Mécanismes d'interaction identifiés avec les précipités étudiés

Les divers mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations peuvent être séparés en fonction des formes des précipités. Il sera possible de distinguer l'interaction des dislocations avec les précipités de forme sphérique, de plaquettes et d'aiguilles.

Dès 1988 (Huang and Ardell 1988), des études ont été menées sur des alliages Al-Li afin d'observer l'influence de la présence des précipités δ' sphériques. Il a été montré que les précipités sont cisailés lorsque leur diamètre est compris entre 6 et 20 nm. En deçà de 6 nm, les précipités sont immédiatement cisailés par la première dislocation et n'interviennent plus dans le durcissement de l'alliage. Au-delà de 20 nm, les auteurs ont observé des dislocations courbes qui sont le signe d'un mécanisme de contournement (Gerold, Gudladt, and Lendvai 1992; Nie and Muddle 2001).

Les précipités sous forme de plaquette, dont la dimension vue par une dislocation est grande, auront tendance à être cisailés. Le cisaillement des précipités sous forme de plaquette a été mis en évidence sur les précipités de type Ω (B. Q. Li and Wawner 1998; Nie and Muddle 2000; Bai, Di, and Liu 2016) et T_1 (Howe, Lee, and Vasudevan 1988; Deschamps et al. 2013; Dorin, De Geuser, et al. 2014). Le cisaillement de ces précipités crée un défaut d'empilement. En effet, ces précipités peuvent être considérés comme étant un empilement de couches atomiques de différentes natures et lors du passage d'une

dislocation, celle-ci ne va pas reconstruire le motif initial mais laisser un défaut d'empilement ou plus spécifiquement une paroi d'antiphase pour le précipité de type Ω .

Pour la phase θ' , Da Costa Teixeira *et al.* ont mis en avant que les précipités sont majoritairement contournés et que l'épaisseur des précipités supérieure à 2 nm permet de maintenir la boucle de dislocation. Dans le cas où le précipité est trop fin, la boucle s'effondre et cisaille le précipité (Da Costa Teixeira *et al.* 2009).

Enfin, les précipités sous forme d'aiguilles conduisent soit à un mécanisme de cisaillement soit de contournement. Le paramètre qui influence sur l'occurrence des mécanismes est le diamètre visible par la dislocation dans son plan de glissement (Teichmann *et al.* 2013). Ces mêmes auteurs ont noté l'apparition de boucles de dislocation pour des aiguilles de phase de type S dont la plus grande dimension est d'au moins 15 nm.

c. Fatigue

Au-delà des propriétés mécaniques en traction des alliages d'aluminium, leurs résistances aux sollicitations en fatigue ont dû être étudiées. En effet, pour des applications structurales ces caractéristiques sont primordiales. Des études ont été menées sur l'influence de la microstructure sur la propagation de fissures et la tenue en fatigue. Il est à noter que dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur les facteurs influençant les propriétés mécaniques en fatigue afin de les caractériser par la suite. Il est possible de distinguer trois phases lors d'une sollicitation en fatigue : la première est l'initiation de la fissure, la deuxième la propagation de cette dernière et la troisième est la rupture du matériau. De plus, ce mode de sollicitation fait également intervenir les dislocations et va naturellement fortement dépendre de la microstructure des alliages. La suite de ce paragraphe peut se découper en trois points, chacun portant sur une des étapes de la sollicitation en fatigue.

Des études ont montré l'influence des précipités intermétalliques grossiers dans l'étape de l'initiation de la fissure. En effet, des équipes de recherche ont effectué la comparaison entre une nuance 2050 et 7010 présentant des propriétés mécaniques en traction similaires et ont identifié une meilleure tenue en fatigue pour la nuance 2050. Les auteurs ont montré que l'étape d'amorçage dépend fortement de la richesse en précipités intermétalliques grossiers de plus de 6 μm . L'alliage le plus performant est le 2050 dans la mesure où cette nuance présente le moins de précipités grossier au sein de sa microstructure (Daniélou *et al.* 2012). Des études similaires montrant l'importance des précipités intermétalliques grossiers ont été réalisées sur la nuance 2219 (Sharma *et al.* 2011; Morris 1979). Cette nuance, plus riche en précipités intermétalliques grossiers résiste moins bien aux sollicitations en fatigue.

L'étape intermédiaire de propagation de fissure semble être fortement dépendante de la sensibilité de la microstructure à la réversibilité de la déformation (Wu *et al.* 2018). Des auteurs ont mis en avant l'aspect bénéfique des précipités cisailables et cohérents (F. Li *et al.* 2016). En effet, des précipités cisailables et cohérents sont plus réversibles à la déformation que des précipités non cisailables et cohérents dans la mesure où les dislocations vont pouvoir interagir avec les précipités sans s'accumuler et durcir les alliages. Des auteurs ont également noté l'influence de la taille de grain et de leurs désorientations. En effet, des grains fins auront tendance à augmenter la surface de joints de grains et donc de zones de concentration de contrainte (Kamp *et al.* 2007). Le même phénomène se produit pour des fortes désorientations entre les grains, entraînant des discontinuités de plans de glissements (Kamp *et al.* 2007).

Enfin, dans la zone qui correspond à la dernière étape de rupture, il est possible d'observer des zones de déformation plastique importantes autour des précipités

intermétalliques grossiers. Il est également possible de noter l'apparition et l'activation de plusieurs plans de glissement pouvant se traduire par l'apparition de fissures supplémentaires en dehors du plan principal de propagation. L'accélération de la vitesse de propagation de fissure autour de ces précipités d'une nuance 2219 a également été mise en évidence (Sharma et al. 2011).

I. 4 - 2. Évolution des propriétés mécaniques en température

Dans ce dernier paragraphe, l'intérêt est porté sur le comportement des alliages d'aluminium lors d'essais réalisés en température. Des travaux ont été réalisés afin de déterminer l'évolution des propriétés mécaniques en traction à plusieurs températures. Les Figure I-26 à 26 présentent l'évolution des propriétés mécaniques de trois nuances d'aluminium à plusieurs températures. Il est possible de voir une diminution de la résistance lorsque la température augmente. En effet, le déplacement des dislocations est facilité par l'application d'une température et de nouveaux mécanismes de déformations peuvent apparaître. Ces mécanismes sont décrits à la page 54.

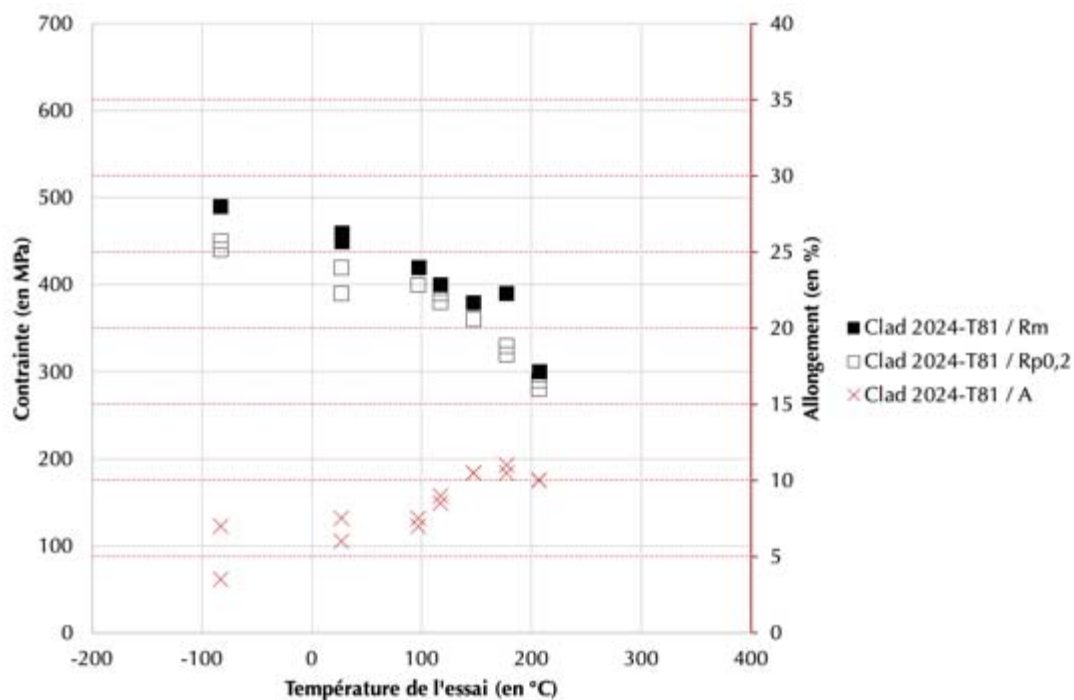


Figure I-24. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance Clad* 2024-T81⁹ en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000). *Aluminium plaqué.

⁹ Clad 2024-T81 (Al 3,8–4,9Cu 0,30–0,90Mn 1,2–1,8Mg 0,05Fe 0,05Si 0,25Zn 0,10Cr valeurs en pourcentage massique (Royster 1969))

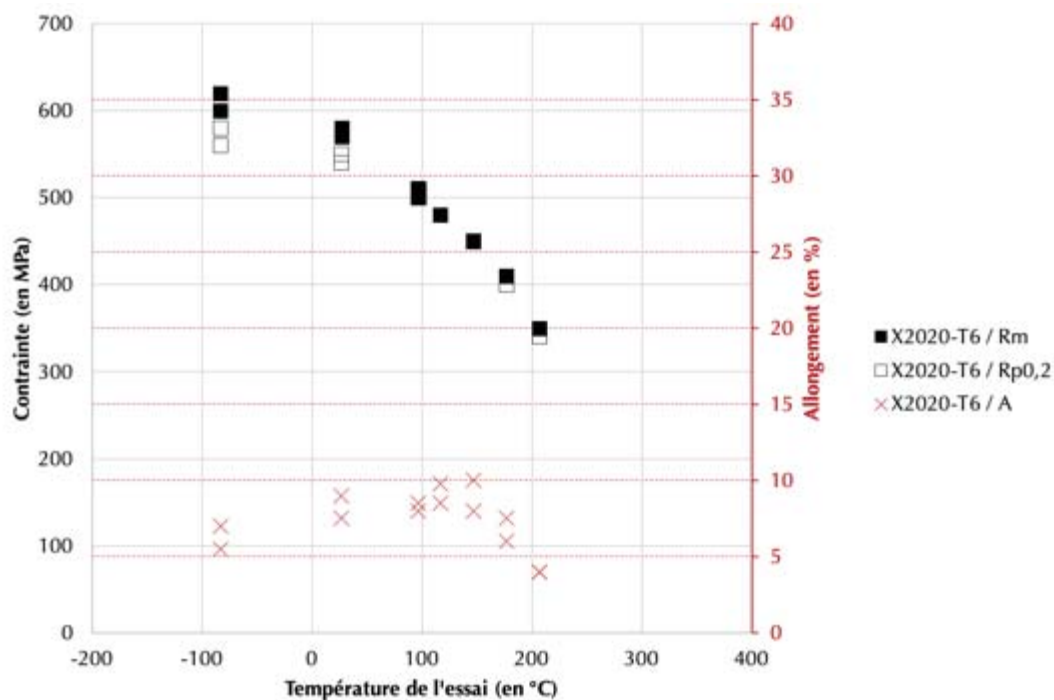


Figure I-25. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance X2020-T6¹⁰ en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000).

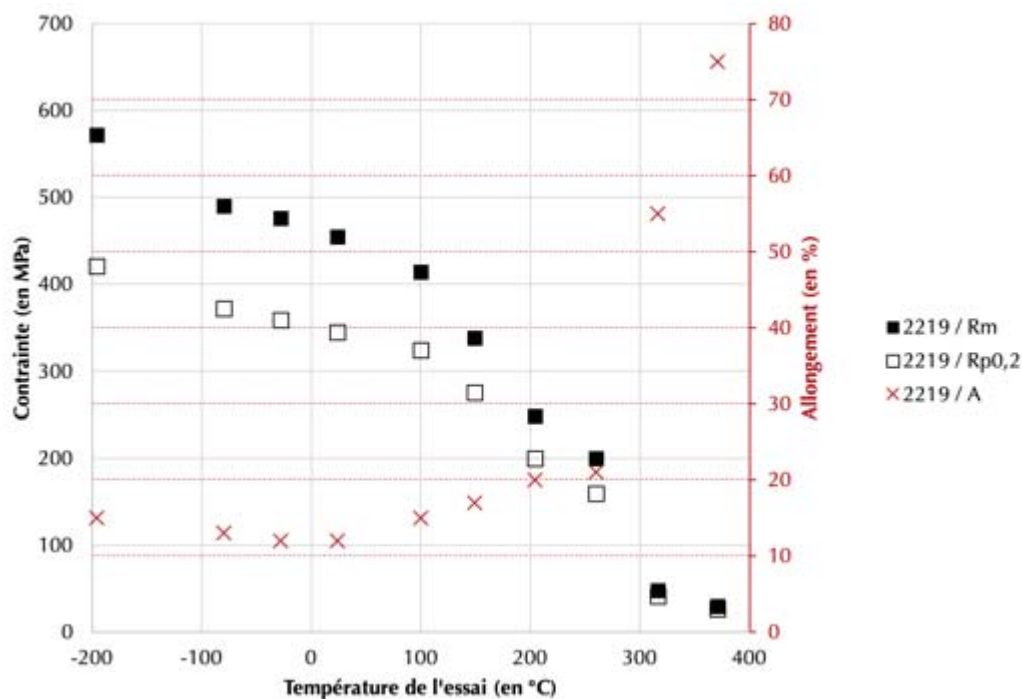


Figure I-26. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance 2219-T851 en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000).

¹⁰ X2020-T6 (Al 0,09–1,7Li 4,0–5,0Cu 0,30–0,80Mn 0,10–0,35Cd 0,03Mg 0,40Fe 0,40Si 0,25Zn 0,10Ti valeurs en pourcentage massique (Royster 1969)).

Chap I. 5. Comportement des alliages d'aluminium lors de l'application d'une température

Dans les paragraphes précédents, il a notamment été mis en évidence que les précipités évoluent vers leurs microstructures stables et parfois en perdant de la cohérence avec la matrice, les écarts entre les paramètres de maille des précipités et celui de l'aluminium deviennent trop grands pour être accommodés par des déformations de la matrice. Ces changements microstructuraux influent sur les propriétés des matériaux. C'est ce qui va être décrit dans cette partie. Le comportement thermique des nuances étudiées sera également traité dans cette partie via les analyses thermiques ou calorimétriques différentielles de la littérature.

Ce paragraphe est axé sur les vieillissements supplémentaires principalement effectués sur des alliages de la série 2000 pour lesquels il est possible de noter une chute des propriétés mécaniques avec le temps et la température. Dans ce paragraphe, d'autres nuances que celles étudiées sont présentées en raison d'un manque d'information pour ce type d'étude sur les alliages de cette thèse. Différents points sont décrits successivement : la variation des propriétés mécaniques, puis de la microstructure et un intérêt particulier est porté sur l'évolution des précipités durcissants.

En effet, les différents alliages peuvent avoir trois 3 différents états de vieillissement artificiel : les alliages sous-revenus (Under Aged : UA), revenus afin d'atteindre le pic de durcissement (Peak Aged : PA) et surrevenus (Over Aged : OA). Généralement, les propriétés mécaniques des alliages augmentent jusqu'au traitement PA puis diminuent, comme illustré Figure I-27.

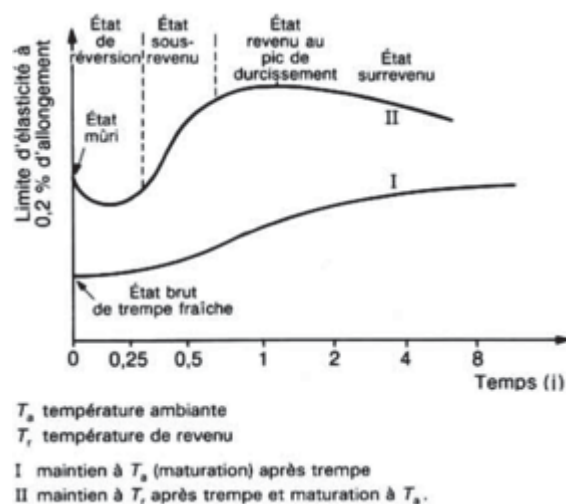


Figure I-27. Évolution schématisée de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium à durcissement structural (Dubost and Sainfort 1991).

I. 5 - 1. Comportement thermique des alliages

En raison de la microstructure complexe des alliages d'aluminium, des études en analyses thermiques ont été réalisées afin de déterminer les différents événements thermiques lors d'une montée en température. Des analyses thermiques ou calorimétriques différentielles ont été menées afin de déterminer les meilleures conditions de vieillissement des alliages

d'aluminium en s'intéressant à la présence, après les différents vieillissements, des différentes phases et de leurs proportions (Dutta, Harper, and Dutta 1994). Il est intéressant de noter, à ce stade, que ces analyses sont des analyses thermiques dynamiques et donc anisotherme. Les différentes informations sur les événements thermiques sont rassemblées dans le Tableau I-9. Ce tableau présente les différentes caractéristiques, nature et origine des pics ainsi que les conditions dans lesquelles les analyses ont été réalisées.

Plusieurs auteurs ont pu identifier la signature exothermique des zones de Guinier Preston et de Guinier Preston Bagaryatsky. Elle se situe en dessous de 100°C et concerne également les différents clusters qui peuvent se former dans la microstructure fine des alliages (Wang and Starink 2005; Härtel et al. 2014; Dutta, Harper, and Dutta 1994; Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008; N. Gao et al. 2002; Starink et al. 2005). Ces zones GP, GPB et clusters peuvent se former à température ambiante en environ 10 heures (Wang and Starink 2005). Par la suite, elles vont être dissoutes dans une gamme de température comprise entre 180 et 250°C. Le pic endothermique associé à cette dissolution est assez large et varie en fonction des éléments d'addition présents dans les différents alliages.

Les phases $S(\text{Type I})$ et $S(\text{Type II})$ semblent se former entre 270 et 300°C. En raison de leurs structures très similaires, ces phases n'ont qu'une seule signature thermique. Le pic exothermique associé est généralement assez important et fin. La signature de la dissolution de cette phase se traduit par la présence d'un pic endothermique entre 330 et 470°C (Wang and Starink 2005; Zahra and Zahra 1990; N. Gao et al. 2002; Starink et al. 2005; Oguocha and Yannacopoulos 1997).

La phase $\theta' - Al_2Cu$ se forme quant à elle dans la gamme de température comprise entre 280 et 300°C. Cette formation se caractérise par un pic exothermique fin. La dissolution de cette phase n'a pas été observée dans la littérature (Härtel et al. 2014; Dutta, Harper, and Dutta 1994; Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008). En revanche l'apparition de la phase θ a été étudiée. La température de formation de cette phase se situe vers 450°C et se caractérise également par la présence d'un pic exothermique (Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008). Il est possible de dire que dans la mesure où la phase θ' se transforme en phase θ , le pic exothermique de la formation de cette dernière correspond à cette transformation $\theta' \rightarrow \theta$. Par la suite, la dissolution de la phase θ a été récemment étudiée et se traduit par la présence d'un pic endothermique vers 510°C (Zheng et al. 2015).

En raison du développement récent des alliages Al-Cu-Li, les informations sur le comportement thermique de la phase $T_1(Al_2CuLi)$ sont assez rares. Des auteurs ont tout de même identifié la formation de la phase T_1 caractérisée par la présence de deux pics exothermiques. Le premier se situant vers 270-280°C et le second vers 325-340°C (Dorin, Deschamps, et al. 2014; Gumbmann et al. 2017). Gumbmann et al. ont cependant pu mettre en évidence que lorsque de l'argent est ajouté à la composition de l'alliage, le pic de formation de la phase T_1 est plus étalé et légèrement plus bas en température (Gumbmann et al. 2017).

Il est intéressant de noter que lors de leurs études à partir d'alliages remis en solution, les différents auteurs ci-dessus ont mis en évidence la formation des phases durcissantes ($S(\text{type I})$, $\theta' - Al_2Cu$ et $T_1(Al_2CuLi)$) lors des traitements dits Peak Aged. Ainsi, dans les alliages étudiés dans le cadre de ce travail les pics relatifs à la formation des clusters et zones GP et GPB, leurs dissolutions et la formation de phase durcissante ne devraient pas apparaître sur les thermographes. En effet et comme cela a pu être présenté dans les paragraphes précédents, les alliages étudiés sont dans des états de réception T8 correspondant à un traitement dit Peak Aged.

Nature de la phase	Gamme de température du pic / ↓ : endothermique ou ↑ : exothermique	Attribution Formation ou Dissolution	Rampe de température (en °C.min ⁻¹)	Alliage Composition en pourcentage massique	Traitement thermique	Référence
Zones GP	↑ / 80°C	F	10	2017 Al 4,1Cu 0,84Mn 0,58Mg 0,22 Fe 0,08Si	T4	(Härtel et al. 2014)
	↑ / 77°C	F	10	2014 Al 4,57Cu 0,77Mn 0,42Mg 0,40Fe 0,66Si 0,12Zn 0,04Ti	Mise en solution à 520°C puis trempe à l'eau	(Dutta, Harper, and Dutta 1994)
	↓ / 220°C	D	10	2017 Al 4,1Cu 0,84Mn 0,58Mg 0,22 Fe 0,08Si	T4	(Härtel et al. 2014)
	↓ / 180°C	D	10	2014 Al 4,57Cu 0,77Mn 0,42Mg 0,40Fe 0,66Si 0,12Zn 0,04Ti	Mise en solution à 520°C puis trempe à l'eau	(Dutta, Harper, and Dutta 1994)
	↓ / 200°C	D	10	Al 4,1Cu 0,6Mg 0,5Si	Mise en solution à 505°C (valeur de 505 K dans la publication) pendant une heure puis trempe à l'eau	(Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008)
Zones GPB	↑ / 50- 100°C	F	10	Al 1,9Cu 1,6Mg	Mise en solution à 495°C puis trempe à l'eau Vieillissement de 5 minutes à 1 semaine à 25°C	(Starink et al. 2005; Wang and Starink 2005)
	↑ / 100°C	F	20	Al 2,1Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 500°C pendant au moins 20 minutes puis trempe à l'eau	(Zahra and Zahra 1990; Wang and Starink 2005)
	↓ / 250°C	D	20	Al 2,1Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 500°C pendant au moins 20 minutes puis trempe à l'eau	(Zahra and Zahra 1990; Wang and Starink 2005)

Nature de la phase	Gamme de température du pic / ↓ : endothermique ou ↑ : exothermique	Attribution Formation ou Dissolution	Rampe de température (en °C.min ⁻¹)	Alliage Composition en pourcentage massique	Traitement thermique	Référence
Phase S	↑ / 300°C	F	20	Al 2,1Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 500°C pendant au moins 20 minutes puis trempe à l'eau	(Zahra and Zahra 1990; Wang and Starink 2005)
	↑ / 275°C	F	10	Al 2,81Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 495°C puis trempe à l'eau	(Starink et al. 2005)
	↑ / 280°C	F	10	2618 Al 2,24Cu 0,18Si 1,19Fe 1,59Mg 1,05Ni 0,07Ti	Mise en solution à 530°C puis trempe à l'eau	(Oguocha and Yannacopoulos 1997)
	↓ / 330-470°C	D	10	Al 2,81Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 495°C puis trempe à l'eau	(Starink et al. 2005)
	↓ / 450°C	D	20	Al 2,1Cu 1,3Mg 0,09Zr	Mise en solution à 500°C pendant au moins 20 minutes puis trempe à l'eau	(Zahra and Zahra 1990; Wang and Starink 2005)
Phase θ'	↑ / 295°C	F	10	2618 Al 2,24Cu 0,18Si 1,19Fe 1,59Mg 1,05Ni 0,07Ti	Mise en solution à 530°C puis trempe à l'eau	(Oguocha and Yannacopoulos 1997)
	↑ / 280°C	F	10	2017 Al 4,1Cu 0,84Mn 0,58Mg 0,22 Fe 0,08Si	T4	(Härtel et al. 2014)
	↑ / 286°C	F	10	2014 Al 4,57Cu 0,77Mn 0,42Mg 0,40Fe 0,66Si 0,12Zn 0,04Ti	Mise en solution à 520°C puis trempe à l'eau	(Dutta, Harper, and Dutta 1994)
	↑ / 300°C	F	10	Al 4,1Cu 0,6Mg 0,5Si	Mise en solution à 505°C (valeur de 505 K dans la publication) pendant une heure puis trempe à l'eau	(Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008)

Nature de la phase	Gamme de température du pic / ↓ : endothermique ou ↑ : exothermique	Attribution Formation ou Dissolution	Rampe de température (en °C.min ⁻¹)	Alliage Composition en pourcentage massique	Traitement thermique	Référence
Phase θ	↑ / 450°C	F	10	Al 4,1Cu 0,6Mg 0,5Si	Mise en solution à 505°C (valeur de 505 K dans la publication) pendant une heure puis trempe à l'eau	(Bassani, Gariboldi, and Ripamonti 2008)
	↓ / 510°C	D	10	Al 3,98Cu 6,02Si 1,14Mg 0,02Fe	T6	(Zheng et al. 2015)
Phase T_1	↑ / 270 + 340°C	F	50			(Gumbmann et al. 2017)
	↑ / 280 + 325°C	F	50	2198 Al 2,9-3,5Cu 0,8-1,1Li 0,25-0,8Mg 0,1-0,5Ag 0,04-0,15Zr	Mise en solution à 510°C pendant 30 minutes, trempe à l'eau puis déformation de 2,5%. Échantillon d'intérêt sélectionné à la fin de la rampe de montée en température pour le premier vieillissement à 155°C.	(Dorin, Deschamps, et al. 2014)

Tableau I-9. Synthèse des différents évènements thermique des phases nanométriques d'intérêt. Ce tableau rassemble les températures, la nature, l'origine et les conditions expérimentales d'obtention des différents évènements thermiques.

I. 5 - 2. Évolution des propriétés mécaniques

Dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur les évolutions des propriétés mécaniques avec la durée de maintien en température. En effet, lors de l'application d'une température, elles peuvent évoluer en raison des possibles changements dans la microstructure des alliages.

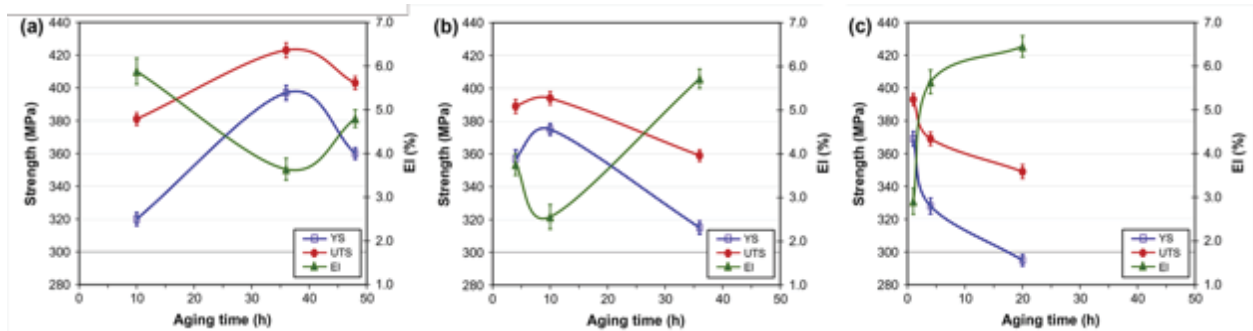


Figure I-28. Propriétés mécaniques de l'AA2618 brut de coulé après un maintien à (a) 175, (b) 195 et (c) 200°C jusqu'à 48 heures (Elgallad et al. 2014).

La Figure I-28 présente l'évolution des propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 2618 brut de coulée (Direct Chill Casting). Il est possible d'observer sur ces graphiques une première augmentation des propriétés mécaniques correspondant à un état revenu et au pic de durcissement, Figure I-28 Au-delà de ce pic, il s'agit de l'état survenu pour lequel les propriétés mécaniques diminuent. Cette tendance se retrouve sur l'ensemble des propriétés mécaniques où il est possible d'observer une diminution de la valeur de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale et aussi à la rupture et une augmentation de l'allongement. Cette tendance se retrouve également sur les autres nuances. Par exemple, pour le 2219, des auteurs ont étudié les propriétés mécaniques de trois états thermiques en les comparant à l'état optimal, Peak Aged (Sharma et al. 2011). Ces valeurs sont répertoriées dans le Tableau I-10. Il en est de même pour un alliage Al-Cu-Li dont les propriétés mécaniques, illustrées sur la Figure I-29 diminuent avec des temps plus longs et des températures de vieillissement plus élevées (Balducci et al. 2017).

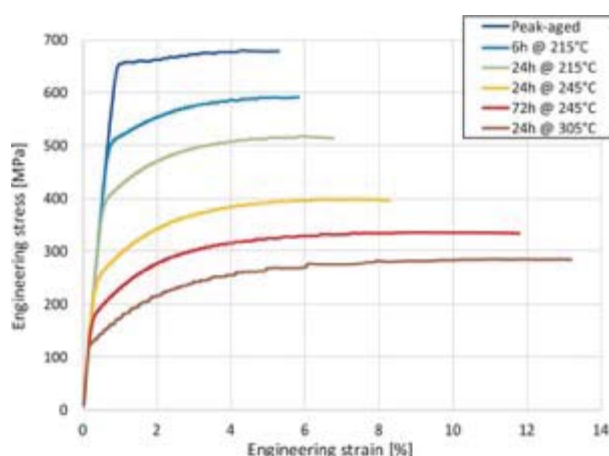


Figure I-29. Évolution des propriétés mécaniques à température ambiante d'un 2055-T83¹¹ en fonction du temps et de la température de vieillissement (Balducci et al. 2017).

Certains auteurs ont également mis en évidence le changement brusque des propriétés mécaniques (Elgallad et al. 2014; Alexopoulos 2009; Alexopoulos et al. 2016) ou de la

¹¹ 2055-T83 (Al 2,4–3,0Cu 1,6–2,0Li 0,40–1,0Zn 0,10–0,50Mn 0,10–0,50Mg 0,10Ti 0,05–0,12Zr 0,07Fe valeurs en pourcentage massique, (Balducci et al. 2017))

dureté (Ceschini et al. 2015; Nie and Muddle 2008) avec la température : plus elle est élevée, plus les propriétés diminuent rapidement (Figure I-29).

État thermique	Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	Allongement (en %)
NA : Vieillissement à température ambiante pendant 90 jours	313,0	144,5	25,9
UA : 130°C pendant 120h	338,4	197,8	20,3
PA : nuance commerciale	462,0	366,0	12,8
OA : 8% de déformation à froid puis un traitement de 163°C pendant 24h. Enfin, un second vieillissement de 13h à 200°C a été réalisé	303,0	206,1	17,5

Tableau I-10. Évolution des propriétés mécaniques du 2219 en fonction du traitement thermique (Sharma et al. 2011).

Des résultats similaires ont pu être obtenus par la NASA (Royster 1969). En effet, il est possible d'observer sur les Figure I-30 à 32 l'évolution des propriétés mécaniques au cours d'un vieillissement long des nuances 2024-T81 et 2020-T6. Les vieillissements ont été réalisés à deux températures 115°C et 145°C sur deux nuances. Il est possible d'observer que les propriétés mécaniques du X2020-T6 sont meilleures que celles du 2024-T81 plaqué (Clad 2024-T81) pour un vieillissement à 115°C. En revanche, à la fin du vieillissement à 145°C, à partir de 18 000 h, les propriétés mécaniques (Rm et Rp_{0,2}) sont équivalentes voir inférieures pour le X2020-T6. De plus, les propriétés du X2020-T6 diminuent plus rapidement lorsque la température de vieillissement augmente, ce qui est moins marqué pour le 2024-T81 plaqué.

Pour résumer, en règle générale au cours d'une exposition en température, les propriétés mécaniques des alliages revenus au pic ou surrevenus vont diminuer d'autant plus que la température est haute ou que le temps d'application est long.

Il est par ailleurs intéressant de noter que pour les applications à plus haute température, l'influence d'un vieillissement long à des températures proches de 200°C sur les propriétés mécaniques est très peu reportée dans la littérature (Figure I-1).

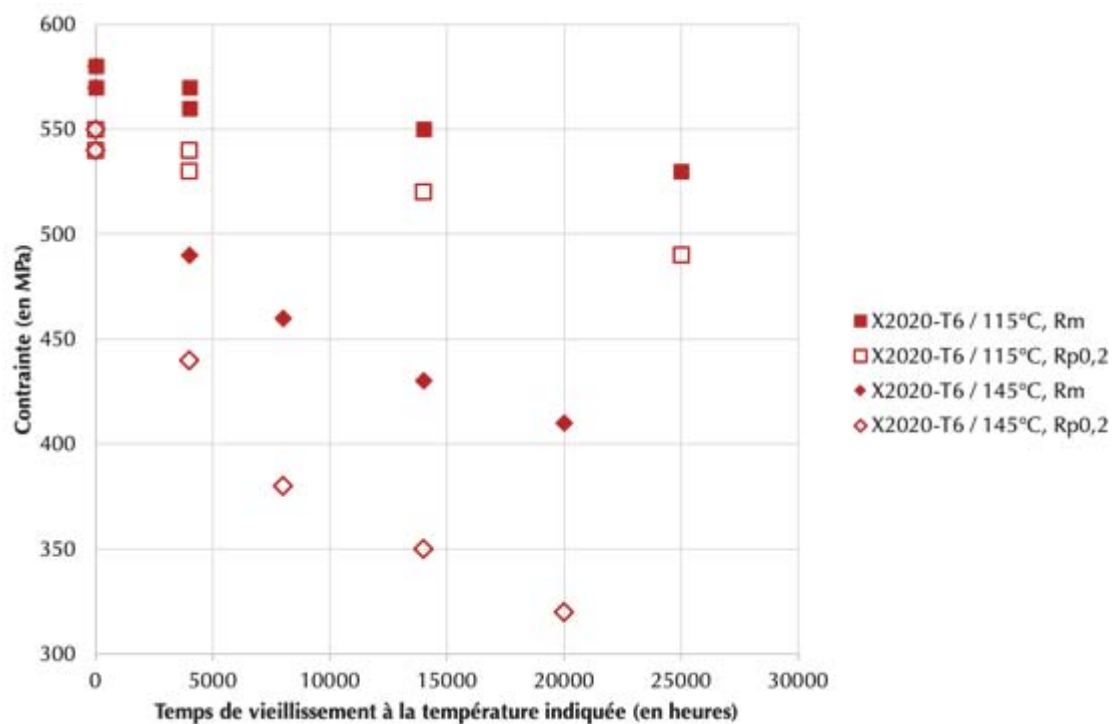


Figure I-30. Évolution des propriétés mécaniques (R_m et $R_{p0,2}$), mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).

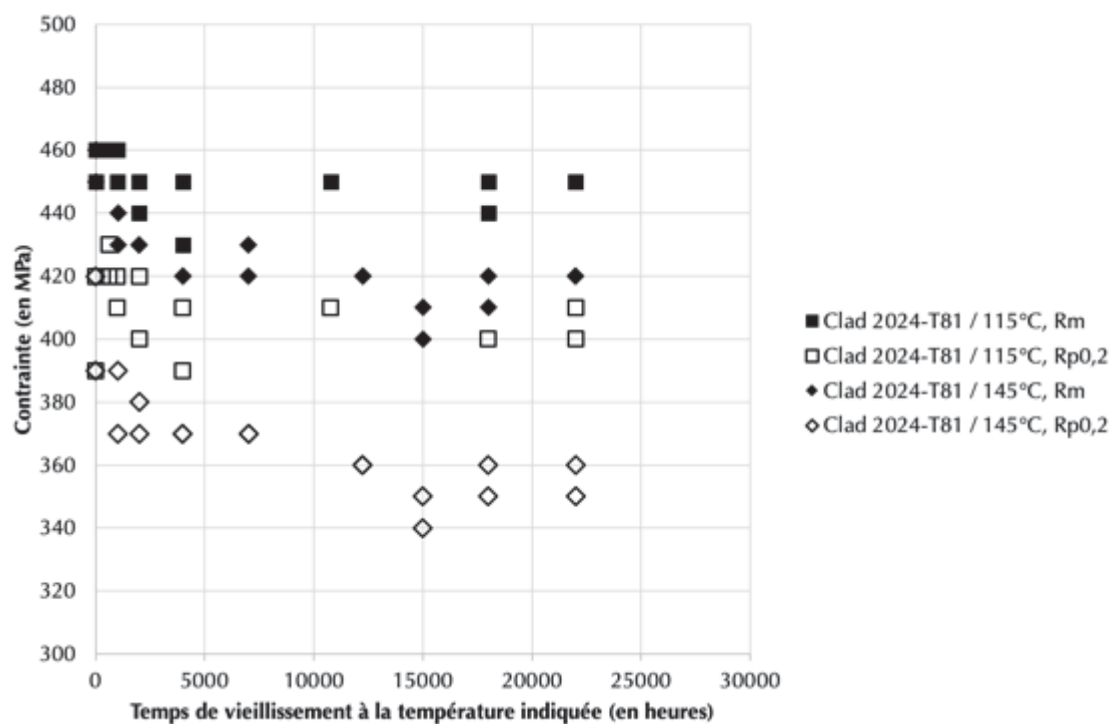


Figure I-31. Évolution des propriétés mécaniques (R_m et $R_{p0,2}$), mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).

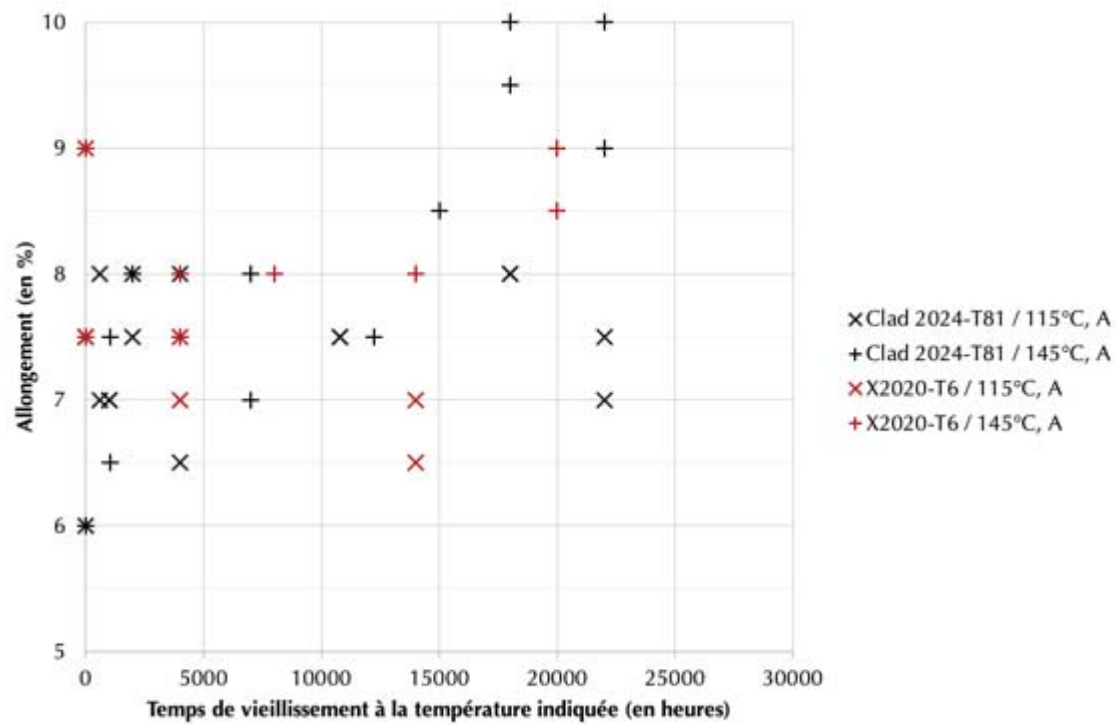


Figure I-32. Évolution des propriétés mécaniques en allongement, mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).

I. 5 - 3. Évolutions microstructurales

a. Échelle intermédiaire

Le changement de propriétés mécaniques est dû aux évolutions microstructurales. Les principaux changements font état d'une évolution des précipités et de leurs répartitions dans la microstructure (Ceschini et al. 2015; Balducci et al. 2017), comme l'illustrent les Figures I-33 et I-34. Cependant, ces auteurs ne se sont pas intéressés à l'évolution de la microstructure à une échelle fine puisqu'ils ont mené des observations en microscope électronique à balayage.

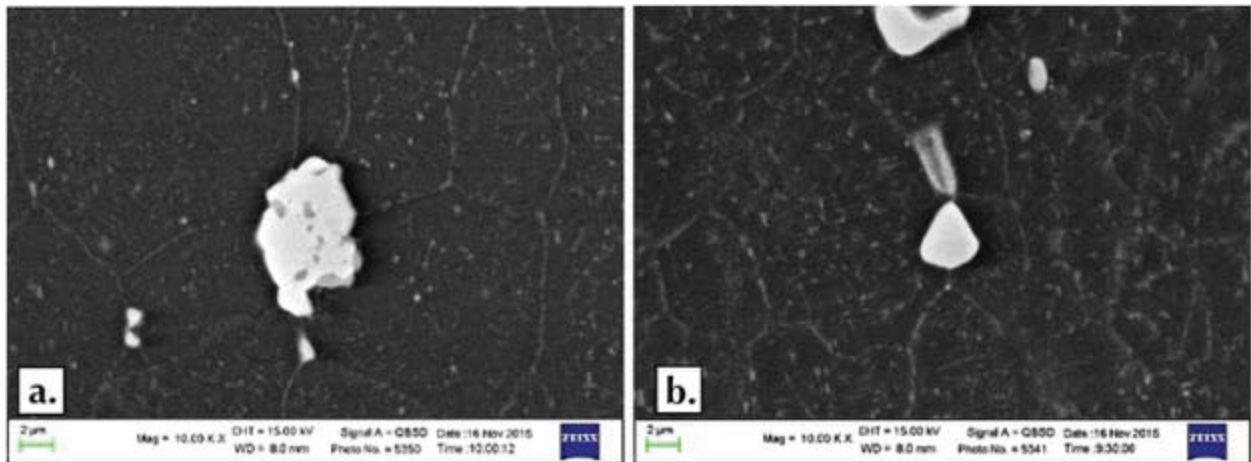


Figure I-33. Observations SEM d'un alliage 2055-T83 vieilli pendant 24h à a. 245°C et b. 305°C. Elles mettent en avant la formation de précipités au niveau des joints de grains et également l'augmentation de la taille des précipités nanométriques au sein des grains (Balducci et al. 2017).

les Figures I-33 et I-34 laissent apparaître l'augmentation de la taille des précipités nanométriques au sein des grains ainsi que l'apparition de précipités aux joints de grains et finalement leurs croissances.

L'évolution des faciès de ruptures en lien avec les évolutions microstructurales a pu être analysée. Les faciès de rupture des échantillons vieillis ont été analysés par Ceshini *et al.* Ils ont pu mettre en évidence l'apparition de micro-cupules sur les échantillons les plus vieillis situés dans la zone délimitée en rouge sur la Figure I-35c. De plus, il a également été montré qu'il existe une différence de comportement aux abords des cupules signalées par les flèches rouges des Figure I-35a et c. Ce changement de morphologie est attribué aux précipités semi-cohérents observés en microscopie électronique à balayage (Figure I-34) (Ceschini et al. 2015). La même équipe a récemment mis en évidence la formation de micro-cupules sur le 2055-T83 après 24 heures à 305°C, visibles sur la Figure I-36 (Balducci et al. 2017).

Par ailleurs, Siddiqui *et al.* ont montré l'importance de l'évolution de la taille des précipités et de la taille de grains sur les propriétés en fatigue (Siddiqui, Abdul-Wahab, and Pervez 2008). Ils ont également observé un changement de mode de rupture en fatigue sur des échantillons d'alliages de la série 6000 survenus et immergés dans de l'eau salée.

L'évolution de la taille des précipités a également été observée lors d'essais en fluage au cours desquels des auteurs ont montré l'apparition de précipités sous l'application d'une contrainte (Zhan, Li, and Huang 2014).

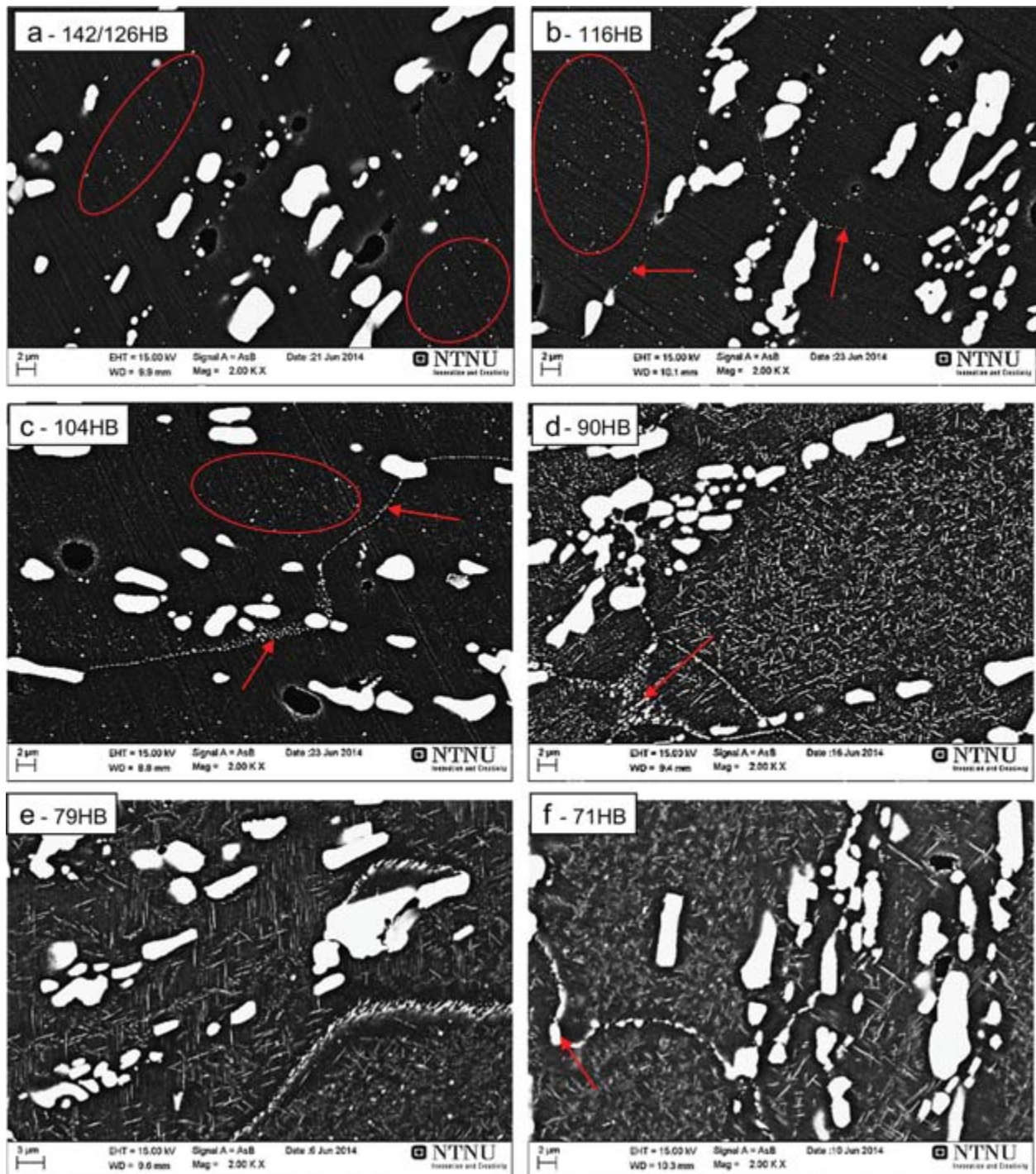


Figure I-34. Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés montrant l'évolution de la microstructure de l'AA2618 à différents traitements thermiques : Peak Aged et a. 200°C pendant 24h, b. 230°C pendant 10h, c. 230°C pendant 120h, d. 290°C pendant 2,5h, e. 305°C pendant 9h et f. 305°C pendant 30h (Ceschini et al. 2015).

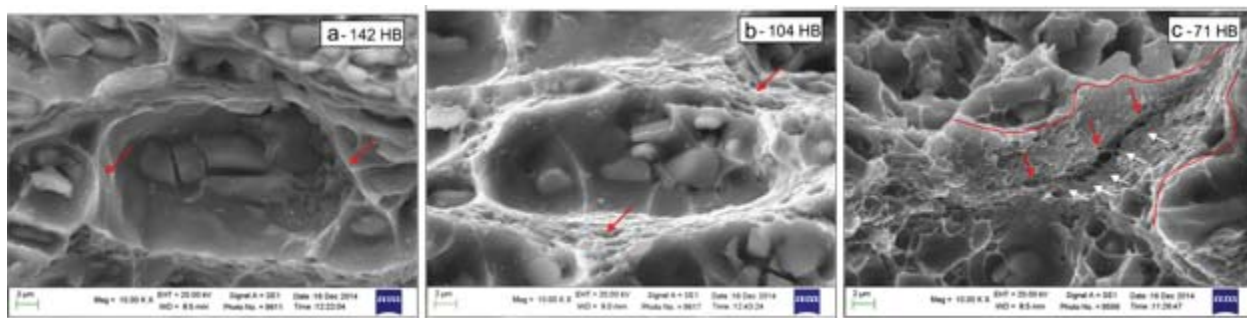


Figure I-35. Micrographies MEB des faciès de rupture d'un AA2618 (a) PA, (b) vieilli 120h à 230°C et (c) vieilli 30h à 305°C (Ceschini et al. 2015).

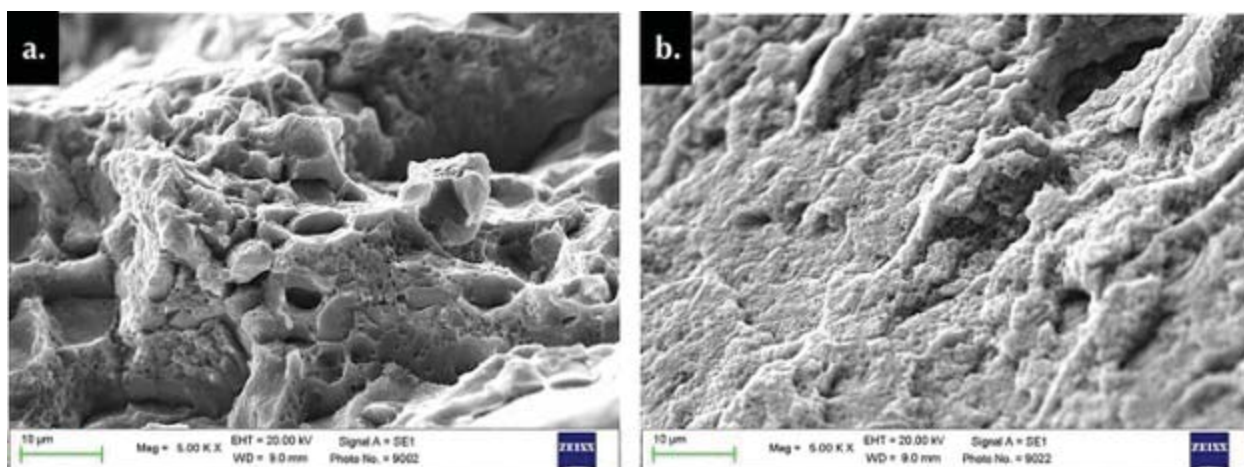


Figure I-36. Observation SEM des faciès de rupture sur un 2055-T83 a. à réception et b. après 24h à 305°C mettant en avant l'apparition de fines cupules (Balducci et al. 2017).

b. Évolution des nano-précipités

Dans ce paragraphe l'intérêt est porté sur l'évolution des nano-précipités présents dans les nuances étudiées.

i Précipités de type Al-Cu

Les précipités principalement présents dans les alliages Al-Cu sont les précipités de type θ . Depuis quelques dizaines d'années, ils sont connus pour avoir une variation de taille en fonction du temps et de la température qui leur sont appliqués. Il est possible de retrouver dans la littérature des paramètres tels que l'épaisseur, le diamètre et la fraction volumique du précipité qui permettent de caractériser son évolution. Une tendance à l'augmentation de la dimension des précipités avec l'exposition à la température peut être observée dans la littérature puis une stabilisation de leurs dimensions.

Des auteurs tels que Boyd et Nicholson (Boyd and Nicholson 1971), ont noté dans des alliages Al-4%Cu, qu'il est possible d'observer une vitesse de croissance qui a tendance à diminuer après 120h à 200°C ou 20h à 240°C. Cette tendance a été, par la suite, confirmée par deux auteurs (Da Costa Teixeira et al. 2009; Nie and Muddle 2008) qui, après des maintiens à 200°C, obtiennent des épaisseurs de précipités d'un peu plus de 7 nm.

- Nie et Muddle observent après 168h d'exposition (Figure I-37) sur une nuance Al-4Cu-0,05Sn (valeurs en pourcentage massique) (Nie and Muddle 2008) des précipités de 7,4 nm d'épaisseur.

- Sur une autre nuance (Al-3Cu-0,05Sn), Da Costa Teixeira *et al.* ont montré une épaisseur comparable même après 30 jours (soit 1000h) d'exposition à 200°C (Da Costa Teixeira *et al.* 2009).

Ces travaux mettent bien en avant une stabilisation de l'épaisseur de ces précipités lors d'une exposition à la température. Pour la caractérisation de ces précipités, il est également possible de s'intéresser à d'autres paramètres tels que les facteurs de forme ou encore la fraction volumique.

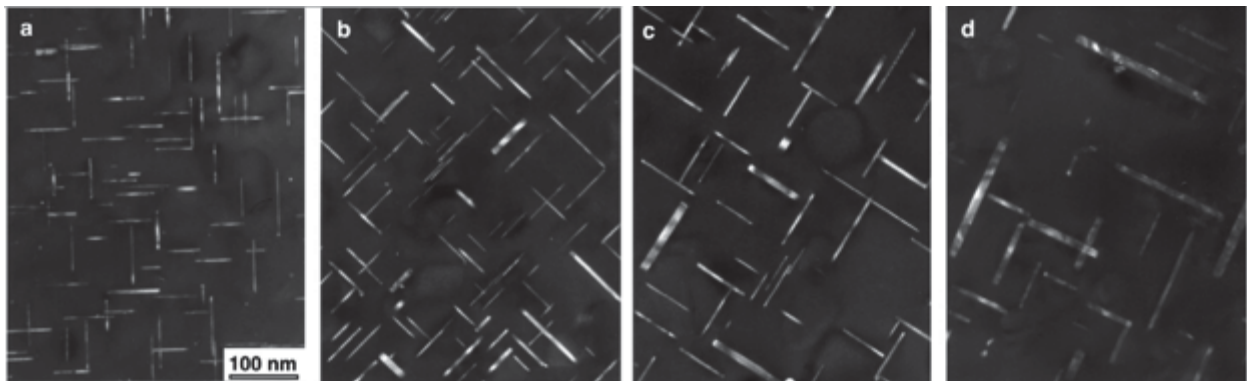


Figure I-37. Champ sombre en TEM illustrant l'augmentation de la largeur des précipités, vieillissements à 200°C pendant (a) 0,5h, (b) 3h, (c) 48h et (d) 168h sur un alliage Al-4Cu-0,05Sn (wt. %) (Nie and Muddle 2008).

i Précipités de type Al-Cu-Mg

Deux types de précipités sont présents dans les alliages Al-Cu contenant du magnésium, les précipités de type S et les précipités Ω . Comme les précipités de type θ , les précipités S vont avoir tendance à croître. Cette croissance se fera au détriment des zones GPB et entraîne une coalescence des aiguilles. En effet, Elgallad *et al.* (Elgallad *et al.* 2014) ont mis en évidence la coalescence des précipités S (*Type II*) après un vieillissement de 10h à 195°C. Ce changement de taille entraîne un changement de mécanisme d'interaction des dislocations avec les précipités.

Il a été mis en évidence que les précipités Ω , présents dans les alliages Al-Cu-Mg-(Ag), apparaissent plus stables que les précipités de type θ lors d'un maintien en température. De plus, ce phénomène est accentué avec la présence d'argent (Zhou *et al.* 2013). Bai *et al.* ont récemment mis en évidence la croissance des précipités cisailés lors d'un essai de fluage à 200°C (Bai, Di, and Liu 2016).

ii Précipités de type Al-Cu-Li

Les alliages Al-Cu-Li ont été développés plus récemment et présentent deux types de précipités, les précipités T_1 sous forme de plaquettes et les précipités δ sphériques. Là encore, l'épaisseur des précipités T_1 change les mécanismes d'interaction avec les dislocations. Il a été mis en évidence par Dorin *et al.* que l'épaisseur des précipités entraîne un changement de propriétés mécaniques (Dorin, De Geuser, *et al.* 2014). Les propriétés mécaniques diminuent lorsque la taille des précipités augmente. Il en est également de même pour les précipités sphériques δ contournés lorsque leur diamètre augmente alors qu'ils sont cisailés lorsque leur diamètre est inférieur à 20 nm (Gerold, Gudladt, and

Lendvai 1992; Nie and Muddle 2001). L'augmentation du diamètre des précipités δ a été étudiée lors d'expositions de l'ordre de 200°C pendant une dizaine de jours (Yoshimura et al. 2003; Pletcher, Wang, and Glicksman 2012) sur des alliages Al-2Li (wt.%).

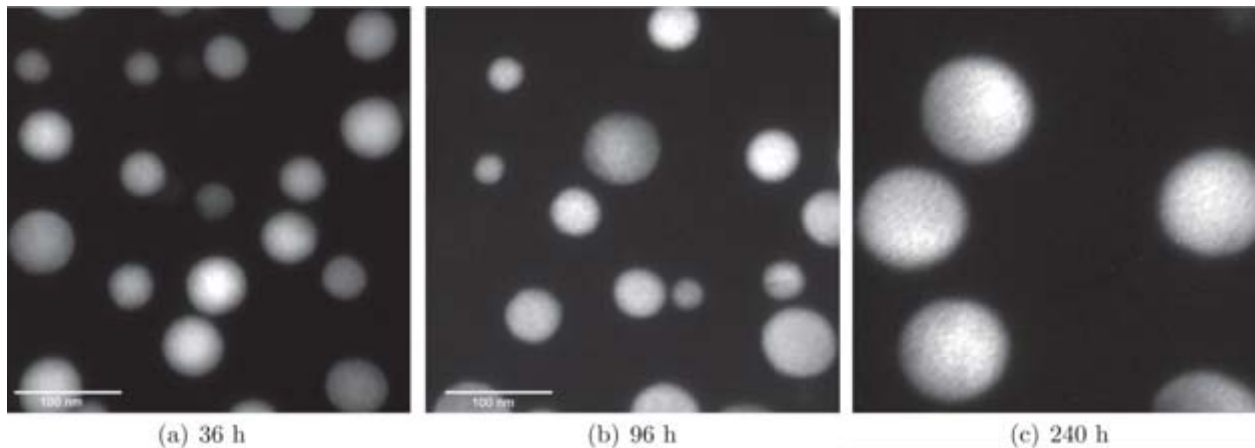


Figure I-38. Micrographies en champ sombre de la microstructure d'un alliage d'aluminium Al-2,1%Li, (wt%) vieilli à 225°C pendant (a) 36h, (b) 96h et (c) 240h, les précipités δ' sont en clair (Pletcher, Wang, and Glicksman 2012).

Pour résumer,

- Lors d'un vieillissement thermique à partir d'un état sous-revenu, les propriétés mécaniques vont augmenter grâce à la précipitation fine de zones de types GP, GPB ou GP_{T1}. Ces zones vont par la suite se transformer pour laisser, en partie, place aux différentes natures de précipités jusqu'à atteindre le pic de durcissement.
- A partir d'un état métallurgique revenu ou surrevenu les propriétés mécaniques ont tendance à diminuer lors d'un vieillissement en température. En effet, les précipités durcissants vont croître en augmentant leur taille mais en diminuant leur nombre influençant ainsi la diminution des propriétés mécaniques via des changements d'interaction dislocations/précipités. Ces changements sont d'autant plus marqués que la température est élevée.

Dans le cas de notre étude et compte tenu des informations contenues dans la littérature, il est attendu que les différents précipités présents dans les microstructures des alliages 2219-T851 et 2050-T84 évoluent vers leur état le plus stable, pour, par la suite, croître. De ce fait, des caractérisations poussées devront être réalisées après différents vieillissements afin de suivre précisément ces évolutions.

Chapitre II.

Matériels et Méthodes

Ce chapitre s'intéresse aux différentes techniques utilisées lors de ce travail. Il se divise en trois parties. La première partie s'intéresse à la description des moyens utilisés pour effectuer les différents vieillissements et études du comportement thermique des nuances étudiées lors de cette thèse. La deuxième partie porte un intérêt particulier sur les méthodes et techniques qui ont permis de suivre l'évolution des différentes propriétés mécaniques aux différentes étapes du vieillissement. Enfin, la troisième partie porte quant-à-elle sur les différentes techniques de caractérisation microstructurale.

Dans chacune de ces parties, l'aspect technique mais également les méthodes d'exploitation des résultats sont présentées. Ainsi, l'ensemble des résultats présentés dans la suite de ce manuscrit est en accord avec les méthodes décrites dans ce chapitre. Ce chapitre présente également quelques limites rencontrées lors de l'utilisation de certaines techniques expérimentales ou l'exploitation des résultats.

Chap II. 1. Vieillissement et analyses thermiques

Dans l'objectif d'étudier la faisabilité d'une utilisation à température modérée d'alliages d'aluminium de la série 2000, des vieillissements ont été effectués afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques de ces alliages lors d'une telle sollicitation. L'étude du comportement thermique de l'alliage a également été étudié à l'aide de la technique d'analyse thermique différentielle.

II. 1 - 1. Vieillissement

Des vieillissements ont donc été conduits à 200°C pendant 1000h (TTH1), 3000h (TTH3), 5000h (TTH5) et 10000h (TTH1K) sur des blocs de matières de 2219-T851 et 2050-T84. Après vérification de l'homogénéité de la température au sein de l'étuve Nabertherm TR240, les blocs d'échantillons ont été positionnés dans l'enceinte à mi-hauteur. Afin d'assurer le suivi de la température, des thermocouples de type N chemisés nickel et fournis par la société Kimo sont apposés sur les différents blocs. L'acquisition des mesures a été réalisée via un boîtier CompactDAQ9181 et une carte d'acquisition CompactDAQ9213 de la marque National Instruments.

Le vieillissement des blocs s'est déroulé en plusieurs étapes afin d'atteindre un vieillissement global de 10000h. L'ensemble des vieillissements a été effectué sous air à 200°C en surface des plaques épaisses (température consigne de 205°C) de 2219-T851 d'une épaisseur de 80mm et d'épaisseur de 130 mm pour la nuance 2050-T84. L'approvisionnement de la nuance 2050-T84 s'est fait via la récupération de chutes dues à des erreurs d'usinages. Les échantillons ont été enfournés dans l'étuve préalablement chauffée et refroidis à l'air après les différentes durées de vieillissement.

Un premier vieillissement de 1000h (TTH1) a donc été effectué sur une quantité importante de matière afin de caractériser l'évolution des propriétés mécaniques via de la traction, de la fatigue ou de la propagation de fissure tant à température ambiante qu'à 200°C. De plus et afin de suivre l'évolution des propriétés au cours de ce premier vieillissement, des blocs de plus petites dimensions ont été placés dans le four pour des sorties intermédiaires (Lxhxe : 20x80x10 mm pour le 2219-T851 et 40x130x10 mm pour le 2050-T84).

Un second vieillissement a été ensuite réalisé sur des plaques épaisses de même dimension pour une durée allant jusqu'à 5000h à 200°C (TTH5). Pendant ce vieillissement sur les nuances 2050-T84 et 2219-T851, une sortie intermédiaire a été réalisée à 3000h (TTH3) de vieillissement.

Enfin, un dernier vieillissement de 5000h à 200°C a été réalisé sur la matière déjà vieillie 5000h à 200°C afin d'obtenir un vieillissement global de 10000h. Ainsi, sur les nuances 2050-TTH5 et 2219-TTH5, un traitement supplémentaire a été effectué afin d'obtenir les nuances 2050-TTH1K et 2219-TTH1K.

A la suite de l'ensemble de ces vieillissements, les nuances 2050-T84 et 2219-T851 ont été vieilles pendant : 1000h, 3000h, 5000h et 10000h à 200°C. Il est également important de mentionner que compte tenu des durées de traitement considérées, les étapes d'enfournement et de défournement sont considérées comme étant négligeables lors de cette étude.

II. 1 - 2. Analyse thermique différentielle

Dans le but de caractériser les changements microstructuraux sur les nuances 2219 et 2050, des analyses thermiques différentielles ont été effectuées. Ces analyses ont été effectuées sur un dispositif Labsys de Seteram. Cet appareil est couplé avec un analyseur d'oxygène JC 15Vde chez Setnag, la teneur en oxygène mesurée étant de 0,00 ppm. Les paramètres choisis sont en accord avec les données de la littérature. Ainsi les nuances ont été caractérisées entre la température ambiante et 1000°C avec une rampe de 10°C.min⁻¹. Ces essais ont été réalisés sous un flux d'hélium de 50 ml.min⁻¹ avec comme référence de la poudre d'alumine. Contrairement aux analyses en DSC¹², l'ATD mesure une différence de température entre une référence, ici en alumine, et l'aluminium. Cette mesure s'effectue via des thermocouples dont la valeur s'exprime en µV.

Il est important de noter que pour ces essais, les échantillons ont été préparés par électroérosion. Ce mode de préparation des échantillons rend difficile le contrôle de la masse, ainsi les masses des différents échantillons sont spécifiées sur les graphiques présentant les courbes d'échanges thermiques entre la référence et l'échantillon d'aluminium. Ainsi, les résultats présentés ne sont pas normalisés en masse et les aires sous les pics ne peuvent pas être étudiées. Pour avoir une plus grande précision de mesure et avoir plus d'information quantitative, la technique DSC peut être privilégiée.

Chap II. 2. Essais mécaniques

Afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium étudiés, différents types d'essais ont été réalisés. Il est possible de distinguer deux types d'essais l'un étant effectué lors d'une sollicitation statique et l'autre sous sollicitation cyclique. Dans cette partie, seuls les essais réalisés sous sollicitations statiques seront présentés, les sollicitations cycliques étant, par ailleurs, traitées en annexe de ce manuscrit.

II. 2 - 1. Sollicitations monotones

Une première série d'essais a été réalisée afin de comparer l'influence d'un vieillissement long de 1000h à 200°C sur le 2219-T851 et le 2050-T84. Les essais réalisés sont des essais de traction à température ambiante et à 200°C dans des directions de prélèvement suivant le sens de laminage et le sens travers long.

Afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques en traction, une deuxième série d'essais a été réalisée sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 après 3000h, 5000h et 10000h de vieillissement à 200°C. Ces essais ont uniquement été réalisés dans la direction de laminage et à température ambiante.

Enfin et dans l'objectif d'affiner le suivi de la diminution des propriétés mécaniques lors du vieillissement, une troisième série d'essais a été réalisée lors de vieillissements interrompus. Elle a été effectuée dans le sens de laminage et à température ambiante sur la nuance 2219-T851 uniquement.

¹² Differential Scanning Calorimetry

- Normes utilisées pour la réalisation des essais mécaniques

Ce travail de thèse s'inscrivant dans une démarche industrielle, les essais mécaniques ont été réalisés suivant des normes aéronautiques afin de permettre le rapide transfert vers les membres industriels du projet.

Ainsi, les trois séries d'essais présentés ont été réalisées sur des éprouvettes cylindriques avec un diamètre de zone utile de 6 mm et respectant les exigences contenues dans les normes EN2002-1 et ASTM E8, pour les essais à température ambiante et EN2002-1 et ASTM E21 pour les essais en température. Ces essais ont tous été réalisés avec une vitesse constante de $0,005 \text{ min}^{-1}$ sur une machine électromécanique Zwick RKM250 d'une capacité de 250 kN. En effet, le changement de vitesse initialement prévu dans la norme se traduit par un saut de contrainte lors des essais réalisés en température. Sur la nuance 2219-T851, le changement de vitesse représente une augmentation de l'ordre de 15 MPa sur les valeurs de résistance mécanique maximale en traction à 200°C . Cette problématique n'était pas apparue auparavant puisque de tels essais en température ne sont pas communément effectués.

Chaque essai de traction a été réalisé en trois exemplaires afin d'assurer une bonne cohérence des résultats mesurés.

D'autres essais de traction, non présentés dans ce manuscrit, ont été réalisés sur une machine Zwick de plus faible capacité (30 kN) sur des éprouvettes plates préparées par électroérosion. En effet, afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques au cours du premier vieillissement de 1000h à 200°C , des éprouvettes de section efficace carrées de 3 mm de côté et de longueur totale de 45 mm ont été usinées à l'aide d'une découpe électroérosion. Les conditions de ces essais sont celles décrites dans la norme NF EN 2002-001 avec une vitesse constante de déformation de $0,005 \text{ min}^{-1}$.

Préalablement à ces essais, des analyses ont été réalisées afin de caractériser l'état de surface et les dimensions de la zone endommagée suite à la préparation des éprouvettes par électroérosion. Les valeurs de l'état de surface et les dimensions de la zone endommagée ainsi générés sont suffisamment faibles pour considérer qu'ils n'influent pas sur les propriétés mécaniques mesurées.

Ces essais ayant été réalisés à une échelle de laboratoire, deux essais ont été à minima réalisés. Dans la mesure où les deux essais ne sont pas concluant ou montrent une trop grande différence, un troisième essai est réalisé dans le but de confirmer l'une ou l'autre des valeurs obtenues.

- Exploitation des essais de traction

Pour les essais en traction, deux types de résultats sont présentés. Les résultats présentés dans les tableaux sont les résultats dits « conventionnels » tels que la striction de l'éprouvette n'est pas prise en compte lors de l'analyse. Les courbes sont présentées en valeurs dites « rationnelles » ou « vraie » avec la correction de striction telles que :

$$\varepsilon_{rat} = 100 \ln \left(1 + \frac{\varepsilon_{conv}}{100} \right) \text{ et } \sigma_{rat} = \sigma_{conv} \left(1 + \frac{\varepsilon_{conv}}{100} \right).$$

Les résultats de ces essais sont présentés avec une erreur correspondant à l'écart type relatif aux différentes mesures effectuées sur chaque échantillon (3 éprouvettes par direction de prélèvement).

Pour la présentation de ces résultats, le choix a été fait de présenter les valeurs conventionnelles puisqu'elles sont communément utilisées dans l'industrie aéronautique.

Dans le but d'exploiter l'allure des courbes de traction, le choix a été fait de représenter les courbes d'écrouissages ou de durcissement. C'est la variation de la pente de la courbe qui a été tracée comme suit :

$$\frac{d\sigma \text{ (MPa)}}{d\varepsilon \text{ (\%)}} * 100 = f(\varepsilon \text{ (\%)})$$

II. 2 - 2. Synthèse de l'ensemble des essais mécaniques réalisés sur les nuances étudiées

Le Tableau II-1 présente une synthèse de l'ensemble des essais réalisés dans le cadre de ces travaux de thèse. Pour la caractérisation de l'influence d'un vieillissement long sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84, une campagne d'essai complète a été réalisée en traction. Pour ces essais, les sens de laminage (noté L) et travers long (noté T) ont été considérés.

Pour les vieillissements plus longs, seuls les essais à température ambiante et dans le sens de laminage ont été réalisés en traction.

Traction			
Conditions opératoire	Température de l'essai	Sens (Pour chaque température)	Nombre d'essais (Pour chaque sens)
<i>Nuances</i>			
2219			
T851	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L et T	3
TTH1	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L et T	3
TTH3	T_{Amb}	L	3
TTH5	T_{Amb}	L	3
TTH1K	T_{Amb}	L	3
2050			
T84	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L et T	3
TTH1	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L et T	3
TTH3	T_{Amb}	L	3
TTH5	T_{Amb}	L	3
TTH1K	T_{Amb}	L	3

Tableau II-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en traction et en fatigue sur les nuances de l'étude.

A ce stade, il est important de noter que les essais de traction n'ont pas été les seuls essais mécaniques considérés. Des essais sous sollicitations cyclique ont également été considérés et sont présentés en annexe de ce manuscrit. En effet, le parti a été pris de se concentrer sur les phénomènes locaux affectant les propriétés mécaniques en traction sur les alliages d'aluminium après de longues expositions à 200°C ; propriétés aisément accessibles et abordables financièrement avant d'envisager des études plus poussées sur le comportement

sous sollicitations cycliques de ces nuances lors des vieillissements. De plus, l'exploitation complète des résultats obtenus via ce type d'essais nécessite des analyses qui n'ont pas pu être réalisées au cours de ces travaux de thèse. Néanmoins, l'objectif de l'étude étant une utilisation de ces alliages pour la fabrication de pièces structurales, il paraissait nécessaire d'avoir quelques informations à minima sur le comportement sous sollicitations cyclique des alliages étudiés au cours du vieillissement. Ainsi, les résultats sont présentés en annexe pour information.

Chap II. 3. Observations microstructurales

En plus de la caractérisation des propriétés mécaniques des nuances 2219-T851 et 2050-T84 et de leurs évolutions au cours de vieillissement allant jusqu'à 10000h à 200°C, la caractérisation de l'évolution des microstructures a également été étudiée. Ainsi les trois principales techniques de microscopies utilisées sont décrites dans la suite de cette partie.

II. 3 - 1. Microscopie Photonique

Cette première technique de microscopie se sert des photons afin d'imager les échantillons. Elle est privilégiée pour l'étude de la taille de grain et est la première étape de la caractérisation.

a. Préparation d'échantillons

Au préalable, l'obtention d'une surface propre et poli-miroir au préalable est très importante pour la qualité d'observation. La gamme de polissage décrite dans le Tableau II-2 donne les différentes étapes et produits utilisés pour la réalisation des états de surface. La force de maintien des échantillons a été fixée à 15N tout au long de la gamme.

Afin de faciliter l'observation de la microstructure, une attaque chimique est généralement réalisée en surface sur les alliages d'aluminium poly-miroirs afin de faire ressortir la présence des joints de grains.

Pour l'étude de la taille de grain sur les alliages d'aluminium et plus particulièrement pour la série 2000, le réactif utilisé est le réactif de Keller (Nový, Janeček, and Král 2009; Larignon 2011; Han et al. 2016). Les constituants de ce réactif sont reportés dans le Tableau II-3.

L'attaque consiste à immerger l'échantillon pendant quelques secondes dans la solution. En moyenne les échantillons ont été immergés pendant environ 15 secondes dans la solution à température ambiante puis rincés à l'eau distillée et séchés.

Produit	Vitesse de rotation (tr/min)	Temps (min)	Commentaire
CarbiMet P600	300*	1,5	But : obtenir une surface plane
CarbiMet P1000	300*	1,5	Diminuer progressivement la taille du grain pour affiner le polissage
CarbiMet P2500	300*	2,5	
TriDent + 3 µm MetaDi Supreme Diamond	150**	8	Polissage miroir à la fin de la gamme, ne pas hésiter à humidifier à l'eau et en solution diamantée
MasterTex + 1 µm MetaDi Supreme Diamond	150**	8	
*Même sens de rotation pour le porte échantillons et pour le tapis			
**Sens de rotation contraire entre le porte échantillons et le tapis			

Tableau II-2. Gamme de polissage pour les alliages d'aluminium de la série 2000 étudiés ici, produits de la gamme Buehler.

Constituants	Formule chimique	Pourcentage massique (%m.)	Volume (ml)
Acide fluorhydrique	HF	40	1
Acide chlorhydrique	HCl	35	1,5
Acide nitrique	HNO_3	68	2,5
Eau	H_2O	-	95

Tableau II-3. Constituants du réactif de Keller.

b. Détermination de la taille de grains

Pour déterminer la taille de grains, la méthode des interceptes a été utilisée en se basant sur la norme ASTM E112-12. Ainsi, sur les microstructures attaquées sur les 3 faces caractéristiques (celles contenant les directions de Laminage et Travers Long (L-TL) ; Travers Long et Travers Court (TL-TC) ; Laminage et Travers Court (L-TC)), le nombre d'intersections sur les segments orientés suivant les 3 directions (Laminage, Travers Court, et Travers Long) a été dénombré.

Par la suite, la moyenne de ces valeurs rapportée à la longueur du segment correspondant permet d'obtenir le diamètre moyen des grains dans les directions caractéristiques. En effet, à partir du nombre d'intersection par unité de longueur, il est aisément facile de retrouver une distance moyenne entre deux joints de grains.

Les résultats présentés pour la mesure de taille de grain, sont des mesures de distances entre les joints de grains afin de mettre en avant l'inhomogénéité des grains et l'influence du vieillissement sur les dimensions de ces derniers.

II. 3 - 2. Microscopie Électronique à Balayage

Deux types d'observations en microscope électronique à balayage ont été réalisés.

La première, sur les microstructures a nécessité une préparation de surface poli-miroir en suivant le protocole décrit dans le Tableau II-2. Deux types de microscopes ont été utilisés pour ces observations, un JEOL JSM 6010 LA/PLUS (filament de tungstène) sur lequel les détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés en composition ont été utilisés et un FEI Helios Nanolab 600i (canon à émission de champ, FEG) les détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés concentrique (Concentric Back-Scattered, CBS). Ces deux microscopes ont été utilisés sous une tension d'accélération de 20 kV.

Le détecteur CBS situé autour de la sortie de la colonne électronique du microscope, permet, de par sa position, un plus grand angle de collection des électrons et un meilleur contraste chimique. Pour ces analyses, le réglage par défaut du détecteur est utilisé avec l'ensemble des anneaux concentriques polarisés positivement.

Le second type d'observation a été réalisé sur un JEOL JSM 6010 LA/PLUS afin de caractériser les faciès de rupture des deux nuances étudiées.

a. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back-Scattered Diffraction)

Une caméra EBSD NORDLYS II F+ (résolution 640x480 pixels et à plus de 600 points par seconde) et la suite logicielle AZtec Energy Advance tous deux d'Oxford Instruments ont été utilisés pour les cartographies EBSD. Une préparation particulière a été réalisée sur les échantillons enrobés afin de diminuer le possible écrouissage de surface lors des polissages mécaniques sur papier SiC ou avec les solutions diamantées. Un polissage final a été réalisé sur une polisseuse vibrante VibroMet™ 2 de Buehler sur un tapis feutre Politex et une solution POM-8 (pH neutre), tous deux d'Escil pendant 2 à 3 heures. Cette dernière étape est réalisée au plus proche de l'analyse EBSD afin d'éviter toute oxydation de la surface.

- Détermination de la taille de grains

La technique EBSD a principalement permis de différencier les joints de grains des sous joints de grains dans le cas de l'alliage 2050. En effet, l'attaque au réactif de Keller est une attaque sélective qui met en évidence les joints de grains du fait de la désorientation locale.

Cet alliage présente, lors de l'attaque chimique révélant les joints de grains, une sensibilité particulière également au niveau des sous joints de grains.

Ainsi, pour la mesure de la dimension des grains, la même technique, décrite précédemment, est utilisée.

b. Détermination des dimensions des précipités intermétalliques grossiers

L'analyse des images obtenues au MEB-FEG grâce au détecteur CBS, a été réalisée à l'aide du logiciel Image J. Pour un grandissement donné, l'image est analysée suivant les étapes décrites ci-dessous afin de déterminer les proportions surfaciques des différents précipités présents.

La première étape consiste à définir l'échelle de l'image. Dans la mesure où plusieurs images à plusieurs grandissements ont été effectuées, cette information est primordiale pour s'assurer de la bonne mesure des précipités.

Ensuite, la surface à analyser est sélectionnée et rognée. Les paramètres de contraste et de brillance sont ensuite modifiés afin d'obtenir un pic situé entre 20 et 70 sur l'échelle de gris de 0 à 255 (image en 8-bit). Ce réglage est en assez bonne adéquation avec le réglage automatique de contraste et de brillance sur le microscope utilisé. (Figure II-1 a.)

Par la suite, l'étape de seuillage permet de binariser l'image. Pour ce faire l'outil de seuillage d'Image J est utilisé avec la fonction « Triangle » issue de l'algorithme du même nom. Cette méthode de seuillage automatique permet de sélectionner rapidement l'ensemble des précipités présents sur l'image. (Figure II-1 b.)

L'image binarisée ainsi créée, Figure II-1 c., est ensuite analysée à l'aide de l'outil d'analyse de particules du logiciel. Pour ces mesures, l'ensemble des précipités est analysé (« 0-Infinty »). De plus, aucun critère de sphéricité n'est spécifié. En revanche, les précipités présents sur les bords de l'image ne seront pas pris en compte (« Exclude on Edges »).

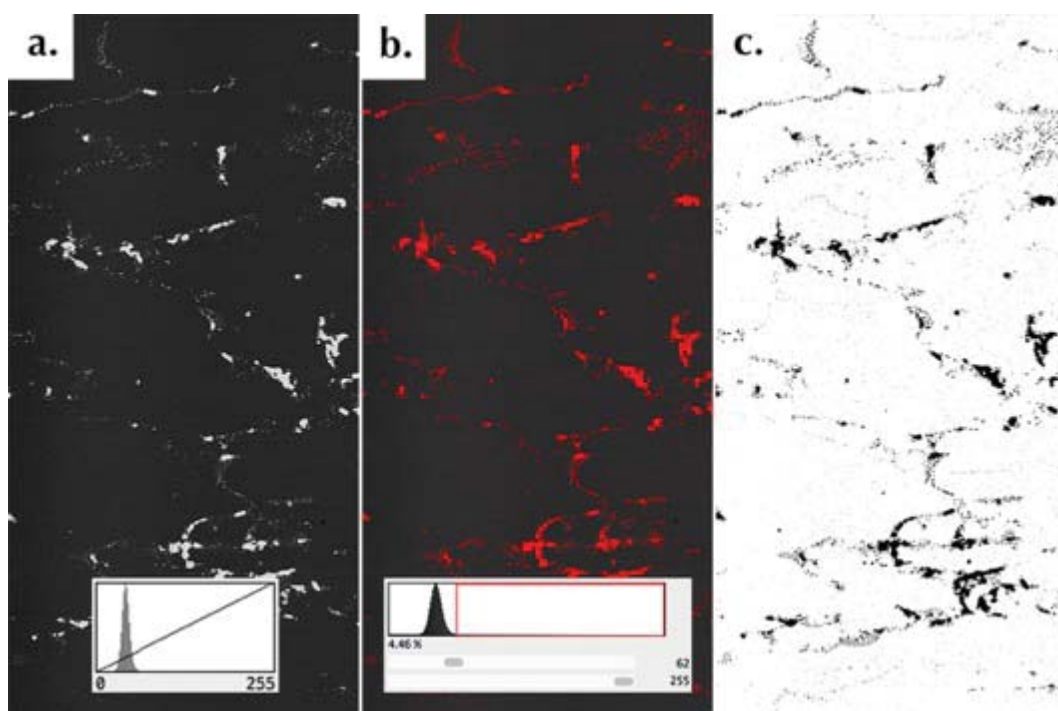


Figure II-1. Illustration de la méthode de binarisation des images prises en MEB-FEG grâce à un détecteur CBS. a. L'image rognée avec en encart le graphique correspondant au contraste et à la brillance de l'image en échelle de gris (de 0 à 255), b. Le masque en rouge correspondant au seuillage visible dans l'encart et c. L'image binarisée.

Enfin, les résultats obtenus sont triés dans un tableur Excel afin de supprimer les pixels solitaires. De plus, afin de prendre correctement en compte les précipités les plus fins, les images prises à un grandissement de x200 ou x500 ont vu les précipités d'une surface de moins de $0,5 \mu\text{m}^2$ supprimés. Ces dimensions de précipités sont prises en compte sur des images à plus fort grandissement, typiquement de l'ordre de x1000 ou x2000.

c. EDS

Pour les analyses en MEB-FEG EDX, un détecteur X-max 150 mm^2 d'Oxford est utilisé également avec le logiciel AZtec Energy Advance. Pour ces analyses, la base utilisée est la base proposée par Oxford. Le souhait d'optimiser cette base par nos propres standards n'a pas été concluant dans la mesure où les quantités de cuivre ou autres éléments d'addition dans les alliages d'aluminium sont en trop faible quantité. Les standards proposés par Oxford sont amplement suffisants pour établir des compositions chimiques représentatives.

Les résultats quantitatifs de ces caractérisations sont présentés avec une erreur correspondant à l'écart type relatif aux différentes mesures effectuées sur plusieurs précipités de même nature.

II. 3 - 3. Microscopie Électronique en Transmission

Les observations en microscopie électronique en transmission ont été menées sur trois types de microscopes :

- JEM2010 HC (canon : LaB₆) pour la microscopie conventionnelle (Microscopie Électronique en Transmission Conventionnelle : MET-C), *in situ* en température et en traction,
- SACTEM TECNAI-F20 (canon : FEG) pour l'imagerie en haute résolution (Microscopie Électronique en Transmission en Haute Résolution : MET-HR). Ce microscope est équipé d'un correcteur d'aberrations sphériques CEOS,
- Phillips CM20 (canon : FEG) a été utilisé pour les analyses chimiques MET. Sur ce microscope le mode balayage a été utilisé ainsi qu'un détecteur (Microscopie Électronique en Transmission à Balayage : MET-B)

Les tensions d'accélération de ces trois microscopes est fixée à 200 kV et les observations conventionnelles et haute résolution ont été réalisées principalement dans les directions $\langle 001 \rangle_{Al}$ et $\langle 110 \rangle_{Al}$.

b. Préparation d'échantillons

Les échantillons observés en MET ont, quant à eux, nécessité une plus longue préparation. Les échantillons ont tout d'abord été prélevés dans des blocs massifs, soit à réception soit après vieillissement, à l'aide d'une découpe par électroérosion. Ensuite, ils ont été polis jusqu'à approximativement atteindre l'épaisseur de 200 μm à l'aide de papier abrasifs en SiC. Par la suite, ils ont subi un polissage électrochimique (Conditions : 2/3 Méthanol + 1/3 Acide Nitrique à 20V et -15°C) afin de créer un trou dans l'échantillon dont les bords ont une épaisseur de l'ordre de 20 nm. Enfin cet échantillon est collé, avec de la laque d'argent, sur une grille de cuivre afin d'en faciliter la manipulation.

Pour les analyses chimiques, les échantillons amincis suivant la méthode précédente, ont ensuite été collés sur des grilles en nickel. Ces grilles ont été utilisées puisque le cuivre fait partie des éléments d'intérêt.

Les essais *in situ*, tant en température qu'en traction ont nécessité une préparation particulière. Ainsi pour les essais *in situ* en température une colle thermo-conductrice Resbond™ 908 à base d'alumine a été utilisée pour coller l'échantillon à la grille de cuivre. Pour les essais *in situ* en traction, des échantillons rectangulaires ont été utilisés et collés à l'aide de glue sur une grille creuses en cuivre avec des trous prévus afin de fixer la grille, à l'aide de vis, sur le porte objet Gatan, Figure II-2.



Figure II-2. Illustration du porte objet Gatan pour de la traction *in situ* en MET avec un échantillon sur une grille de cuivre.

c. Microscopie conventionnelle pour l'observation des défauts, MET-C

La méthode de microscopie électronique en transmission dite conventionnelle, consiste à observer l'échantillon aminci à l'aide d'un faisceau parallèle en utilisant un diaphragme de contraste. Ce diaphragme se place au niveau du plan focal sur la tache correspondant au faisceau transmis : cas du champ clair. En champ sombre, le faisceau incident est incliné afin d'amener une des tâches de diffraction sur le centre optique de la colonne, le diaphragme se place alors autour de cette tâche.

Pour l'observation des alliages d'aluminium de l'étude, les micrographies ont été réalisées dans des directions d'observations particulières. En effet, comme cela a pu être remarqué dans le Chapitre I, les précipités nanométriques responsables de la résistance mécanique des alliages se situent dans des plans cristallins particuliers. Ainsi afin de caractériser correctement l'évolution des dimensions de ces précipités, des précautions doivent être prises. C'est pour cela que les images sont prises proches d'un axe de zone de la matrice en aluminium particulier, afin notamment d'observer les précipités sur leurs tranches. Ainsi, pour l'observation des précipités présents dans les plans $\{100\}_{Al}$ les échantillons ont été observés dans une direction proche de $\langle 001 \rangle_{Al}$. Les précipités présents dans les plans $\{111\}_{Al}$ ont quant à eux été observés avec une direction proche de $\langle 110 \rangle_{Al}$.

La technique de microscopie en transmission permet donc d'obtenir les clichés de diffraction électronique en aire sélectionnée. Ces clichés sont caractéristiques de la nature des éléments présents dans la zone sélectionnée. Ainsi, pour l'identification de la nature des différentes phases, les clichés de diffractions électroniques ont été réalisés suivant un axe de zone $\langle 001 \rangle_{Al}$ et $\langle 110 \rangle_{Al}$. Ce dernier axe de zone n'étant pas présenté dans la suite du manuscrit.

Pour ces deux types d'observations, MET-C et SAED un porte objet double tilt a été utilisé. Ces observations peuvent également être faites en *in situ* en traction ou/et en température.

Afin de caractériser l'évolution des précipités nanométriques présents dans la microstructure des alliages d'aluminium, des mesures ont été effectuées. Le logiciel image J a été utilisé afin de déterminer la longueur ainsi que l'épaisseur et la distance entre les précipités. Pour déterminer la largeur et la distance entre précipités, un spectre présentant les valeurs de gris en fonction de la distance analysée a été tracé en intégrant les pixels présents sur une zone de 50 px. Les spectres ainsi créés, Figure II-3, ont été analysés manuellement dans le but de déterminer la distance moyenne entre les précipités et la largeur moyenne des précipités.

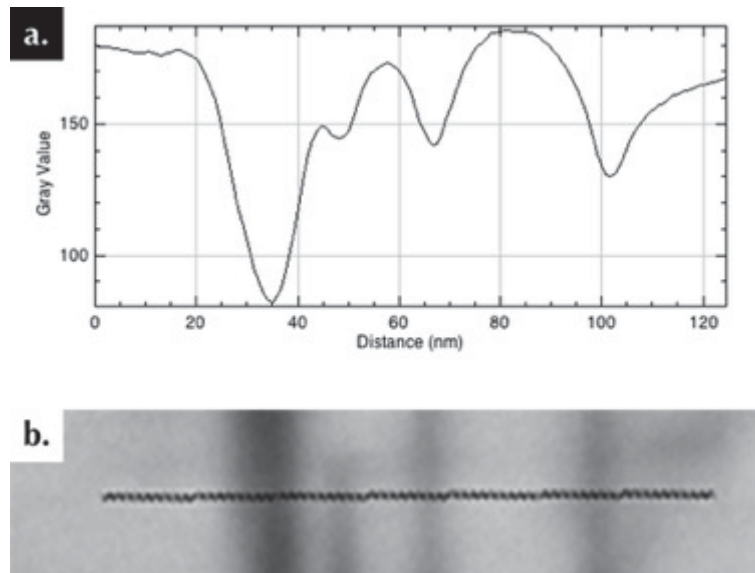


Figure II-3. a. Exemple d'un spectre présentant les valeurs de gris (Grey values) en fonction de la distance. Les 4 pics présents sur ce spectre correspondent aux précipités visibles sur la zone de l'image correspondante avec les 4 précipités, image b.

Il est intéressant de noter que ces mesures, indicatives, présentent une incertitude importante. En effet, les mesures effectuées manuellement sur les profils en valeur de gris présentent une erreur de l'ordre de 0,1 cm. Les conditions expérimentales d'obtention des images MET apportent également une incertitude due à l'orientation de la lame MET qui est de l'ordre de 2 nm. Cette valeur est celle prise lorsque l'image est prise proche de l'axe de zone considéré.

En plus de cela il est important de rappeler que les contrastes obtenus en MET conventionnelle sont dus aux contraintes avoisinant les précipités. Ainsi ce qui est observé sur le profil en valeur de gris, la valeur mesurée manuellement, correspond à la présence du précipité mais également à des contrastes supplémentaires.

Afin de diminuer ces incertitudes il serait intéressant d'effectuer une statistique plus importante. Ici, seul quelques dizaines de précipités ont été mesurés. Pour une plus grande précision de mesure, une étude complémentaire en Haute Résolution s'avèrerait plus représentative.

d. Microscopie à haute résolution, MET-HR

En microscopie électronique en transmission à haute résolution, il est possible d'observer une représentation de la structure atomique des composés ordonnés. En effet, la source cohérente permet l'interférence du faisceau incident avec les faisceaux diffractés. Ce type d'observation est réalisé dans une direction cristallographique telle que la résolution spatiale du microscope permet l'observation des colonnes atomiques. Ainsi, sur les alliages d'aluminium et pour l'observation des précipités nanométriques des nuances étudiées, les directions $\langle 001 \rangle_{Al}$ et $\langle 110 \rangle_{Al}$ sont considérées.

Sur ces images en haute résolution, il est possible d'extraire des informations telles que des déformations de réseau autour des précipités grâce à l'analyse des phases géométriques. Ce traitement d'image n'ayant pas été traité plus en détail pendant la thèse ne sera pas détaillé ici. Le lecteur pourra se rapporter aux travaux de Marion Le Fournier pour plus de détails. (Douin et al. 2001; Douin, Donnadieu, and Houdellier 2010; Marion Le Fournier 2012; Hÿtch, Snoeck, and Kilaas 1998).

e. Analyses chimiques, MET-B et EDX

La technique de microscopie électronique en transmission à balayage permet d'observer les échantillons en balayant leur surface à l'aide d'un spot électronique. A l'instar d'un MEB, ce spot est ensuite capté par des caméras ou des spectromètres afin d'en analyser le signal.

Ici, l'intérêt est porté sur la spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX). A l'aide d'un Analyseur EDX (SDD résolution 127 eV) placé au-dessus de l'échantillon et du logiciel ESPRIT Imaging Software, tous deux de Bruker, les rayons X sont captés puis analysés. Cette technique est plus précise que sur un MEB dans la mesure où l'échantillon est trop fin pour devoir prendre en compte la poire d'interaction électronique.

Pour cette technique, les résultats sont présentés sous la forme de cartographies d'éléments. Le choix a été fait de normaliser l'ensemble des éléments susceptibles d'être présents dans les deux nuances. Ainsi les éléments, Mg, Al, Si, Ti, V, Mn, Fe, Cu, Zn, Zr et Ag sont considérés. Le lithium est un élément trop léger pour être considéré en EDX et sa faible teneur dans la formulation de l'alliage considéré le rend également difficile à analyser en EELS. Cet élément n'a pas été analysé par ces deux techniques de spectroscopies.

Pour l'exploitation de ces résultats, des précautions sont à prendre. En effet, lors de la préparation des échantillons, la grille ainsi que la colle utilisée doivent être sélectionnées afin de ne pas engendrer de contaminations sur les analyses. En plus de cela, les bobines électromagnétiques sont constituées de cuivre et de cobalt qui interagissent avec les électrons. Ces éléments se retrouvent souvent en proportions égales dans les quantifications chimiques. Une attention particulière est donc portée sur les proportions de ces deux éléments afin de soustraire la contribution liée au microscope dans la quantification finale des éléments présents.

Dans le cadre de cette étude, les résultats présentés sont principalement des cartographies d'éléments et dans la mesure où les éléments sont présents de manière inhomogène sur les cartographies, il n'est pas nécessaire de soustraire la contribution du fer liée au microscope. Cette contribution est en revanche prise en compte pour les quantifications présentées.

Légendes

Dans le but de faciliter la lecture du document et l'identification rapide du type d'alliage et de son état thermique, un code couleur et symbolique a été établi.

Les alliages d'aluminium étudiés sont définis par les couleurs suivantes : **2219** et **2050**. Les différents états thermiques et directions de prélèvements sont également codifiés par un ensemble de symboles. Ces informations sont répertoriées dans le Tableau II-4. Il est possible d'y retrouver les principaux symboles utilisés pour les propriétés mécaniques qui seront pleins ou vides afin d'indiquer les valeurs en fonction du traitement thermique et de la direction de sollicitation. Des cadres de couleurs uniformes ou en pointillés sont également présents sur les différentes observations ainsi que sur les courbes présentant diverses propriétés.

Nuance	A réception	TTH1	TTH3	TTH5	TTH1K	Principaux résultats	Autres résultats*
<i>Points de valeurs pour les propriétés mécaniques</i>							
2219	■	◆	▲	●	—	■, ◆, ▲, ● et —	□, ◇, △, ○ et =
2050	■	◆	▲	●	—	■, ◆, ▲, ● et —	□, ◇, △, ○ et =
<i>Observations microstructurales et tracés de courbes</i>							
2219	————	— — —	- - - - .	- - - - -			
2050	————	- - - -	- - - - .	- - - - -			

Tableau II-4. Ensemble des symboles et couleurs utilisés dans les chapitres III et IV du manuscrit. *Cette symbolique est utilisée pour mettre en avant l'effet du sens de prélèvement, de la température ou simplement clarifier un graphique.

Chapitre III.

Nuances à réception

L'objectif de ce chapitre est de caractériser les nuances 2219-T851 et 2050-T84 dans leurs états de réception.

Comme cela a pu être annoncé dans l'introduction, une étude réalisée préalablement au travail de thèse a révélé certains points très intéressants qu'il convient de mentionner ici. En effet, une comparaison entre des essais réalisés à réception et après une exposition de 1000h à 200°C sur les nuances 2219-T851, 2618-T851, 2050-T84 et 2122-T8511 a mis en avant les points suivants.

- ❖ La nuance 2219-T851 est celle qui présente le plus faible abattement de propriétés mécaniques après le vieillissement. C'est le cas pour les essais de traction et de fatigue réalisés à température ambiante et à 200°C.
- ❖ La nuance 2050-T84 est celle qui présente le plus fort abattement de propriétés mécaniques après le vieillissement thermique que ce soit en traction ou en fatigue et tant à température ambiante qu'à 200°C. Cet alliage présente cependant, de bonnes caractéristiques pour des essais réalisés sur l'état de réception, y compris en température.
- ❖ Les nuances 2618-T851 et 2122-T8511 présentent des comportements intermédiaires aux deux précédentes.

L'objectif étant d'identifier et de comprendre les mécanismes à l'origine d'une bonne tenue en température des alliages d'aluminium, le choix s'est donc porté sur les 2 nuances ayant les comportements les plus marqués soit le 2050-T84 et le 2219-T851.

Afin de comprendre les différences de comportement vis à vis de la température de l'essai ou du vieillissement des nuances, ce chapitre présente dans un premier temps les deux nuances de l'étude, le 2050-T84 et 2219-T851, dans leurs états de réception. Il se découpe en trois parties.

La première partie s'intéresse à la caractérisation de la microstructure à plusieurs échelles. Comme cela a été spécifié dans l'état de l'art, la caractérisation multi-échelle a un intérêt primordial pour la compréhension des mécanismes de durcissement des alliages d'aluminium. En ce sens, cette partie traite de la caractérisation à l'aide de différentes techniques comme la microscopie photonique et électronique. La deuxième partie traite quant à elle des propriétés mécaniques des alliages lors d'une sollicitation monotone. L'influence de la température sur les propriétés mécaniques sera également traitée dans cette partie. Enfin, la dernière partie traite du comportement thermique des deux nuances étudiées.

Dans un second temps, les chapitres IV et V traitent de l'influence du vieillissement à 200°C et allant jusqu'à 10000h sur les nuances d'intérêts.

Chap III. 1. Caractérisation microstructurale

Dans cette partie, l'intérêt est porté sur la caractérisation microstructurale des alliages 2219-T851 et 2050-T84 dans leurs états de réception. Elle se découpe en trois paragraphes en fonction des différentes échelles d'études. Ainsi, les techniques de microscopies photonique, électronique à balayage et électronique en transmission seront chacune abordées dans des paragraphes distincts.

III. 1 - 1. Microscopie photonique

Dans ce premier paragraphe où les alliages sont observés à l'aide de microscopes photoniques, l'intérêt est porté sur la morphologie et la taille des grains ainsi que sur la répartition des précipités intermétalliques grossiers. La Figure III-1 représente, en trois dimensions, les microstructures des deux nuances étudiées. Il est ainsi possible d'observer les différences de morphologies en fonction des différents plans d'observations. Les plans définis par les directions de Laminage (L), travers longs (TL) et courts (TC) sont considérés. Pour en faciliter l'exploitation, ces micrographies sont visibles en deux dimensions sur la Figure III-2.

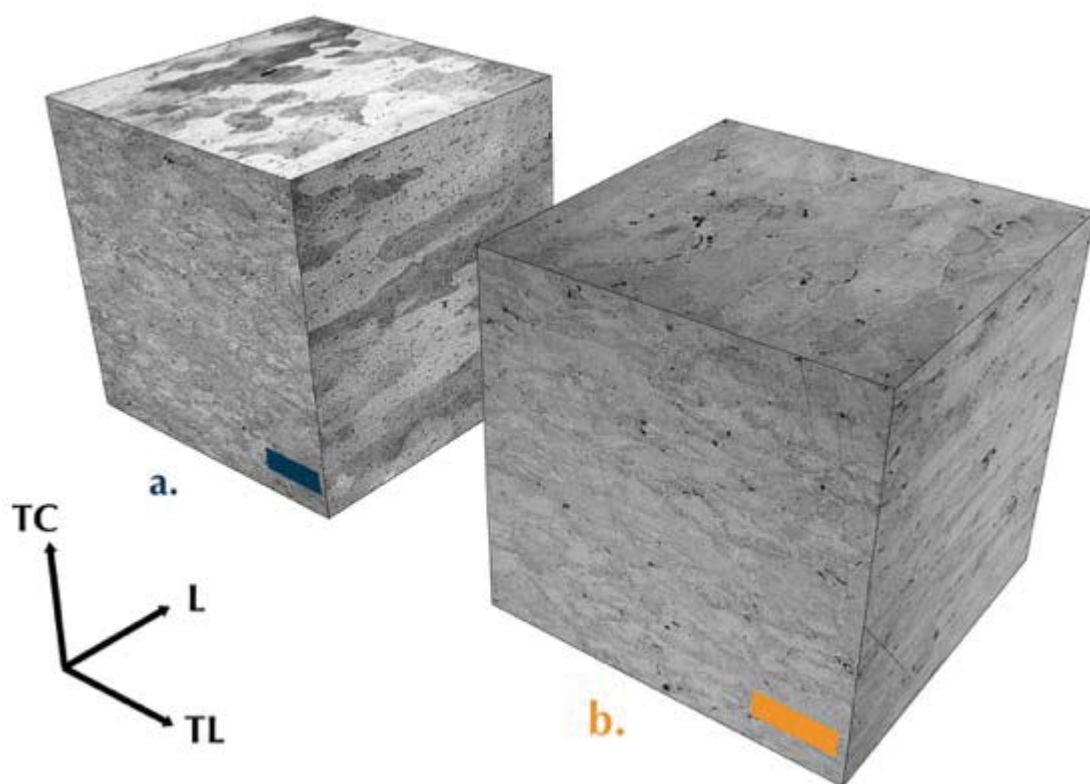


Figure III-1. Observations en microscopie optique de la microstructure des alliages étudiés représentée en trois dimensions a. 2219-T851 b. 2050-T84, barre d'échelle de 250 μm .

Il est possible d'observer sur la Figure III-2 des grains allongés suivant la direction de laminage particulièrement visible suivant le plan L-TC pour les deux nuances, ce qui est en accord avec ce qui a été préalablement montré dans la littérature (Hafley et al. 2011). La morphologie plus allongée des grains du 2219-T85 par rapport à celle des grains du 2050-T84 est à mettre en lien avec la différence d'épaisseur des plaques approvisionnées, respectivement de 80 mm et 130 mm.

Par ailleurs, il est possible d'observer de nombreux précipités intermétalliques grossiers au sein des deux nuances. Ces derniers se retrouvent dispersés parallèlement à la direction de laminage. Cet étalement est plus visible au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851 que dans celle du 2050-T84. Il est aussi possible de remarquer que ces précipités semblent préférentiellement localisés aux joints de grains dans le cas du 2050-T84 alors que dans le cas du 2219-T851 aucune localisation préférentielle n'a pu être mise en évidence. De plus, les précipités intermétalliques grossiers sont plus nombreux dans la microstructure du 2219-T851 que dans celle du 2050-T84.

L'attaque chimique au réactif de Keller, qui par une attaque sélective permet de révéler la présence de joints de grains, met ici en avant dans le cas du 2050-T84 la présence d'une zone sans précipités aux alentours des joints de grains, appelée PFZ (Precipitate Free Zone dans la littérature) particulièrement visible sur la Figure III-2d. A l'échelle de la microscopie optique la présence d'une PFZ dans le cas du 2219-T851 n'est pas aussi évidente est nécessite une observation à plus fine échelle, développée dans le paragraphe suivant.

Sur ces nuances, la taille de grain a été estimée par la technique des interceptes détaillée dans le Chapitre II. Les valeurs sont reportées dans le Tableau III-1. Il est tout d'abord possible de voir que les grains sont de plus faibles dimensions pour la nuance 2050-T84, en comparaison avec la nuance 2219-T851.

Le facteur de forme le plus important correspond au plan d'observation L-TC comme le montre les Figure III-2b. et e. ce qui est cohérent avec les microstructures de demi produits sous formes de plaques. Comme cela a été précédemment mentionné, l'allongement relatif des grains qui est plus important dans le cas du 2219-T851 que dans le cas du 2050-T84 est à mettre en lien avec la différence d'épaisseur des plaques approvisionnées pour cette étude.

Nuance	2050-T84	2219-T851
Dimension selon la direction		
<i>de Laminage : L, μm</i>	127 ± 13	299 ± 32
<i>Travers Long : TL, μm</i>	80 ± 6	160 ± 10
<i>Travers Court : TC, μm</i>	40 ± 2	74 ± 5
Facteurs de forme associés		
<i>L-TL</i>	1,6	1,9
<i>L-TC</i>	3,2	4,0
<i>TC-TL</i>	2,0	2,2

Tableau III-1. Récapitulatif des mesures des dimensions des grains et facteurs de formes associés pour les nuances 2219-T851 et 2050-T84.

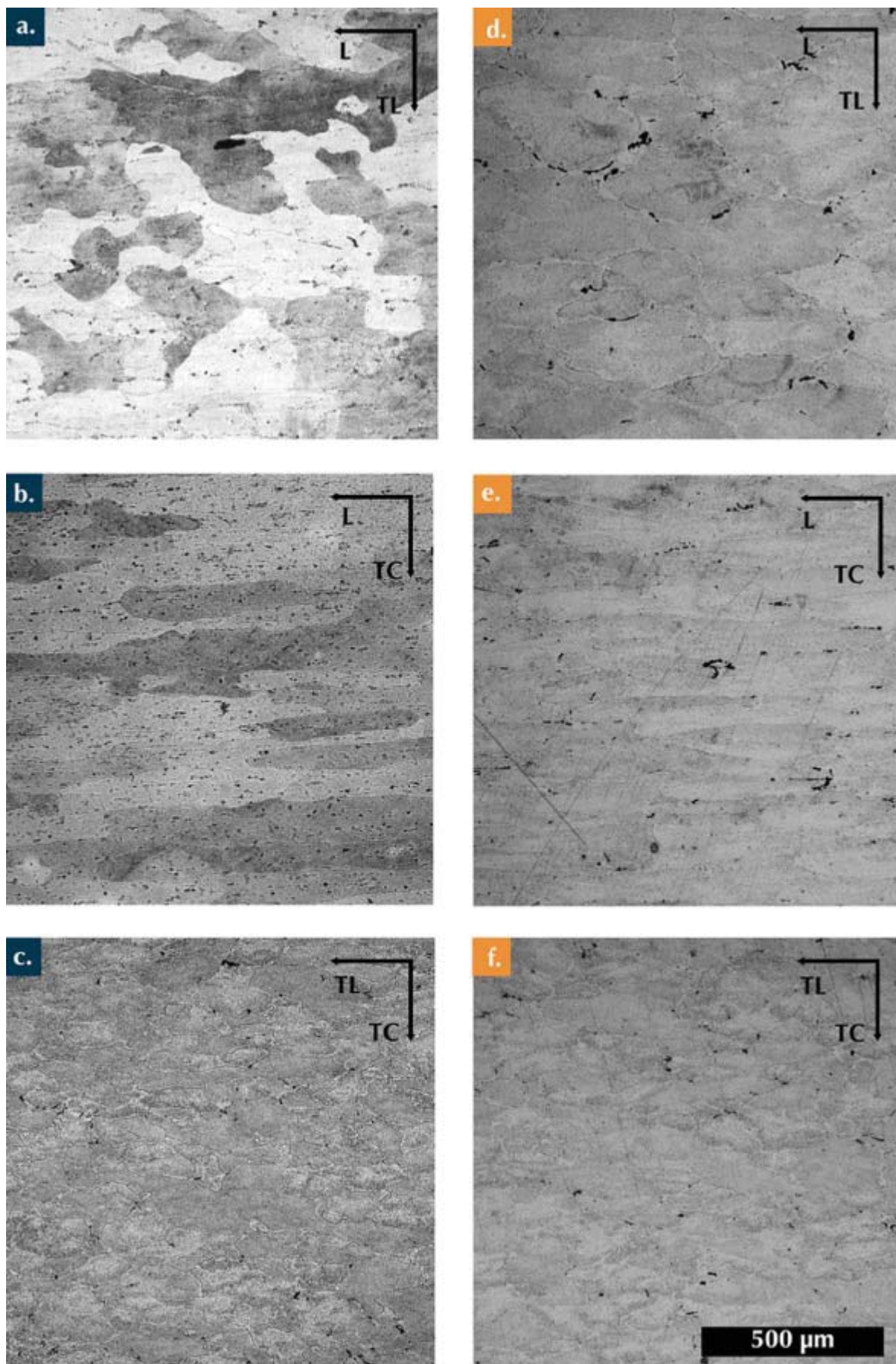


Figure III-2. Micrographies optiques des alliages étudiés a–c. 2219-T851 et d–f. 2050-T84 représentées dans les trois plans d'observations a. et d. L-TL, b. et e. L-TC et c. et f. TL-TC.

III. 1 - 2. Microscopie Électronique à Balayage

Dans ce deuxième paragraphe où la microstructure des alliages est observée en microscopie électronique à balayage, l'intérêt est porté sur les précipités intermétalliques grossiers. En effet, la position et la nature de ces précipités a été étudiée.

Il est tout d'abord possible d'observer au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851, visible sur la Figure III-3, que les précipités intermétalliques grossiers se situent tant aux joints de grains que dans les grains. Ces derniers sont allongés dans la direction de laminage comme cela a pu être observé en microscopie optique. Au sein des grains, de fins précipités sont présents dans la microstructure en faible proportion. Il est important de remarquer ici qu'une PFZ semble présente au niveau des joints de grains et autour des précipités les plus gros, Figure III-3b.

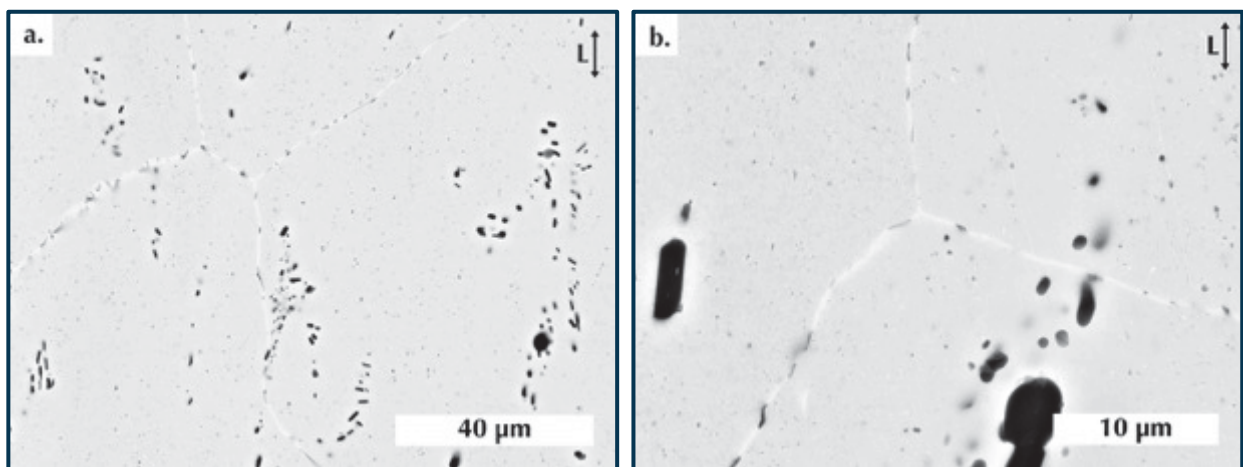


Figure III-3. Observations au microscope électronique à balayage de la microstructure de la nuance 2219-851 a. x2000 et b. x5000. Images en couleurs inversées. La direction de laminage est représentée sur chacune des micrographies.

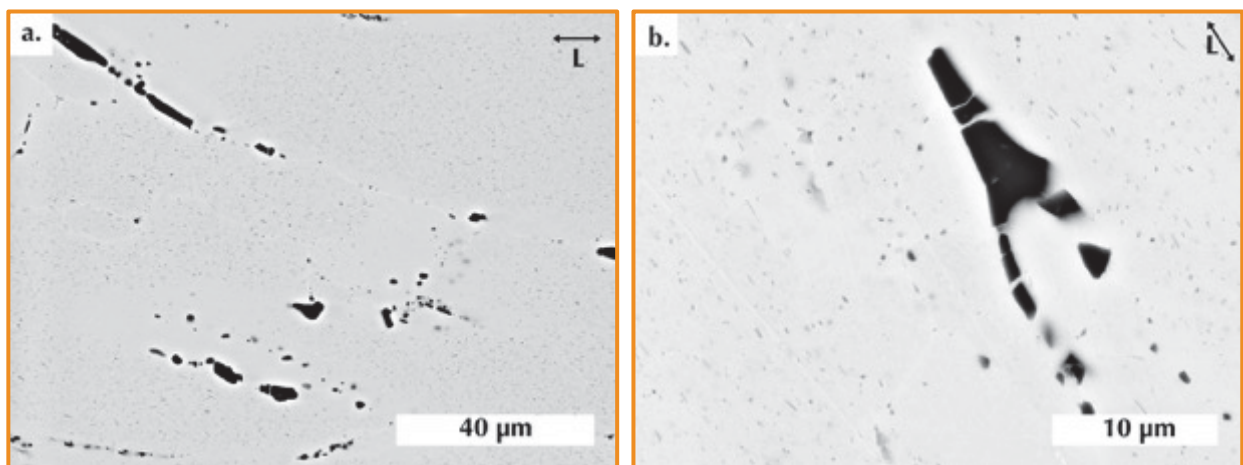


Figure III-4. Observations au MEB de la microstructure de la nuance 2050-T84 a. x2000 et b. x5000 en couleurs inversées. La direction de laminage est représentée sur chacune des micrographies.

La microstructure de la nuance 2050-T84 est visible sur les micrographies des Figure III-4a. et b. Il est possible d'y observer des précipités intermétalliques grossiers issus de la solidification et souvent fragmentés du fait du procédé de laminage (Figure III-4b.). D'autres précipités grossiers sont également présents dans la microstructure laissant apparaître

autours d'eux une zone sans fins précipités. Il est également possible d'observer des précipités aux joints de grains. Contrairement à la nuance 2219-T851, de fins précipités sont abondamment présents au sein des grains.

- Analyses chimiques des différents précipités.

Des analyses de composition chimique des précipités intermétalliques grossiers ont été effectuées sur les deux nuances étudiées. Elles ont permis de mettre en avant la présence des précipités Al-Cu-Mn-Fe déjà présentés dans la littérature ainsi que des précipités Al-Ti-Mg-Mn au sein de la microstructure du 2050-T84. Les teneurs massiques sont présentés dans le Tableau III-2.

Concernant l'alliage 2219-T851, deux types de compositions ont été identifiées. L'une allie principalement l'aluminium au cuivre sous la forme Al-Cu et la seconde est du type Al-Cu-Mn-Fe. Les résultats des analyses SEM-EDS sont présentés dans le Tableau III-2.

	Al	Cu	Fe	Mn	Mg	Ti	Ni	Si
2050								
Al-Cu-Mn-Fe	77,3 ± 1,7	16,4 ± 1,2	4,0 ± 0,1	1,7 ± 0,4	0,3 ± 0,0	-	0,3 ± 0,1	-
Al-Ti-Mg-Mn	85,1 ± 0,1	2,6 ± 0,2	0,0 ± 0,0	0,2 ± 0,0	0,3 ± 0,0	11,8 ± 0,1	-	0,1 ± 0,0
2219								
Al-Cu	51,2 ± 0,6	45,6 ± 1,9	2,0 ± 1,7	1,1 ± 0,2	-	-	-	-
Al-Cu-Mn-Fe	81,5 ± 2,5	14,2 ± 1,71	2,7 ± 0,7	1,3 ± 0,2	-	0,01	0,1 ± 0,07	0,05 ± 0,02

Tableau III-2. Résumé des analyses effectuées en MEB-EDS réalisés sur les précipités présents au sein des microstructures des nuances 2219-T851 et 2050-T84. Valeurs en pourcentages massiques où l'erreur représente l'écart type entre les différentes quantifications réalisées sur différents précipités.

En parallèle des analyses chimiques, l'analyse de la proportion surfacique des précipités intermétalliques grossiers présents dans les microstructures des alliages 2219-T851 et 2050-T84 a été effectuée. Cette analyse, faite sur les images réalisées en MEB-CBS et permettant uniquement l'observation des précipités les plus grossiers, a permis de mettre en avant la présence de plusieurs populations de précipités.

Les analyses surfaciques couplées aux analyses chimiques ont pu mettre en évidence que les précipités de type Al-Cu présents dans la microstructure du 2219-T851 étaient les précipités les plus gros. Dans cet alliage ces précipités font plus de 20 μm^2 de surface, ces mêmes précipités peuvent être plus petits mais font plus de 7,5 μm^2 . Sur cette même nuance, les précipités de type Al-Cu-Mn-Fe sont plus petits et compris généralement entre 1 et 7,5 μm^2 .

Sur la nuance 2050-T84, les précipités Al-Cu-Mn-Fe sont les précipités les plus gros et ont le plus souvent une surface de plus de 7,5 μm^2 . Les précipités Al-Ti-Mg-Mn sont en revanche des précipités de plus faibles dimensions, soit des surfaces inférieures à 7,5 μm^2 .

Ainsi, le Tableau III-3 présente les résultats des différentes proportions surfaciques des précipités grossiers allant de 0 à plus de 100 μm^2 .

La première information est la proportion globale de précipités observés. En effet, il est possible d'observer 2,4% de précipités sur la microstructure de la nuance 2219-T851 contre seulement 1,0% pour la nuance 2050-T84. Cela peut être expliqué par la forte présence de précipités de plus de 20 μm^2 de la nuance 2219-T851 avec 1,3% contre seulement 0,4% pour le 2050-T84. Cela permet de confirmer les observations effectuées précédemment.

Ensuite, les précipités de plus petites dimensions ($< 1 \mu\text{m}^2$) ont des proportions surfaciques équivalentes sur les deux nuances de l'étude et sont de 0,2%. Il est important de rappeler ici, que sur ces analyses les proportions surfaciques des précipités nanométriques ne sont pas mesurées puisque ces nanoprecipités ne sont pas observés en MEB-CBS.

	2050-T84	2219-T851
<i>Surface des précipités</i>		
Entre 0 et 1 μm^2	0,2%	0,2%
Entre 1 et 7,5 μm^2	0,3%	0,7%
Entre 7,5 et 20 μm^2	0,1%	0,2%
Entre 20 et 100 μm^2	0,3%	0,7%
Plus de 100 μm^2	0,1%	0,7%
<i>Surface mesurée / Surface totale analysée</i>	1,0%	2,4%
<i>Taille de la surface analysée ($10^6 \mu\text{m}^2$)</i>	3,7	3,2

Tableau III-3. Proportions surfaciques des précipités intermétalliques grossiers sur les nuances 2050-T84 et 2219-T851.

III. 1 - 3. Microscopie Électronique en transmission

Dans ce paragraphe l'intérêt est porté sur les précipités intermétalliques durcissants responsables des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium à durcissement structural. Il est ainsi possible d'observer sur les Figure III-5a. et b. de fins précipités de quelques centaines de nanomètres de longueur et de moins de 10 nanomètres d'épaisseur. Les Figure III-6a. et b. présentent respectivement des agrandissements des Figure III-5a. et b. Elles permettent l'observation de précipités plus fins présents entre les précipités nanométriques les plus épais.

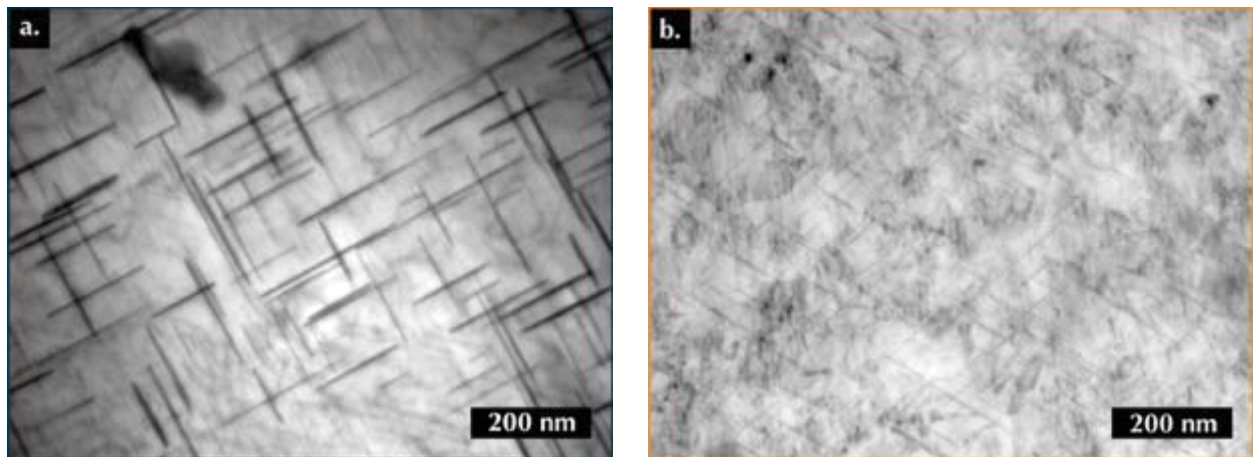


Figure III-5. Observations en microscope électronique en transmission de la microstructure fine de la nuance a. 2219-T851 et b. 2050-T84 respectivement suivant des directions d'observations proches de $\langle 001 \rangle_{Al}$ et $\langle 110 \rangle_{Al}$.

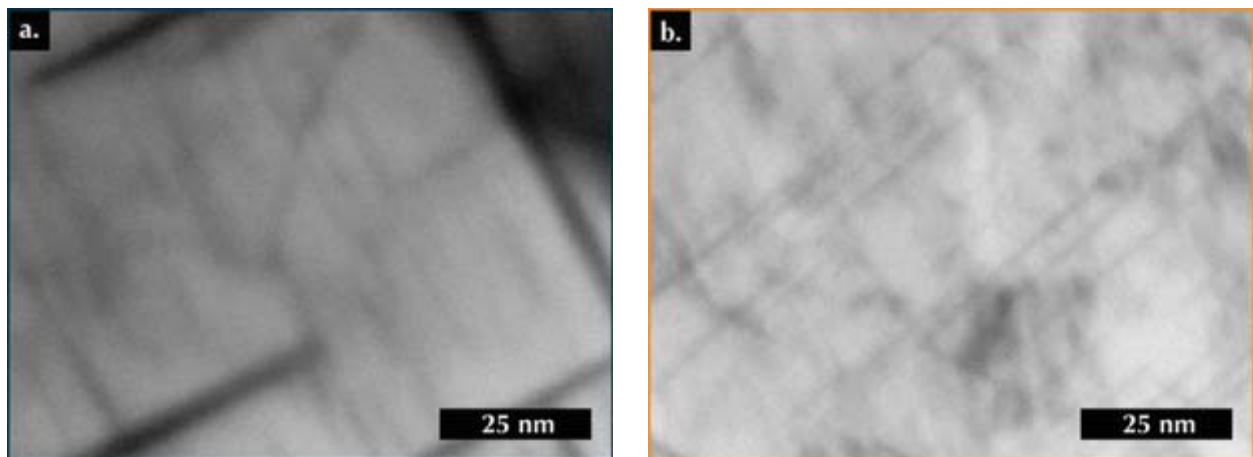


Figure III-6. Agrandissements de la figure 40 pour les nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84.

En effet, les mesures effectuées sur les précipités nanométriques présents au sein de la microstructure révèlent une épaisseur moyenne de 11 nm pour les précipités de la nuance 2219-T851 et de 6 nm pour la nuance 2050-T84.

La distance entre les précipités a également été mesurée et laisse apparaître des distances plus importantes dans le cas de la nuance 2219-T851 que pour la nuance 2050-T84, avec respectivement une distance moyenne de 20 nm et 14 nm.

L'analyse des longueurs de précipités montre que les précipités sont plus longs dans la microstructure de l'alliage 2219-T851 que dans celle du 2050-T84. En moyenne les

longueurs sont de l'ordre de 107 nm pour le 2219-T851 et de 94 nm pour la nuance 2050-T84.

Les mesures effectuées sur la nuance 2050-T84 sont représentatives de la microstructure dans le sens où une seule population de précipités nanométrique peut être observée. En revanche, dans le cas de la nuance 2219-T851, deux populations de précipités peuvent être observées. En ce sens et en raison du faible contraste de diffraction de la population la plus fine, les valeurs de largeur, longueur et épaisseur de ces précipités sont difficilement mesurables et sont surestimées.

Globalement, il est tout de même possible, malgré l'erreur qui réside sur les mesures réalisées sur la nuance 2219-T851, de dire que :

- Les précipités sont plus épais au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851 que dans celle du 2050-T84,
- La distance entre les précipités et leur longueur est du même ordre de grandeur au sein des microstructures des deux nuances,
- Le facteur de forme des précipités présents au sein de la microstructure fine de la nuance 2219-T851 est cohérente avec ceux présents dans la littérature montrant des précipités fins et assez longs après de longues expositions en température (Nie and Muddle 2008). Les précipités T_1 ont un facteur de forme plus élevé traduisant de leur plus faible épaisseur.

<i>En nm</i>	Largeur	Longueur	Facteur de forme	Distance
2219-T851	11 ± 2	107 ± 36	9,7	20 ± 7
2050-T84	6 ± 1	94 ± 18	15,7	14 ± 4

Tableau III-4. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure des nuances 2219-T851 et 2050-T84.

Sur les Figure III-5a. et Figure III-6a. correspondant aux microstructures fines de la nuance 2219-T851, il est possible d'observer des précipités dans les plans $\{100\}_{Al}$. En effet, pour cette nuance, les observations ont été effectuées avec une direction d'observation parallèle à $\langle 001 \rangle_{Al}$. Cette direction particulière permet l'observation des précipités nanométriques des plans $\{100\}_{Al}$ sur la tranche.

Afin de déterminer la nature des précipités nanométriques, des clichés de diffraction électronique ont été réalisés. Un exemple de diffraction électronique d'une zone représentative de la microstructure fine de la nuance 2219-T851 est donnée sur la Figure III-7. Elle permet de mettre en évidence la présence de précipités de type $\theta' - Al_2Cu$. En effet, le cliché de diffraction est cohérent avec ceux schématisés sur la Figure I-17 présentant des taches caractéristiques des précipités de type $\theta' - Al_2Cu$.

L'observation de cette phase est en accord avec l'étude bibliographique. Ces précipités ont largement été observés dans les alliages Al-Cu pauvres en silicium et caractérisés comme étant des précipités cohérents dans les plans $\{100\}_{Al}$ avec les caractéristiques cristallographiques correspondant aux taches de diffractions enregistrées expérimentalement.

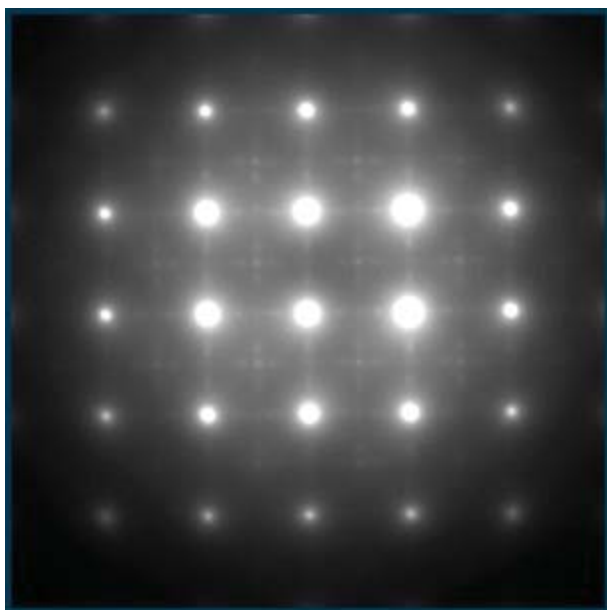


Figure III-7. Cliché de diffraction électronique du 2219-T851 réalisé en axe de zone $\langle 001 \rangle_{Al}$ laissant apparaître les taches de diffractions correspondant à la matrice d'aluminium et celles correspondant aux précipités de type $\theta' - Al_2Cu$.

La microstructure fine de la nuance 2050-T84 est présentée sur la Figure III-5b. et la Figure III-6b. La caractérisation de la microstructure avec une direction d'observation parallèle à $\langle 110 \rangle_{Al}$ permet de mettre en avant la présence de précipités dans les plans $\{111\}_{Al}$, ces précipités sont alors vus par le dessus.

Les recherches bibliographiques ont mis en avant deux types de précipités présents dans ces plans particuliers : les précipités de type Ω et T_1 . Ces deux types de précipités ont la même signature sur les clichés de diffraction schématisés sur la Figure I-17 et c'est ce qui est observé expérimentalement sur la Figure III-8. En effet, les clichés de diffractions expérimentaux effectués dans une direction $\langle 001 \rangle_{Al}$ mettent en évidence la présence de ces phases dans la matrice, Figure III-8. Il est également possible d'observer sur cette même figure, des lignes de diffractions correspondant à des précipités présents dans les plans $\{100\}_{Al}$.

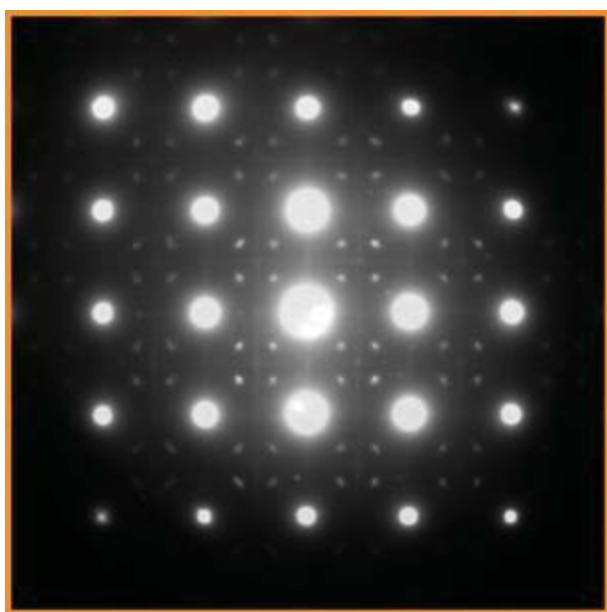


Figure III-8. Cliché de diffraction électronique du 2050-T84 réalisé en axe de zone $\langle 001 \rangle_{Al}$ laissant apparaître les taches de diffractions correspondantes à la matrice d'aluminium et celles correspondant aux précipités de type $T_1 - Al_2CuLi$.

Afin de déterminer la présence de précipités de type Ω ou de type T_1 , une étude de la composition chimique des précipités a été envisagée puisque la principale différence entre ces précipités réside dans leurs compositions chimiques. Les précipités de type T_1 se composent d'aluminium, de cuivre et de lithium alors que les précipités de type Ω contiennent de l'aluminium du cuivre et du magnésium et parfois de l'argent en surface (Kang et al. 2018).

- Composition chimique des nano-précipités présents dans le 2050-T84

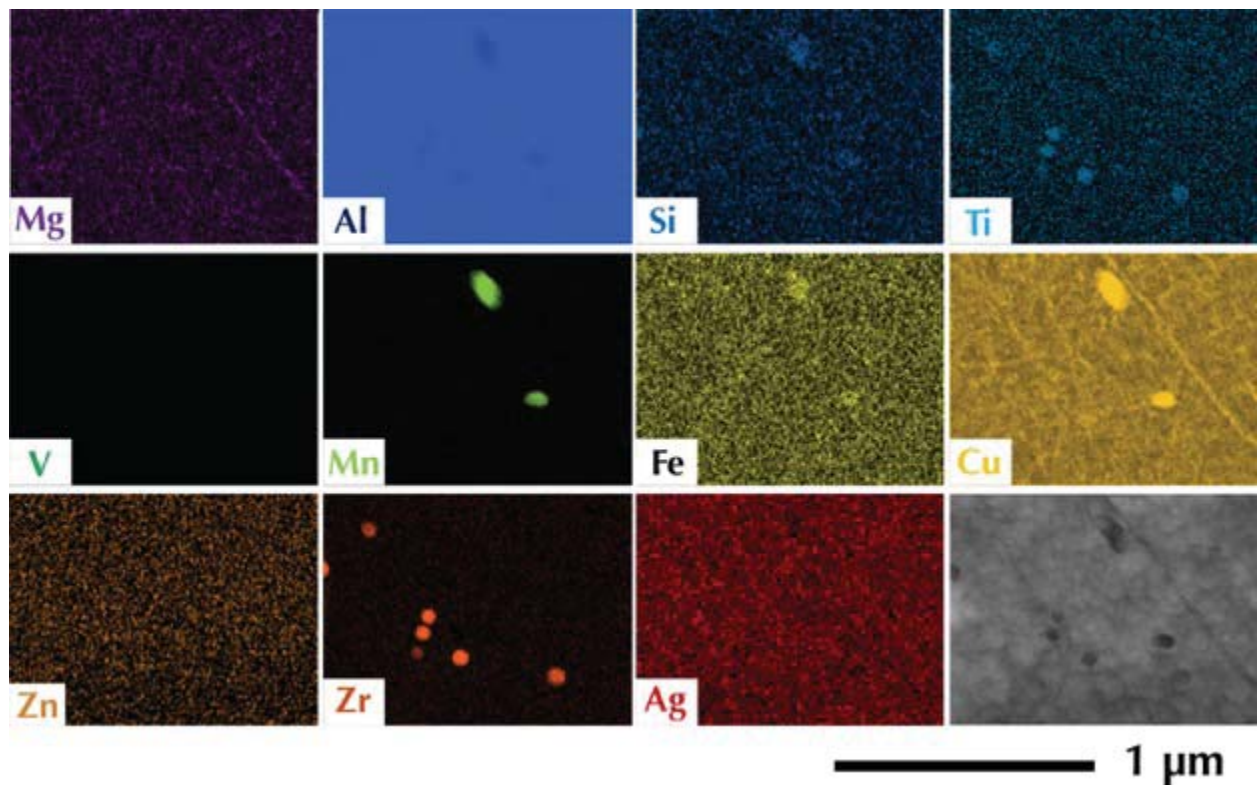


Figure III-9. Résultats des analyses STEM-EDS réalisées sur la nuance 2050-T84 mettant en évidence la présence d'un joint de grains, de précipités nanométriques durcissants et des dispersoïdes.

La Figure III-9 présente la composition chimique aux alentours d'un joint de grain de la nuance 2050-T84. Il est dans un premier temps possible d'observer la présence de dispersoïdes de composition Cu-Mn-Fe-(Si) de dimension d'environ 200 nm ainsi que des dispersoïdes plus fins, de 100 nm de diamètre, de Zr-Ti. Dans un second temps il est possible de noter la présence de précipités à base de cuivre au sein de la matrice d'aluminium et de la présence de cuivre et de magnésium au joint de grain. Au vu de ces résultats, le magnésium ne semble pas précipiter sur les nano-précipités durcissants. Il est ainsi possible de confirmer la présence de précipités de type $T_1 - Al_2CuLi$ dans la microstructure fine de cet alliage.

Chap III. 2. Propriétés mécaniques en traction

Cette partie présente les propriétés mécaniques en traction des alliages étudiés et l'influence de la température de l'essai sur ces dernières.

III. 2 - 1. Essais réalisés à température ambiante

La Figure III-10 présente les courbes correspondant aux essais de traction réalisés sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 à température ambiante. Les directions de laminage (L) et travers long (T) ont été caractérisées.

- Concernant la nuance 2219-T851, plusieurs points peuvent être mis en évidence.

En premier lieu, une faible dispersion des résultats est remarquée avec des écarts inférieurs à 10 MPa, pour des éprouvettes testées dans les mêmes conditions, Figure III-10, ce à quoi s'ajoute une faible différence entre les essais réalisés dans le sens L et dans le sens T. Les valeurs reportées dans le Tableau III-5 montrent des valeurs proches pour la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$).

Ensuite, l'allure des courbes démontre un durcissement du matériau au cours de l'essai. Ce durcissement peut être caractérisé par la différence entre la résistance mécanique maximale et la limite d'élasticité. Dans le cas du 2219-T851, elle est de l'ordre de 90 MPa.

Enfin, la principale différence entre les essais réalisés dans le sens L et ceux réalisés dans le sens T est l'allongement à la rupture. En effet, les valeurs sont plus faibles dans la direction travers long. Cette différence va de pair avec la légère différence de résistance maximale mesurée entre les deux directions de sollicitation.

- Concernant la nuance 2050-T84, d'autres points apparaissent et marquent les premières différences avec l'alliage 2219-T851, Figure III-10.

En effet, sur cette nuance, il est possible d'observer une différence de comportement entre les essais réalisés dans la direction de laminage (L) et ceux réalisés dans la direction travers long (T). En effet, les valeurs de résistances mécaniques maximales, celles de limites d'élasticités ainsi que celles de l'allongements à rupture sont différentes : elles sont plus faibles sur les essais réalisés dans la direction travers long. Par ailleurs, le durcissement au cours de l'essai de traction est également plus faible. Il est de l'ordre de 45 MPa pour l'alliage 2050-T84. Outre ces différences, les résultats d'essais démontrent une bonne reproductibilité dans des conditions de sollicitation identiques.

Les Figures III-11 et III-12 présentent les faciès de rupture en traction réalisés à température ambiante sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. Il est possible d'observer pour les deux alliages un faciès de rupture de type ductile avec la présence de cupules.

Plus spécifiquement, sur la Figure III-11a. concernant la nuance 2219-T851 les observations semblent témoigner d'une rupture globalement intragranulaire, accompagnée localement par de la rupture intergranulaire. Il est possible d'observer des cupules de tailles différentes dues à une hétérogénéité de la taille des précipités intermétalliques grossiers. En effet, la formation de cupules autour des précipités intermétalliques durcissants résulte d'incompatibilité de déformation entre ces précipités et la matrice en aluminium.

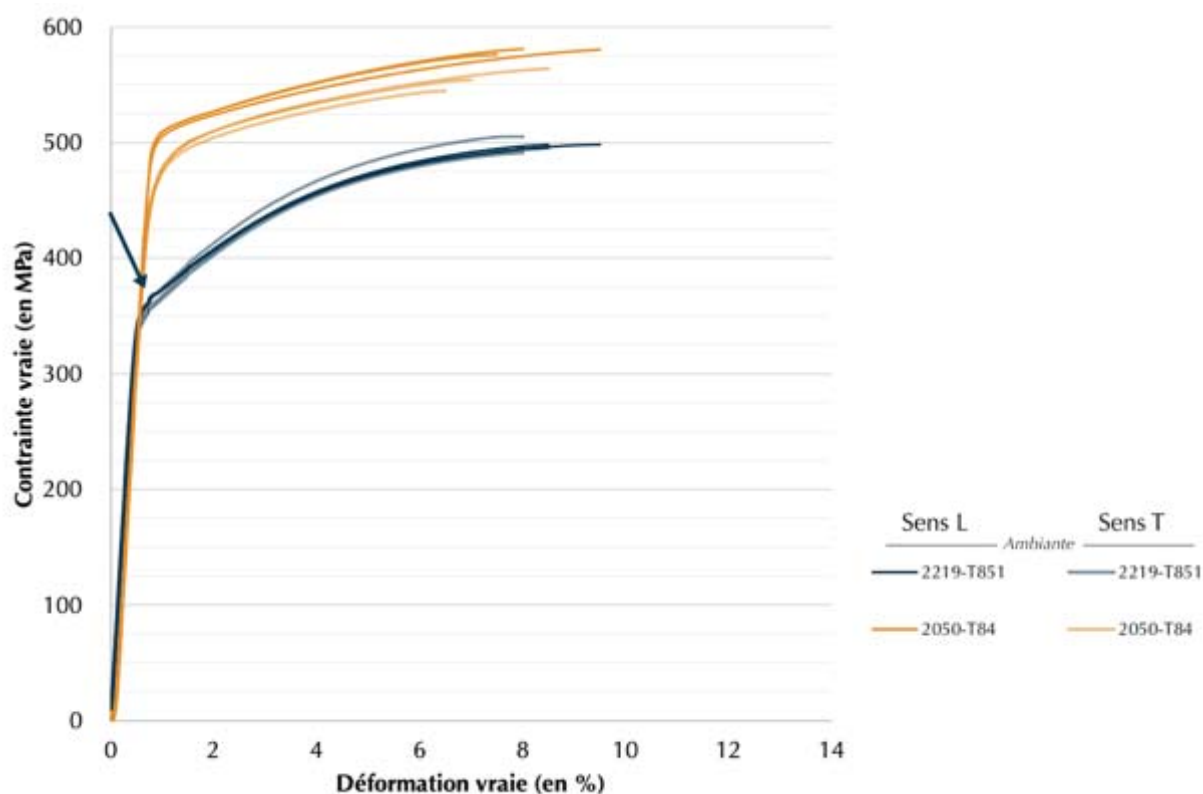


Figure III-10. Courbes de traction réalisées sur le 2219-T851 et le 2050-T84 dans le sens de laminage (L) et travers long (T). Les résultats présentés sont issus d'essais réalisés à température ambiante. A noter que le saut présent sur la courbe du 2219-T851 (flèche) est dû à un changement de vitesse au cours de l'essai. Ce changement, imposé par la norme ATSM, a ensuite été supprimé.

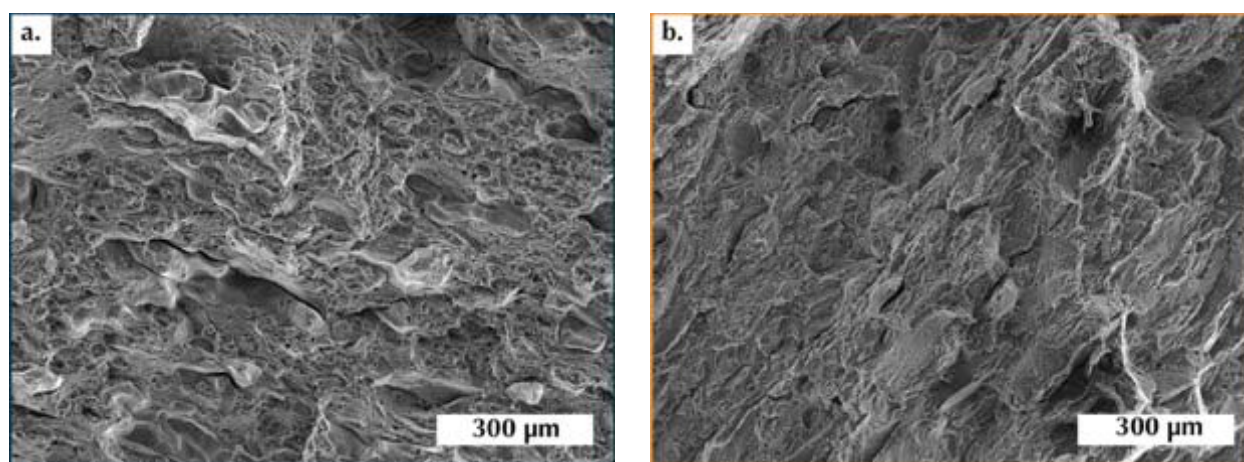


Figure III-11. Faciès de ruptures des éprouvettes de traction à température ambiante des nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84 observés en microscopie électronique à balayage.

La nuance 2050-T84 laisse apparaître des cupules de plus faibles dimensions. En effet, il est possible d'observer sur Figure III-12a. de fines cupules au fond desquelles l'observation de précipités intermétalliques est difficile à cette échelle d'observation. Une observation plus fine a permis de mettre en évidence la présence de précipités nanométrique au fond des cupules de cette nuance. Des cupules de taille plus importante peuvent être observées à certains endroits avec des précipités intermétalliques grossiers en fond de cupule.

La présence de ces micro-cupules sur les faciès de ruptures de la nuance 2050-T84 est due à une plus faible proportion de précipités intermétalliques grossiers comparativement à la

nuance 2219-T851. Les résultats des observations menées en MEB (III. 1 - 2) ont mis en évidence cette faible proportion de précipités. Des précipités intermétalliques grossiers, plus volumineux, sont tout de même présents au sein de la microstructure et engendrent la formation de cupules de tailles plus importante.

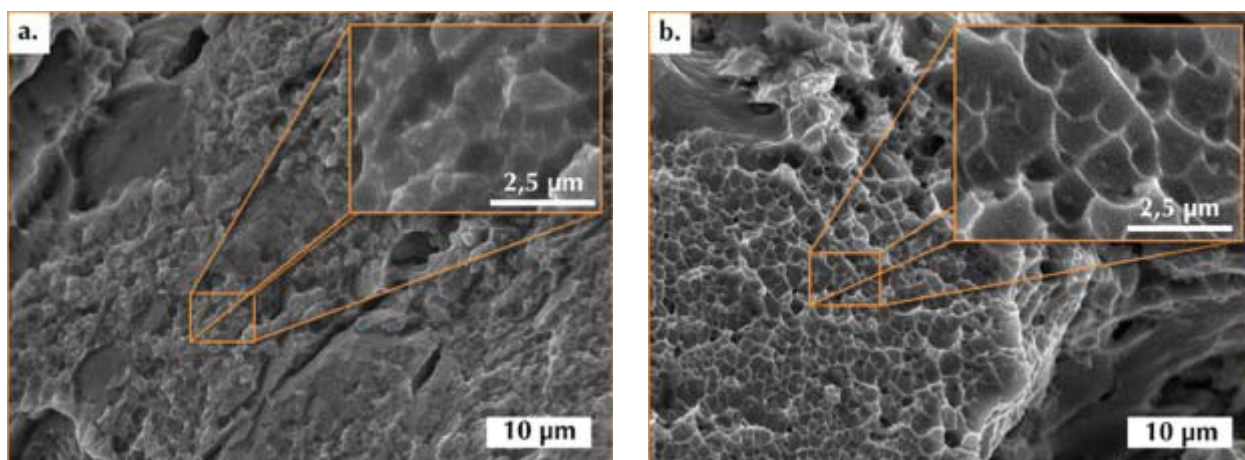


Figure III-12. Agrandissement d'une zone de l'éprouvette de traction a. à température ambiante et b. à 200°C de la nuance 2050-T84 observée en microscopie électronique à balayage.

III. 2 - 2. Influence de la température de l'essai

L'intérêt est à présent porté sur l'influence de la température de l'essai mécanique. En ce sens, la Figure III-13 présente les courbes de traction réalisées à 200°C. Afin de faciliter la comparaison entre les essais, les courbes correspondant aux essais réalisés à température ambiante sont également représentées. Il est possible d'observer sur cette figure un abattement des propriétés mécaniques des deux nuances.

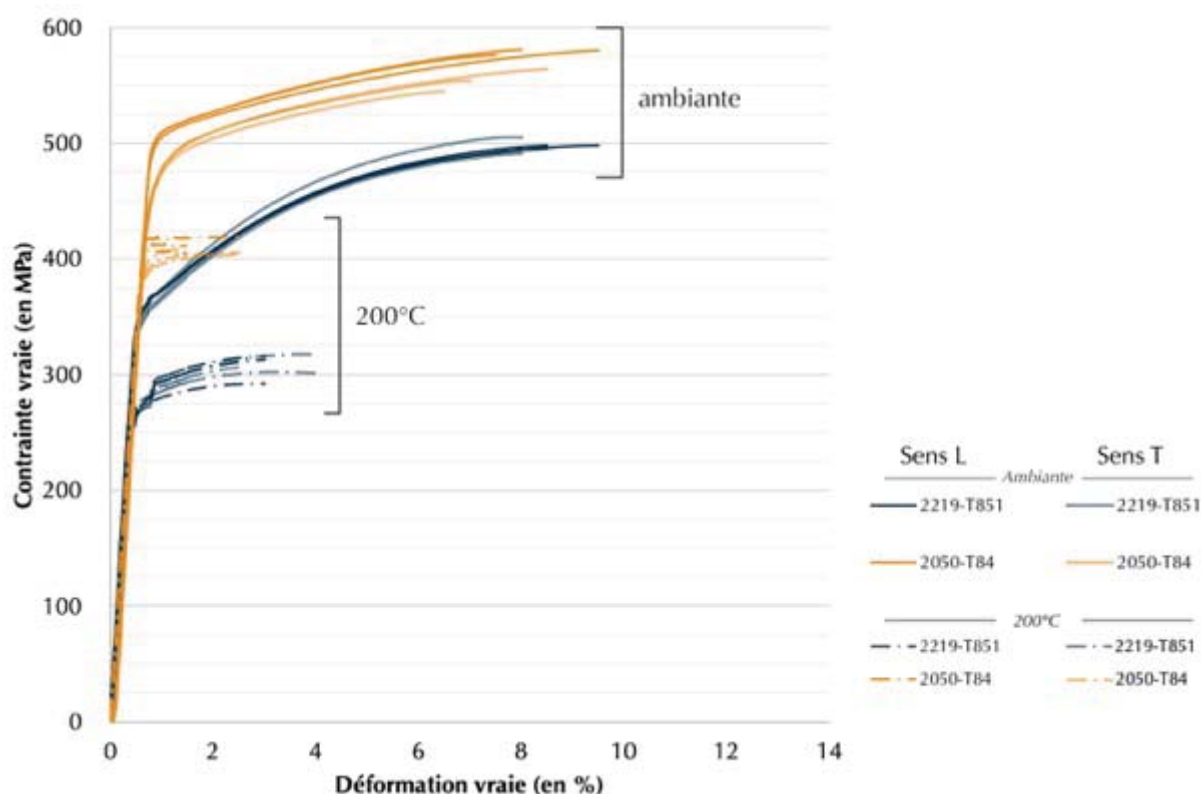


Figure III-13. Courbes de traction réalisées sur le 2219-T851 et le 2050-T84 dans le sens de laminage (L) et travers long (T). Les résultats présentés sont issus d'essais réalisés à 200°C. A noter : les faibles valeurs d'allongement sont dues à des ruptures hors extensomètres ; les sauts présents sur les courbes du 2219-T851 lors des essais en température sont dus à un changement de vitesse de l'essai imposé par la norme. Ce changement de vitesse a été supprimé par la suite.

Plus spécifiquement pour la nuance 2219-T851 dans la direction de laminage (L), la diminution de la résistance mécanique maximale et de la limite théorique d'élasticité est respectivement de 155 ± 5 MPa et 82 ± 1 . La valeur de l'allongement à la rupture augmente légèrement de 1 ± 2 % (Tableau III-5). Ce comportement est attendu lors d'essais effectués en température. La nuance 2050-T84 présente quant à elle une meilleure résistance lors d'un essai réalisé en température par rapport à la nuance 2219-T851. En effet, l'abattement de ces propriétés mécaniques en traction dans le sens de laminage est de l'ordre de 92 ± 4 MPa pour la valeur de la limite d'élasticité théorique et est de 125 ± 4 MPa pour la résistance maximale.

Malgré ces abattements de propriétés mécaniques, la nuance 2050-T84 présente les meilleures propriétés mécaniques avec approximativement 100 MPa de résistance mécanique maximale de plus en comparaison avec la nuance 2219-T851.

Au-delà de l'abattement des propriétés lié à la température, le durcissement au cours de l'essai est très faible, de l'ordre de 15-20 MPa pour le 2219-T851 dans les directions de laminage et travers long ainsi que pour le 2050-T84 dans le sens travers long. Pour ce dernier, l'essai réalisé dans le sens travers long présente même un adoucissement, id. un durcissement négatif.

Les faciès de ruptures visibles sur la Figure III-14a. laissent apparaître des ruptures de type ductile avec la présence de cupules. Plus spécifiquement, sur la nuance 2219-T851, visible sur la Figure III-14a. de nombreuses cupules sont observées. La répartition semble plus homogène que lorsque l'essai est réalisé à température ambiante. La facilité de déformation rendue possible grâce à l'augmentation de la température de l'essai, laisse apparaître des cupules plus déformées avec des précipités intermétalliques grossiers en fond de cupules. Il est également intéressant de noter la présence d'une seule population de cupules et la présence d'une rupture de type intragranulaire uniquement.

Concernant l'alliage 2050-T84, visible sur la Figure III-14b. et la Figure III-12b., il est possible d'observer des cupules de faibles dimensions. La comparaison entre les faciès de rupture obtenus pour des essais réalisés à température ambiante et à 200°C est assez difficile. En effet, ils sont très similaires si ce n'est dans la forme des micro-cupules qui semblent plus déformées. En comparant les agrandissements présents sur la Figure III-12a. et b. il est possible d'observer des cupules plus profondes dans le cas de l'essai réalisé en température. Dans la mesure où la microstructure avant l'essai est la même que celle de l'essai réalisé à température ambiante, la taille des cupules observées est restée comparable. Là aussi, la température de l'essai favorise la déformation.

Nuances	2050-T84		2219-T851	
	L	T	L	T
<i>Essais à température ambiante</i>				
Rm, MPa	535 ± 2	517 ± 4	457 ± 2	431 ± 7
Rp0,2, MPa	502 ± 2	463 ± 3	358 ± 1	350 ± 5
E (traction), GPa	74,0 ± 2,0	74,7 ± 0,6	71,1 ± 0,6	72,7 ± 0,6
ε, %	9,7 ± 0,8	7,4 ± 0,9	11,2 ± 0,4	8,0 ± 0,3
E (compression), GPa	74,2	-	77,0	-
R 0,2c, MPa	409	-	491	-
<i>Essais à 200°C</i>				
Rm, MPa	410 ± 6	399 ± 4	285*	294*
Rp0,2, MPa	410 ± 6	382 ± 5	271*	273*
E (traction), GPa	67,5 ± 0,6	67,9 ± 0,5	64,2*	66,1*
ε, %	10,2 ± 0,7	8,3 ± 1,4	8,5*	12,5*

Tableau III-5. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur les alliages 2050-T84 et 2219-T851 dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme.

Pour compléter les essais mécaniques sous sollicitations monotones et permettre les différentes exploitations des essais sous sollicitations cycliques détaillées en annexe de ce manuscrit, des essais de compression ont été réalisés. Ces essais montrent une bonne corrélation avec les propriétés mécaniques en traction.

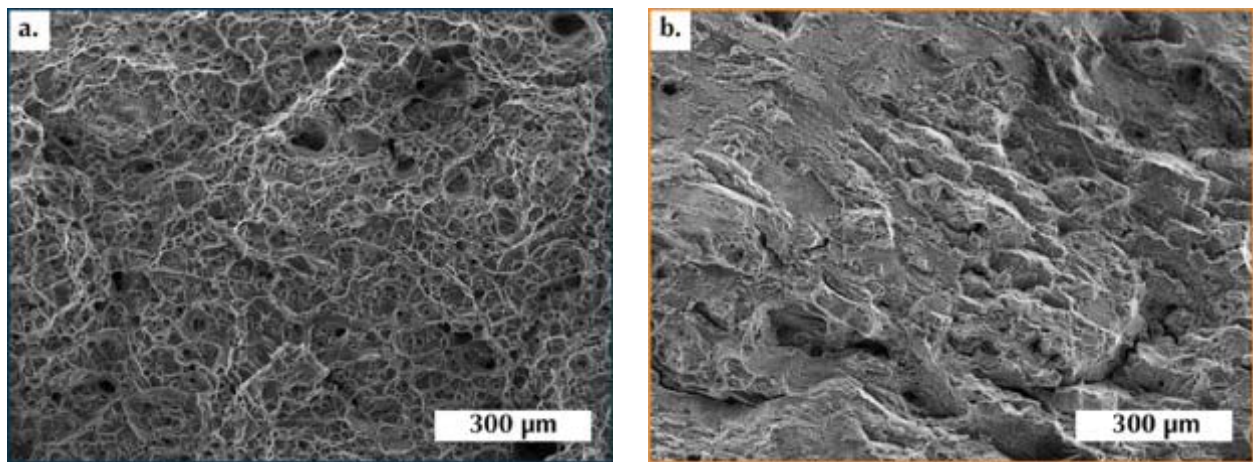


Figure III-14. Faciès de ruptures des éprouvettes de traction à 200°C des nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84 observés en microscopie électronique à balayage.

L'origine des changements de comportement lors de l'application d'une température peut être traitée par l'analyse de la microstructure. C'est ce qui est développé dans le point suivant.

III. 2 - 3. Interaction entre les dislocations et les précipités

Les différences de comportement visibles sur les courbes des nuances 2219-T851 et 2050-T84 sont principalement dues aux microstructures des alliages. En effet, les microstructures fines des nuances étudiées sont très différentes. L'alliage 2219-T851 présente une microstructure moyennement riche en précipités assez épais entre lesquels une multitude de plus fins précipités sont présents. L'alliage 2050-T84 présente quant à lui, une microstructure riche en très fins précipités (Tableau III-4).

Cette différence est à l'origine des différences de comportement dans le durcissement au cours de l'essai de traction. La variation du taux de durcissement a été calculée et est représentée sur la Figure III-15.

Lors d'essais réalisés à température ambiante, les précipités fins sont préférentiellement cisailés. Ainsi, après le passage d'une dislocation, seul le précipité cisailé subsiste. C'est le cas pour le 2050-T84 pour lequel peu de durcissement est observé sur la Figure III-13 et la Figure III-15 (Howe, Lee, and Vasudevan 1988; Deschamps et al. 2013; Dorin, De Geuser, et al. 2014). L'épaisseur des précipités T_1 de 6 nm en moyenne sur la nuance 2050-T84 ne permet pas d'observer du contournement. A contrario, dans le cas du 2219-T851, les précipités plus épais vont plutôt avoir tendance à être contournés et, de fait, après le passage d'une dislocation une boucle pourra rester autour du précipité et ainsi augmenter la densité de dislocation au sein du matériau et le durcir (Da Costa Teixeira et al. 2009). C'est ce qui est observé sur la Figure III-13 et la Figure III-15.

Les mesures de l'épaisseur des précipités θ' effectuées précédemment permettent de conforter les résultats présents dans la littérature. Ainsi les précipités θ' d'une épaisseur de

11 nm pour la nuance 2219-T851 sont contournés comme attendu puisque la valeur limite entre le cisaillement et le contournement est de 2 nm (Da Costa Teixeira et al. 2009).

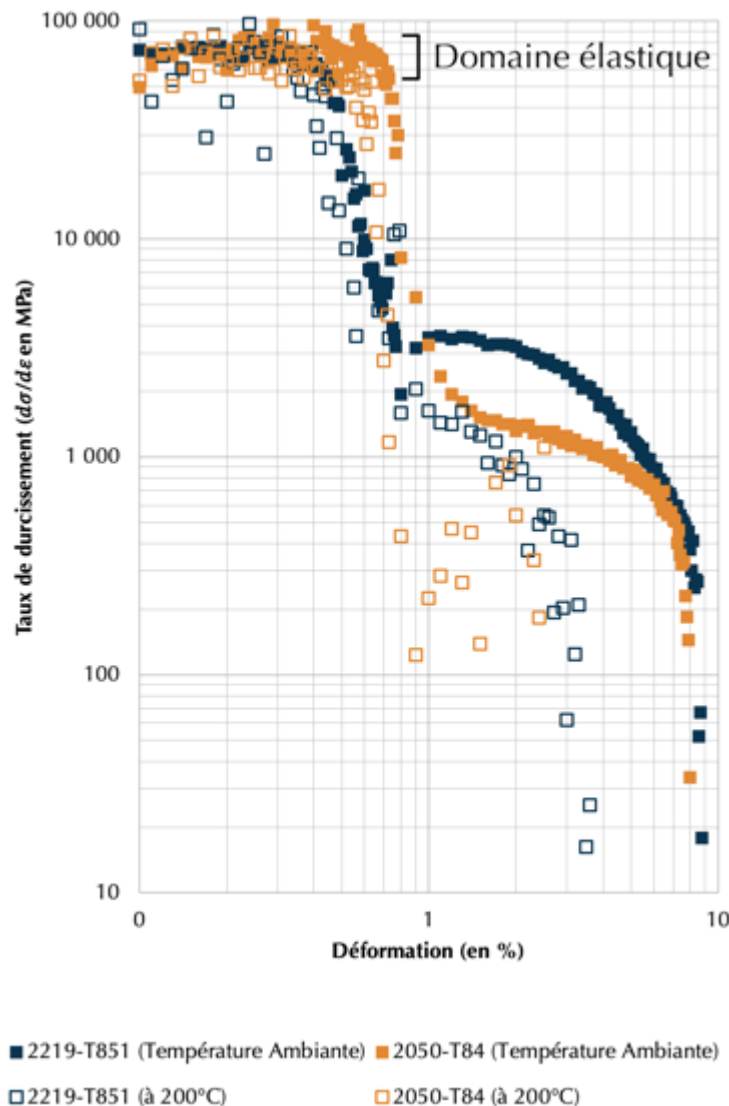


Figure III-15. Courbes représentant le taux de durcissement des nuances 2219-T851 et 2050-T84 sur les essais de traction réalisés à température ambiante et à 200°C.

L'ajout d'une température lors d'un essai mécanique modifie significativement les processus de déformations et de mobilité des dislocations au sein de la matière.

Ainsi, des plans de glissements supplémentaires peuvent être activés pour le mouvement des dislocations et ainsi favoriser des montées de dislocations au détriment des phénomènes de franchissement de précipités.

Dans les cas où le franchissement de précipité se produit, que ce soit par contournement ou cisaillement, y compris pour des précipités épais, l'énergie nécessaire à ce franchissement est significativement réduite par la température. De plus, lorsque les précipités sont fins, des phénomènes de dissolution de précipités par le passage de dislocations peuvent se produire.

Macroscopiquement cela se traduit par des courbes ne présentant que très peu de durcissement au cours de l'essai. Il est possible d'observer sur la Figure III-15 un plus faible taux de durcissement pour les nuances 2219-T851 et 2050-T84 lors des essais réalisés en température par rapport à des essais réalisés à température ambiante. Sur la Figure III-13, il est également possible d'observer de l'adoucissement lors des essais en température.

Chap III. 3. Comportement thermique

Dans ce paragraphe, l'étude du comportement thermique de l'alliage est réalisée. En effet, comme cela a été rappelé dans la bibliographie, de nombreuses études existent par analyses thermiques afin de caractériser les différentes phases présentes dans les alliages. Dans le cadre de cette étude, des mesures en analyses thermique différentielles ont été réalisées et corrélées à de la microscopie électronique en transmission *in situ* en température.

III. 3 - 1. Analyses thermiques différentielles

Les analyses thermiques différentielles ont été effectuées sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. Les essais ont été réalisés avec des rampes de montée et de descente en température de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$. Les thermographes ainsi obtenus laissent apparaître plusieurs événements thermiques. D'un point de vue général et sur les deux nuances, aucun événement thermique n'est présent avant 350°C pour le 2050-T84 et 390°C pour le 2219-T851. En effet et comme cela a été précisé dans le premier chapitre, les nuances étudiées ont été réceptionnées après un traitement thermomécanique de type T8x et présentant donc d'ores et déjà les précipités nanométriques durcissants. Ces précipités issus de zones GP ou de zones GP_{T1} sont déjà formés et ne génèrent pas d'effets observables sur les thermographes. Les pics issus de la formation de ces précurseurs se situent entre 80°C et 100°C comme cela a été reporté dans l'état de l'art (Chap I. 5). Par ailleurs, les pics de fusion des alliages sont tous deux présents à 650°C .

Plus spécifiquement, la Figure III-16 présente les thermographes en montée et en descente sur la nuance 2219-T851. Sur la courbe en montée en température, cinq points peuvent être observés. Deux premiers pics A et B exothermiques se situent respectivement à 390°C et 430°C . Ensuite, trois pics endothermiques sont visibles. L'un se situe à 550°C , le pic C ; le deuxième (pic D) est plus étalé en température et se situe entre 580°C et 600°C et le dernier pic (E) qui se situe à 650°C . Au refroidissement, seuls trois pics exothermiques sont observés : F, G et H. Le premier se situe à 630°C , le deuxième à 550°C et le dernier à 530°C .

La Figure III-17 présente quant à elle les courbes de montée et de descente en température de la nuance 2050-T84. Sur la courbe de montée en température, quatre pics peuvent être observés. Les deux premiers pics sont exothermiques et se situent respectivement à 340°C et 400°C (pics A et B). Les deux pics suivants sont endothermiques et se situent entre 570°C et 600°C pour le premier pic et à 650°C pour le second (pics C et D respectivement). Sur la courbe de descente en température, deux pics exothermiques sont visibles. Le premier se situe à 640°C et le second à 530°C (pics E et F).

Dans la suite du paragraphe, l'attribution des pics va se faire en partant des températures les plus hautes vers les températures les plus basses.

a. Pics de fusion et de solidification

Des comparaisons peuvent être effectuées entre les courbes en montée et en descente en température. En premier lieu, il est possible d'identifier sur les deux courbes des deux nuances le pic de fusion endothermique qui se situe vers 650°C et de solidification exothermique qui est décalée vers de plus faibles températures. Il est décalé de 20°C pour le 2219-T851 et de 10°C pour le 2050-T84. Le décalage de ce premier pic peut être dû à l'inertie thermique induite par la taille et la masse des échantillons de 2219-T851 et de 2050-T84. Pour la suite du raisonnement, les courbes de refroidissement sont considérées décalées de la valeur de la différence entre les pics de fusion. Pour la nuance 2219-T851, la courbe est décalée vers les températures les plus élevées de 20°C et pour la nuance 2050-T84 de 10°C.

b. Dissolution et formation de la phase θ

Avec le décalage des courbes obtenues au refroidissement, il est possible d'observer pour l'alliage 2219-T851 une correspondance entre le pic C de la courbe de montée en température et le pic H de celle de descente en température autour de 550°C. Dans le cas de la nuance 2050-T84, ce pic est uniquement visible sur le thermographe de descente en température, pic F.

La présence d'un pic à 510°C dans la littérature a été attribuée à la dissolution de la phase θ (Zheng et al. 2015). La détermination de la nature de ce pic a été réalisée sur un alliage Al-6,02Si-3,98Cu-1,14Mg (valeurs en pourcentage massique) après un traitement de mise en solution de 6 heures à 470°C puis 2 heures à 530°C suivie d'un traitement de vieillissement artificiel de 6 heures à 180°C et d'une heure à 200°C. Malgré le fait que l'alliage considéré est plus riche en silicium et en magnésium, ces deux éléments n'interviennent pas dans la composition ou la stabilité de la phase θ .

Avec l'ensemble de ces éléments il est possible d'associer le pic à 550°C à la dissolution et la formation de la phase θ respectivement sur les courbes de montée et de descente en température. La présence de la composition plus complexe des alliages de l'étude est une piste pour l'explication des différences de température observées ici, par rapport à celles obtenues par les auteurs Zheng et al (Zheng et al. 2015).

c. Pics entre 550 et 650°C

Un faible pic peut être observé sur les courbes de montée en température sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 entre 550 et 650°C, respectivement les pics D et C. Un événement thermique équivalent est également visible sur la courbe de refroidissement sur le 2219-T851, noté G. Zheng et al. ont identifié des réactions eutectiques dans cette gamme de température. Cependant, la composition chimique des alliages étudiés dans le cadre de cette thèse ne permet pas d'avoir des transformations eutectiques aussi marquées.

Il est possible de penser que ce pic est dû à la présence d'une transformation eutectique aluminium et silicium. Dans la mesure où l'alliage 2219-T851 est plus riche en silicium que la nuance 2050-T84, il semble cohérent de voir ce pic clairement apparaître sur le 2219-T851. De plus, l'absence du pic équivalent au pic G de la courbe de refroidissement du 2050-T84 peut s'expliquer par les conditions expérimentales. Comme cela a pu être décrit dans le Chapitre II, les thermographes ne sont pas normalisés en masse et l'échantillon de nuance 2219-T851 analysé présente une masse quatre fois plus importante que celle de l'échantillon 2050-T84. Ces fortes différences de masses peuvent expliquer pourquoi ce pic

G de la courbe de refroidissement du 2219-T851 est absent de la courbe de refroidissement du 2050-T84.

d. Pics entre 300 et 500°C

Deux derniers pics exothermiques sont uniquement présents sur les courbes de montée en température des deux nuances. Pour l'alliage 2219-T851, les pics A et B sont respectivement présents à 390 et 430°C. Pour la nuance 2050-T84, les deux pics A et B sont présents à 340 et 400°C. Il est possible de corréliser le pic A de la nuance 2219-T851 avec le pic B de la nuance 2050-T84. En effet, ces deux pics se situent dans la même gamme de température, vers 400°C.

En revanche à ces températures, il n'existe pas d'informations suffisantes dans la littérature pour conclure sur la nature et l'origine de ces événements thermiques. Des études complémentaires devront être effectuées afin de répondre à cette problématique.

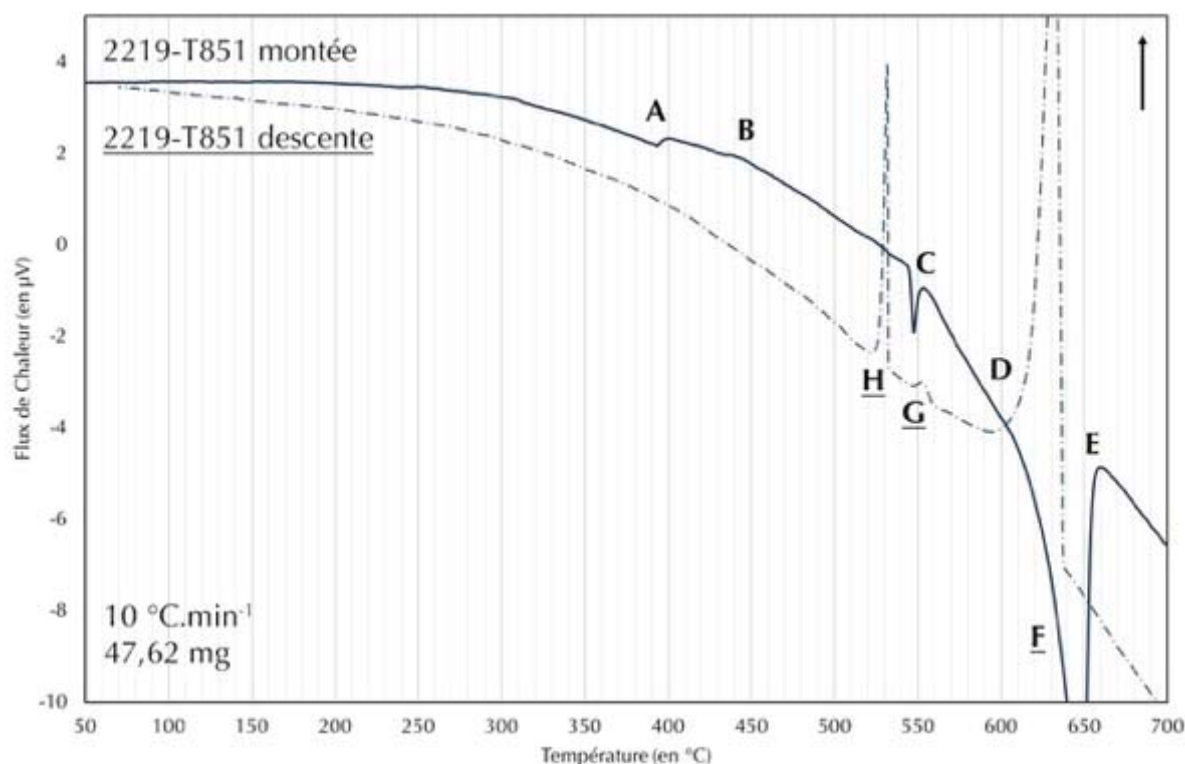


Figure III-16. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2219-T851 en montée (pics A = 390°C, B = 430°C, C = 550°C, D = 580 – 600°C et E = 650°C) et en descente (pics F = 630°C, G = 550°C et H = 530°C) effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 47,62 mg. Direction exothermique représentée vers le haut.

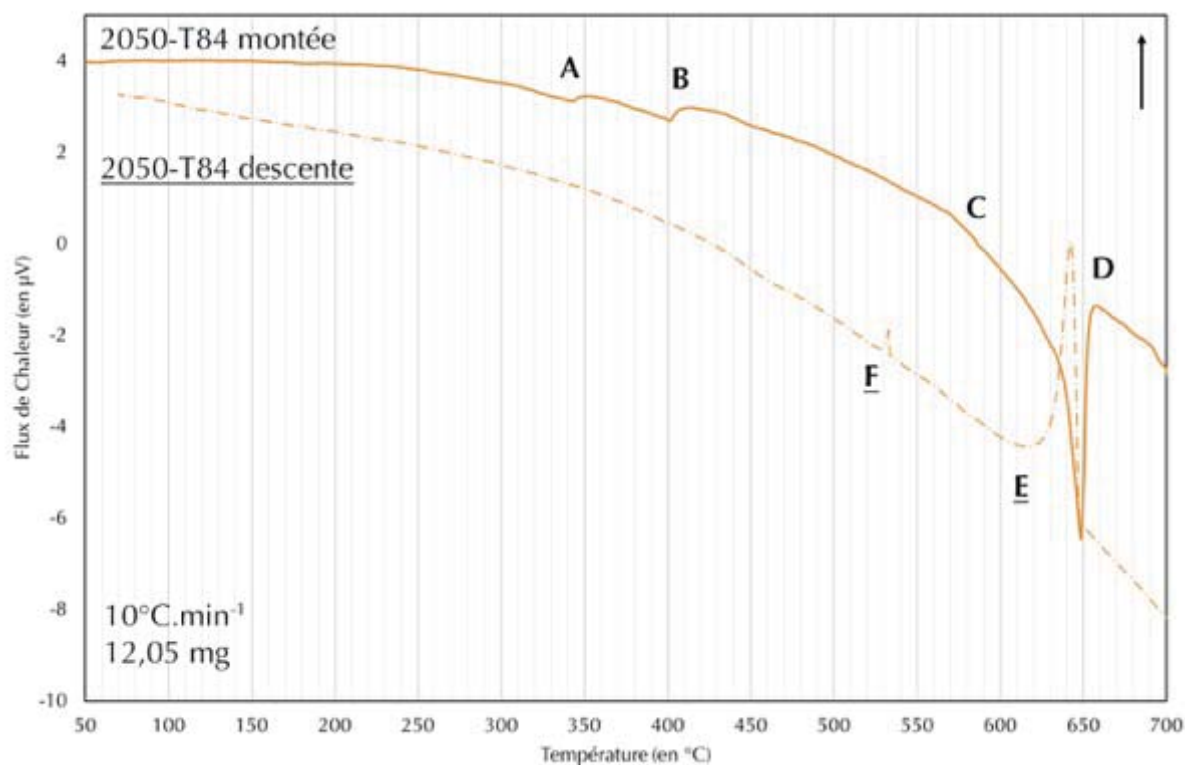


Figure III-17. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2050-T84 en montée (pics A = 340°C, B = 400°C, C = 570 – 600°C et D = 650°C) et en descente (pics E = 640°C et F = 530°C). Analyses effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 10,05 mg. Direction exothermique représentée vers le haut.

III. 3 - 2. MET *in situ* en température

Dans ce dernier point, les évolutions des microstructures des deux nuances, lors d'une montée en température en MET *in situ*, sont abordés. Ainsi, les nuances 2219-T851 et 2050-T84 sont ainsi étudiés dans les points suivants. La corrélation entre les essais MET *in situ* en température et les analyses thermique différentielles est effectuée dans un troisième paragraphe.

a. 2219-T851

Les essais MET *in situ* en température réalisés sur la nuance 2219-T851 sont présentés sur la Figure III-18. Il est, dans un premier temps intéressant de noter que même si la rampe de température choisie sur le contrôleur du porte objet chauffant Gatan était de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, la vitesse réelle d'augmentation de la température est plus proche de $5^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

A l'instar des caractérisations effectuées sur la microstructure fine de la nuance 2219-T851 présentées dans ce chapitre, ces observations sont également effectuées avec un faisceau électronique proche d'un axe $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$.

Il est ainsi possible d'observer, sur la Figure III-18, la microstructure fine de l'alliage 2219-T851 avec la présence des précipités $\theta' - \text{Al}_2\text{Cu}$ préalablement caractérisés. La présence de précipités de taille plus importante peut également être notée. Ces précipités, sont considérés comme point d'ancrage pour l'exploitation des résultats.

Entre la température ambiante et 270°C , il est possible de dire que les changements qui se produisent sur la microstructure fine sont trop faibles pour qu'ils puissent être observés. En effet, peu de changements sont visibles sur les précipités durcissants observés sur la Figure III-18 a. à d.

Entre 300°C et 345°C des modifications de la précipitation sont clairement identifiables. En effet, il est dans un premier temps possible d'observer une diminution du nombre de précipités nanométriques. En effet, lorsque l'intérêt est porté sur les précipités situés dans la zone indiquée (Figure III-18) certains des précipités ne sont plus présents à 320°C . Ce phénomène est plus marqué à 345°C . Une deuxième observation peut être effectuée sur les précipités les plus gros. Ces précipités sont maintenant plus allongés qu'auparavant.

A encore plus haute température, au-delà de 345°C , les précipités nanométriques plus épais et moins nombreux continuent d'évoluer jusqu'à totalement disparaître à 430°C . Les précipités les plus gros sont, quant à eux, encore présents dans la microstructure à 430°C et finissent par totalement disparaître à 450°C après quelques minutes à cette température.

Sur la dernière image de l'expérience, seuls des précipités sphériques qui semblaient accolé aux précipités les plus gros restent au sein de la microstructure.

En résumé, le premier changement visible est l'augmentation de taille et la coalescence des précipités nanométriques identifiés comme étant les précipités θ' . Ce changement se produit autour de 325°C . Le deuxième changement concerne les précipités les plus gros (Al-Cu) qui augmentent de taille au détriment du nombre de précipités nanométriques. Ce changement se produit à des températures légèrement plus élevées, autour de 350°C . Ensuite, il est possible d'observer la dissolution de la phase ainsi formée à partir de 450°C .

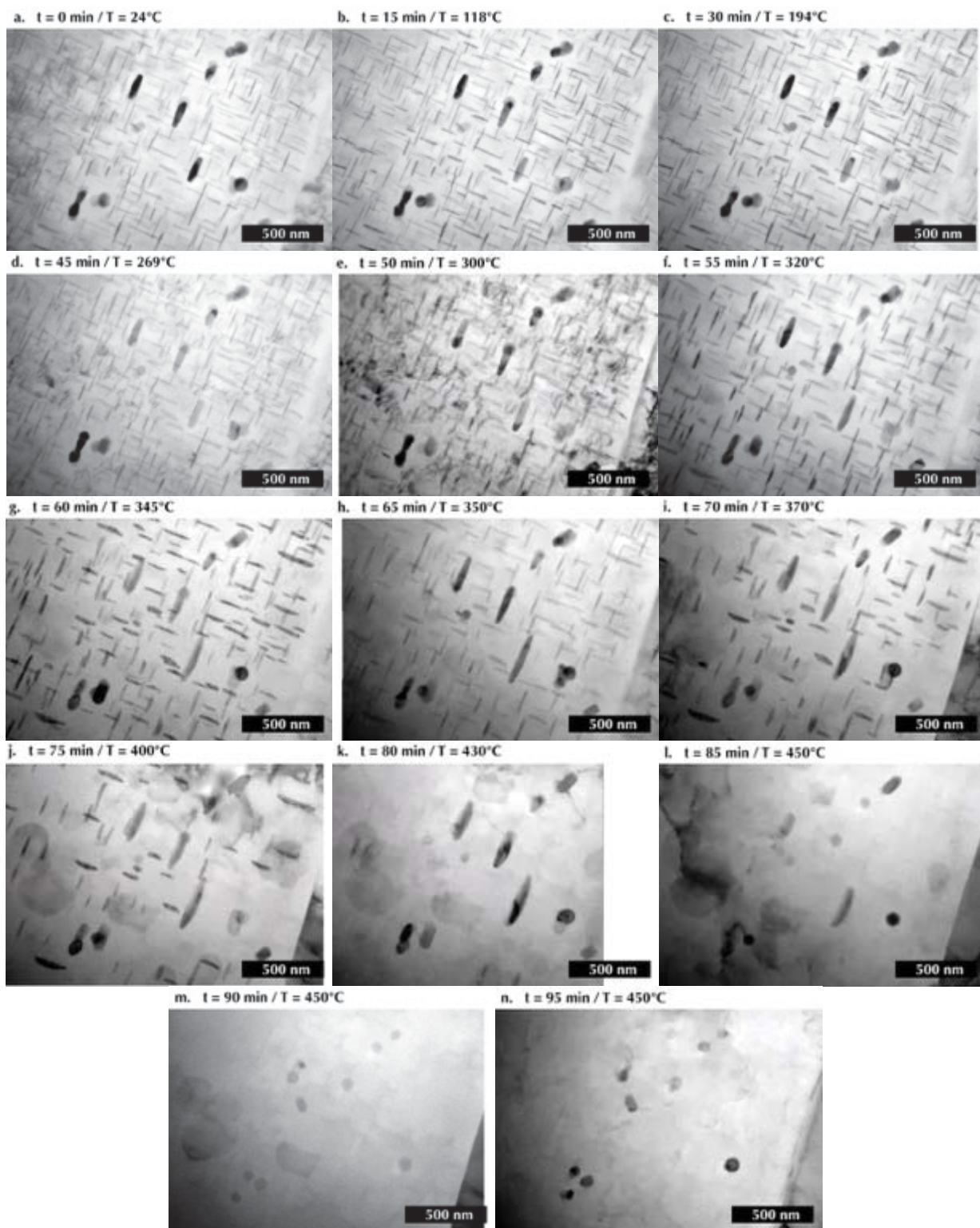


Figure III-18. Synthèse des essais réalisés en MET in situ en température sur la nuance 2219-T851

b. 2050-T84

Dans ce deuxième point, les résultats des expériences menées en MET *in situ* en température sur la nuance 2050-T84 sont présentés. Afin de simplifier les corrélations entre la nuance 2219-T851 et 2050-T84, l'essai a été réalisé dans une direction proche d'un axe de zone $\langle 001 \rangle_{Al}$ et sont présentés sur la Figure III-19. Lors de cette expérience la vitesse réelle de montée en température avoisine les $8^{\circ}C.min^{-1}$.

Il est possible d'observer sur la Figure III-19 entre $24^{\circ}C$ et $245^{\circ}C$ une microstructure constituée de précipités assez fins dans les plans $\{100\}_{Al}$. Ces précipités n'ont pas été observés précédemment et peuvent correspondre à des précipités de type θ ou à une zone GP, son précurseur. D'autres contrastes peuvent également être observés au sein de l'image correspondant aux précipités présents dans les plans $\{111\}_{Al}$, identifiés comme les précipités T_1 .

A partir de $245^{\circ}C$, il est possible de noter l'apparition de précipités globuleux au sein de la microstructure. Entre $245^{\circ}C$ et $427^{\circ}C$, les dimensions de ces précipités augmentent en consommant les plus petits. Ces précipités finissent par disparaître à $450^{\circ}C$ (Figure III-19n.).

Les précipités situés dans les plans $\{100\}_{Al}$ sont présents au sein de la microstructure jusqu'à environ $300^{\circ}C$ (Figure III-19h.).

Sur cette nuance, les changements commencent à des températures plus basses avec une première apparition d'une phase dans le plan de l'image vers $250^{\circ}C$. L'ensemble des nano-précipités présents au sein de la microstructure disparaissent vers $450^{\circ}C$. Entre ces deux températures, les précipités formés voient leurs dimensions augmenter.

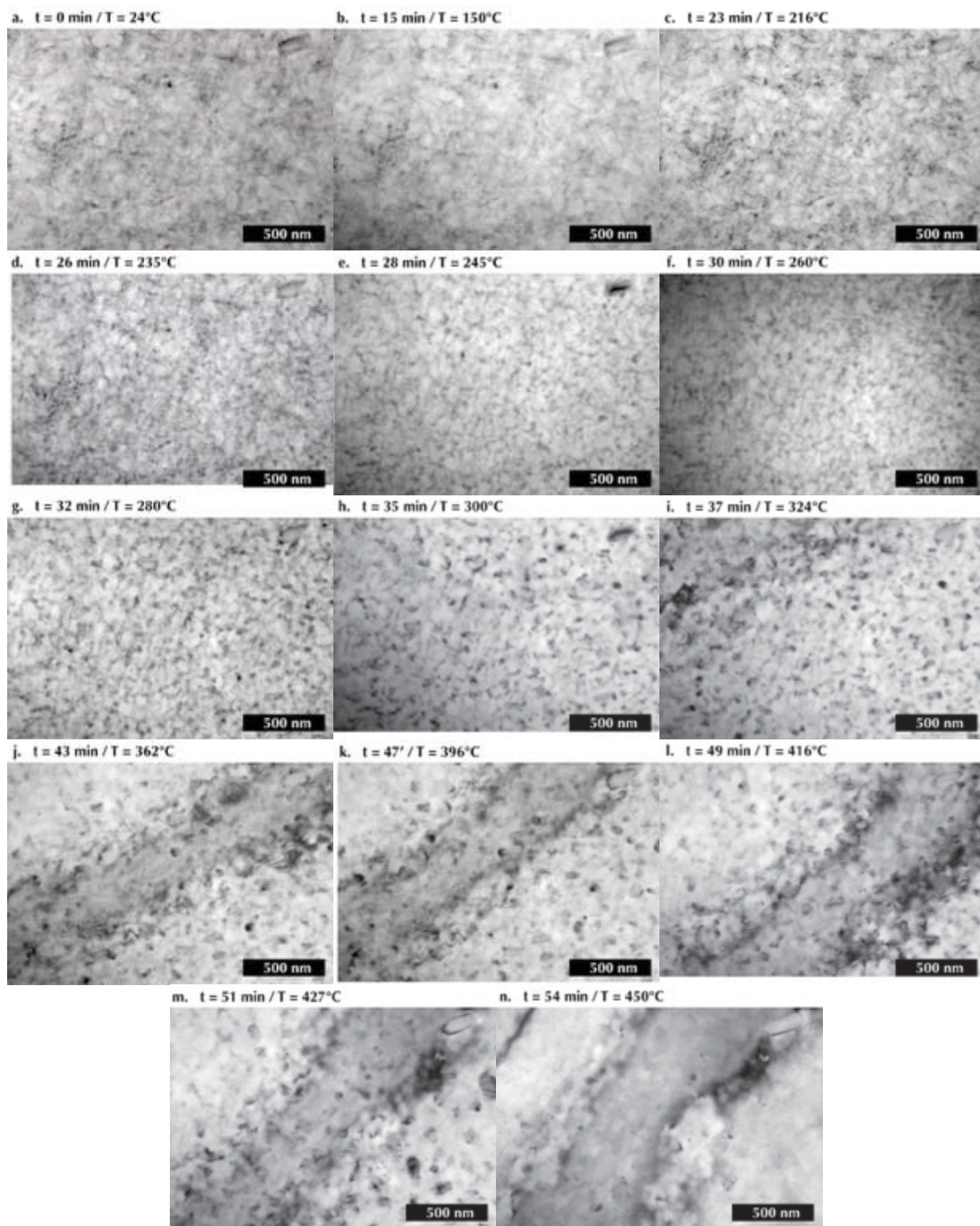


Figure III-19. Synthèse des essais réalisés en MET in situ en température sur la nuance 2050-T84. a. à i. Évolutions entre la température ambiante et 324°C .

c. Comparaison entre les essais *in situ* et les analyses thermiques différentielles

Dans le cas de la nuance 2219-T851, les pics présents sur le thermographe de la Figure III-16 ont été attribués aux changements de phases et dissolution de la phase $\theta' - Al_2Cu$. Lors des analyses en MET *in situ* en température, ces mêmes observations ont pu être effectuées à de plus faibles températures.

Concernant la nuance 2050-T84, les thermographe (Figure III-17) présentent des pics à de plus faibles températures ainsi que des pics similaires à ceux du 2219-T851. Ainsi, les événements correspondants à l'alliage 2219-T851 ont pu être observés lors de la montée en température sur la nuance 2050-T84. Le premier événement, plus bas en température, est également observé et provient de la formation de la phase θ' . Il est ainsi possible de dire que pour cette nuance, la phase de type T_1 disparaît progressivement au profit de la formation de la phase θ' . Les changements suivants sont les mêmes que ceux observés pour les nano-précipités présents au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851.

En résumé, il est possible de dire que sur ces deux analyses, les mêmes événements sont observés à environ 100°C de moins. Afin de déterminer l'origine de cette différence plusieurs paramètres sont à prendre en compte. Dans un premier temps, le faisceau électronique peut localement échauffer l'échantillon. Beaucoup de paramètres influent sur la température induite par le faisceau électronique et sont difficiles à déterminer. En plus de cela, les échantillons sont placés sous vide et également préparés sous forme de lames minces. Ces différents éléments permettent de justifier les 100°C d'écart entre les analyses effectuées en ATD et en MET *in situ*. Dans le but de vérifier cela, des images ont été prises dans des zones plus épaisses de l'échantillon et la présence de précipités a été notée (Figure III-20).

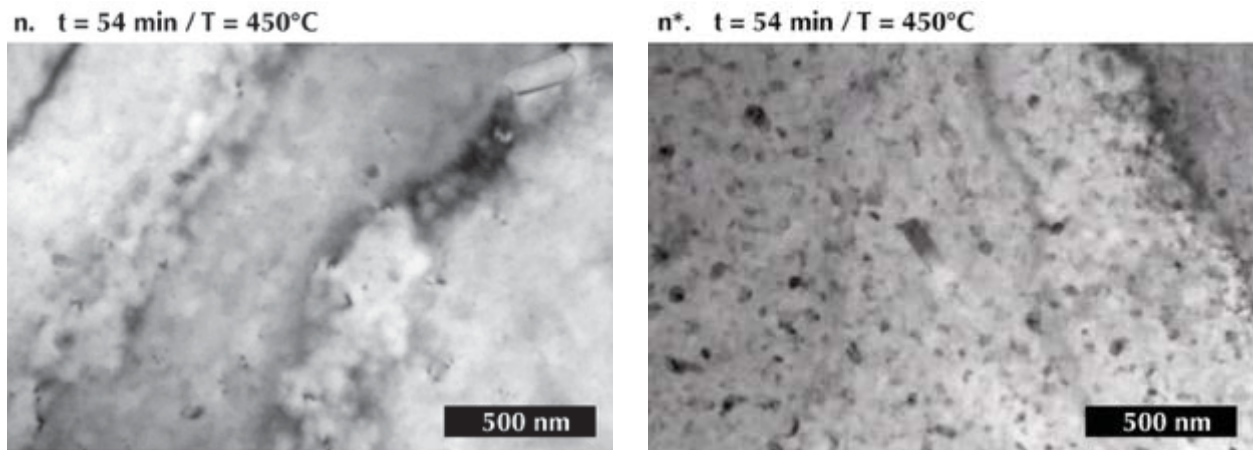


Figure III-20. Comparaison de deux zones de l'échantillon en MET a. une zone fine après la rampe de température allant jusqu'à 450°C et b. une zone plus épaisse ayant subi la même rampe de température.

Pour conclure, avec l'ensemble de ces informations, il est possible de confirmer la nature les différents pics observés en ATD tels que :

- A 350°C (sur la courbe du 2050-T84 en montée en température), il est possible de dire qu'il s'agit de la formation de la phase θ' . C'est ce qu'il est possible d'observer au cours de l'essai MET in situ avec l'apparition des précipités dans le plan de l'image. Ce pic n'est pas présent sur la nuance 2219-T851 puisque ces précipités sont déjà présents au sein de la microstructure.

- A 400°C (sur les courbes en ATD en montée en température), il est possible d'observer une transformation de phase $\theta' \rightarrow \theta$. Cette transformation de phase se traduit par une augmentation de taille des précipités observés en MET in situ. Cette transformation permet également de confirmer la nature de la phase présente au sein de la microstructure à réception de la nuance 2219-T851 comme étant des précipités de type θ' .

- A 550°C (sur les courbes ATD en montée en température), il est possible d'observer la dissolution de la phase $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$ ainsi formée. Lors des analyses en MET in situ cette dissolution s'est produite à 450°C tant sur la nuance 2219-T851 que sur la nuance 2050-T84, principalement en raison de la fine épaisseur analysée en MET.

Chap III. 4. Principales conclusions

Dans le Chapitre III les deux nuances étudiées, le 2219-T851 et le 2050-T84, ont été présentées. La microstructure à différentes échelles d'observations ainsi que les propriétés mécaniques ont été caractérisées. Cela a permis de mettre en avant des caractéristiques très différentes pour les deux nuances dont les principales conclusions sont reportées ci-après.

Le 2050-T84 présente une faible taille de grains et une microstructure avec peu de précipités intermétalliques grossiers non durcissants. La microstructure fine de cet alliage contient une large quantité de précipités de faibles épaisseurs de type T_1 . La nuance 2219-T851 présente quant à elle, une microstructure très différente avec une taille de grains plus importante et une grande quantité de précipités intermétalliques grossiers et possède une microstructure fine contenant une grande quantité de précipités de type θ' .

L'étude des propriétés mécaniques lors d'essais réalisés à température ambiante et à 200°C a montré l'intérêt du 2050-T84 lors d'applications ponctuelles en température. Cet alliage présente de meilleures propriétés à température ambiante et à 200°C que l'alliage d'aluminium 2219-T851.

D'un point de vue du comportement thermique, la nuance 2050-T84 présente des changements à plus faibles températures que les changements présents pour le 2219-T851. Ces changements ont pu être confirmés lors des essais en MET in situ en température.

Influence du vieillissement

L'ensemble des éléments du Chapitre III laisse figurer deux nuances très différentes et dans l'objectif de déterminer la possibilité d'augmenter la température d'utilisation des alliages d'aluminium, l'étude de l'influence d'une température maintenue sur ces alliages est considérée.

C'est en accord avec les membres industriels du projet METALTECHNICS, dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, que la température de 200°C a été choisie. Cette température correspond au pic de température vue par l'alliage durant des phases critiques de vol. Ainsi, montrer la réponse du comportement des alliages face à une telle température de vieillissement permet de montrer la possibilité de l'utiliser à des températures moindres.

Dans un premier temps, un vieillissement statique de 1000h à 200°C a été réalisé. Pendant ce premier vieillissement, des sorties intermédiaires ont été effectuées afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques. C'est à la suite de ces résultats que des vieillissements plus longs ont pu être envisagés. En effet, dès les premiers stades du vieillissement, une zone de stabilité des propriétés mécaniques est apparue.

A la suite de cela, des vieillissements plus longs ont été réalisés pendant 3000h et 5000h toujours à 200°C. Ces vieillissements ont pour objectif de montrer comment, à très long terme, les alliages se comportent tant d'un point de vue des propriétés mécaniques que de l'évolution de la microstructure.

En ce sens, les deux chapitres suivants portent un intérêt particulier sur l'évolution des propriétés mécaniques et de la microstructure aux différents stades du vieillissement. Le Chapitre IV s'intéresse, tout d'abord, aux effets d'un vieillissement de 1000h à 200°C sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. Les vieillissements plus longs allant jusqu'à 10000h à 200°C sont détaillés au sein du Chapitre V.

Chapitre IV.

Influence d'une exposition de 1000h à 200°C des nuances 2050-T84 et 2219-T851

Dans ce chapitre, l'intérêt est porté sur le premier stade de vieillissement de 1000h à 200°C réalisé sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. L'objectif de ce chapitre est d'une part de quantifier l'évolution des propriétés mécaniques des deux alliages d'étude au cours de ce vieillissement et d'autre part de déterminer l'origine microstructurale de ces comportements si différents entre le 2050-T84 et le 2219-T851.

A l'instar du Chapitre III, ce chapitre peut également se séparer en trois parties.

La première partie a pour objectif de caractériser l'influence du vieillissement sur la microstructure des nuances. C'est dans cette partie que les changements microstructuraux à différentes échelles d'intérêt seront caractérisés à l'aide des techniques de microscopies photoniques et électroniques.

Dans une deuxième partie, l'évolution des propriétés mécaniques et le lien de ces dernières avec les changements microstructuraux sont présentés. Un intérêt particulier est porté sur les propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à 200°C.

Enfin, dans la dernière partie, l'intérêt est porté sur les changements en termes de comportements thermiques des nuances après 1000h d'exposition à 200°C.

Les effets d'un temps d'exposition plus longs sont détaillés dans le Chapitre V.

Chap IV. 1. Évolutions des microstructures

Dans cette première partie, l'intérêt est porté sur l'évolution de la microstructure observée à l'aide de la microscopie optique, électronique à balayage et à transmission. Ces différentes techniques donnent chacune d'elles lieu à des paragraphes distincts.

IV. 1 - 1. Microscopie photonique

Les observations faites en microscopie optique sur la nuance 2219 après 1000h de vieillissement à 200°C sont représentées sur la Figure IV-1. A cette échelle, peu de différences peuvent être observées sur les micrographies.

La détermination de la taille de grain par la méthode des interceptes révèle cependant une diminution de la taille de grains et des facteurs de forme (Tableau IV-1).

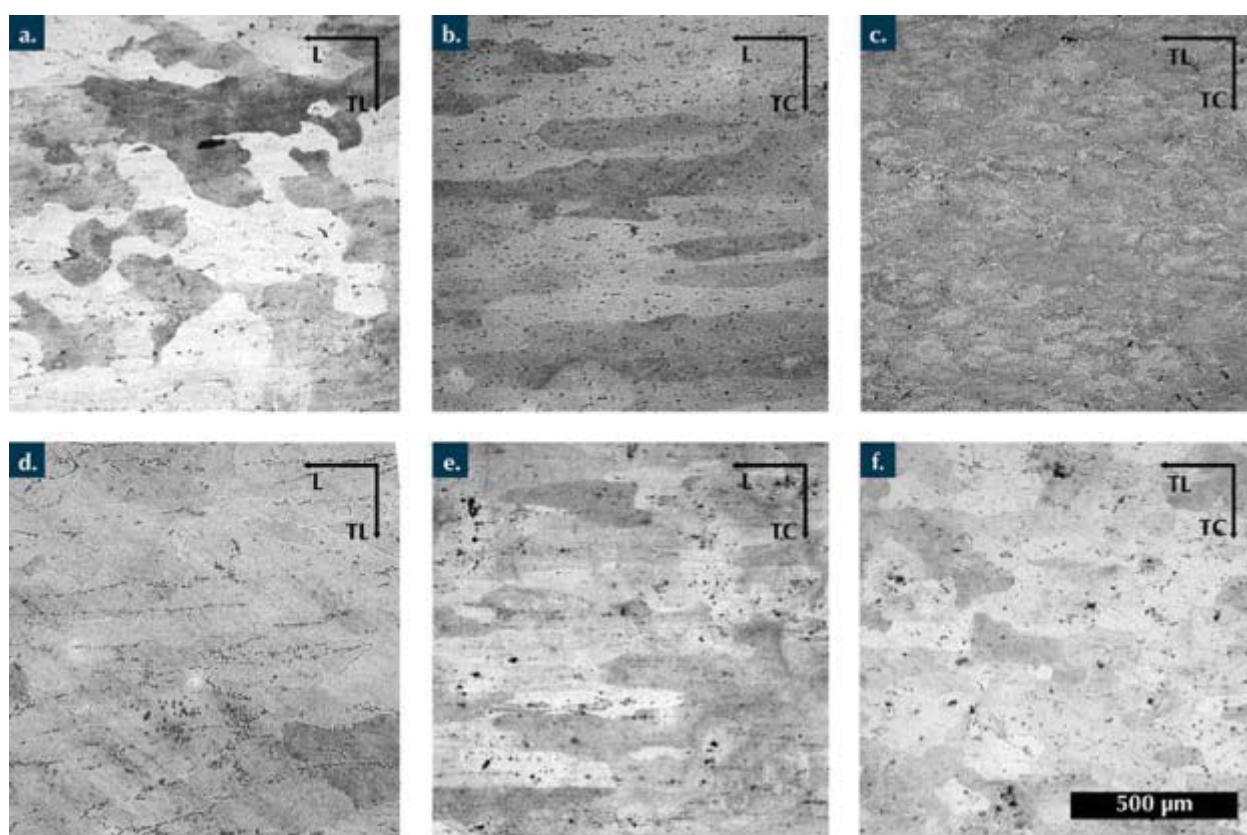


Figure IV-1. Comparaison des observations dans les trois plans de prélèvement des microstructures de la nuance 2219 en microscopie optique a. à c. dans son état de réception T851 et d. à f. après 1000h à 200°C (traitement TTH1).

Les observations de la nuance 2050 après 1000h de vieillissement à 200°C ont révélé un comportement plus complexe. En effet, sur la Figure IV-2 il est possible d'observer la formation de sous-joints de grains avec probablement la présence de précipités sensibles à l'attaque chimique au réactif de Keller.

Sur cette nuance, l'analyse de l'évolution de la taille de grain a été effectuée à partir de cartographies EBSD. Ici, la technique EBSD est utilisée pour discriminer les joints de grains des sous-joints de grains. Par la suite, la même technique des interceptes a été utilisée pour la mesure des grains. Les résultats de ces mesures sont reportés dans le Tableau IV-1 et montrent une augmentation de la taille de grains dans la direction de laminage et une

diminution de la taille de grains dans les deux autres directions de mesure. Du fait de ces variations, les facteurs de formes dans les plans L-TL et L-TC augmentent alors que celui TL-TC diminue.

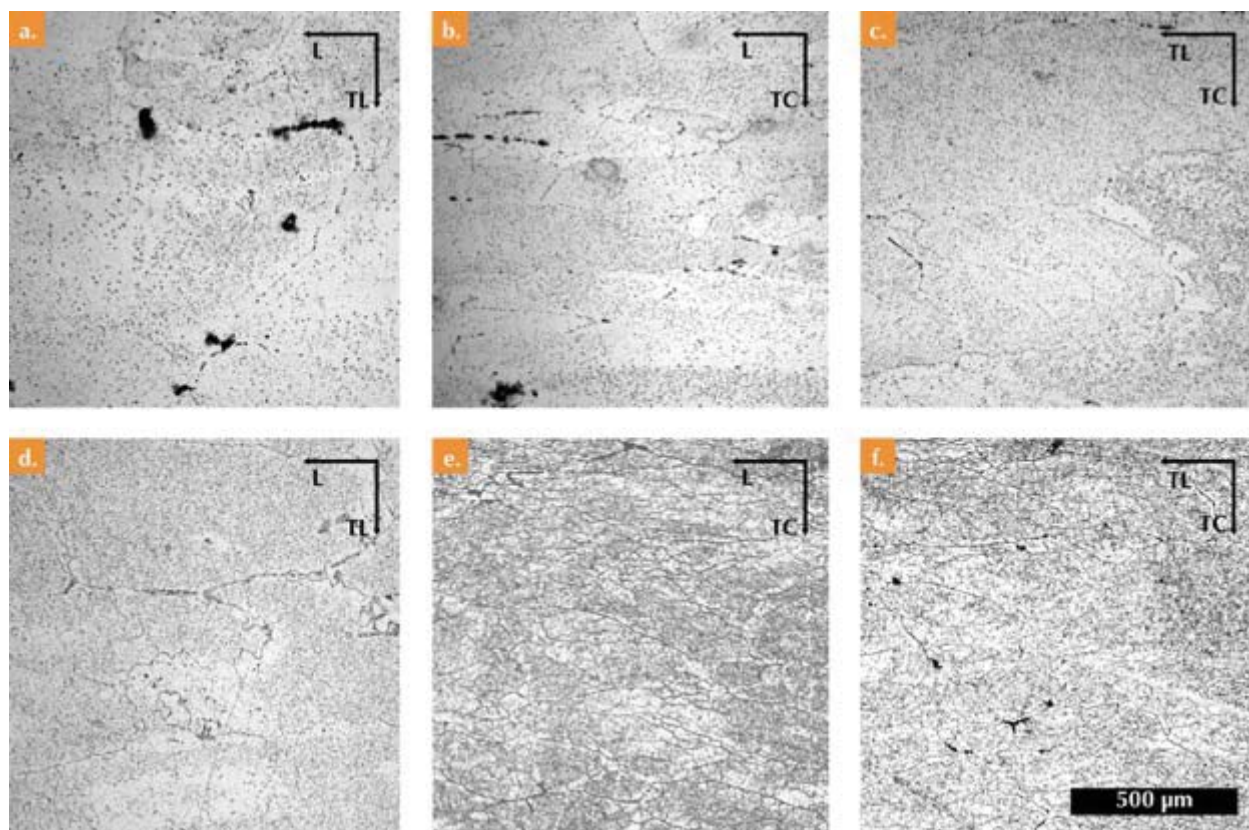


Figure IV-2 Comparaison des observations dans les trois plans de prélèvement des microstructures de la nuance 2050 en microscopie optique a. à c. dans son état de réception T84 et d. à f. après 1000h à 200°C (traitement TTH1).

Nuance Traitement thermique	2219		2050	
	T851	TTH1	T84	TTH1
<i>Taille de grains</i>				
L, µm	299 ± 32	234 ± 29	127 ± 13	132 ± 35
TL, µm	160 ± 10	132 ± 9	80 ± 6	58 ± 5
TC, µm	74 ± 5	68 ± 4	40 ± 2	33 ± 3
<i>Facteurs de forme</i>				
L-TL	1,9	1,8	1,6	2,3
L-TC	4,0	3,4	3,2	4,0
TL-TC	2,2	1,9	2,0	1,8

Tableau IV-1. Synthèse des mesures de taille de grains sur les nuances 2219 et 2050 avant et après vieillissement de 1000h à 200°C et facteurs de formes associés.

IV. 1 - 2. Évolution des précipités intermétalliques grossiers

a. 2219

La Figure IV-3 présente la microstructure de la nuance 2219 en microscopie électronique à balayage dans son état de réception et après 1000h à 200°C. A cette échelle d'observation, il n'est pas possible de démontrer des changements significatifs au sein de la

microstructure : en dépit de tendances possibles identifiées lors des observations, notamment au niveau de la précipitation intergranulaire, les analyses quantitatives effectuées n'ont pas pu démontrer une évolution concrète de cette dernière.

En effet, il est possible d'observer tant sur l'état T851 que sur l'état vieilli, une précipitation de composés intermétalliques non durcissants plus ou moins grossiers dans le sens de laminage et une précipitation plus localisée aux joints de grains. Cette dernière semble être plus prononcée après le vieillissement de la microstructure.

Lors d'observations plus fines sur cette nuance, une différence peut être observée sur les précipités durcissants, Figure IV-4. Dans les mêmes conditions d'observations, ces fins précipités apparaissent plus épais et moins nombreux après le vieillissement de 1000h à 200°C. Ces observations sont complétées par des micrographies en microscopie électronique en transmission dans la partie suivante.

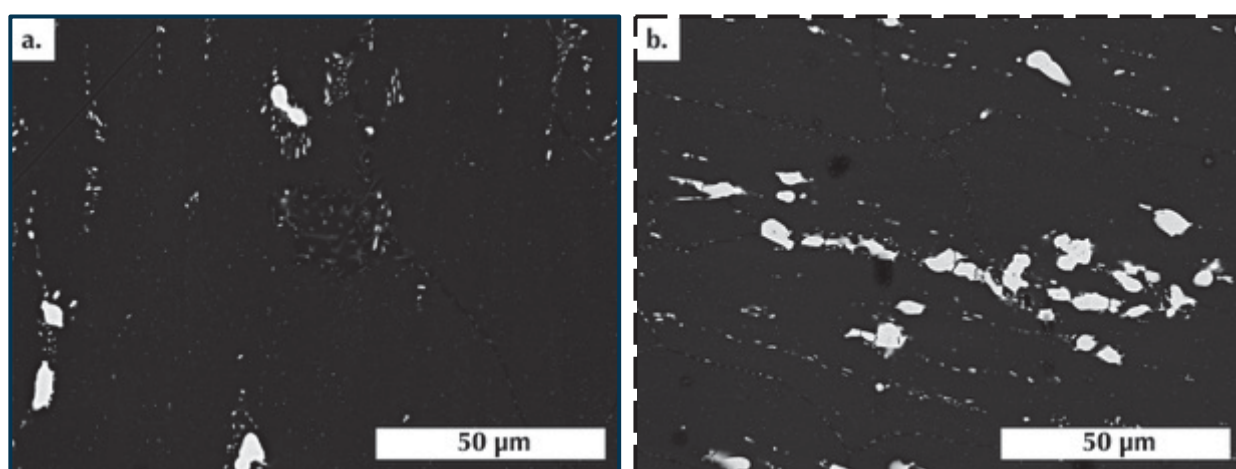


Figure IV-3. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 à a. à réception et b. après 1000h à 200°C.

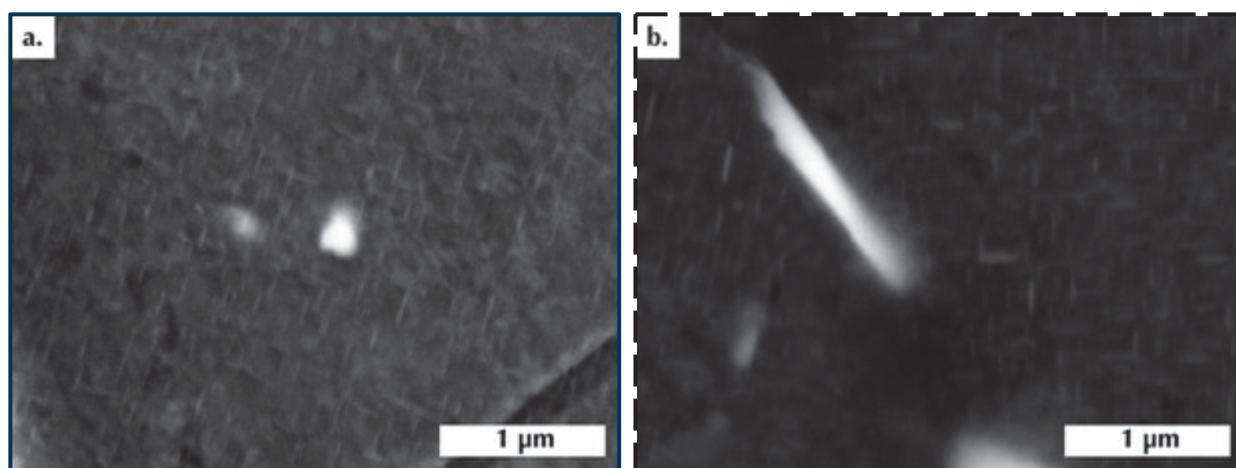


Figure IV-4. Micrographies MEB-FEG de la nuance 2219 a. à réception et b. après 1000h à 200°C observés avec un détecteur CBS.

Ces observations ont été confirmées par l'analyse de l'évolution de la proportion surfacique des précipités intermétalliques grossiers présentée dans le Tableau V-2. Il est possible d'observer que les proportions globales de la surface de précipités par rapport à la surface analysée sont comparables tout comme celles des différentes tailles de précipités.

Par ailleurs, les analyses chimiques sur les différents précipités n'ont révélé aucune différence significative entre les précipités présents à l'état de réception et après 1000h d'exposition à 200°C sur la nuance 2219.

	2219-T851	2219 TTH1
<i>Surface des précipités</i>		
Entre 0 et 1 μm^2	0,2%	0,2%
Entre 1 et 7,5 μm^2	0,7%	0,8%
Entre 7,5 et 20 μm^2	0,2%	0,3%
Entre 20 et 100 μm^2	0,7%	0,6%
Plus de 100 μm^2	0,7%	0,6%
<i>Surface mesurée / Surface totale analysée</i>	2,4%	2,4%
<i>Taille de la surface analysée ($10^6 \mu\text{m}^2$)</i>	3,2	3,4

Tableau IV-2. Synthèse des analyses de la proportion surfacique des précipités intermétalliques grossiers présents dans la microstructure de la nuance 2219 après 1000h de vieillissement à 200°C par rapport à la surface totale analysée.

b. 2050

Sur la nuance 2050, de légers changements peuvent être observés. En effet, la Figure IV-5 présente les microstructures avant et après vieillissement de 1000h à 200°C. Il est possible d'y observer, après le vieillissement, une présence abondante de précipités intragranulaires. De plus, une précipitation localisée aux joints et sous joints de grains peut être observée notamment avec la présence d'un liseré situé aux joints et sous joints de grains. Lorsque ce liseré est observé avec plus d'attention, il est possible de distinguer des précipités contenant principalement de l'aluminium et du cuivre. Peu de précipités contiennent du magnésium.

La présence de précipités non durcissants plus grossiers semblables à ceux observés avant vieillissement (Figure IV-5a.) sont également présents. Par ailleurs, une PFZ est toujours observée autour des précipités intermétalliques non durcissants.

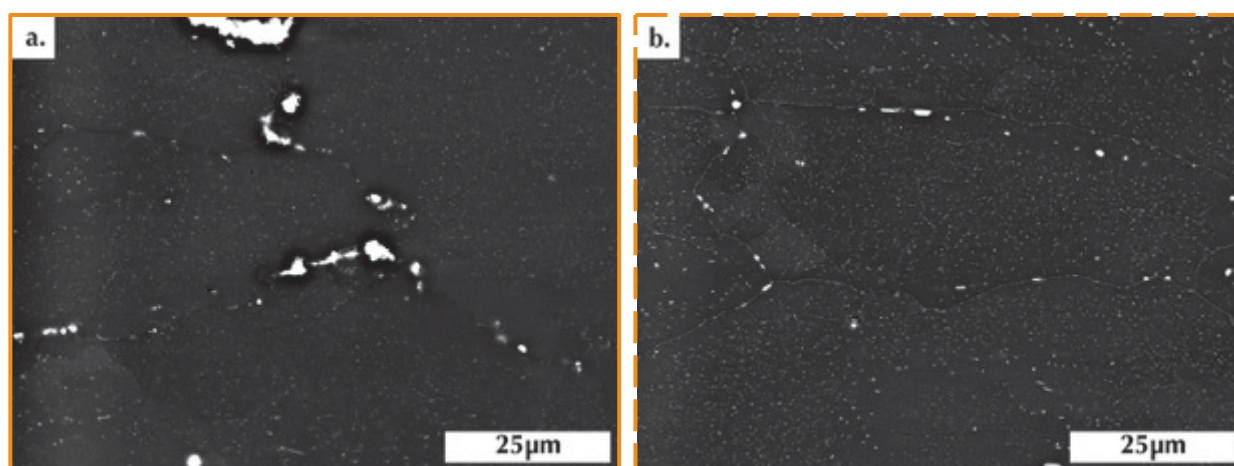


Figure IV-5. Micrographies MEB-FEG de la nuance 2050 a. à réception et b. après 1000h à 200°C observés avec un détecteur CBS.

Sur cette nuance, peu de différences peuvent être observées sur les évolutions des proportions surfaciques des précipités. En effet, seules quelques légères et négligeables variations peuvent être observées sur la proportion de précipités présents par rapport à la surface de l'image, et ce pour toutes les tailles de précipités.

	2050-T84	2050 TTH1
<i>Surface des précipités</i>		
Entre 0 et 1 μm^2	0,2%	0,2%
Entre 1 et 7,5 μm^2	0,3%	0,3%
Entre 7,5 et 20 μm^2	0,1%	0,1%
Entre 20 et 100 μm^2	0,3%	0,2%
Plus de 100 μm^2	0,1%	0,1%
<i>Surface mesurée / Surface totale analysée</i>	1,0%	0,9%
<i>Taille de la surface analysée ($10^6 \mu\text{m}^2$)</i>	3,7	3,6

Tableau IV-3. Évolutions des proportions surfaciques en fonction de la taille des précipités.

A cette échelle d'observation, les changements microstructuraux du 2050-T84 après 1000h de vieillissement à 200°C semblent être exclusivement une augmentation de la précipitation intergranulaire fine. Aucune différence n'a pu être clairement mise en évidence, tant du point de vue de la proportion surfacique que de la composition chimique des autres précipités présents au sein de la microstructure.

IV. 1 - 3. Évolution de la microstructure fine des nuances

Dans ce paragraphe, les évolutions des microstructures fines des deux alliages de l'étude sont caractérisées à l'aide de la microscopie électronique en transmission.

a. Évolutions de la microstructure fine de la nuance 2219

La Figure IV-6 présente l'évolution de la microstructure fine de la nuance 2219 avant et après un vieillissement de 1000h à 200°C. A cette échelle, et comme cela a pu être observé en microscopie à balayage, les précipités durcissants sont plus épais et moins nombreux qu'avant vieillissement. Ainsi après le vieillissement l'épaisseur et le diamètre des précipités augmente passant respectivement de 11 nm et 107 nm à 12 nm et 118 nm. La distance entre les précipités augmente également et passe de 20 nm à 32 nm.

De plus, les très fins précipités observés entre les précipités les plus épais indiqués sur la Figure IV-6a. (cercle bleu) sont absents après le vieillissement. Après le vieillissement les mêmes précipités durcissants sont de même nature que ceux identifiés sur la nuance à réception. En effet, les analyses chimiques en STEM-EDS ainsi que l'analyse des clichés de diffractions électronique, Figure IV-7, ont montré que ces précipités sont de type θ' – Al_2Cu .

<i>En nm</i>	Largeur	Longueur	Distance
2219-T851	11 ± 2	107 ± 36	20 ± 7
2219-TTH1	12 ± 2	118 ± 31	32 ± 11

Tableau IV-4. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851 et 2219-TTH1.

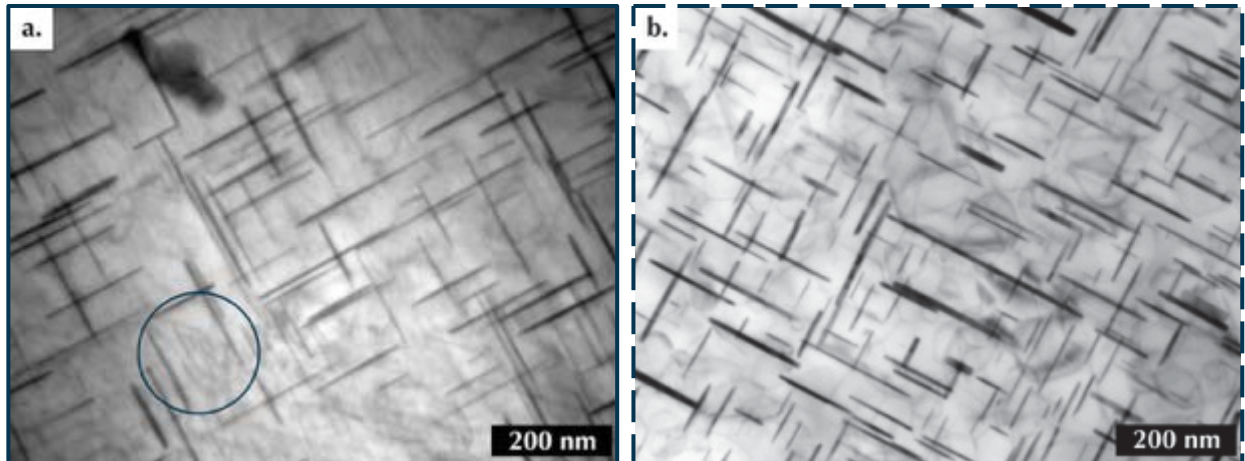


Figure IV-6. Observations MET de la microstructure de l'alliage 2219 a. dans son état de réception et b. après 1000h à 200°C. Observations réalisées avec un faisceau d'électron proche de $\langle 001 \rangle_{Al}$.

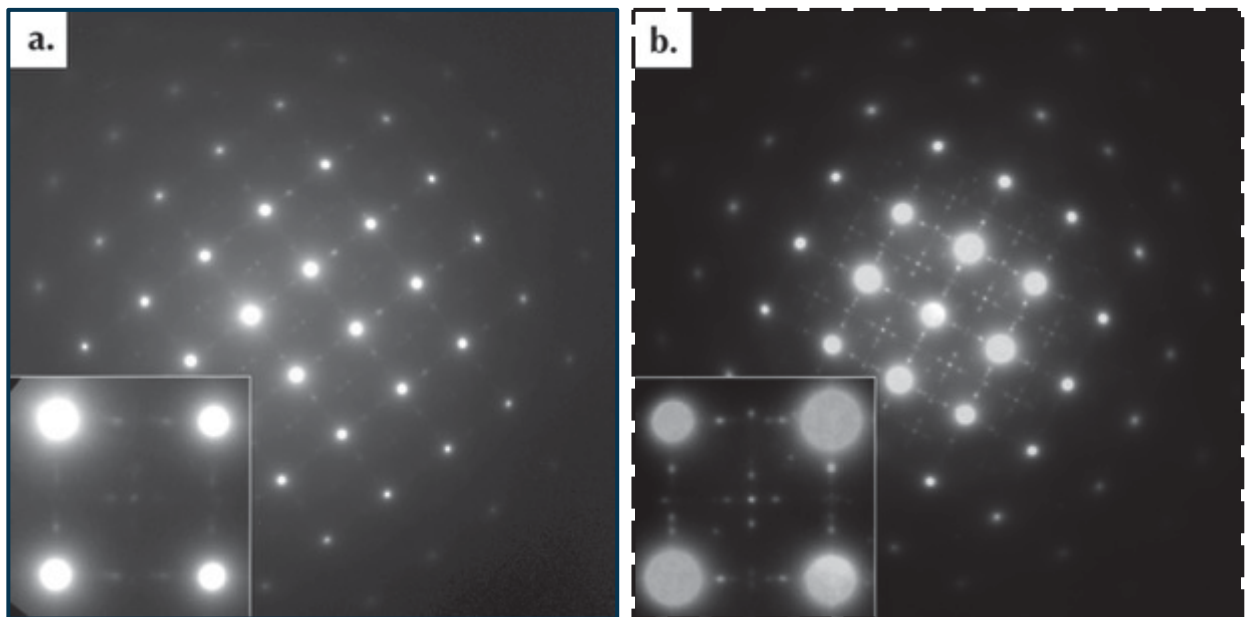


Figure IV-7. Diffractions électroniques dans la direction $\langle 001 \rangle_{Al}$ de la nuance 2219 a. à réception et b. après 1000h à 200°C.

b. Évolutions de la microstructure fine de la nuance 2050

L'augmentation de la taille des précipités peut également être observée au sein de la microstructure fine de la nuance 2050, Figure IV-8. Après le vieillissement les précipités de type T_1 sont plus épais. Ils ont après le vieillissement une épaisseur de 8 nm contre 6 nm avant le vieillissement. Il est également intéressant de noter que pour ces précipités, la distance inter-précipités et la longueur des précipités augmentent passant respectivement de 14 nm et 94 nm avant vieillissement à 17 nm et 109 nm après vieillissement.

<i>En nm</i>	Largeur	Longueur	Distance
2050-T84	6 ± 1	94 ± 18	14 ± 4
2050-TTH1	8 ± 1	109 ± 25	17 ± 5

Tableau IV-5. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure de la nuance 2050-T84 et 2050-TTH1.

De plus, les observations mettent en évidence des précipités dans les plans $\{100\}_{Al}$. Ces précipités apparaissent beaucoup plus épais dans la mesure où ils ne sont pas observés par le dessus mais le sont dans le plan de la lame lorsque celle-ci est observée dans la direction $\langle 110 \rangle_{Al}$, ce qui est le cas de la Figure IV-8. Les analyses chimiques effectuées en STEM-EDS (Figure IV-9) ainsi que l'étude de la diffraction électronique sur la nuance 2050 vieillie 1000h à 200°C (Figure IV-10), ont permis de mettre en avant que ces précipités sont de type θ' .

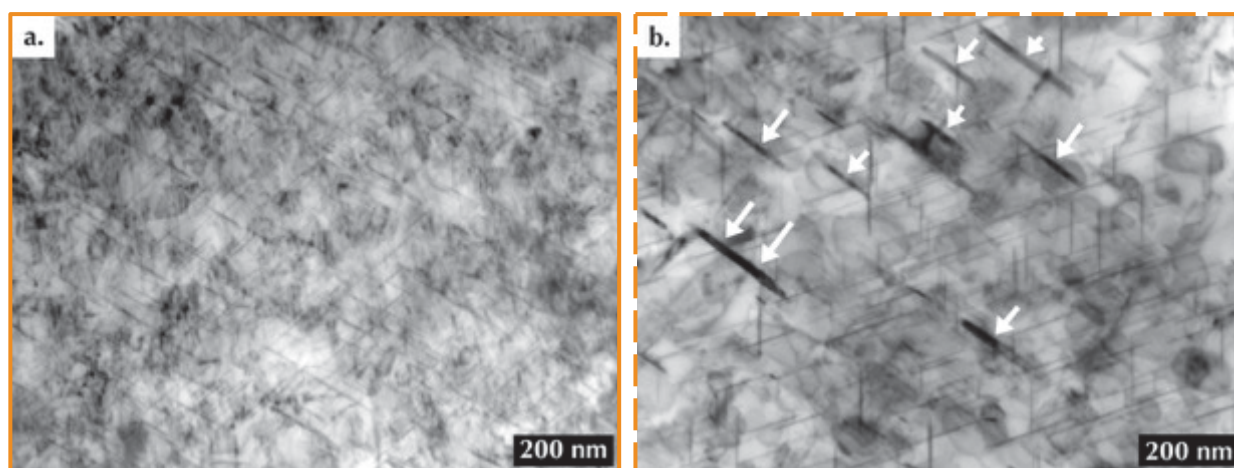


Figure IV-8. Observations MET de la microstructure de l'alliage 2050 dans a. son état de réception et b. après 1000h à 200°C. Les flèches indiquent les précipités dans les plans $\{100\}_{Al}$. Observations réalisées avec un faisceau d'électron proche de $\langle 110 \rangle_{Al}$.

La Figure IV-9 apporte des compléments d'analyses à celles effectuées en MEB-EDX. Même si les analyses en MEB-EDX n'ont pas révélé de différences notables entre la chimie des précipités les plus grossiers étudiés avant et après le vieillissement de 1000h à 200°C au sein de la microstructure du 2050, ces analyses en STEM-EDS mettent en avant la présence de précipités intermétalliques de plus faibles dimensions tels que des précipités Al-Mg-Cu-Zn-Ag-(Si) et Al-Cu-Mn-Fe. Il est aussi intéressant de noter que certains de ces précipités sont le plus souvent liés, exemple sur la Figure IV-9. Sur cette même figure, il est possible d'observer deux types de fins précipités intermétalliques Al-Mg-Cu-Zn-Ag et Al-Cu.

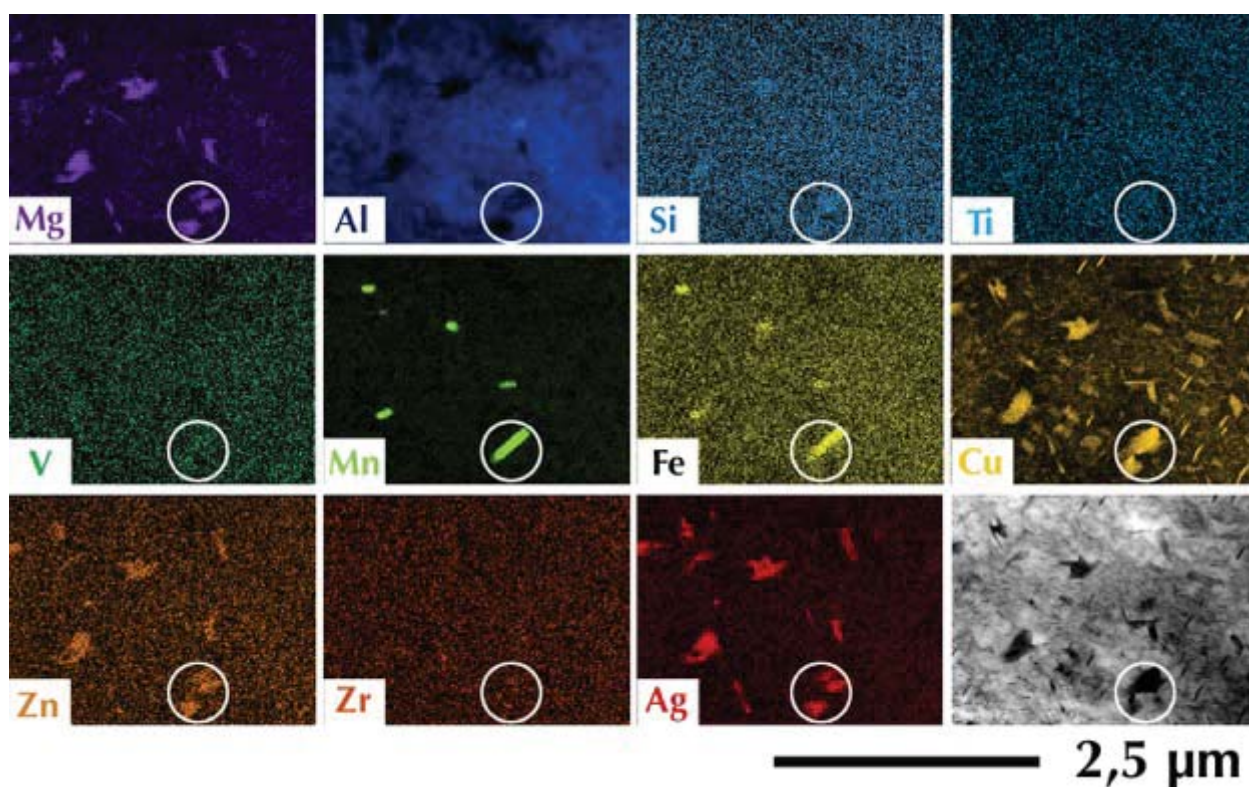


Figure IV-9. Résultats des analyses STEM-EDS sur la nuance 2050 vieillie 1000h à 200°C. Le cercle blanc représente une zone où se situent deux natures de précipités.

En complément des analyses chimiques, l'étude des clichés de diffraction a montré l'apparition de taches de diffractions liées à la présence d'une phase de type θ' – Al_2Cu , Figure IV-10.

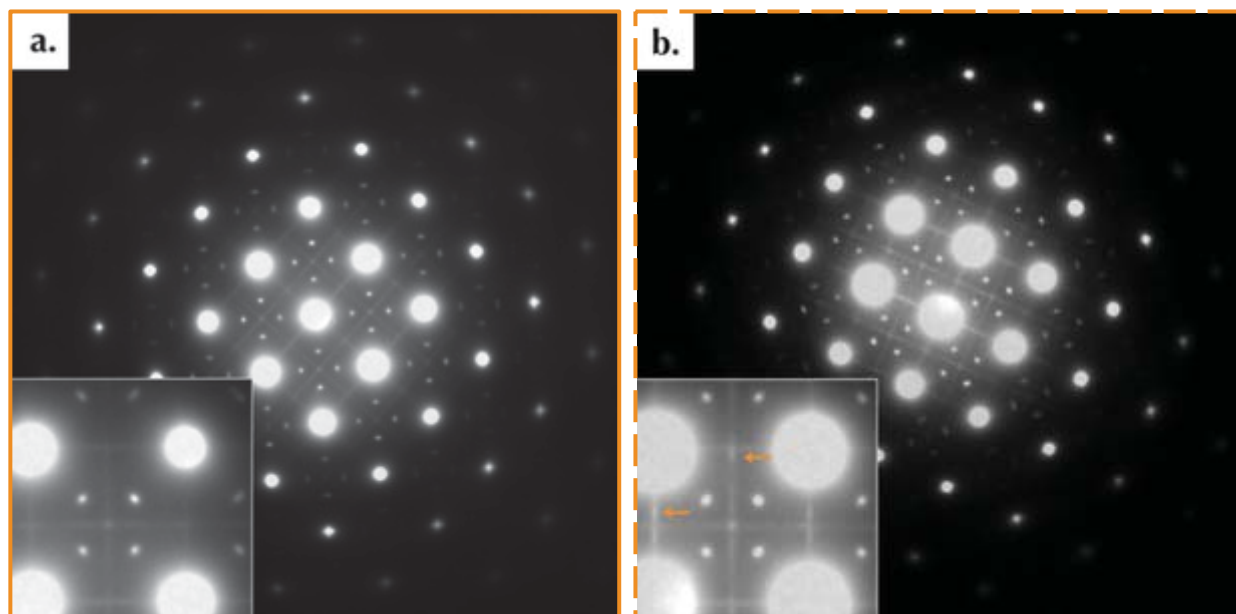


Figure IV-10. Diffractions électroniques dans la direction $\langle 001 \rangle_{Al}$ de la nuance 2050 a. à réception et b. après 1000h à 200°C. Les flèches indiquent la présence de nouvelles taches de diffraction.

Ces taches apparaissent sur les lignes de diffractions présentes dans les plans $\{100\}_{Al}$ qui sont par ailleurs dues à la présence de la phase θ' (S. Li et al. 2014). Ces diffractions dans

les plans $\{100\}_{Al}$ ont pu être observé dans l'état à réception et peuvent permettre d'expliquer pourquoi des précipités apparaissent après le vieillissement. Il est possible qu'avant le vieillissement des zones GP persistent au sein de la microstructure fine dans les plans $\{100\}_{Al}$ et évoluent par la suite en précipités θ' . Par ailleurs, les taches correspondantes à la diffraction de la phase T_1 sont toujours présentes. (Figure IV-10).

Pour résumer, les observations multi-échelles montrent globalement une diminution de la taille de grain pour les deux nuances de l'étude. Les précipités présents dans la microstructure sont dans l'ensemble de taille plus importante tant sur la microstructure fine du 2050-TTH1 que sur celle du 2219-TTH1. En revanche, l'augmentation de la taille des précipités intermétalliques non durcissants est plus marquée sur l'alliage 2050 vieilli avec notamment l'apparition d'une précipitation accrue aux joints et sous joints de grains.

Chap IV. 2. Évolutions des propriétés mécaniques

Dans cette deuxième partie, l'évolution des propriétés mécaniques avec le vieillissement est étudiée et est mise en relation avec les évolutions des microstructures des deux nuances de l'étude. Les propriétés mécaniques à température ambiante et en température sont présentées dans deux paragraphes distincts.

IV. 2 - 1. Évolutions des propriétés mécaniques à température ambiante

Les courbes de traction visibles sur la Figure IV-11, mettent en avant un abattement de la résistance mécanique maximale de l'ordre de 70 MPa entre l'alliage 2219-T851, avant vieillissement et après 1000h à 200°C. La nuance 2050-T84 résiste moins bien à un maintien en température et montre un abaissement de la résistance mécanique maximale de 198 MPa. Les limites élastiques des deux nuances varient également et les abattements sont de 105 MPa et de 251 MPa respectivement pour les nuances 2219 et 2050.

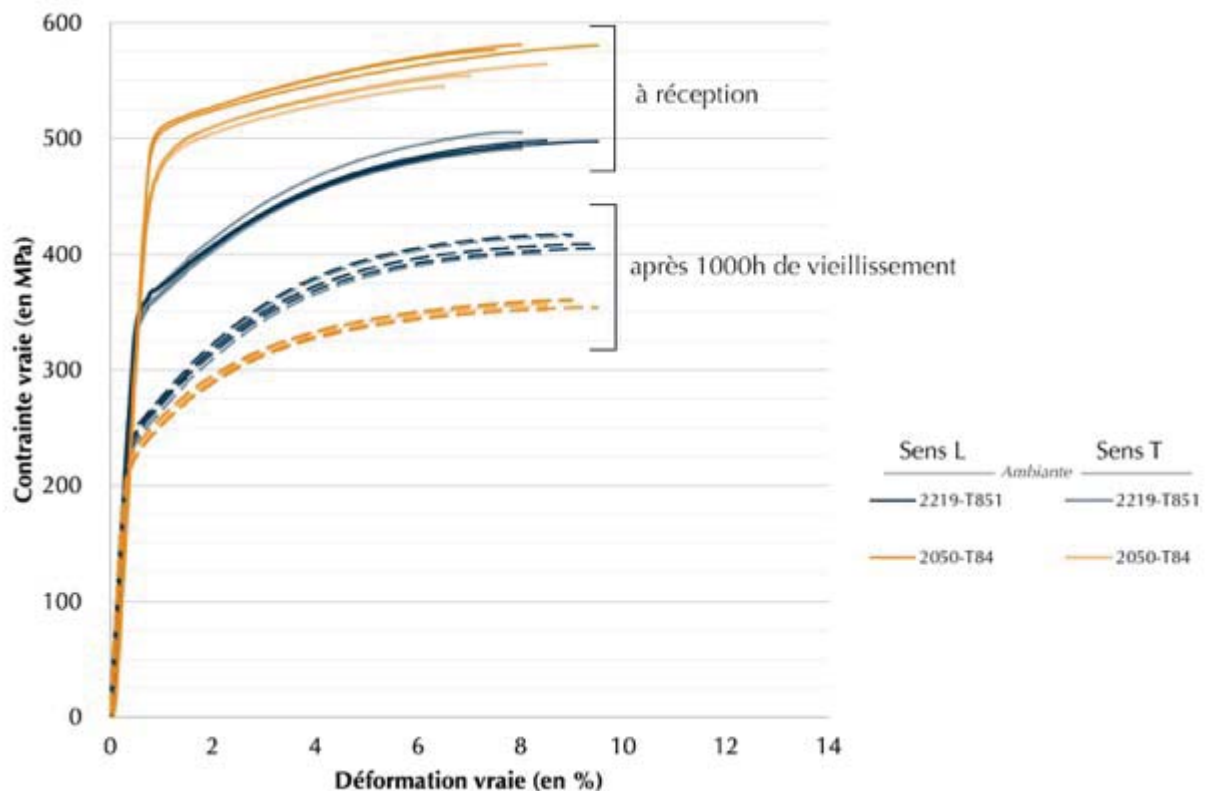


Figure IV-11. Évolutions des propriétés mécaniques en traction à température ambiante des nuances 2219 et 2050 entre l'état à réception et après 1000h de vieillissement à 200°C.

Ces diminutions de propriétés mécaniques ainsi que les changements de morphologies de courbes sont détaillées dans les points suivants. Une attention particulière est portée sur les liens entre les propriétés mécaniques et les microstructures des deux nuances.

Nuance	2219			2050		
	T851	TTH1	Δ	T84	TTH1	Δ
Rp_{0,2} (MPa)	354 ± 9	378 ± 5	-105 ± 7	482 ± 22	327 ± 3	-251 ± 3
R_m (MPa)	444 ± 20	252 ± 3	-68 ± 8	526 ± 13	231 ± 3	-198 ± 5
A (%)	10 ± 2	13,4 ± 0,7	+2 ± 2	9 ± 2	12,4 ± 0,7	+2 ± 2

Tableau IV-6. Propriétés mécaniques dans le sens de laminage des nuances étudiées à température ambiante avant et après un vieillissement de 1000h à 200°C où Δ représente la différence entre les propriétés vieilles et celles à réception : $\Delta = \text{pptés}(TTH1) - \text{pptés}(TTH0)$.

a. 2219

- Évolutions des propriétés mécaniques

Dans le cas de cette nuance, il est possible d'observer sur la Figure IV-11 une chute de propriétés en traction à température ambiante de 68 MPa sur la résistance maximale et de 105 MPa sur la limite élastique. Il est également possible de noter l'augmentation de l'allongement à rupture qui passe de 10 ± 2 % à 12 ± 2 %, Figure IV-11 et Tableau IV-6.

Cette diminution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante peut directement être mise en lien avec l'évolution de la microstructure fine de l'alliage. En effet, sur cette nuance, les changements observés sur la microstructure de l'alliage concernent les précipités intermétalliques nanométriques durcissants pour lesquels la disparition des précipités les plus fins a été observée.

Dans plusieurs études (Cf. Chapitre I. 4 - 1.b.), il a été montré que lors du mouvement des dislocations dans un champ de précipités, la dimension des précipités et la distance entre ces derniers sont les facteurs les plus importants. Ainsi, lorsque les plus fins précipités se dissolvent afin d'augmenter la taille des précipités les plus grands entre l'état à réception et l'alliage vieilli, la distance entre les précipités augmente. Ceci permet de faciliter le mouvement des dislocations et de diminuer les contraintes nécessaires à leur déplacement. (Hull and Bacon 2011)

i Illustration par des Simulations en Dynamique Discrète des Dislocations

Afin d'illustrer cela, des simulations en Dynamique Discrète des Dislocations (Discrete Dislocations Dynamics, ou encore DDD) ont été réalisées, Figure IV-12. Ainsi la Figure IV-12 présente le résultat des simulations effectuées sous une contrainte fixe de 100 MPa où le pas de temps entre chaque avancée de la dislocation est de $\Delta t = 5.10^{-10}$ s. Dans cette simulation, le choix a été fait de modéliser des précipités θ' avec des contraintes internes suffisantes afin d'obliger leur contournement par les dislocations.

Diverses études ont montré que les dislocations contournent les précipités à partir de 2 nm d'épaisseur et que les précipités sont capables de maintenir la boucle de dislocation (voir I. 4 - 1) (Da Costa Teixeira et al. 2009). Les précipités présents dans la microstructure de départ, caractérisés dans le Chapitre III présentent une épaisseur supérieure à cette valeur seuil justifiant cette hypothèse. Après vieillissement, les observations ont eu tendance à montrer un épaississement des précipités θ' , le mode de franchissement de ces précipités reste donc à priori inchangé.

L'hypothèse est donc faite ici que seul ce mode de franchissement des précipités est autorisé et donc qu'aucun phénomène de cisaillement n'intervient. La microstructure à réception

est représentée ici, par deux populations de précipités de tailles différentes alors que la microstructure correspondant à l'état vieilli est représentée par une seule population de précipités, les précipités les plus fins n'ayant pas pu être mis en évidence lors des observations en MET après vieillissement thermique. L'image traduisant la synthèse des résultats de la simulation est observée dans une direction de type $\langle 111 \rangle_{Al}$.

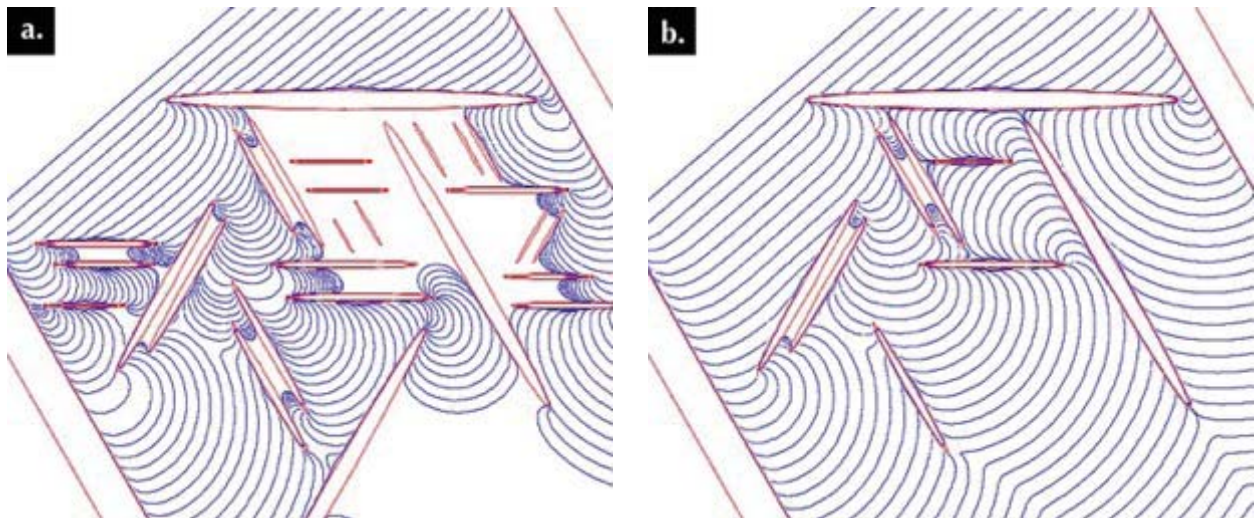


Figure IV-12. Superposition des positions successives des dislocations issues des simulations en DDD réalisées sur a. une microstructure riche en précipités de type θ équivalente à la microstructure du 2219-T851 et b. une microstructure moins riche en précipités équivalente à une microstructure vieillie de la nuance 2219-T851. Pour ces deux simulations, seules les microstructures changent. Les paramètres initiaux de contraintes, d'intervalles Δt et de position initiale de la dislocation (rectiligne en haut à gauche, indiqué par une flèche) sont les mêmes et la simulation a été arrêtée au même moment.

La Figure IV-12 met en avant que la microstructure riche en précipités (Figure IV-12a.) freine davantage le mouvement de la dislocation que celle pauvre en précipités (Figure IV-12b.). Il est en effet possible d'observer à beaucoup d'endroits sur la Figure IV-12a. des ralentissements dans la propagation de la dislocation : pour un même intervalle de temps, la dislocation n'avance que très peu. Plus globalement, cela se traduit sur la Figure IV-12 par le fait que la microstructure pauvre en précipités est totalement traversée par la dislocation contrairement à la microstructure riche en précipités qui ne l'est pas.

De plus, il est possible d'observer que la diminution du nombre de précipités, en lien avec la dissolution des précipités les plus petits entraîne une augmentation globale de la taille des précipités. Naturellement, l'augmentation de l'épaisseur et la diminution du nombre de précipités augmentent la distance minimale entre les précipités. Plus cette distance est grande, plus les dislocations vont facilement pouvoir se propager dans un champ de précipités ou plus la contrainte nécessaire au franchissement des précipités sera faible.

Ces simulations confirment donc que la diminution des propriétés de résistance du 2219-T851 après vieillissement thermique de 1000h à 200°C est intimement liée à la modification de la microstructure fine et tout particulièrement à la disparition des précipités durcissants les plus fins.

ii Essais MET-in situ en traction sur la nuance 2219 TTH1

De plus, pour la nuance après 1000h de vieillissement à 200°C, des essais de traction *in situ* ont été réalisés en MET et ont permis de confirmer le mécanisme de contournement des précipités par des dislocations. Il est, en effet, possible d'observer Figure IV-13, présentée

en champ sombre, plusieurs dislocations dans les plans $\{111\}_{Al}$ autour des précipités de type θ' apparaissant en contraste blanc.

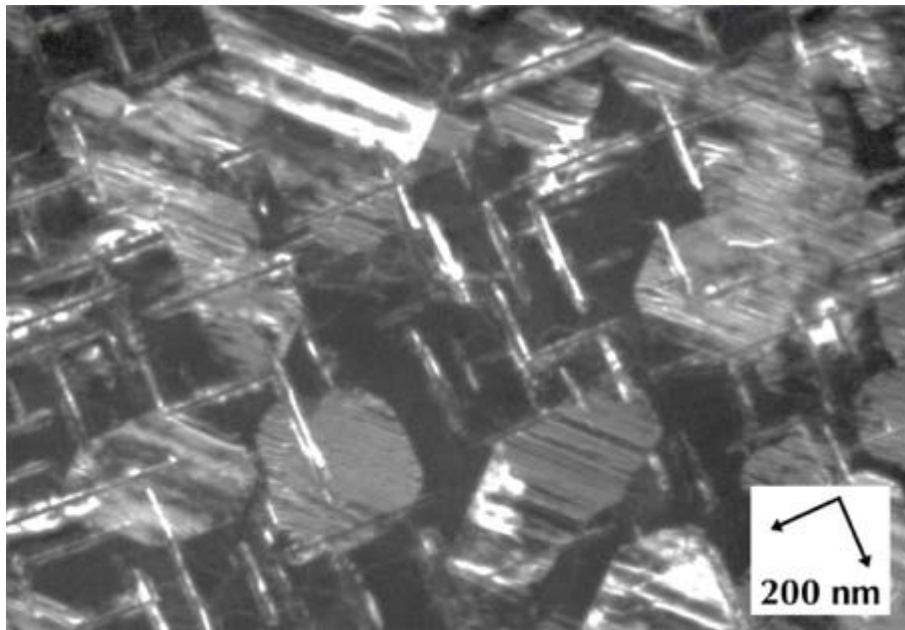


Figure IV-13. Image MET des essais *in situ* en traction. Il est possible d'observer les précipités θ' – Al_2Cu dans les plans $\{100\}_{Al}$ (les directions $\langle 100 \rangle_{Al}$ sont indiquées par les flèches noires sur la figure) sur lesquels plusieurs dislocations sont présentes dans les plans $\{111\}_{Al}$.

iii Évolution du taux de durcissement

Comme cela a pu être mis en avant dans le Chapitre III. 2 - 3, un parallèle peut être fait entre le comportement mécanique macroscopique, via le taux de durcissement, et les mécanismes d'interactions dislocations-précipités. Ainsi, sur la Figure IV-14 il est possible d'observer le taux de durcissement de la nuance après 1000h d'exposition à 200°C.

Au regard de ces deux courbes, il apparaît que le vieillissement thermique n'a pas impacté la forme de la courbe de durcissement. Cette information permet de déduire que la modification de la microstructure observée ne change pas les processus de déformation de l'alliage : les dislocations vont contourner les précipités et former des boucles autour des précipités.

Afin de confirmer la présence des boucles de dislocations autour des précipités, l'Analyse Géométrique de la Phase (Geometrical Phase Analysis : GPA) a été réalisée sur des images en MET Haute Résolution sur lesquelles il est possible d'observer des précipités de type θ' dans une direction $\langle 001 \rangle_{Al}$.

Ainsi, la Figure IV-15 présente les résultats de ces analyses qui confirment la présence d'une boucle de dislocation autour d'un précipité θ' sur une lame mince de 2219-TTH1.

Par ailleurs, il est possible de remarquer qu'autour du précipité, il n'est pas possible d'observer la présence d'un champ de déformation. Cela est dû au choix de l'échelle de représentation. En effet, au niveau de la dislocation, la déformation est beaucoup plus grande que celle présente autour du précipité, raison pour laquelle elle n'est pas visible sur la Figure IV-15b.

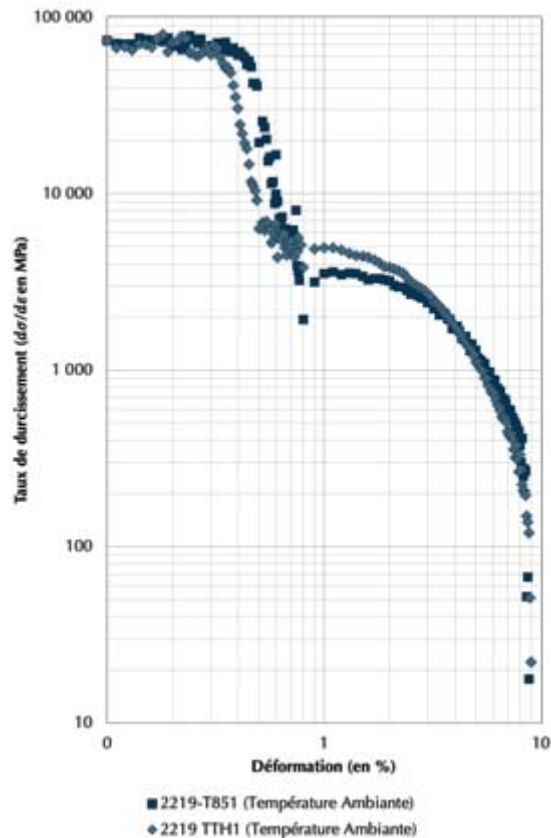


Figure IV-14. Évolution du taux de durcissement au cours de l'essai de traction de la nuance 2219 dans son état de réception et après 1000h d'exposition à 200°C.

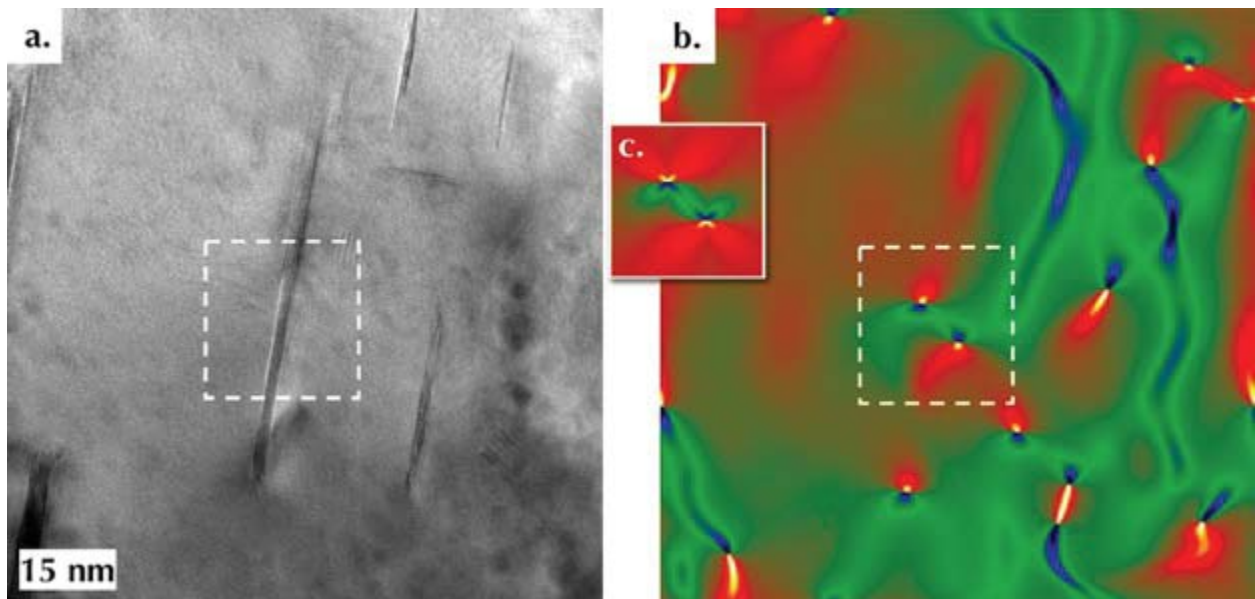


Figure IV-15. Résultat des analyses menées en GPA. a. image en haute résolution du 2219-TTH1 dans une direction $\langle 001 \rangle_{Al}$, b. Image traitée par GPA sur laquelle il est possible d'observer dans la zone d'intérêt la présence d'une boucle de dislocation autour du précipité de type $\theta' - Al_2Cu$, la déformation ε_{yy} y est représentée et c. Simulation du champ de déformation généré par la présence d'une boucle de dislocation.

- Étude des faciès de rupture

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes de traction après le vieillissement révèle le même caractère ductile que pour les observations faites sur les essais réalisés avant le

vieillissement. Une observation attentive des faciès de ruptures met en évidence deux populations de cupules, des grosses qui contiennent les gros précipités et des petites. Il est possible de mettre en évidence que les plus grosses cupules se sont formées au niveau des précipités grossiers non durcissants (Figure IV-16). Ces précipités, généralement constitués par des éléments plus lourds, apparaissent en contraste clair sur les images en électrons rétrodiffusés sur la Figure IV-17. Les cupules les plus grosses se sont formées plus tôt au cours de l'essai, témoignage d'une incompatibilité de déformation à l'interface matrice/précipité. Puis, ce sont les cupules les plus petites qui se sont formées résultant d'une incompatibilité moins marquée à l'interface matrice/précipités.

Les observations en MEB reportées sur la Figure IV-16 montrent, en plus d'une rupture intragranulaire, des zones dont l'aspect pourrait indiquer de la rupture intergranulaire. La mesure de la taille de grains effectuée dans le point IV. 1 - 1, de l'ordre de 300 μm dans le sens de laminage, correspond aux observations en MEB. Ce type de rupture semble être moins marqué sur les faciès des essais effectués après le vieillissement.

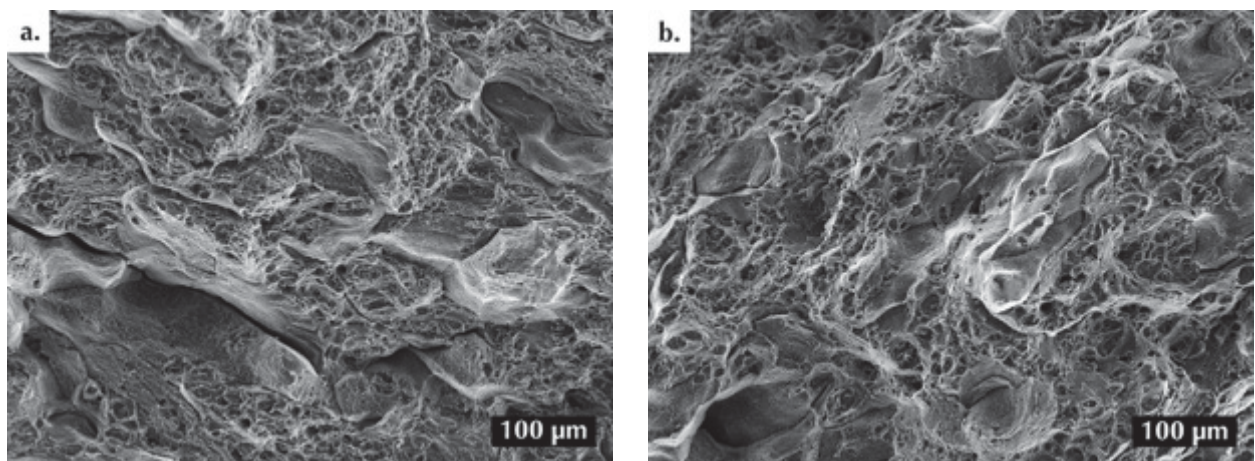


Figure IV-16. Faciès de rupture observé en MEB en électrons secondaires d'une éprouvette de traction de l'alliage 2219-T851 a. avant vieillissement et b. après 1000h à 200°C.

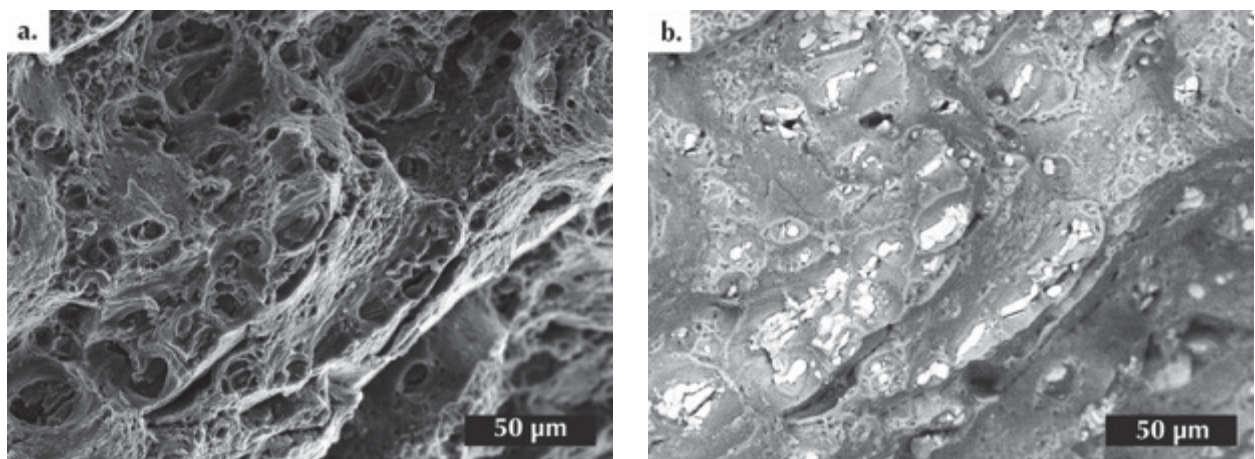


Figure IV-17. Agrandissement d'une zone du faciès de rupture d'une éprouvette de traction de 2219 après 1000h à 200°C observée en a. électrons secondaires et b. en électrons rétrodiffusés.

b. 2050

- Propriétés mécaniques

Dans cette partie, l'intérêt est porté sur l'évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante du 2050 après un vieillissement de 1000h à 200°C, pour lequel il est possible d'observer un comportement radicalement différent.

En effet, avec un abattement de résistance mécanique maximale en traction d'environ 200 MPa et de 250 MPa sur la limite d'élasticité, il apparaît que l'alliage 2050-T84 a une mauvaise tenue au vieillissement en comparaison avec la nuance 2219-T851 (Figure IV-11 et Tableau IV-6).

La Figure IV-18 présente l'évolution du taux de durcissement avec le vieillissement. Contrairement à ce qui a été observé pour le 2219, le vieillissement de 1000h à 200°C a significativement modifié la forme de la courbe de durcissement. Ainsi, avant vieillissement, le taux de durcissement est élevé et stable jusqu'à une valeur de déformation vraie de l'ordre de 0,7-0,8% au-delà de laquelle le taux de durcissement chute. Cette chute est dans un premier temps très rapide (jusqu'à 1-1,5% de déformation) puis plus lente jusqu'à 5-6% de déformation et enfin, s'effondre au-delà. Cette évolution du taux de durcissement est très différente de celle obtenue à partir des données recueillies sur le matériau vieilli qui présente, elle aussi, un plateau avec un fort durcissement mais sur une gamme de déformation beaucoup plus restreinte (jusqu'à 0,2%) et pour laquelle la diminution du taux de durcissement est moins rapide et plus régulière.

Cette modification des courbes de durcissement peut traduire d'un changement de mécanisme d'interaction des dislocations avec les précipités. Compte tenu de la taille des précipités présents dans la microstructure d'origine, et du fait que l'allure des courbes obtenues pour le 2219, avant et après vieillissement et pour le 2050 vieilli est similaire, il est possible de supposer ici que le mécanisme de déformation prépondérant dans l'alliage à réception est le cisaillement et que le contournement devient le mode de déformation privilégié pour le 2050 vieilli. En effet, au vu de l'augmentation de l'épaisseur des précipités de type T_1 et de l'apparition des précipités de type θ' , un changement de mécanisme de micro plasticité apparaît. Les dislocations ne vont plus cisailer les précipités mais les contourner en laissant des boucles de dislocations. Ceci va induire du durcissement au cours de l'essai de traction et de ce fait, limiter la chute du taux de durcissement visible sur la courbe correspondant au 2050 non vieilli.

Comme pour la nuance 2219 vieillie, des essais MET *in situ* en traction ont été réalisés sur la nuance 2050 vieillie. En revanche, ces essais n'ont pas été concluants. En effet, lors de la préparation des lames pour l'observation en microscopie électronique en transmission, la préparation chimique pour l'électro-polissage final à double-jets s'est traduite par une attaque préférentielle des joints de grains où la présence de précipités a été observée. Ainsi, lors des essais *in situ*, seule la propagation de fissure aux joints de grains a pu être observée. Ces résultats peuvent être mis en relation avec le comportement observé pour cette même nuance quant à la tenue à la propagation de fissure de cet alliage, reportée en annexe de ce manuscrit.

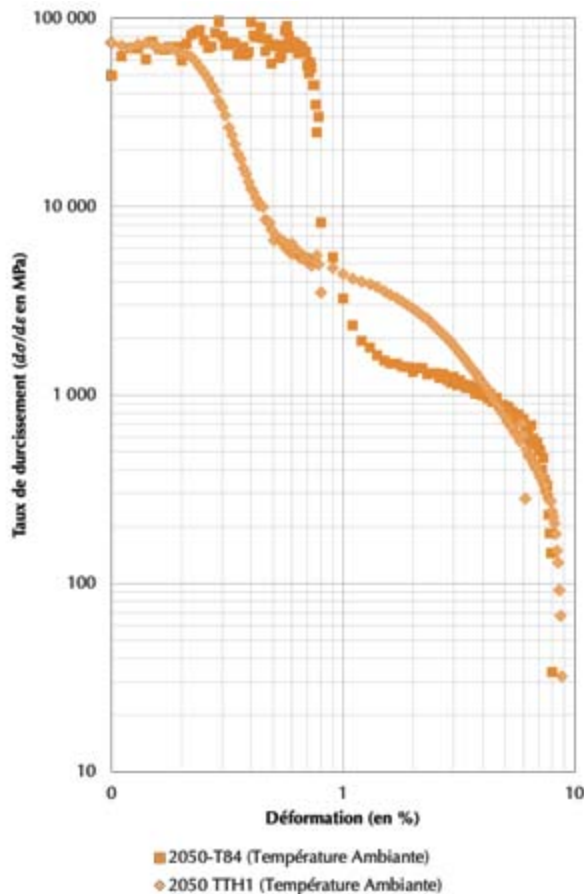


Figure IV-18. Évolution du taux de durcissement au cours de l'essai de traction de la nuance 2050 dans son état de réception et après 1000h d'exposition à 200°C.

- Faciès de rupture

L'analyse des faciès de rupture du 2050 après 1000h de vieillissement à 200°C a révélé le même type de rupture ductile. Il est en effet possible d'observer à fort grossissement, comme pour l'état à réception, la manifestation de la ductilité sous forme de fines cupules formées autour des précipités intermétalliques les plus fins, sans pour autant que ce soit les précipités nanométriques.

Les analyses chimiques présentées sur la Figure IV-21 mettent en avant la présence de précipités intermétalliques. Ces précipités, dont les dimensions sont suffisantes pour qu'ils soient considérés comme grossiers et non durcissants se localisent au fond des cupules.

Il est également possible d'observer sur cette même figure, la présence de cupule de tailles différentes au fond desquels des précipités de natures chimiques différentes peuvent être observés. Sur cette nuance, et comme dans le cas de l'alliage 2219, les cupules sont plus grosses autour des précipités les plus volumineux signe, là aussi, d'une incompatibilité à l'interface des précipités et de la matrice.

La microstructure de cet alliage possédant, par ailleurs, moins de précipités grossiers et plus de précipités de moins de $1 \mu\text{m}^2$ en comparaison avec la nuance 2219, les cupules y sont de plus petites dimensions.

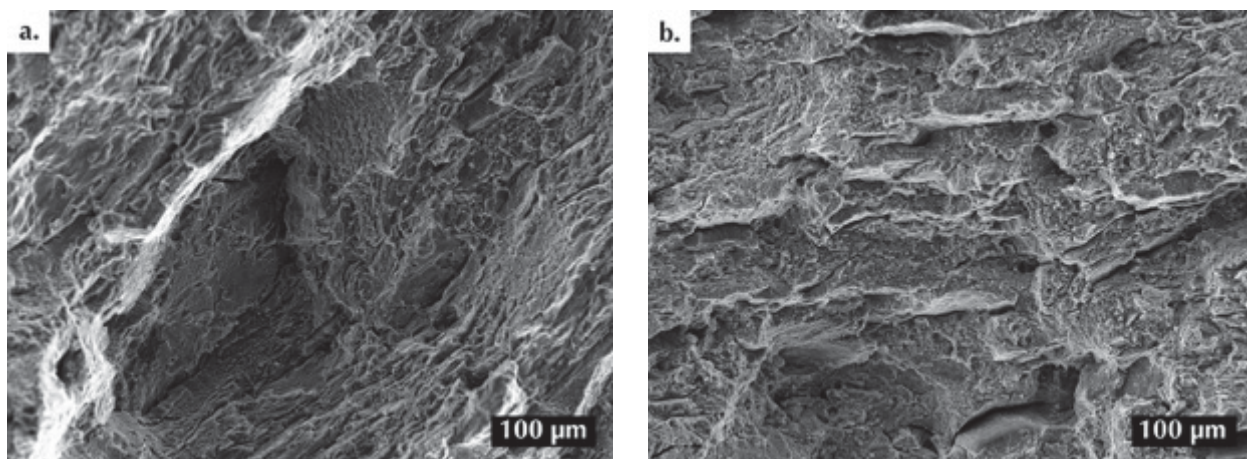


Figure IV-19. Faciès de rupture observés en MEB en électrons secondaires d'une éprouvette de traction de l'alliage 2050-T84 a. à réception et b. après 1000h à 200°C.

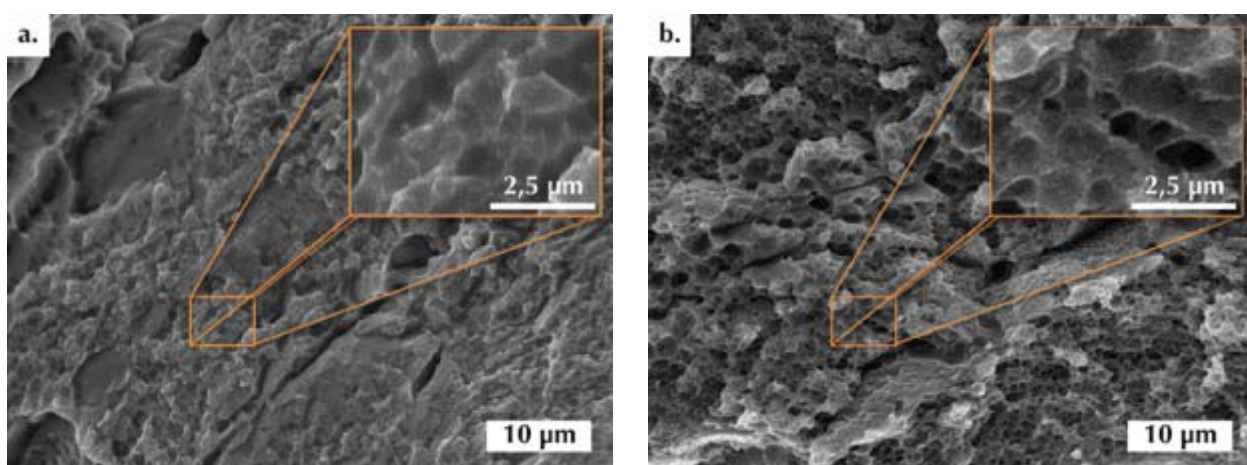


Figure IV-20. Agrandissement d'une zone de l'éprouvette de traction à température ambiante a. de la nuance 2050-T84 soit dans l'état de réception et b. De la nuance 2050-TTH1 soit après 1000h à 200°C.

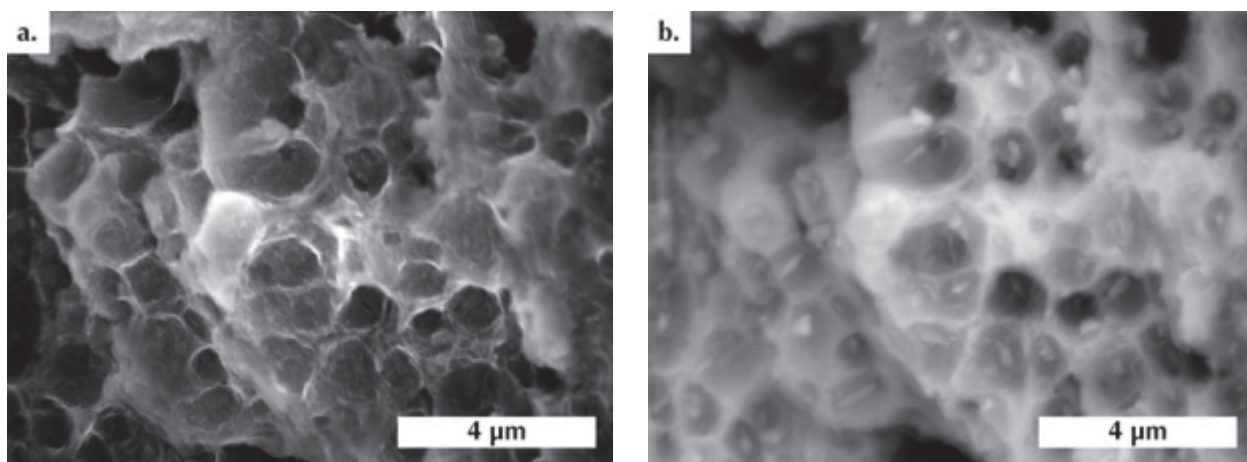


Figure IV-21. Grandissement d'une zone du faciès de rupture d'une éprouvette de traction de 2050 après vieillissement observée a. en électrons secondaires et b. en électrons rétrodiffusés où il est possible d'observer des précipités au fond des cupules.

Pour résumer, les propriétés mécaniques en traction à température ambiante diminuent pour les deux nuances. L'effet du maintien de la température est plus marqué sur le 2050-T84 que sur le 2219-T851. Cela se traduit par une diminution de 200 MPa sur la résistance mécanique maximale pour le 2050 et de seulement 70 MPa pour le 2219. Ainsi, après vieillissement de 1000h à 200°C le 2219 présente de meilleures propriétés en traction à température ambiante que le 2050. La diminution moins importante de ses propriétés ainsi que la permanence des mécanismes de déformation observés pour l'alliage 2219 tendent à mettre en évidence un intérêt potentiel d'utilisation de cet alliage pour des applications à températures modérées dans un contexte industriel.

De son côté, le 2050 voit ses micro-mécanismes de déformation changer et la chute importante de ses propriétés après vieillissement tend à mettre en doute dans un premier temps sa pertinence pour de telles applications. A lui seul, le changement de micro-mécanisme de déformation, ne peut pas expliquer de telles diminutions de propriétés mécaniques. En revanche, les forts changements au sein de la microstructure fine permettent de compléter les raisons de la chute de propriétés. En effet, sur cette nuance, il semble que la coalescence et croissance de la phase θ' , au détriment de la phase T_1 , influent fortement sur le comportement mécanique de la nuance. C'est également ce qui est observé lors du vieillissement de la nuance 2219-T851.

Pour aller plus loin, dans le cadre de cette étude, le changement des propriétés mécaniques en température est également étudié et est détaillé dans le point suivant.

IV. 2 - 2. Évolution des propriétés mécaniques lors des essais réalisés en température

Ce paragraphe porte un intérêt particulier sur les propriétés des nuances 2219 et 2050 dans le cas d'une utilisation à 200°C après un vieillissement de 1000h à 200°C. Les propriétés mécaniques en traction à 200°C, avant et après traitement thermique de vieillissement, sont illustrées sur la Figure IV-22. Pour rappel, les propriétés à température ambiante sont aussi intégrées à la figure.

A l'instar des essais à température ambiante présentés précédemment, il est possible d'observer sur la Figure IV-22 qu'après 1000h d'exposition à 200°C, la nuance 2050 n'est plus la meilleure des deux nuances étudiées. En effet, après le vieillissement, la résistance maximale à la traction du 2219 est de 261 ± 2 MPa alors que celle du 2050 est de 207 ± 3 MPa (Tableau IV-7).

De façon analogue à ce qui a été mesuré à température ambiante, un vieillissement de 1000h à 200°C n'induit, sur l'alliage 2219, qu'un faible abattement de propriétés à 200°C avec environ 30 MPa de différence sur les limites élastiques et les résistances maximales en traction. L'allongement à rupture n'est, quant à lui, que très faiblement impacté.

Par ailleurs, la nuance 2050 présente un plus fort abattement de propriétés à 200°C, avec 210 MPa de différence entre la limite élastique à réception et celle après vieillissement, et environ 200 MPa en ce qui concerne la différence de résistance mécanique maximale en traction. En revanche, l'allongement à rupture est significativement amélioré.

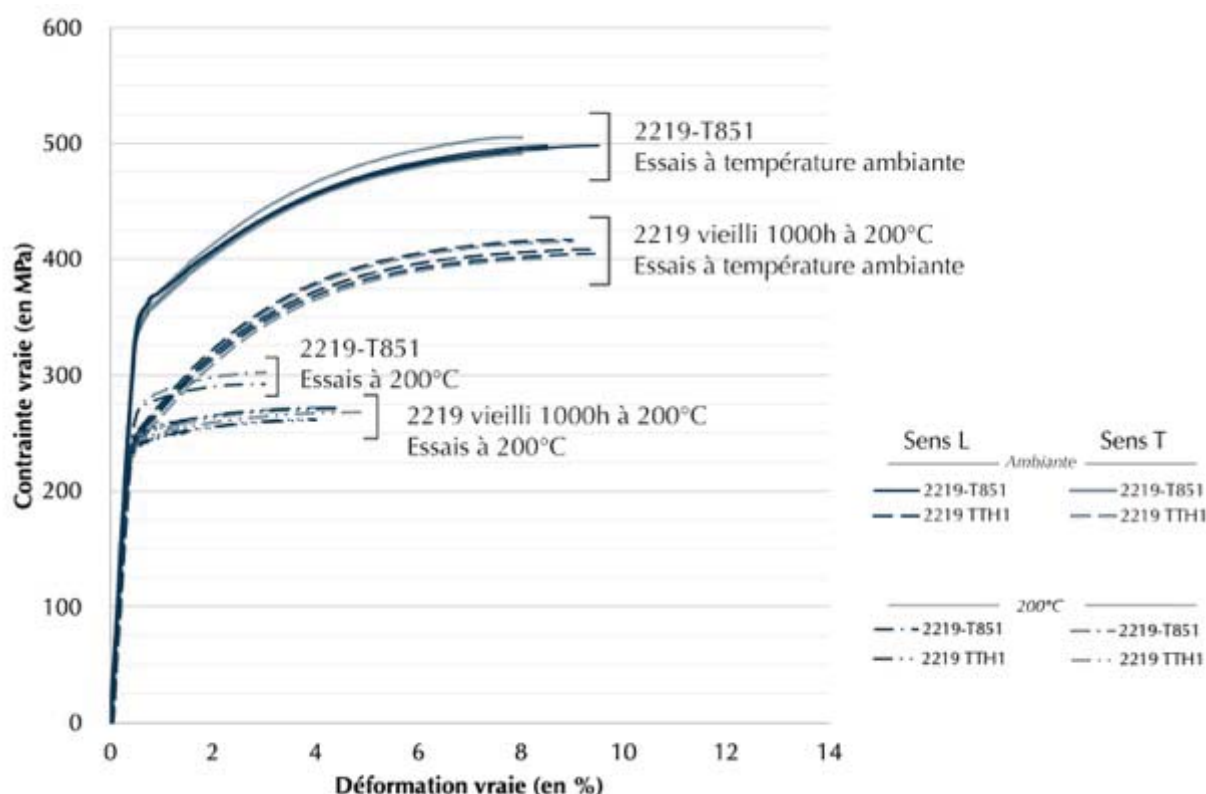


Figure IV-22. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à 200°C sur la nuance 2219 dans son état de réception et après 1000h à 200°C. La nuance 2219-T851 ne présente qu'un essai à 200°C. Les allongements, souvent hors extensomètres, sont reportés dans les Tableau IV-7, Tableau IV-9 et Tableau IV-10.

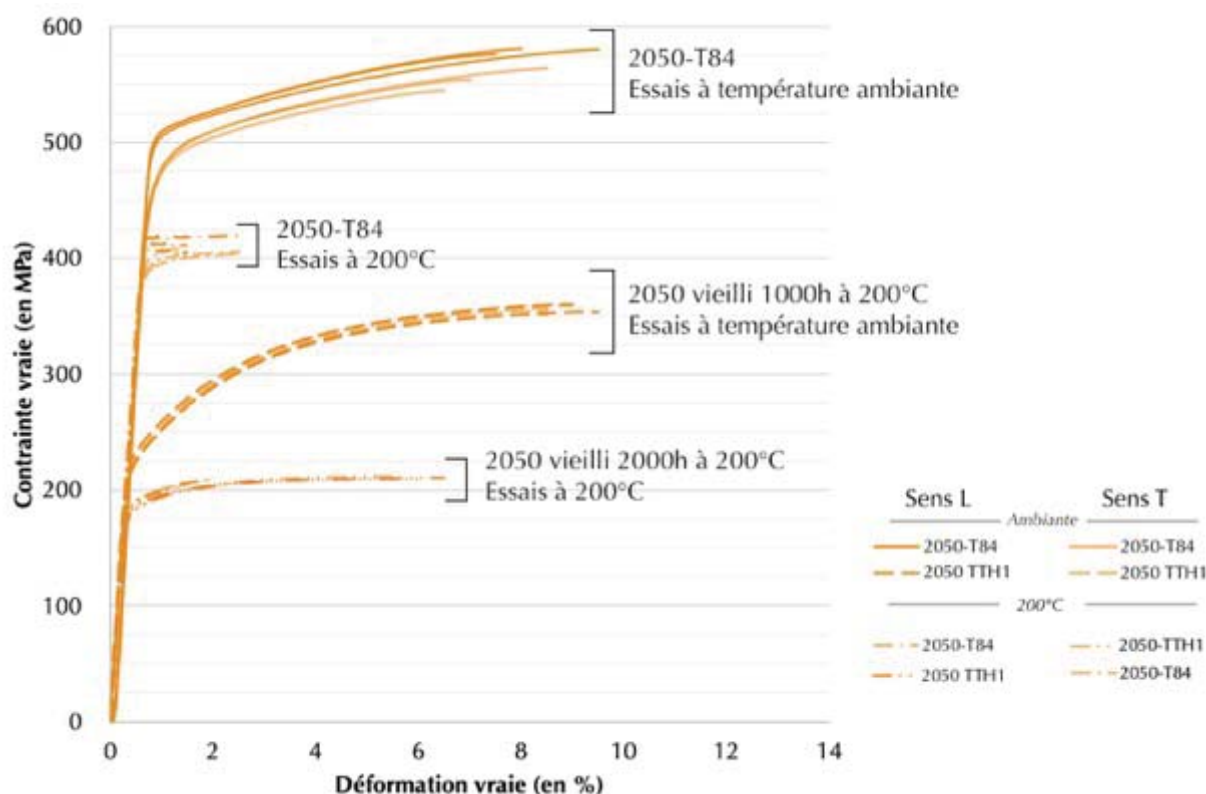


Figure IV-23. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à 200°C sur la nuance 2050 dans son état de réception et après 1000h à 200°C. Les allongements, souvent hors extensomètres, sont reportés dans les Tableau IV-7, Tableau IV-9 et Tableau IV-10.

Nuance	2219			2050		
	T851	TTH1	$\Delta(TTH1)$	T84	TTH1	$\Delta(TTH1)$
R_{p0,2} (MPa)	285*	258 ± 5	-29 ± 7	410 ± 6	205 ± 5	-210 ± 4
R_m (MPa)	271*	242 ± 6	-30 ± 7	410 ± 6	185 ± 3	-199 ± 6
A (%)	8,5*	10,0 ± 3,9	-1 ± 4	10,2 ± 0,7	18,5 ± 3,5	9 ± 10

Tableau IV-7. Propriétés mécaniques dans le sens de laminage des nuances mesurées à 200°C avant et après vieillissement de 1000h à 200°C où Δ représente la différence entre les propriétés vieilles et celles à réception : $\Delta = \text{ppts}_{200^\circ\text{C}}(TTH1) - \text{ppts}_{200^\circ\text{C}}(TTH0)$. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme.

Pour les deux nuances étudiées, un faible taux de durcissement peut être observé sur les courbes de traction à 200°C. De façon similaire à ce qui a été observé à température ambiante l'alliage 2050 à 200°C présente une légère modification du comportement en déformation : alors qu'aucun durcissement n'est observé sur l'alliage à réception un faible durcissement peut être identifié après vieillissement longue durée.

Une synthèse des résultats de traction à température ambiante et à 200°C, avant et après traitement thermique de 1000h à 200°C est fournie pour le 2050 et le 2219 respectivement dans les Tableau IV-9 et Tableau IV-10.

Otre les résultats cités précédemment, il semble important de rappeler les principaux points issus de cette analyse.

- A l'état de réception et à température ambiante le 2050-T84 présente les résistances mécaniques les plus élevées. Ces propriétés sont liées à la présence d'une multitude de petits précipités durcissants de type T_1 . Le mécanisme principal de franchissement de ces précipités par les dislocations est le cisaillement. Le 2219-T851 présente des propriétés plus faibles et le mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations est identifié comme du contournement du fait notamment d'une taille des précipités durcissants plus importante. Des essais à 200°C induisent une diminution des propriétés mécaniques mais les propriétés du 2050-T84 restent supérieures à celles du 2219-T851.

- L'application d'un traitement de vieillissement thermique d'une durée 1000h à 200°C induit des modifications microstructurales locales dont les répercussions sur les propriétés macroscopiques en traction sont significatives.

- Pour le 2050, le vieillissement thermique induit un épaississement des précipités T_1 et une apparition des précipités θ' modifiant de fait le mode d'interaction des dislocations avec les précipités lors de l'application d'une contrainte mécanique de traction passant du cisaillement au contournement (Tableau IV-8). Au niveau macroscopique cela se traduit non seulement par une modification de la capacité du matériau à accommoder la déformation en cours d'essais mais aussi et surtout par une diminution importante de la limite d'élasticité et de la résistance maximale.

- Pour le 2219, le vieillissement induit lui aussi un épaississement des précipités durcissants θ' . Néanmoins leur taille initiale étant déjà de 11 nm, le mode de franchissement des précipités par les dislocations est et reste le contournement (Tableau IV-8). De ce fait, l'impact au niveau macroscopique d'un vieillissement se révèle être moins néfaste avec une diminution de la limite élastique et de la résistance maximale plus limitée.

Ainsi, dès lors qu'un traitement thermique de 1000h à 200°C est appliqué, que l'essai soit réalisé à température ambiante ou à 200°C, c'est le 2219 qui présente les meilleures propriétés de résistance mécanique.

	2050		2219	
	T84	TTH1	T851	TTH1
Phase observée	T_1	T_1 et θ'	θ' et θ''	θ'
Diamètre moyen (nm)	94 + 18	109 ± 25	107 ± 36	118 ± 31
Épaisseur moyenne (nm)	6 ± 1	8 ± 1	11 + 2	12 ± 2
Distance entre précipités (nm)	14 ± 4	17 ± 5	20 ± 7	32 ± 11
Facteur de forme	15,7	13,6	9,7	9,8

Tableau IV-8. Synthèse des observations et mesures effectuées sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 avant et après vieillissement de 1000h à 200°C.

Nuances	2050-T84		2050 TTH1	
Directions de sollicitation	L	T	L	T
<i>Essais à température ambiante</i>				
Rm, MPa	535 ± 2	517 ± 4	327 ± 3	330 ± 2
Rp0,2, MPa	502 ± 2	463 ± 3	231 ± 3	231 ± 2
E (traction), GPa	74 ± 2	75 ± 1	57 ± 2	55 ± 2
ε, %	9,7 ± 0,8	7,4 ± 0,9	12,4 ± 0,7	10,0 ± 0,6
<i>Essais à 200°C</i>				
Rm, MPa	410 ± 6	399 ± 4	205 ± 5	207 ± 3
Rp0,2, MPa	410 ± 6	382 ± 5	185 ± 3	186 ± 3
E (traction), GPa	68 ± 1	68 ± 1	69 ± 2	67 ± 1
ε, %	10,2 ± 0,7	8,3 ± 1,4	18,5 ± 3,5	16,7 ± 3,0

Tableau IV-9. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur l'alliage 2050 à l'état de réception et après 1000H de vieillissement à 200°C dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles.

Nuances	2219-T851		2219 TTH1	
Directions de sollicitation	L	T	L	T
<i>Essais à température ambiante</i>				
Rm, MPa	457 ± 2	431 ± 7	378 ± 5	373 ± 5
Rp0,2, MPa	358 ± 1	350 ± 5	252 ± 3	245 ± 3
E (traction), GPa	71 ± 1	73 ± 1	71 ± 4	71 ± 1
ε, %	11,2 ± 0,4	8,0 ± 0,3	13,4 ± 0,7	9,8 ± 0,4
<i>Essais à 200°C</i>				
Rm, MPa	285*	294*	258 ± 5	261 ± 2
Rp0,2, MPa	271*	273*	242 ± 6	244 ± 3
E (traction), GPa	64*	66*	67 ± 2	69 ± 2
ε, %	8,5*	12,5*	10,0 ± 3,9	9,0 ± 0,0

Tableau IV-10. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur l'alliage 2219 à l'état de réception et après 1000H de vieillissement à 200°C dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme.

Chap IV. 3. Évolution du comportement thermique

A l'instar du Chap III. 3, l'analyse du comportement thermique des alliages de l'étude est réalisée après le premier vieillissement de 1000h à 200°C. Dans ce chapitre, les évolutions des thermographe réalisés en analyses thermiques différentielles sont présentées.

Les analyses thermiques différentielles sont effectuées sur les nuances 2219 et 2050 vieilles dans les mêmes conditions que celles effectuées sur les nuances dans leurs états de réception. Les rampes de montée et de descente en température sont donc de 10°C.min⁻¹. Ainsi les Figure IV-24 et Figure IV-25 présentent, respectivement les thermographe des alliages 2219 TTH1 et 2050 TTH1. D'un point de vue général, il n'est possible d'observer, après le vieillissement, aucun événement thermique avant 390°C. Pour rappel, la nuance 2050-T84 présentait un pic dès 350°C, et la nuance 2219-T851 ne présentait aucun événement thermique avant 390°C. La disparition du pic endothermique à 350°C de la nuance 2050 TTH1 tend à mettre en évidence une stabilisation de la microstructure de cette dernière.

La Figure IV-24 présente les thermographe en montée et descente en température de la nuance 2219 TTH1. Pour faciliter l'étude des évolutions sur ce thermographe, les courbes correspondantes à la nuance 2219-T851 sont reportées en transparence. L'indexation des pics est celle de la nuance à réception. Sur les 5 pics visibles sur la courbe de montée en température de la nuance à réception, seuls les pics A (exothermique : 390°C) et E (endothermique : 650°C) sont très marqués. Les pics B (endothermique : 430°C) et C (endothermique : 560°C) sont présents mais moins marqués. Le pic D (endothermique : 580 – 600°C) visible sur le thermographe à réception n'est pas observé après le vieillissement. Sur la courbe de descente en température, le pic F exothermique de solidification est dédoublé (625°C et 635°C). Le pic exothermique G (550°C) est présent mais avec une très faible intensité. Sur cette courbe, le pic H n'est pas présent.

Les thermographe de la nuance 2050 TTH1 sont présentés sur la Figure IV-25. Sur les 4 pics initialement présents sur la courbe de montée en température, le pic A (exothermique : 340°C) n'est plus présent. Les pics B (exothermique : 400°C), C (endothermique : 570 – 500°C) et D (endothermique : 650°C) sont toujours présents. Un pic B' endothermique et situé à 450°C n'a pas été identifié sur la nuance à réception et est plus marqué après le vieillissement. Sur la courbe de descente en température, en plus des deux pics exothermiques E (640°C) et F (530°C) un troisième pic exothermique peut être observé. Ce pic est noté E' et se situe à 550°C.

IV. 3 - 1. Pics de fusion et de solidification

Comme pour la caractérisation thermique des nuances à réception, des décalages entre les pics de fusion sur les courbes en montée en température et les pics de solidification sur les courbes de descente en température peuvent être observés. Une même valeur de décalage peut être observée et est de 20°C vers les températures les plus élevées sur la courbe de descente en température de la nuance 2219 TTH1. Le décalage est de 10°C pour le 2050 TTH1. Comme dans le chapitre précédent, dans la suite de l'exploitation des thermographe, les valeurs présentées prennent en compte les décalages de pics.

IV. 3 - 2. Dissolution et formation de la phase θ

Lors de l'analyse des événements thermiques sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84, les pics présents à 550°C en montée et en descente en température ont été attribués à la dissolution de la phase θ , Chap III. 3 (Zheng et al. 2015).

Dans le cas du 2219 TTH1, Figure IV-24, ces pics C et H ne sont plus clairement visibles sur les thermographes. En raison de la faible masse analysée il est possible de dire que cette transformation de phase n'est pas observable ici. En revanche dans le cas du 2050 TTH1, ce pic est nettement observable sur la courbe de descente en température. En montée en température, un accident est présent sur la courbe, là aussi, les masses analysées peuvent être trop faibles.

Les thermographes effectués sur les nuances 2219 et 2050 vieilles 1000h à 200°C sont très similaires. Il est possible d'y observer des événements aux mêmes températures.

La présence de ces événements, liés aux changements des précipités de type θ' , permettent de conforter les observations effectuées sur la microstructure de la nuance 2050-TTH1. En effet, la disparition du pic présent à 350°C sur la nuance à réception indique que la formation de la phase $\theta' - Al_2Cu$ s'est déroulée au cours du vieillissement.

IV. 3 - 3. Autres pics

Entre 550 et 650°C, les pics présents à l'état de réception sont également présents après le vieillissement de 1000h à 200°C tant sur la nuance 2219 et 2050.

Plus bas en température, entre 300 et 500°C, le pic A en montée sur la nuance 2050 TTH1 n'est plus présent après le vieillissement. Deux autres pics, B et B' sont présents. Il est intéressant de noter qu'après le vieillissement du 2050 TTH1, les thermographes du 2219-T851 et du 2050 TTH1 sont très similaires.

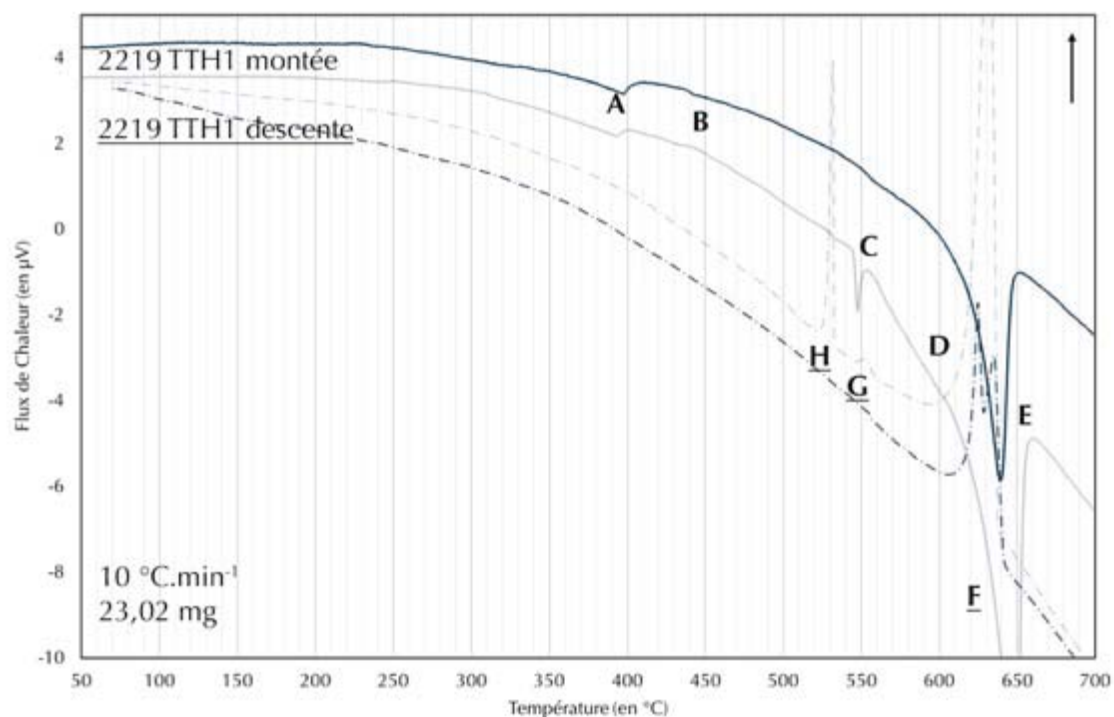


Figure IV-24. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2219 TTH1 en montée (pics A = 390°C, B = 430°C, C = 560°C, D = 580 – 600°C et E = 650°C) et en descente (pics F = 630°C, G = 550°C et H = 530°C) effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 23,02 mg. Direction exothermique représentée vers le haut. Pour faciliter la comparaison avec la nuance à réception, les thermographes sont représentés en transparence.

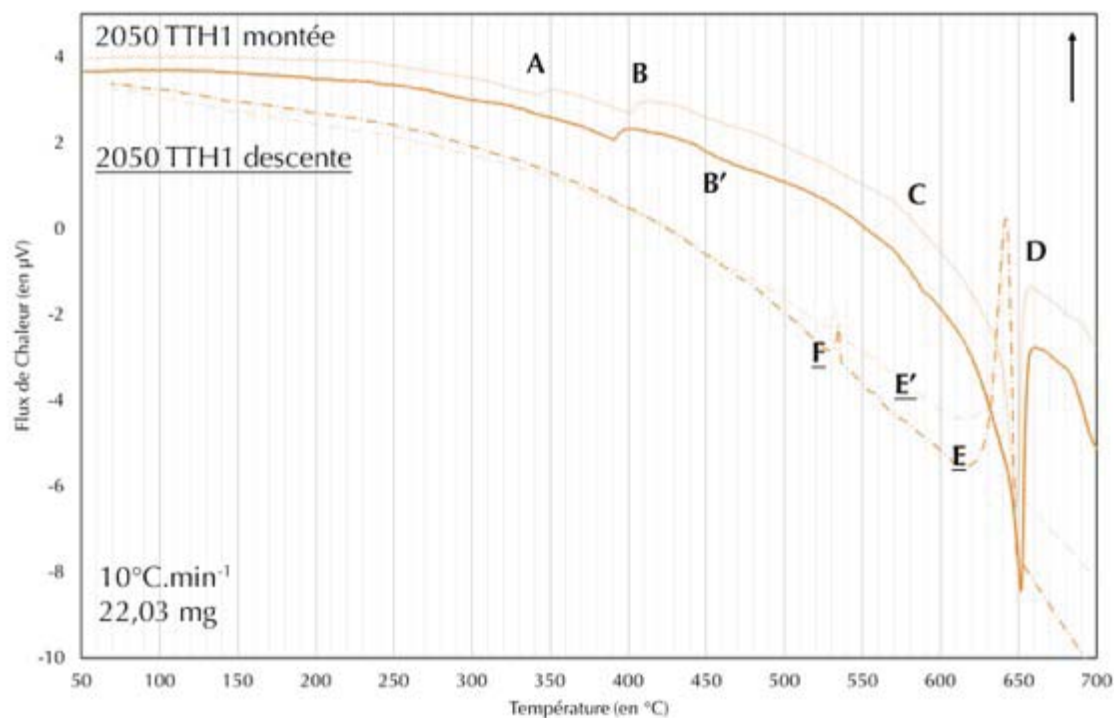


Figure IV-25. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2050 TTH1 en montée (pics A = 340°C, B = 400°C, B' = 450°C, C = 570 – 600°C et D = 650°C) et en descente (pics E = 640°C, E' = 550°C et F = 530°C). Analyses effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 22,03 mg. Pour faciliter la comparaison avec la nuance à réception, les thermographes sont représentés en transparence.

Chapitre V.

Effets liés à un vieillissement allant jusqu'à 10000h à 200°C

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les facteurs influençant le comportement très distinct des deux nuances de l'étude y compris pour des temps de vieillissement très longs, dans le cas de cette étude, jusqu'à 10000h.

En effet, déjà lors de l'étude de l'influence d'un premier vieillissement de 1000h à 200°C, une différence significative de comportement entre les deux alliages a été observée. Le 2050-T84 résiste moins bien au vieillissement que le 2219-T851, et ce, même si le 2050-T84 présente, à réception, de meilleures propriétés mécaniques à température ambiante et à 200°C.

Ce chapitre porte ainsi un intérêt particulier sur les changements microstructuraux observés à l'échelle intermédiaire à l'aide du MEB et à l'échelle plus fine à l'aide du MET et leurs répercussions à l'échelle macroscopique sur les propriétés mécaniques en traction.

La Figure V-1 montre l'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement, et met en avant un comportement différent lors des vieillissements plus longs appliqués sur les deux nuances. Ainsi, le 2219-T851 a des propriétés mécaniques en traction à température ambiante stables entre 1000h et 10000h à 200°C et le 2050-T84 a des propriétés mécaniques qui diminuent encore après 1000h à 200°C et semblent se stabiliser à partir de 3000h à 200°C.

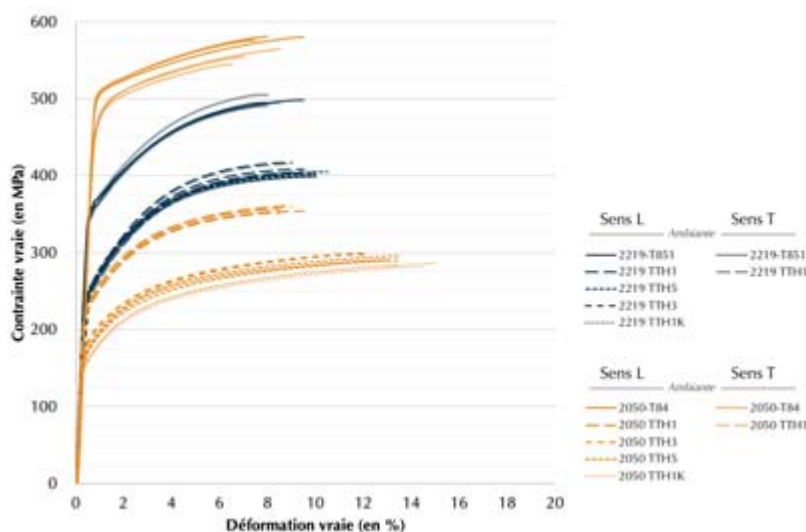


Figure V-1. Résultats des essais mécaniques en traction à température ambiante sur les nuances 2219 et 2050 à différents temps de vieillissement allant de l'état à réception respectivement T851 et T84 à l'état vieilli de 1000h (TTH1), 3000h (TTH3), 5000h (TTH5) et 10000h (TTH1K) à 200°C.

Compte tenu de ces résultats des essais mécaniques, le choix a été fait dans ce chapitre de modifier l'organisation de la présentation des résultats par rapport à celle employée dans les chapitres précédents. Ainsi, il se découpe en deux parties. L'une porte sur les évolutions microstructurales et les propriétés mécaniques du 2050-T84 entre 3000h et 10000h à 200°C et la seconde porte sur la nuance 2219-T851 pour ces mêmes durées de vieillissement.

Chap V. 1. Évolutions de la nuance 2050

Dans cette première partie, l'intérêt est porté sur l'évolution des propriétés du 2050 entre 3000h et 10000h de vieillissement à 200°C. Cette partie se découpe en deux paragraphes. L'objectif du premier paragraphe est de caractériser l'évolution des microstructures lors de différentes étapes du vieillissement. Ainsi, les vieillissements de 3000h et de 5000h sont caractérisés. Le second paragraphe traite de l'évolution des propriétés mécaniques en traction étudiés à température ambiante entre 3000h et 10000h d'exposition à 200°C. Dans ce dernier paragraphe, le lien entre les changements microstructuraux et les propriétés mécaniques est réalisé.

V. 1 - 1. Évolution des microstructures

Dans ce premier paragraphe, l'intérêt est porté sur la caractérisation de la microstructure après une exposition à 200°C. Des vieillissements allant jusqu'à 5000h ont été réalisés sur des blocs de matière de 2050-T84 et observés à différents stades du vieillissement. Des observations ont été menées après 3000h et 5000h d'exposition à 200°C.

Les observations effectuées sur cette nuance après 1000h de vieillissement, ont montré d'importants changements sur la microstructure à l'échelle intermédiaire fine de l'alliage. Ainsi, dans un premier temps, l'intérêt est porté sur l'évolution des précipités intermétalliques grossiers observés à l'aide de la microscopie électronique à balayage. Ensuite, l'évolution des précipités durcissants est décrite dans un deuxième paragraphe. Enfin, les problématiques liées à la mesure de la taille de grains sont détaillées dans un dernier paragraphe.

a. Évolution des précipités intermétalliques grossiers

Dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur l'évolution de la microstructure à l'aide de la microscopie électronique à balayage. L'évolution de la quantité de précipités intergranulaire et intragranulaire est discutée.

Dans un premier temps, l'évolution globale entre l'état à réception et après 5000h de vieillissement à 200°C est présentée. Par la suite, les étapes intermédiaires du vieillissement de 3000h et 5000h sont détaillées.

- Évolutions globales entre l'état de réception et après 5000h de vieillissement à 200°C.

La Figure V-2 présente l'évolution de la microstructure de la nuance 2050 au cours du vieillissement. Il est possible d'observer sur cette figure les microstructures dans leur état de réception (a.) et après 1000h à 200°C (b.). Dans ces états, et comme cela a pu être observé dans les chapitres précédents, peu de changements ont pu être mis en évidence.

Pour des durées de vieillissement plus longues, 3000h (c.) et 5000h (d.), la proportion de précipités semble évoluer à la hausse non seulement au cœur des grains mais aussi au niveau des joints de grains pour lesquels, après 5000h de vieillissement à 200°C, la précipitation semble quasi continue.

Une analyse quantitative plus approfondie est présentée dans le paragraphe suivant.

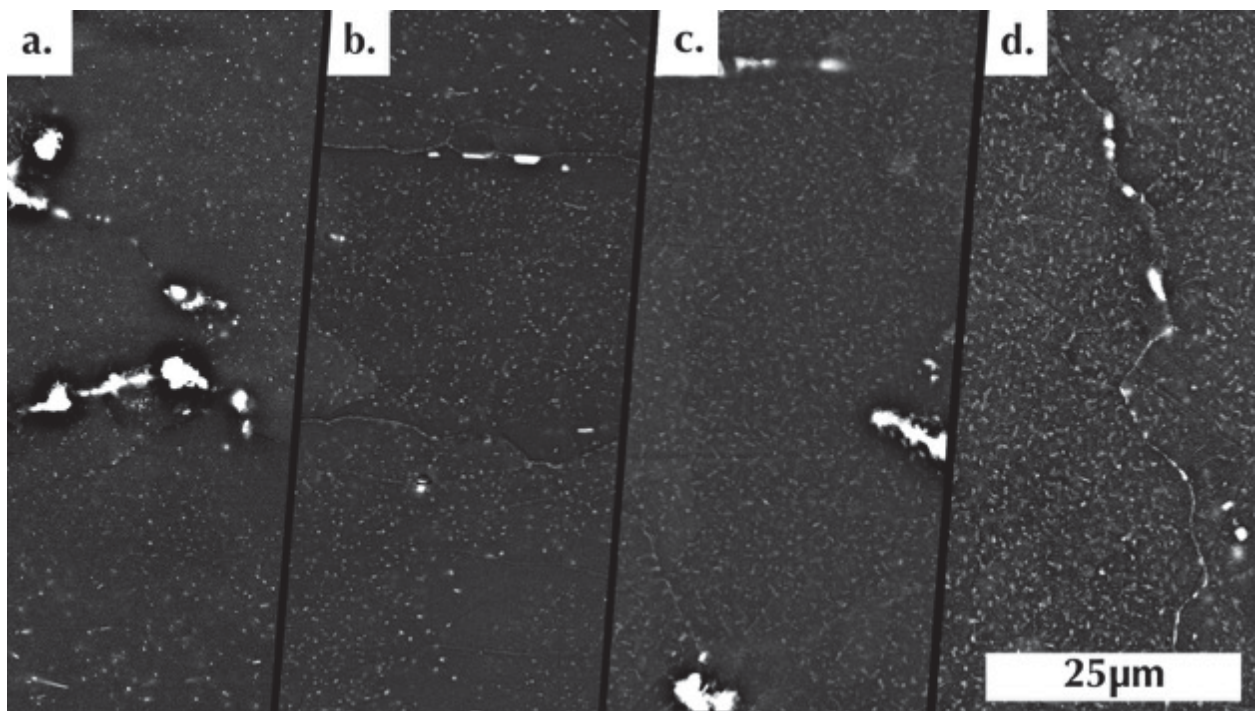


Figure V-2. Micrographies en microscopie électronique à balayage montrant l'évolution de l'alliage 2050 a. à état à réception (T84), b. après 1000h à 200°C (TTH1), c. après 3000h à 200°C (TTH3) et d. après 5000h à 200°C (TTH5).

- Évolutions des microstructures après 3000h et 5000h de vieillissement à 200°C.

La Figure V-3 présente la microstructure observée en microscopie électronique à balayage après 3000h de vieillissement à 200°C. La microstructure après 5000h de vieillissement à 200°C est présentée sur la Figure V-4. Comme mentionné, une évaluation quantitative de l'évolution des proportions surfaciques des différents précipités observables à cette échelle a été effectuée et les résultats sont reportés dans le Tableau V-1.

L'analyse des proportions surfaciques des précipités, Tableau V-1, permet d'une part de confirmer l'évolution négligeable de la précipitation pour une durée de vieillissement de 1000h et de mettre en évidence d'importants changements sur la microstructure après 3000h et 5000h à 200°C.

Ainsi, d'un point de vue global, la proportion générale de la surface des précipités augmente par rapport à la surface totale analysée, passant ainsi de moins de 1% à réception ou après 1000h à 200°C à près de 2,3% après 3000h et presque 2,7% après 5000h de vieillissement.

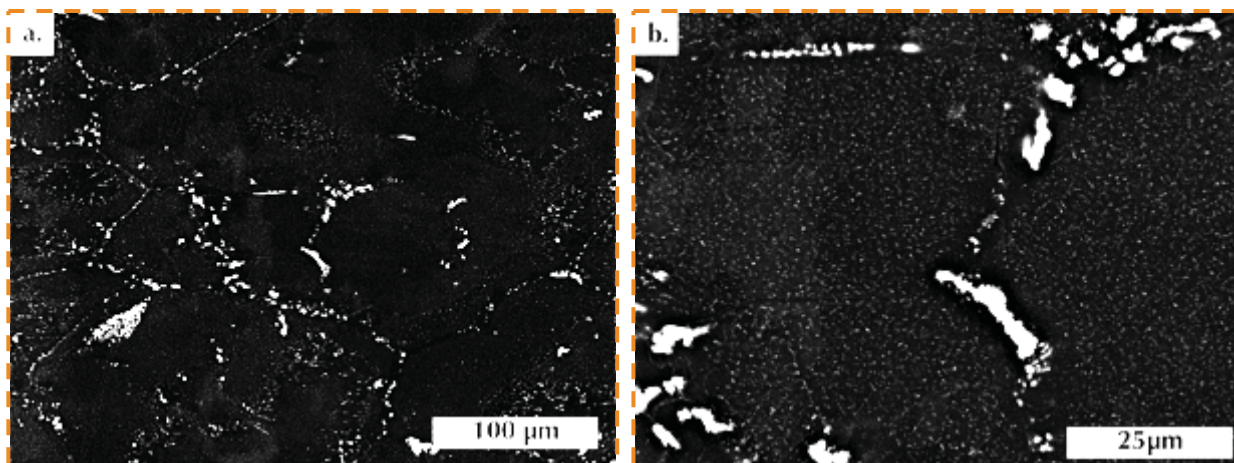


Figure V-3. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2050 TTH3 soit après 3000h d'exposition à 200°C.

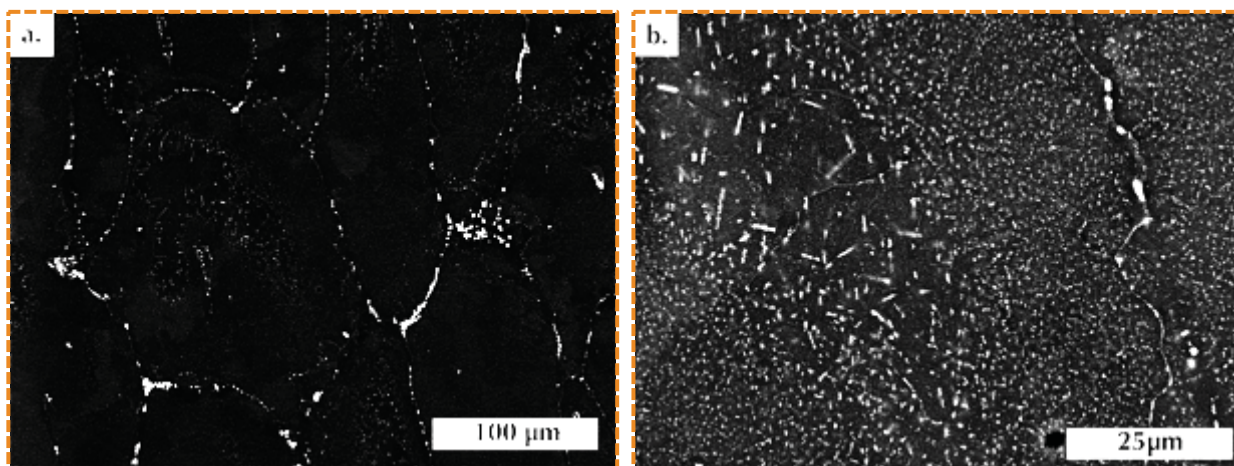


Figure V-4. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2050 TTH5 soit après 5000h d'exposition à 200°C.

Pour aller plus loin, l'analyse de l'évolution de la précipitation a été séparée en plusieurs gammes de tailles de précipités. Tout d'abord, il semble que la taille des plus gros précipités (surfaces supérieures à $20 \mu\text{m}^2$) ne soit pas impactée par un vieillissement à 200°C même pour une durée aussi longue que 5000h. Pour les précipités dont la taille est comprise entre 20 et $100 \mu\text{m}^2$, l'impact du vieillissement à 200°C semble être lui aussi très limité voire négligeable.

En revanche un effet notable d'une exposition à 200°C est mis en évidence pour les précipités les plus petits, et cet effet semble d'autant plus important que la taille des précipités est faible : la surface des précipités les plus petits ($<1 \mu\text{m}^2$) est presque multipliée par 6 contre un facteur d'environ 3 pour les précipités dont la surface est comprise entre 7.5 et $20 \mu\text{m}^2$ après un vieillissement de 5000h à 200°C. Il est important de noter ici que ces évolutions se déroulent exclusivement entre 1000h et 5000h d'exposition en température, les valeurs mesurées étant quasi-identiques pour les analyses effectuées sur le matériau à réception ou après 1000h à 200°C.

			2050-T84	2050 TTH1	2050 TTH3	2050 TTH5
<i>Surface des précipités (en μm^2)</i>	<i>Diamètre équivalent (en μm)</i>					
Moins de 1	0 - 1		0,2%	0,2%	0,9%	1,1%
Entre 1 et 7,5	1 - 3		0,3%	0,3%	0,9%	1,2%
Entre 7,5 et 20	3 - 5		0,1%	0,1%	0,2%	0,3%
Entre 20 et 100	5 - 11		0,3%	0,2%	0,3%	0,3%
Plus de 100	> 11		0,1%	0,1%	0,1%	0,1%
<i>Surface mesurée / Surface totale analysée</i>			1,0%	1,0%	2,4%	3,0%
<i>Densité surfacique de précipités (10^2 pptés/μm^2)</i>			2,0	2,3	5,8	5,6
<i>Taille de la surface analysée ($10^6 \mu\text{m}^2$)</i>			3,7	3,6	4,3	3,8

Tableau V-1. Résultats des analyses de la surface des précipités nanométriques présents dans la microstructure observée en MEB-FEG par rapport à la surface totale de la zone analysée.

Au-delà de l'analyse des précipités mentionnés ci-dessus, d'importants changements ont pu être observés sur les précipités intermétalliques. Au-delà de 3000h d'exposition à 200°C, la proportion surfacique de ces précipités augmente clairement. De plus, il est intéressant de noter que l'augmentation de la proportion surfacique des précipités n'est pas uniquement liée à un phénomène de croissance. L'augmentation de la densité surfacique des précipités, traduisant le nombre de précipités par unité de surface, augmente également.

b. Évolution de la microstructure fine des alliages

Dans ce troisième et dernier paragraphe, l'intérêt est porté sur l'évolution de la microstructure fine de la nuance 2050 au cours du vieillissement, c'est-à-dire à l'échelle de la microcopie électronique en transmission. Dans ce paragraphe, l'évolution de la nature des précipités est décrite.

- Évolutions globales de la microstructure fine de la nuance 2050.

La Figure V-5 présente l'évolution de la microstructure fine de la nuance 2050 pendant le vieillissement.

Il est tout d'abord possible d'observer sur la Figure V-5a. une microstructure riche en précipités $T_1 - \text{Al}_2\text{CuLi}$ correspondant à l'état thermomécanique de réception T84 comme cela a été décrit dans le Chapitre III. Après 1000h d'exposition à 200°C ces précipités, présents dans les plans $\{111\}_{\text{Al}}$, sont plus épais et il est également possible d'observer d'autres précipités dans les plans $\{100\}_{\text{Al}}$.

Au-delà de 1000h à 200°C, la microstructure est totalement différente de celle de l'état de réception. En effet, il est possible d'observer une forte diminution de la quantité de précipités dans les plans $\{111\}_{\text{Al}}$, Figure V-5c. La distance entre les précipités présents dans

ces plans passe ainsi de 17 nm après 1000h de vieillissement à 54 nm après 3000h de vieillissement.

Il est intéressant de noter que ces précipités sont également beaucoup plus épais que précédemment, passant de 8 nm après 1000h de vieillissement à 9 nm après 3000h de vieillissement. D'autres précipités, ceux présents dans les plans $\{100\}_{Al}$, peuvent être observés à partir de 1000h de vieillissement. Au-delà de ce vieillissement, les dimensions et les proportions de ces précipités augmentent jusqu'à, après 5000h de vieillissement à 200°C, l'obtention d'une microstructure principalement composée de ces précipités.

Ainsi, il est globalement possible de remarquer que le vieillissement du 2050-T84 se caractérise, dans un premier temps par un épaississement des précipités fins de type T_1 initialement dans les plans $\{111\}_{Al}$, et par l'apparition de précipités θ' dans les plans $\{100\}_{Al}$. Dans un second temps, les précipités dans les plans $\{111\}_{Al}$ semblent disparaître au profit des précipités présents dans les plans $\{100\}_{Al}$ qui s'épaississent et demeurent les seuls visibles au bout de 5000h d'exposition à 200°C.

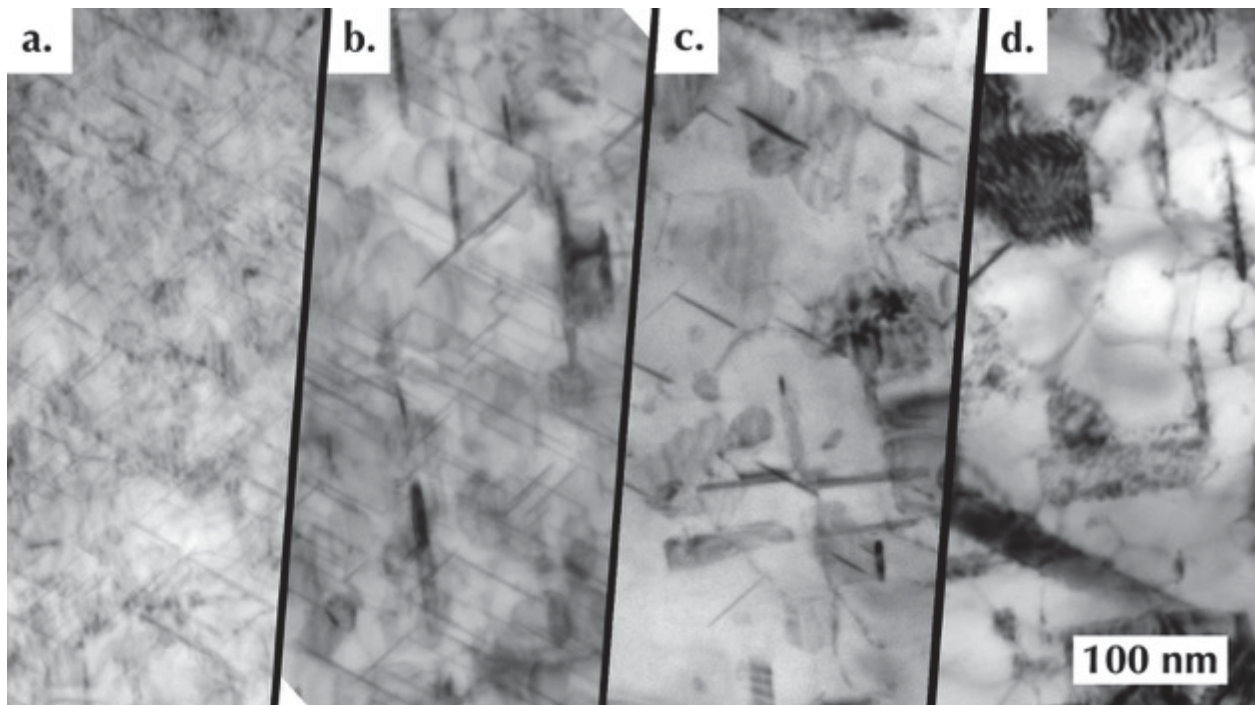


Figure V-5. Synthèse des observations en microscopie électronique en transmission de l'évolution de la microstructure de l'alliage 2050 a. T84, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5. Les observations sont faites dans une direction $\langle 110 \rangle_{Al}$ et les quatre images sont orientées de la même façon.

Afin de caractériser la nature des précipités présents, une analyse chimique a été effectuée sur cette nuance aux différents temps de vieillissement, c'est ce qui est décrit dans les points suivants.

- Microstructure fine après 3000h de vieillissement

La Figure V-6 présente les analyses chimiques effectuées sur la nuance 2050 après 3000h de vieillissement à 200°C. Il est possible d'y observer la présence de précipités contenant les éléments aluminium et cuivre sous la forme de plaquettes et de précipités contenant de l'aluminium, du cuivre et du magnésium sous la forme de bâtonnets. Ces précipités peuvent être des précipités de type S . La présence de dispersoïdes n'est pas visible sur cette figure mais l'est au sein de la microstructure comme cela a pu être détaillé dans le paragraphe précédent à l'échelle de la microscopie électronique à balayage.

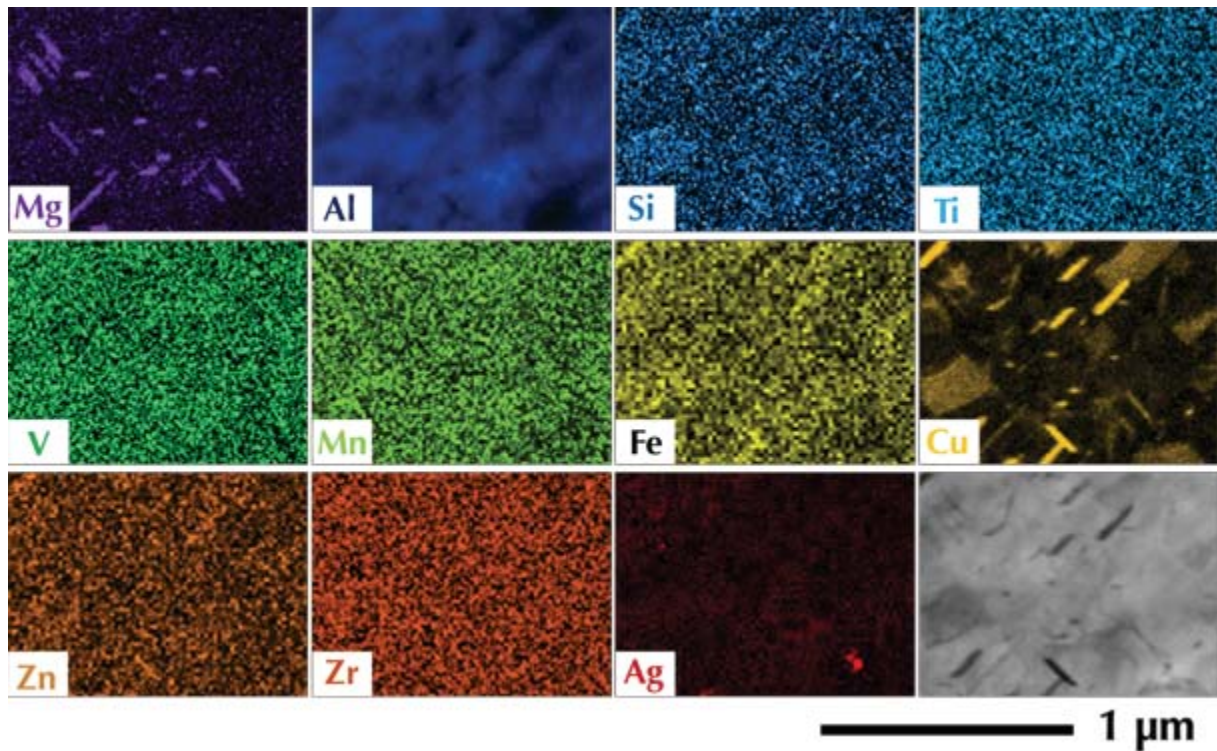


Figure V-6. Résultats des analyses chimiques en MET-EDS sur la nuance 2050 TTH3 soit après 3000h de vieillissement à 200°C.

La microstructure de la nuance 2050 TTH3 observée en microscopie électronique en transmission conventionnelle est présentée sur la Figure V-7. Il est possible d'observer sur cette figure plusieurs types de précipités.

- Un premier type de précipités de forme assez rectangulaire peut être observé dans les plans $\{100\}_{Al}$. Ces précipités constitués d'aluminium et de cuivre sont de type θ' – Al_2Cu . Dans ces plans spécifiques, seuls les précipités θ' sont présents (Chapitre I).
- Un deuxième type de précipités est observé dans les plans $\{111\}_{Al}$. Ces précipités contiennent de l'aluminium et du cuivre. Le magnésium, présent dans les précipités de type Ω n'est pas présent pour des précipités sous forme de plaquette. Ainsi, il est possible de dire que les précipités présents ici sont de type T_1 – Al_2CuLi , le lithium étant, par ailleurs, trop léger pour être analysé en STEM-EDS.

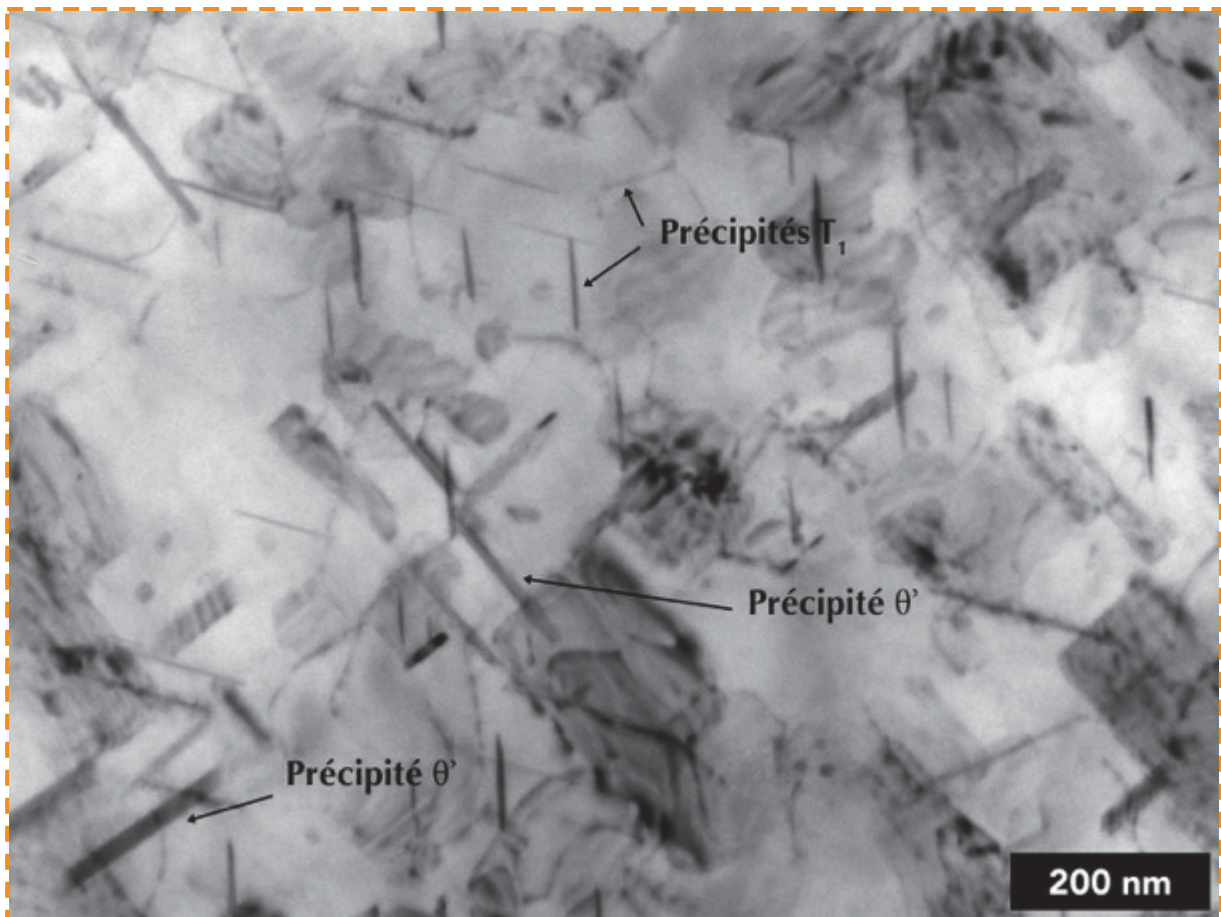


Figure V-7. Observation MET de la microstructure de la nuance 2050 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C. Les observations sont faites dans une direction proche de $\langle 110 \rangle_{Al}$.

- Microstructure fine après 5000h de vieillissement

Après 5000h de vieillissement à 200°C, la microstructure est très différente et présente moins de précipités nanométriques. C'est ce qui peut être observé sur la Figure V-8 et la Figure V-9.

Il est ainsi possible d'observer sur la Figure V-8, des dispersoïdes composés d'Al-Cu-Mn-Fe et également autres dispersoïdes plus complexes d'Al-Cu-Mg-Ag-Zn. L'observation de ces dispersoïdes a été possible à d'autres étapes du vieillissement, mais il semble qu'ils soient de taille plus importante après 5000h de vieillissement au sein de cette microstructure. Il est également possible de dire que ce sont ces précipités qui sont responsables de l'augmentation de la proportion de précipités intermétalliques grossiers $< 1 \mu m^2$ et mesurés dans le Tableau V-1. Il est possible de dire que les nano-précipités présents sont des précipités de type $\theta' - Al_2Cu$. En effet, il est uniquement possible d'observer des nano-précipités dans les plans $\{100\}_{Al}$, Figure V-9.

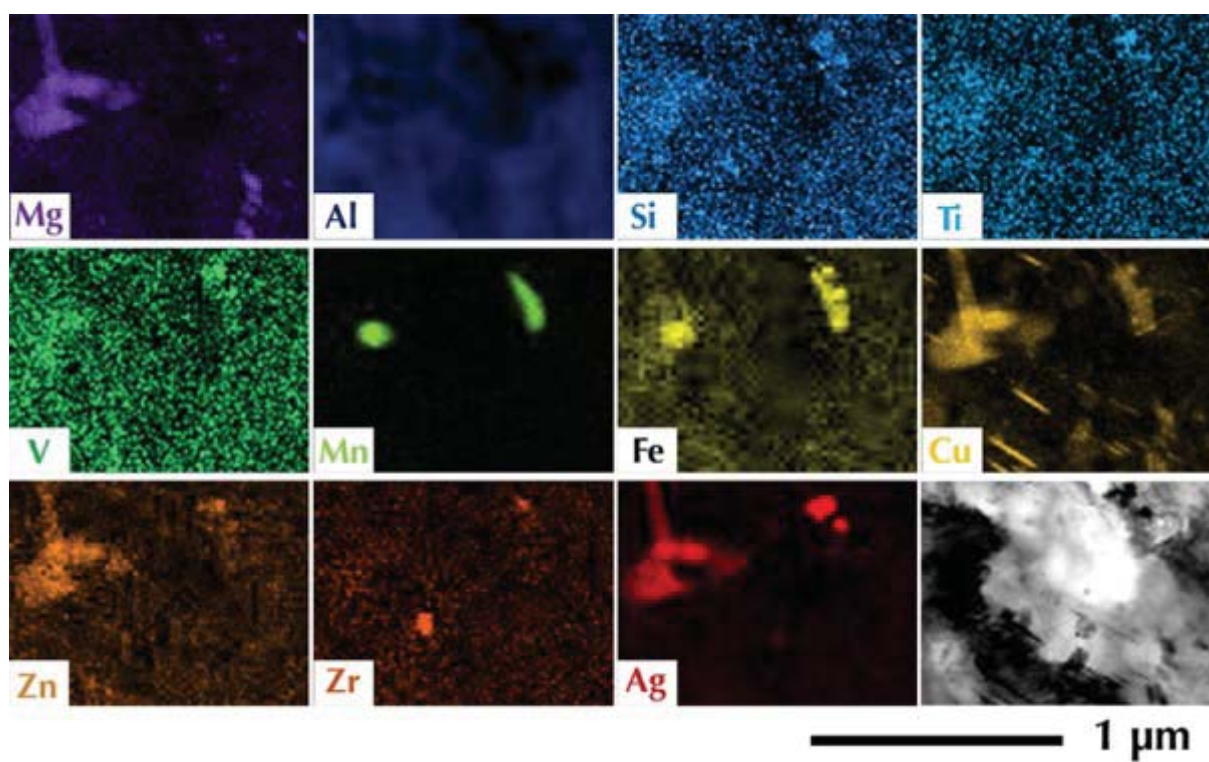


Figure V-8. Résultats des analyses chimiques en MET-EDS sur la nuance 2050 TTH5 soit après 5000h de vieillissement à 200°C.

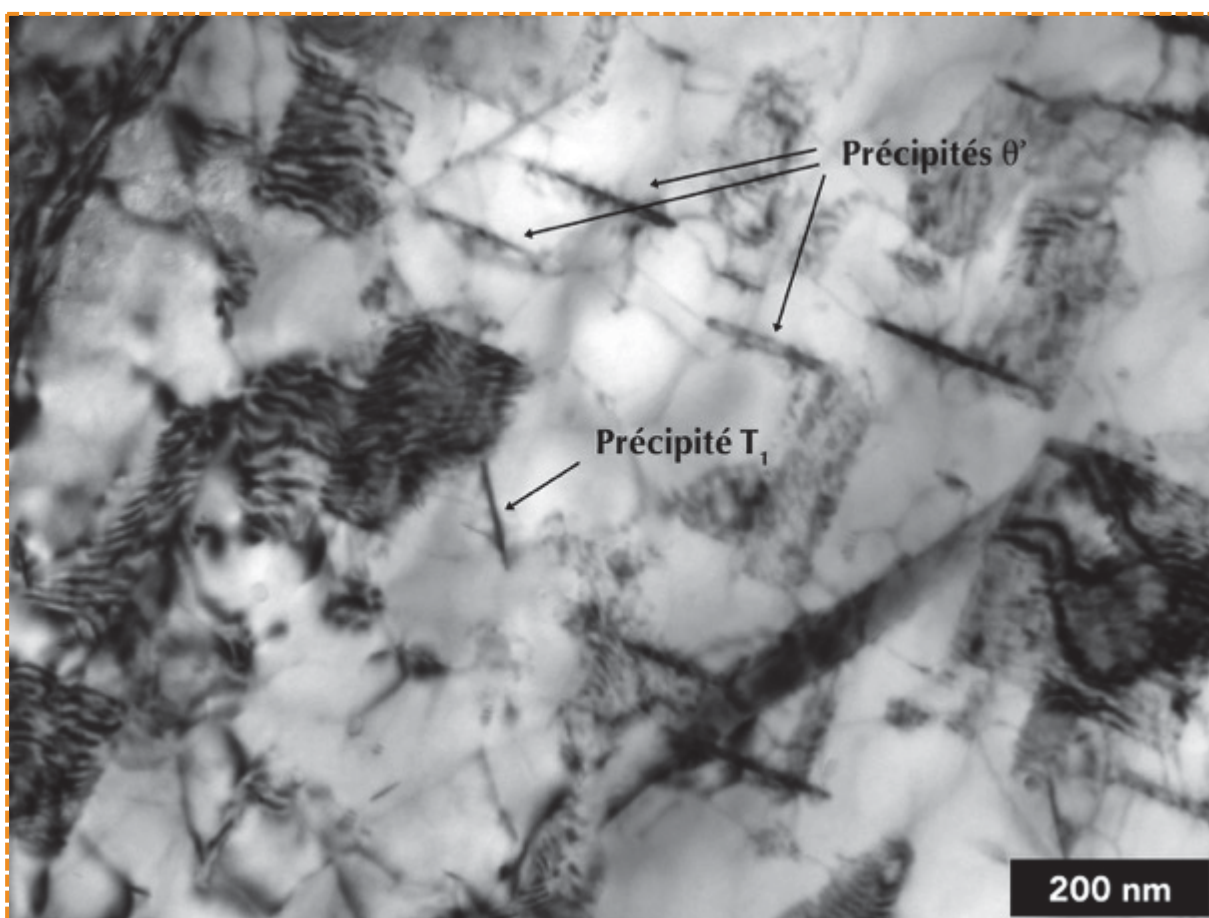


Figure V-9. Observation MET de la microstructure de la nuance 2050 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C. Les observations sont faites dans une direction proche de $\langle 110 \rangle_{Al}$.

- Évolution des clichés de diffraction électronique

Les différentes déterminations faites lors des analyses chimiques ont pu être confortées par l'observation des clichés de diffraction électronique en aire sélectionnée. La Figure V-10 met en avant des changements sur les clichés orientés suivant une direction cristallographique de type $\langle 001 \rangle_{Al}$ pour la nuance 2050.

La Figure V-10 met en évidence une évolution des clichés de diffraction. Deux changements principaux peuvent être observés pour les taches de diffractions correspondant aux précipités. A réception, la signature des précipités présents dans les plans $\{111\}_{Al}$ est très marquée et est également présente après 1000h d'exposition à 200°C, comme cela a pu être détaillé dans le Chapitre IV.1 -3. Pour de plus longs vieillissements, l'intensité des taches de diffractions caractéristiques de la phase T_1 diminue et conforte la disparition progressive de cette phase. Après 5000h de vieillissement à 200°C, ces taches sont très peu visibles.

Si à présent l'intérêt est porté sur les taches de diffractions correspondant aux phases présentes dans les plans $\{100\}_{Al}$, il est aussi possible de voir d'importants changements. En effet, sur la nuance 2050-T84, dans l'état de réception, des liserés sont présents sur le cliché de diffraction. Après 1000h à 200°C, ces liserés sont toujours présents mais il est également possible d'observer l'apparition de taches de diffractions diffuses là où devraient se trouver les taches correspondant aux précipités θ' , Chap IV. 1 - 3. Après 3000h de vieillissement, les taches correspondant aux précipités de type θ' sont plus présentes et cette tendance s'accroît après 5000h de vieillissement à 200°C. Cette observation conforte l'apparition de la phase $\theta' - Al_2Cu$ tout au long du vieillissement.

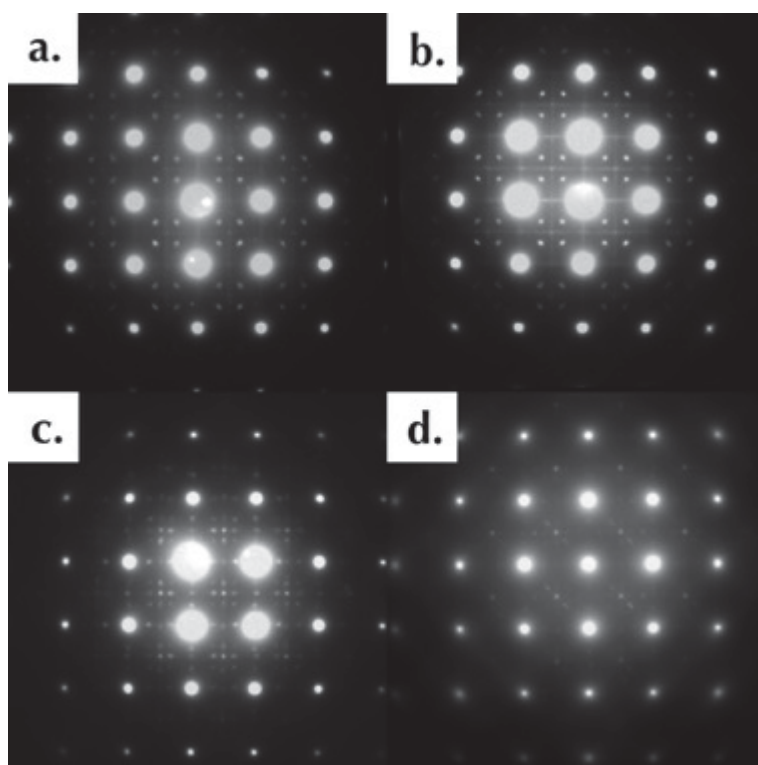


Figure V-10. Évolutions des clichés de diffraction de la nuance 2050 en sélection d'aire a. à réception (T84) b. après 1000h à 200°C (TTH1), après 3000h à 200°C (TTH3) et c. 5000h à 200°C (TTH5).

En revanche, malgré l'observation de précipités dont la composition chimique et les facteurs de formes qui se rapprochent de la phase de type S (Figure V-6), l'observation des taches de diffractions correspondant à cette phase n'a pu être possible.

Pour résumer, l'analyse de la microstructure fine de la nuance 2050 après 3000h et 5000h de vieillissement à l'aide des différentes techniques de caractérisation a permis de mettre en avant les points suivants :

- Après 3000h de vieillissement à 200°C, la présence des précipités de type θ' s'accroît au détriment des autres précipités présents (T_1) dans la microstructure. Cela a pu être confirmé en identifiant la composition chimique des précipités et les clichés de diffraction électronique.

- Après 5000h de vieillissement, seuls les précipités $\theta' - Al_2Cu$ sont présents dans la microstructure de l'alliage.

- Le durcissement structural de l'alliage 2050-T84 est modifié de façon significative par un vieillissement thermique à 200°C. L'évolution des précipités à l'origine des propriétés mécaniques peut se résumer ainsi : épaulement des précipités de type T_1 et apparition des précipités de type θ' , puis disparition des précipités de type T_1 et croissance des précipités de type θ' .

c. Détermination de la taille de grains

Afin de rendre compte des évolutions de la taille et de la morphologie des grains au cours du vieillissement, leur mesure a été entreprise en utilisant la méthode des intercepts comme cela a été décrit dans le Chapitre II. En raison de la présence de précipités sensibles à l'attaque au réactif de Keller aux sous-joints et de joints de grains observés dans le Chapitre IV, les mesures se sont révélées difficiles à partir de clichés de micrographie optique. De ce fait, la décision a été prise d'utiliser la méthode des intercepts à partir de cartographies EBSD. Ces cartographies ont permis de déterminer l'emplacement des joints de grains afin de prendre en compte uniquement les désorientations de plus de 5° dans les mesures de dimensions par la méthode des intercepts.

Les cartographies EBSD n'ont en revanche pas permis d'obtenir des résultats suffisamment représentatifs sur cette nuance. Malgré une attention particulière portée sur les méthodes de préparations et les conditions d'obtention des cartographies, les expériences se sont révélées longues et souvent inefficaces.

L'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques globales est principalement liée à la loi de Hall-Petch. Or, il est important de rappeler ici que cette loi n'est valable que dans le cas d'une microstructure intergranulaire stable, ce qui n'est pas le cas sur cet alliage. En outre, au regard des importants changements observés en MET et MEB, il est possible de supposer que l'évolution de la taille de grain n'influera que très peu sur les propriétés de l'alliage.

V. 1 - 2. Évolution des propriétés mécaniques du 2050

Dans cette deuxième partie, l'intérêt est porté sur l'évolution des propriétés mécaniques du 2050 au cours du vieillissement allant jusqu'à 10000h à 200°C.

La Figure V-11 et le Tableau V-2 présentent les résultats des essais de traction à température ambiante sur la nuance 2050-T84 de son état de réception jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.

Sur cette nuance, dont la moins bonne tenue au vieillissement a été notée dès 1000h de vieillissement à 200°C, les propriétés en traction continuent de diminuer après 1000h de vieillissement. Entre l'état thermique après 1000h d'exposition et celui après 3000h, la nuance perd 60 ± 2 MPa sur la résistance mécanique maximale et 52 ± 2 MPa sur la limite élastique.

Au-delà de 3000h de vieillissement, l'amplitude de la chute des propriétés mécaniques diminue mais reste observable. En effet, entre les essais réalisés après le vieillissement de 3000h et de 5000h, il est possible d'observer une différence de 9 ± 2 MPa et de 10 ± 2 MPa respectivement pour la résistance mécanique maximale et la limite élastique. Entre 5000h de vieillissement et 10000h à 200°C, la résistance mécanique maximale diminue de 8 ± 3 MPa et la limite élastique de 14 ± 3 MPa. Il est entendu qu'une différence de contrainte maximale de l'ordre de 10 MPa pourrait être considérée comme marginale mais l'écart type des résultats obtenus ainsi que la continuité de la baisse entre 3000h, 5000h et 10000h de vieillissement mérite d'être mentionnée.

Tout au long du vieillissement, l'augmentation de l'allongement à rupture peut être observée. L'allongement à rupture passe ainsi de $9,7 \pm 0,8$ % à $18,8 \pm 1$ % après les 10000h d'exposition.

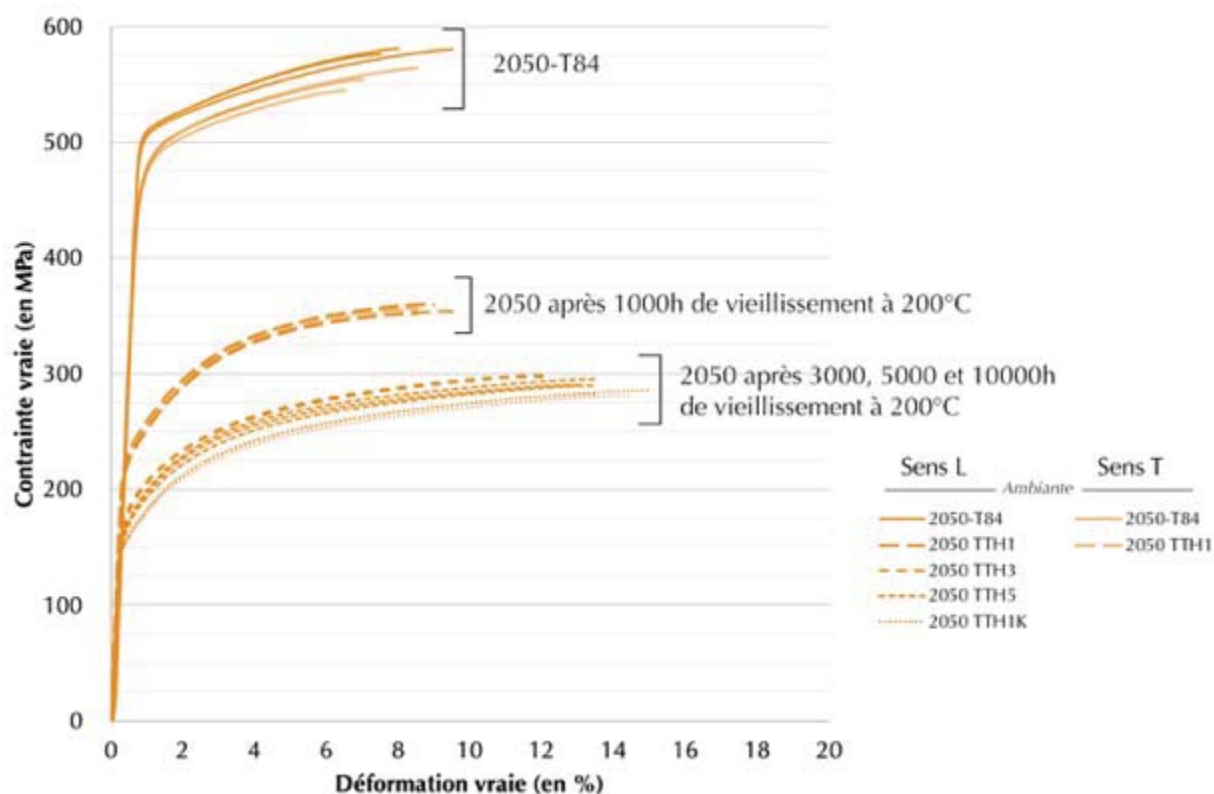


Figure V-11. Résultats des essais de traction réalisés à température ambiante après différents temps de vieillissement sur la nuance 2050-T84.

Nuances	2050-T84	2050 TTH1	2050 TTH3	2050 TTH5	2050 TTH1K
Rm, MPa	535 ± 2	327 ± 3	267 ± 1	258 ± 3	250 ± 3
Rp0,2, MPa	502 ± 2	231 ± 3	179 ± 1	169 ± 3	155 ± 0
E (traction), GPa	74,0 ± 2,0	57,0 ± 2,4	72,3 ± 3,9	71,5 ± 1,7	67,0 ± 9,8
ε, %	9,7 ± 0,8	12,4 ± 0,7	16,1 ± 0,3	18,4 ± 0,7	18,8 ± 1,0

Tableau V-2. Évolution des propriétés mécaniques conventionnelles en traction à température ambiante sur l'ensemble des vieillissements réalisés sur le 2050-T84 allant de l'état à réception jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.

La Figure V-12 présente l'évolution de la résistance mécanique maximale et de la limite élastique en traction à température ambiante. Il est possible d'observer sur cette figure le changement de mécanisme d'interaction entre les dislocations et les précipités noté dans le Chapitre IV. 2. Ce changement de mécanisme, également visible via les courbes présentant le taux de durcissement aux différents stades du vieillissement de cet alliage (Figure V-13), se traduit par l'augmentation de la différence entre la limite élastique et la résistance maximale. Ces deux points de la courbe de traction traduisent le début de la déformation plastique et la contrainte maximale applicable au matériau. Plus cette différence est grande, plus le matériau est écroui.

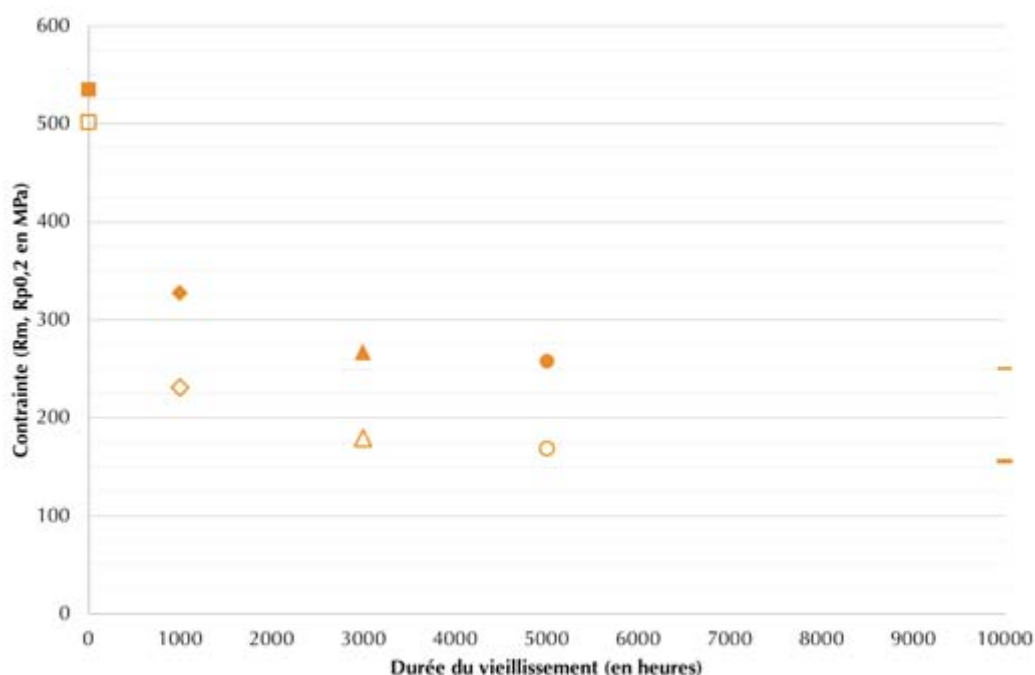


Figure V-12. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante de la nuance 2050. En plein sont représentées les valeurs conventionnelles de la résistance mécanique maximale et en vide la limite élastique.

Au-delà de 1000h de vieillissement à 200°C, il est possible de supposer que le mécanisme reste le même tout au long du vieillissement. La différence entre la résistance mécanique maximale et la limite élastique reste comparable ce qui semble indiquer un comportement similaire des dislocations vis à vis des précipités. Cela peut également être observé au travers des courbes présentées sur la Figure V-13. Sur cette figure, il est possible de voir que

l'allure des courbes d'écrouissage est très similaire pour les essais réalisés entre des vieillissements de 1000h à 10000h à 200°C.

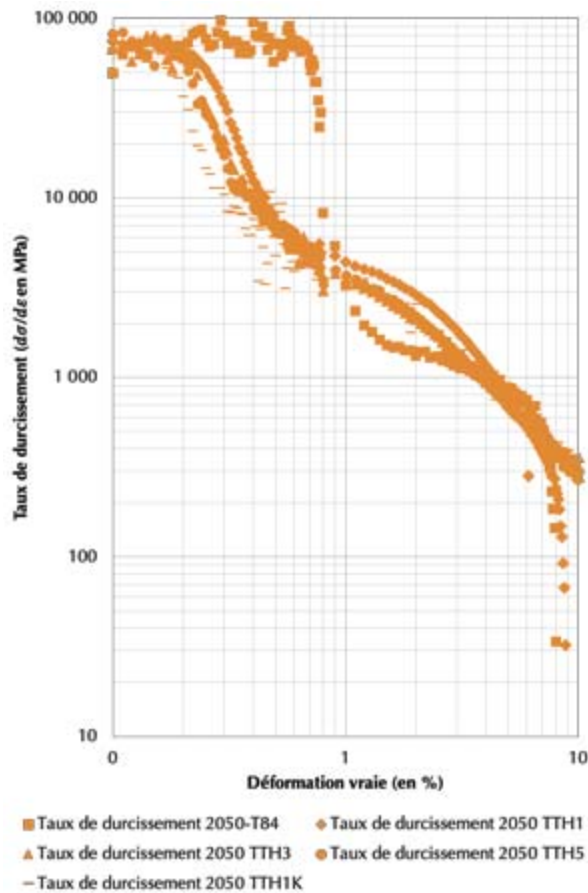


Figure V-13. Évolution du taux de durcissement au cours des essais de traction de la nuance 2050 dans son état de réception, après 1000h, 3000h, 5000h et 10000h d'exposition à 200°C.

V. 1 - 3. Conclusions

Le vieillissement de l'alliage 2050-T84 se manifeste par une modification du type et de la quantité de précipités durcissants au sein de la microstructure de l'alliage et se répercute au niveau des propriétés mécaniques macroscopiques.

En effet, dans un premier temps l'exposition à 200°C induit une disparition des précipités de type T_1 et de l'apparition de précipités de type θ' . La densité des nouveaux précipités θ' ainsi formés étant plus faible que celle des précipités initiaux T_1 , le durcissement en cours d'essai de l'alliage s'en trouve affecté. Cela a pu être montré par des simulations au cours du Chapitre IV. Il semblerait qu'au bout de 3000h le comportement mécanique soit majoritairement piloté par les précipités de type θ' . Même si des précipités T_1 et θ' ont été identifiés en MET après 3000h de vieillissement, les précipités θ' demeurent les seuls précipités observables et détectables pour des durées de vieillissement plus longues. Il est possible que les évolutions de la morphologie locale et de la stabilité des précipités $\theta - Al_2Cu$ soit à l'origine de la diminution certes faible mais persistante des propriétés mécaniques mesurées au-delà de 5000h de traitement thermique.

Chap V. 2. Évolution de la nuance 2219

Dans cette seconde partie, l'intérêt est porté sur l'effet du vieillissement sur la nuance 2219-T851. Dans un premier paragraphe, l'évolution de la microstructure observée à différentes échelles lors des vieillissements de 3000h et 5000h à 200°C est caractérisée. Dans un second paragraphe, ce sont les évolutions des propriétés mécaniques en lien avec la microstructure qui sont analysés jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.

V. 2 - 1. Évolution de la microstructure

Comme dans la partie précédente, ce paragraphe se divise en deux points. Dans un premier temps, l'intérêt est porté sur l'évolution des précipités intermétalliques non durcissants observés à l'aide la microscopie électronique à balayage. Ensuite, la caractérisation de l'évolution de la microstructure fine et des précipités nanométriques est présentée dans le second point.

a. Évolution des précipités intermétalliques grossiers

Dans ce premier point, l'intérêt est porté sur l'évolution des précipités intermétalliques grossiers.

- Évolution globale

L'analyse de l'effet du premier vieillissement de 1000h à 200°C sur la nuance 2219-T851 a mis en avant, dans le Chapitre IV, très peu de différences sur les micrographies observées en microscopie à balayage (Figure V-14). Après 3000h et 5000h de vieillissement, les microstructures évoluent et il est possible d'observer que la taille des précipités intermétalliques non durcissants semble augmenter.

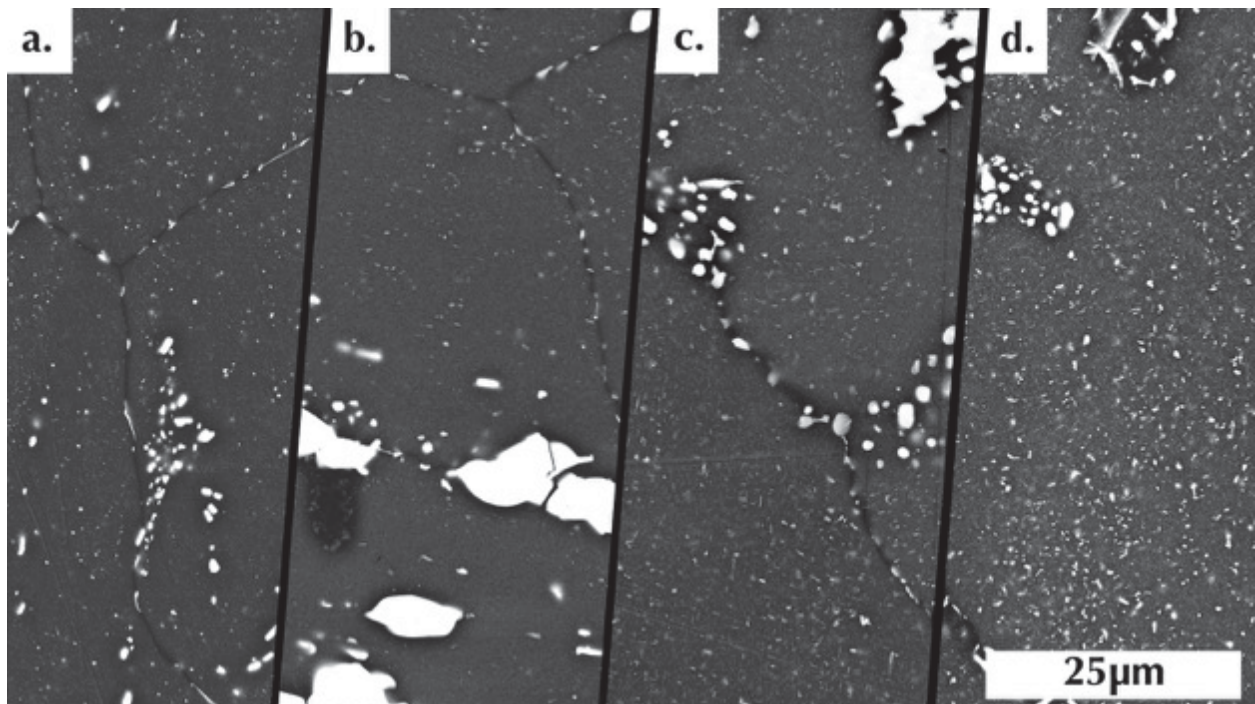


Figure V-14. Micrographies en microscopie électronique à balayage montrant l'évolution de l'alliage 2219 a. T851, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5 sur lesquelles il est possible de noter la présence des précipités intermétalliques grossiers en contraste blanc.

-
- Détails sur les changements des précipités intermétalliques non durcissants après 3000h et 5000h de vieillissement.

Les Figure V-15 et Figure V-16 présentent respectivement les observations en MEB-FEG de la nuance 2219 TTH3 et TTH5 soit après 3000h et 5000h de vieillissement à 200°C. Il est possible d'observer plusieurs points sur ces images.

Les précipités déjà présents aux joints de grains sur l'état à réception et après 1000h à 200°C de la nuance apparaissent plus nombreux après 3000h à 200°C. Après 5000h de vieillissement, ces précipités sont encore plus visibles.

Au sein des grains, les précipités pourtant peu nombreux dans les états de réception et même après 1000h à 200°C, voient leur nombre et leur taille augmenter. Cette observation peut être confirmée par l'analyse quantitative des proportions surfaciques des précipités présentée dans le Tableau V-3.

Ainsi les remarques qualitatives effectuées au sujet de l'augmentation de la précipitation seulement à partir de 3000h de vieillissement sont confirmées à partir de 3000h puisque la proportion de précipités reste stable autour de 2,4% pour la microstructure à réception et vieillie 1000h et augmente jusqu'à environ 3,8% pour les microstructures correspondant aux durées de vieillissement les plus longues.

L'analyse effectuée par gamme de taille de précipités semble démontrer que, au sein de la microstructure du 2219, les précipités les plus gros (de plus de 20 μm^2) semblent être plus affectés par le vieillissement que dans le cas du 2050. En effet, après 3000h de vieillissement, il est possible d'observer une augmentation de la taille des précipités compris entre 20 et 100 μm^2 . Ensuite, après 5000h de vieillissement, ces précipités voient leurs proportions surfaciques diminuer. De plus, les précipités de plus de 100 μm^2 voient leurs surfaces diminuer dès 3000h de vieillissement. Cette tendance est accentuée après 5000h de vieillissement à 200°C.

Les observations réalisées en MEB ont mis en avant une disparition des précipités les plus gros en laissant place à un amas de plus petits précipités. Cela peut être confirmé par les valeurs de la densité surfacique qui augmente. Ces changements restent difficilement observables sur les Figure V-15 et Figure V-16. Une étude plus poussée sur la formation et la dissolution de ces précipités intermétalliques connus pour être très stables dans les microstructures pourrait permettre de confirmer ces observations.

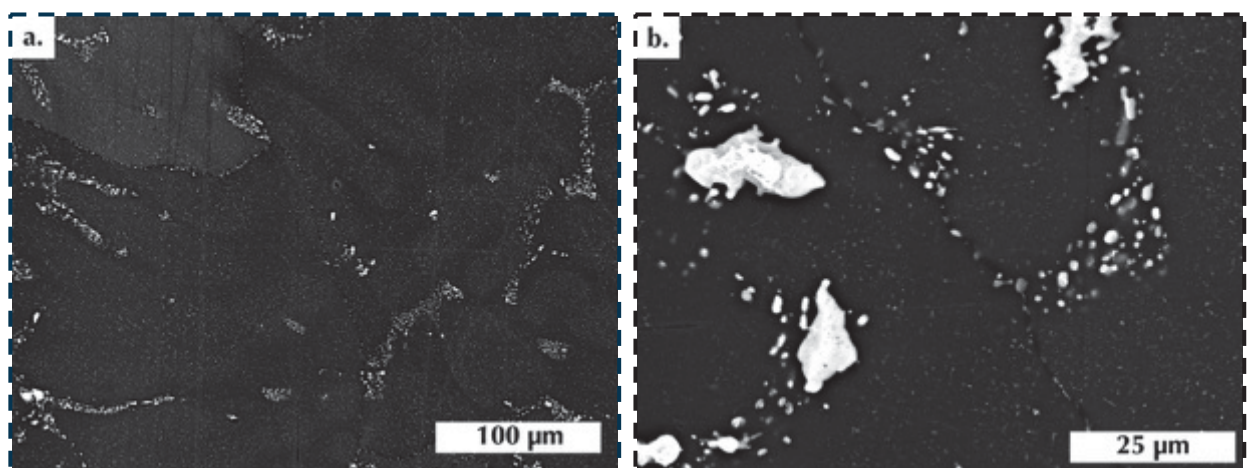


Figure V-15. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C.

Pour les précipités les plus fins, ici encore comme cela a été observé pour le 2050, le vieillissement a un impact d'autant plus important que la taille des précipités est faible. Quand la proportion surfacique des précipités entre 7,5 et 20 μm^2 est doublée entre l'état à réception et celui après 5000h d'exposition à 200°C, la proportion des précipités les plus fins ($< 1 \mu\text{m}^2$) est, quant-à-elle, multipliée par 4.

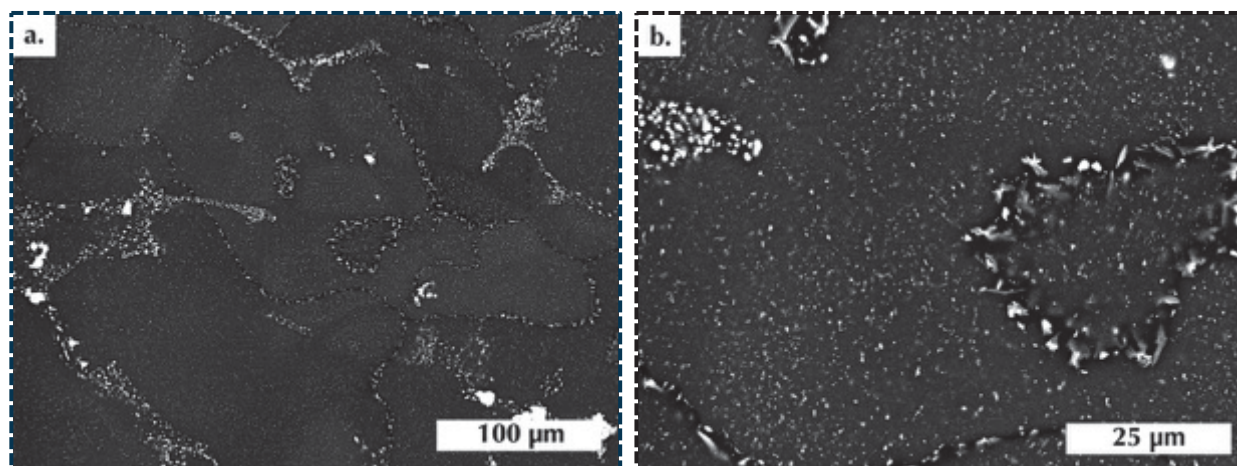


Figure V-16. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C.

		2219-T851	2219 TTH1	2219 TTH3	2219 TTH5
<i>Surface des précipités (en μm^2)</i>	<i>Diamètre équivalent (en μm)</i>				
Moins de 1	0 - 1	0,2%	0,2%	0,4%	0,6%
Entre 1 et 7,5	1 - 3	0,7%	0,8%	1,7%	1,8%
Entre 7,5 et 20	3 - 5	0,2%	0,3%	0,5%	0,4%
Entre 20 et 100	5 - 11	0,7%	0,6%	0,8%	0,7%
Plus de 100	> 11	0,7%	0,6%	0,5%	0,3%
<i>Surface mesurée / Surface totale analysée</i>		2,4%	2,4%	3,9%	3,8%
<i>Densité surfacique de précipités (10^{-2} pptés/μm^2)</i>		1,1	1,5	2,0	2,3
<i>Taille de la surface analysée ($10^6 \mu\text{m}^2$)</i>		3,2	3,4	3,7	3,4

Tableau V-3. Synthèse des résultats des analyses de la proportion surfacique des précipités intermétalliques sur la nuance 2219 au cours du vieillissement. Les valeurs sont rapportées à la surface analysée.

b. Évolution de la microstructure fine de la nuance 2219

Dans ce second point, l'intérêt est porté sur l'évolution des précipités nanométriques responsables de la bonne tenue mécanique macroscopique de la nuance 2219 tout au long du vieillissement, déjà observé précédemment (Figure V-1). Dans un premier temps, l'attention est portée sur les évolutions globales des précipités nanométriques. Ensuite, une analyse précise de la microstructure exposée pendant 3000h et 5000h à 200°C est détaillée

- Évolutions globales de la microstructure fine de l'alliage 2219.

La Figure V-17 présente l'évolution de la microstructure fine de la nuance 2219 entre l'état à réception et après 1000h, 3000h et 5000h de vieillissement à 200°C. Il est dans un premier temps possible d'observer entre les états à réception et après 1000h d'exposition à 200°C, une augmentation globale de taille des précipités et en même temps une dissolution des plus fins. Ces changements sont rapportés dans le Chapitre IV. Dans un second temps, au-delà de 1000h d'exposition à 200°C, (Figure V-17c. et d.), la microstructure fine ne semble pas évoluer de manière significative.

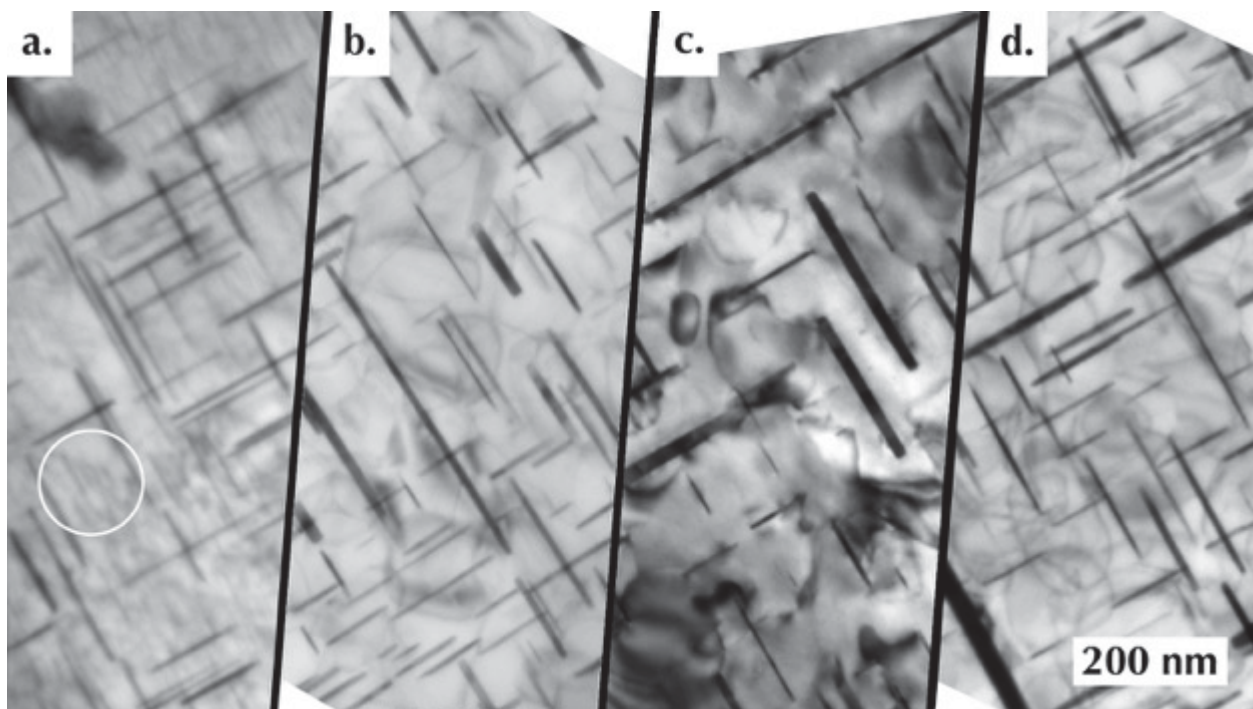


Figure V-17. Synthèse des observations en microscopie électronique en transmission de l'évolution de la microstructure de l'alliage 2219 a. T851, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5. Les images sont observées avec une direction d'observation parallèle à $\langle 001 \rangle_{Al}$ et le cercle indique une zone où il est possible d'observer des précipités de faibles dimensions.

Il est possible d'observer sur les Figure V-18 et Figure V-19 des précipités dans les plans $\{100\}_{Al}$. Ces précipités de type $\theta' - Al_2Cu$ présentent des dimensions comparables à ceux présents au sein de la microstructure vieillie 1000h à 200°C.

Les mesures effectuées sur les précipités présents dans les microstructures vieilles 3000h et 5000h sont reportées au sein du Tableau V-4. Les résultats mettent en avant une augmentation tout au long du vieillissement. En revanche, il est possible de noter que les mesures effectuées sur la nuance 2219 après 3000h de vieillissement semblent s'écarter de la tendance. La variabilité de ces résultats est principalement due à l'épaisseur de la lame analysée. Il est difficile en MET d'apprécier en cours de manipulation l'épaisseur de la lame

mince observée. Ainsi, lorsque la lame est plus mince, les mesures sont moins précises en raison de l'absence des précipités les plus fins. L'épaisseur de la lame, difficile à évaluer, peut s'apprécier sur les figures Figure V-18 et Figure V-19 via la présence des précipités présents dans le plan de l'image. Ces précipités sont moins nombreux lorsque la lame est plus fine, ce qui est le cas pour la Figure V-18.

(en nm)	Distance entre précipités	Largeur des précipités	Longueur des précipités	Rapport d'aspect
2219-T851	20 ± 7	$11 + 2$	$107 + 36$	9,7
2219-TTH1	32 ± 11	$12 + 2$	$118 + 31$	9,8
2219-TTH3	$42 + 14$	$16 + 3$	125 ± 33	7,8
2219-TTH5	34 ± 9	$14 + 3$	140 ± 36	10

Tableau V-4. Résumé des mesures des dimensions des précipités exprimées en nm.

Les Figure V-18 et Figure V-19 présentent, respectivement, les microstructures fines de la nuance 2219 après 3000h de vieillissement et après 5000h de vieillissement à 200°C. Il est possible d'observer sur ces figures des précipités $\theta' - Al_2Cu$ dans les plans $\{100\}_{Al}$.

Les mesures effectuées sur ces précipités montrent une augmentation des dimensions mesurée après 3000h de vieillissement puis une diminution des dimensions après 5000h de vieillissement. Des analyses complémentaires mériteraient d'être effectuées sur la nuance à 3000h afin de montrer si cette tendance est vérifiée.

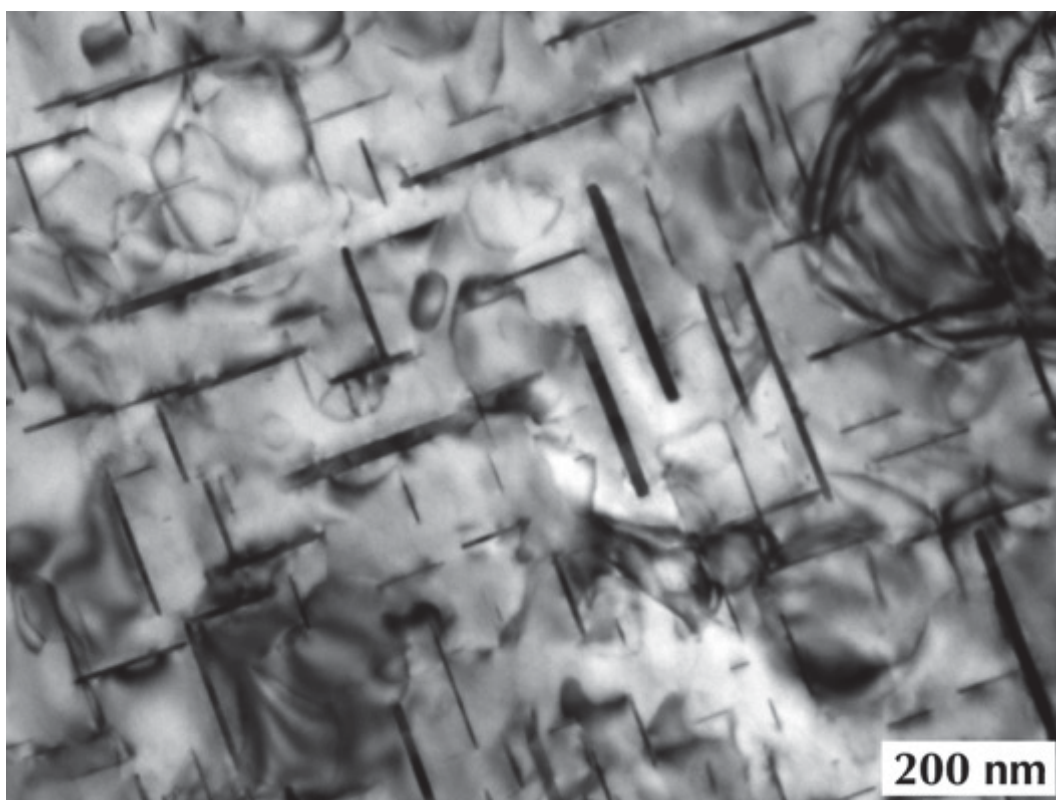


Figure V-18. Observation MET de la microstructure fine de la nuance 2219 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C.

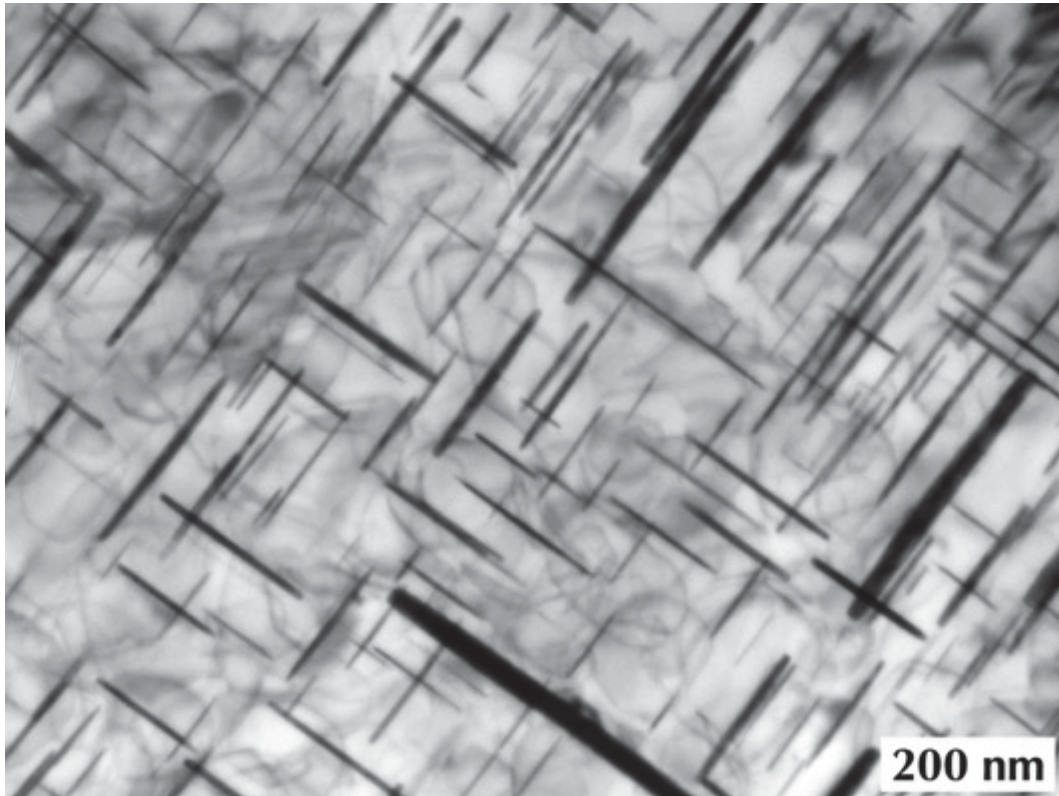


Figure V-19. Observation MET de la microstructure fine de la nuance 2219 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C.

La nature des précipités présents au sein de la microstructure a pu être confirmée par des analyses chimiques en STEM-EDS et aussi par l'analyse des clichés de diffraction électronique.

Les résultats des analyses STEM-EDS mettent en avant la composition Al-Cu des précipités présents dans les plans $\{100\}_{Al}$ tout au long du vieillissement. La Figure V-20 présente les résultats de l'analyse effectuée sur la microstructure vieillie, représentative de l'état de la microstructure tout au long du vieillissement.

Il est en effet possible d'observer sur les clichés de diffraction de la Figure V-21 la signature des précipités de nature $\theta' - Al_2Cu$.

Les analyses faites à différentes étapes de vieillissement sur le 2219 ont permis de mettre en évidence les points suivants :

- A l'échelle de la microscopie électronique à balayage une augmentation de la précipitation a été observée à partir de 3000h de vieillissement notamment pour des précipités dont la surface est inférieure à $20 \mu m^2$.
- A l'échelle de la microscopie électronique en transmission, ni les clichés de diffraction, ni les observations n'ont permis de mettre en évidence une évolution supplémentaire par rapport à celles observées après 1000h d'exposition à 200°C. Il semblerait qu'à cette échelle, la précipitation soit stable, surtout au niveau du rapport d'aspect, après 1000h même si le vieillissement est prolongé pour des durées aussi longues que 5000h.

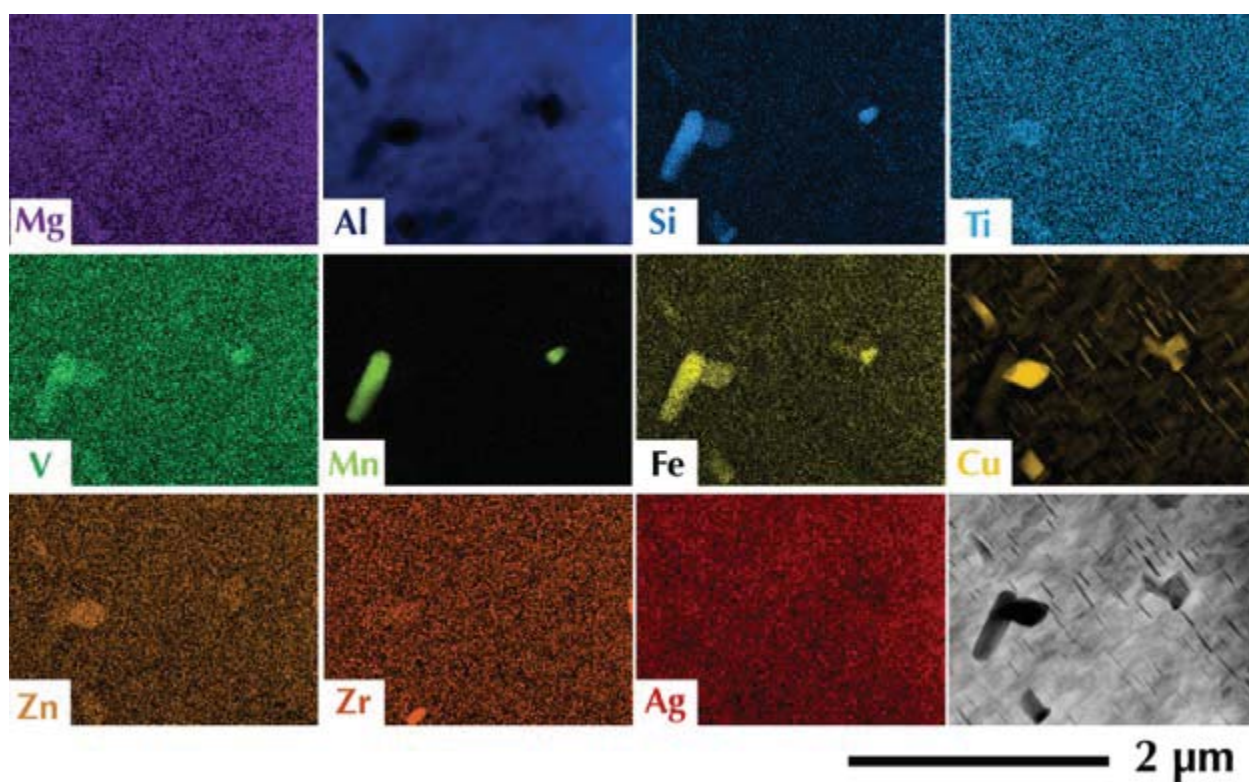


Figure V-20. Résultats des analyses chimiques réalisées en STEM-EDS sur la nuance 2219 TTH5.

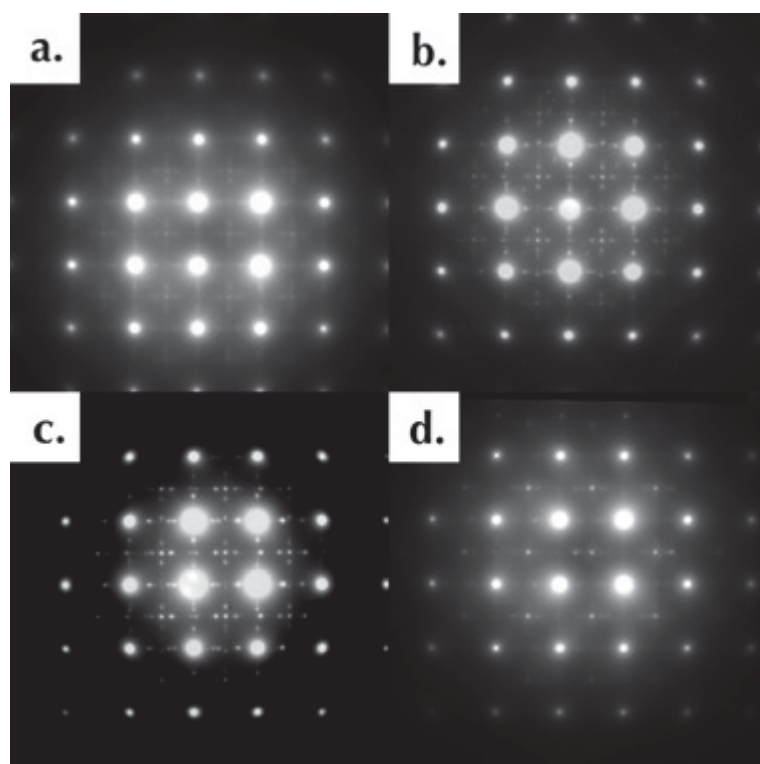


Figure V-21. Évolutions des clichés de diffraction de la nuance 2219 en sélection d'aire a. à réception (T84) b. après 1000h à 200°C (TTH1), après 3000h à 200°C (TTH3) et c. 5000h à 200°C (TTH5).

V. 2 - 2. Évolution des propriétés mécaniques

Dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur l'évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante sur la nuance 2219 après un vieillissement de 3000, 5000 et 10000h à 200°C.

La Figure V-22 présente le résultat de l'ensemble des essais en traction à température ambiante. Il est possible d'observer sur cette figure la superposition des courbes dès 1000h de vieillissement et jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.

La superposition de ces courbes traduit la stabilité de la nuance malgré le vieillissement thermique. Ainsi, l'observation de la Figure V-23 et les données du Tableau V-5 permettent de confirmer la stabilisation des propriétés mécaniques des essais réalisés à température ambiante dès 1000h de vieillissement à 200°C, et ce jusqu'à 10000h de vieillissement à 200°C. Il est en effet possible d'observer entre l'état après 1000h d'exposition et 10000h d'exposition une différence très faible, de l'ordre de 10 ± 4 MPa. Il est intéressant de noter ici que cette chute de 10 MPa en termes de résistance maximale a nécessité 9000h d'exposition à 200°C (entre 1000h et 10000h) alors que cette même différence avait été obtenue en 2000h d'exposition seulement, i.e. entre 1000h et 3000h de vieillissement, pour le 2050.

De plus, sur cet alliage, la variation de l'allongement à rupture est assez limitée. Entre l'état à réception et après 10000h d'exposition à 200°C, l'allongement passe de $11,2 \pm 0,4$ % à $14,1 \pm 0,3$ %.

Par ailleurs, l'analyse des courbes représentant le taux de durcissement au cours des essais, présentées sur la Figure V-24 traduit un même mécanisme d'interaction entre les précipités et les dislocations.

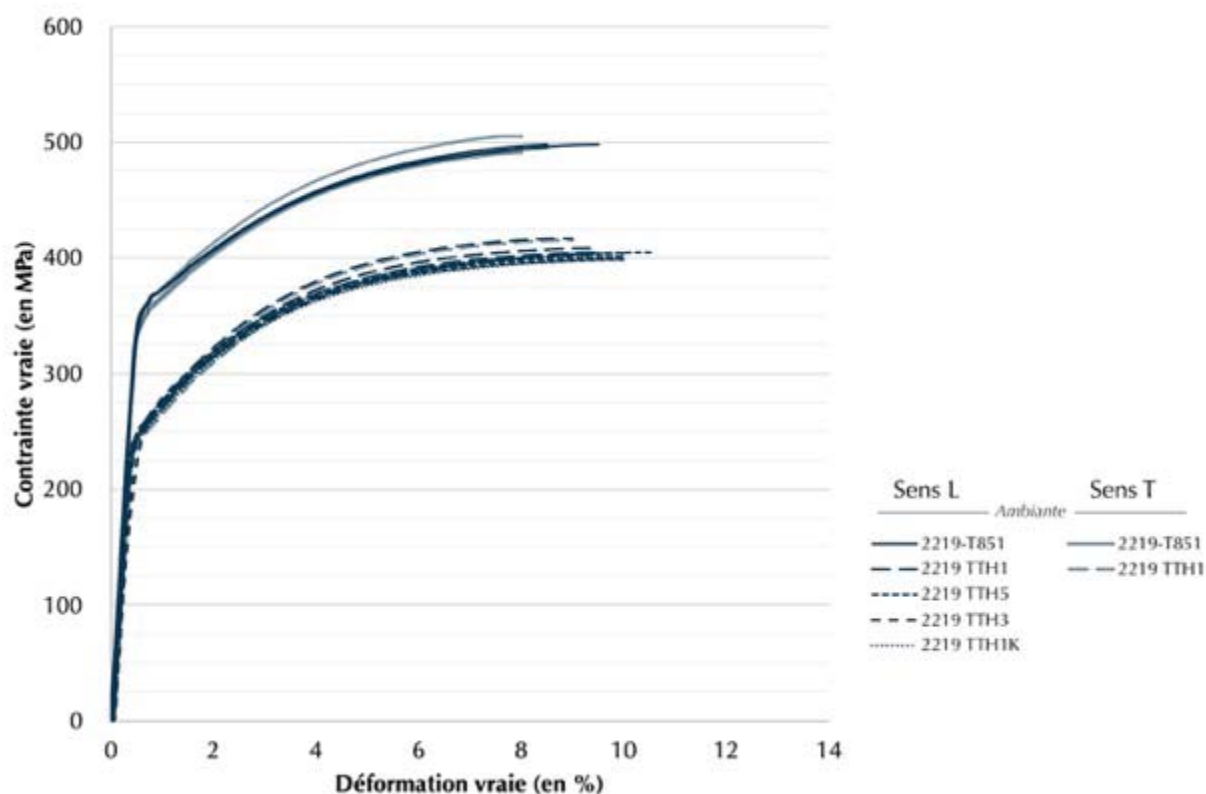


Figure V-22. Résultats des essais de traction réalisés à température ambiante sur les différents vieillissements de la nuance 2219-T851.

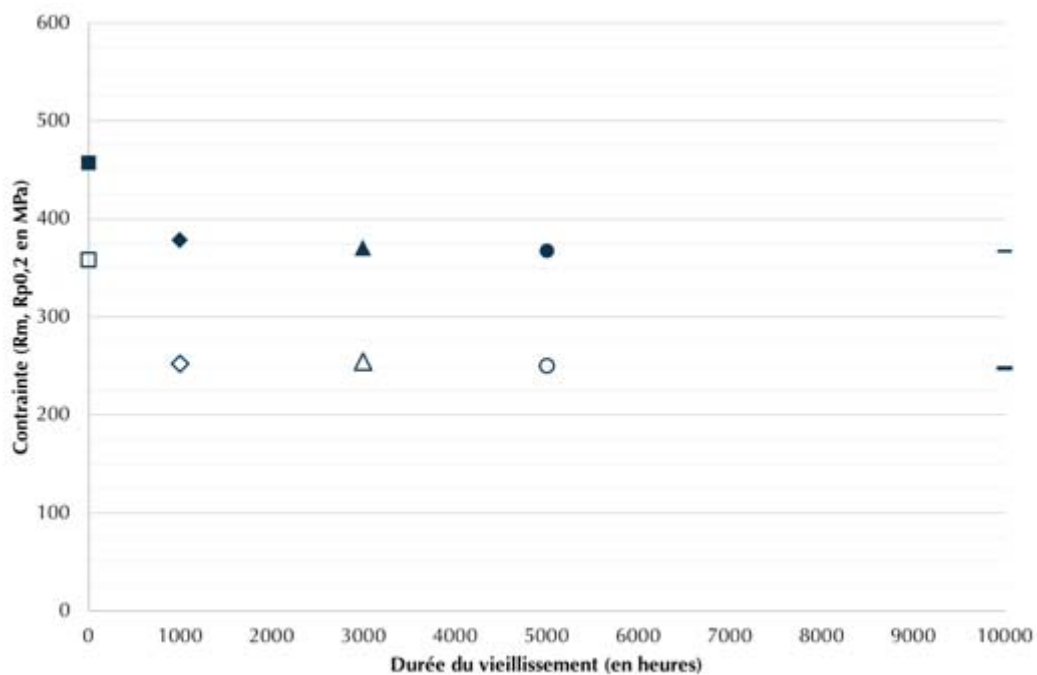


Figure V-23. Évolutions des valeurs conventionnelles de résistance mécanique maximale et de limite élastique en traction à température ambiante sur la nuance 2219 après différents temps de vieillissement.

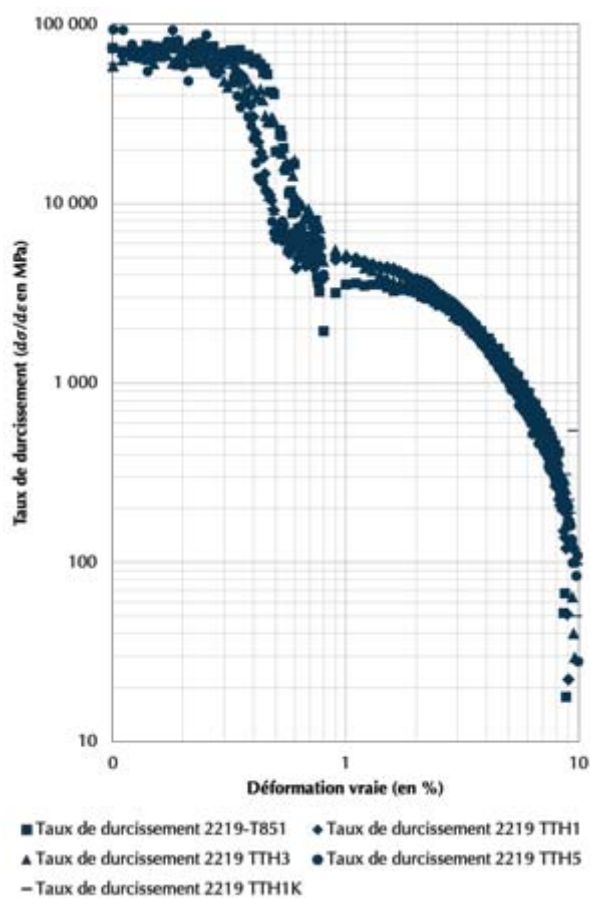


Figure V-24. Évolution du taux de durcissement au cours des essais de traction de la nuance 2219 dans son état de réception, après 1000h, 3000h, 5000h et 10000h d'exposition à 200°C.

Nuances	2219-T851	2219 TTH1	2219 TTH3	2219 TTH5	2219 TTH1K
Rm, MPa	457 ± 2	378 ± 5	370 ± 3	368 ± 2	367 ± 2
Rp0,2, MPa	358 ± 1	252 ± 3	254 ± 4	250 ± 1	247 ± 0
E (traction), GPa	71,1 ± 0,6	70,9 ± 3,7	64,6 ± 1,1	72,8 ± 0,2	68,3 ± 1,3
ε, %	11,2 ± 0,4	13,4 ± 0,7	13,2 ± 0,3	14,4 ± 0,6	14,1 ± 0,3

Tableau V-5. Évolutions des propriétés mécaniques en traction à température ambiante sur l'ensemble des vieillissements réalisés sur le 2219-T851 allant de l'état à réception jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.

Concernant les tailles de grains, les mesures effectuées dans le plan L-TL sont reportées dans le Tableau V-6 et montrent que les dimensions des grains continuent d'évoluer au cours des vieillissements plus longs. Même si les mesures effectuées présentent une forte incertitude pour les vieillissements de 3000h et de 5000h à 200°C, il est possible de noter une diminution des dimensions dans le sens de laminage. Compte tenu des propriétés mécaniques mesurées, il semble que les variations éventuelles de taille de grain estimées ici n'aient pas d'influence notable sur les propriétés macroscopique de l'alliage.

2219	T851	TTH1	TTH3	TTH5
Dimensions dans le sens (en µm)				
<i>De laminage</i>	299 ± 32	234 ± 29	184 ± 30	167 ± 28
<i>Travers Long</i>	160 ± 10	132 ± 9	172 ± 8	139 ± 9

Tableau V-6. Synthèse des mesures effectuées sur les différents vieillissements de la nuance 2219-T851.

V. 2 - 3. Conclusions

Ainsi le vieillissement de l'alliage 2219-T851 se manifeste par le maintien de la microstructure fine de l'alliage avec de légers changements sur la répartition des précipités intermétalliques non durcissant au sein de la microstructure.

Dans un premier temps, l'exposition à 200°C entraîne la disparition des précipités les plus fins. Ce changement de microstructure entraîne une diminution des propriétés mécaniques en traction comme cela a pu être montré à l'aide des simulations du Chapitre IV. Par la suite, la microstructure fine n'évolue que très peu au cours des vieillissements plus longs se traduisant au niveau macroscopique par la stabilité des propriétés mécaniques. Ces dernières ne sont que très peu influencées par l'évolution de la taille de grains ou celle de la proportion surfacique des précipités intermétalliques non durcissants.

Ces résultats permettent de conforter les observations effectuées sur la nuance 2050-T84. En effet, les précipités observés sur cette nuance à la fin des vieillissements sont des précipités θ' – Al_2Cu de même nature que les précipités présents au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851. Signe d'une stabilité de ces précipités pour ces températures malgré les différences de composition chimique des deux alliages.

Chap V. 3. Synthèse des chapitres précédents

Dans ce paragraphe, les points importants des chapitres précédents sont présentés en deux points, l'un sur le 2050-T84 et l'autre sur le 2219-T851.

V. 3 - 1. Synthèse des évolutions de la nuance 2050-T84

L'évolution du comportement global de la nuance 2050-T84 peut être effectuée. En effet, les différentes analyses effectuées précédemment permettent de dresser le schéma de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques de cette nuance.

La caractérisation de la nuance dans son état de réception laisse apparaître à l'échelle nanométrique, une multitude de précipités de type $T_1 - Al_2CuLi$. Des précipités de tailles plus importantes peuvent également être observés sur cet alliage, une quantité importante de ces précipités est localisée au sein du grain mais également en périphérie, aux joints de grains. D'encore plus gros précipités peuvent être observés au sein de la microstructure et ne semblent pas être orientés d'une façon particulière. Dans cet état thermique T84, les nano-précipités confèrent de très bonnes propriétés à la nuance tant sur les essais à température ambiante que sur les essais à 200°C. L'étude bibliographique ainsi que l'analyse de la microstructure fine a permis de mettre en avant des mécanismes de cisaillement des précipités nanométrique correspondant au faible taux de durcissement observé au cours des essais mécaniques en traction.

Après un premier vieillissement de 1000h à 200°C, les propriétés mécaniques en traction à température ambiante de l'alliage s'effondrent. En effet, la résistance mécanique maximale en traction chute de 200 MPa et la limite élastique de 250 MPa. A ce stade du vieillissement, la microstructure fine de l'alliage a beaucoup évolué. En effet, les précipités nanométriques T_1 sont moins présents et plus épais au sein de la microstructure et des précipités $\theta' - Al_2Cu$ apparaissent. L'augmentation de la taille de ces précipités permet d'expliquer le changement de comportement du taux de durcissement de l'alliage au cours de l'essai de traction. Les précipités plus épais, vont être contournés par les dislocations et laisser des boucles de dislocations autour des précipités, durcissant ainsi l'alliage. Les observations en microscopie électronique à balayage, ont quant à elles montré très peu de différence entre l'état à réception et après les 1000h d'exposition à 200°C.

Lors des vieillissements plus longs, de 3000h et de 5000h à 200°C, les propriétés mécaniques de l'alliage ne cessent de diminuer. L'évolution de ces propriétés mécaniques est à mettre en regard de celle des précipités nanométriques. En effet, ces précipités évoluent également, après 3000h de vieillissement, les précipités T_1 sont de plus en plus éparpillées au sein de la microstructure en faveur d'une augmentation de la taille des précipités θ' . Après 5000h de vieillissement à 200°C, seuls les précipités de type θ' sont observés au sein de la microstructure fine de la nuance. La diminution du nombre de précipités et ainsi l'augmentation de la distance moyenne entre les précipités de taille nanométrique, entraîne une diminution de la contrainte nécessaire au passage d'une dislocation. Cela engendre une diminution des propriétés mécaniques globales de la nuance. Lors de l'analyse des changements dus au vieillissement de 3000h et 5000h sur la microstructure de cette nuance, d'importants changements dans la répartition de taille des précipités intermétalliques ont pu être observés.

Pour des vieillissements plus longs de 10000h à 200°C, les propriétés mécaniques de l'alliage ne sont pas stabilisées. L'amplitude de la variation des propriétés diminue fortement mais reste mesurable sur cette nuance.

En résumé, pour la nuance 2050-T84, les propriétés mécaniques diminuent drastiquement et continuellement pendant le vieillissement en raison des variations importantes de composition et de constitution des précipités nanométriques. Cette diminution est très significative dans les premières étapes de vieillissement puis plus modérée, à l'image de l'évolution de la précipitation nanométrique de l'alliage. Après 10000h à 200°C, la résistance maximale en traction est de 250 ± 3 MPa et la limite élastique est de 155 ± 1 MPa.

V. 3 - 2. Synthèse des évolutions sur la nuance 2219-T851

L'évolution globale de la nuance 2219-T851 est très différente de celle du 2050-T84. En effet, pour cette nuance et dès les premiers stades du vieillissement, une rapide stabilisation des propriétés mécaniques en traction à température ambiante a pu être observée. Le schéma de l'évolution sur cette nuance est donné ci-après.

La nuance 2219-T851 présente à réception une microstructure fine riche en précipités de type θ' . Ces précipités, largement étudiés dans la littérature, sont principalement contournés par les dislocations et permettent de maintenir la boucle de dislocation après le passage de cette dernière. Cela permet ainsi de durcir l'alliage. Cet état thermique est marqué par la présence d'une précipitation plus fine de précipités θ' ou θ'' . De plus larges observations ont pu mettre en avant la présence de précipités intermétalliques grossiers principalement localisés au sein du grain et répartis suivant la direction de laminage. D'autres précipités ont également pu être observés au niveau des joints de grains de l'alliage. Il est intéressant de noter que cette nuance contient une plus grande quantité de précipités intermétalliques que la nuance 2050-T84.

Après 1000h de vieillissement à 200°C, de légères différences sont observées sur les précipités intermétalliques grossiers. En revanche, c'est l'absence de la fine précipitation de précipités de type θ' et θ'' et l'augmentation de la taille des précipités θ' restant qui jouent un rôle déterminant dans la chute des propriétés mécaniques. L'absence de cette fine précipitation augmente la distance moyenne entre les précipités et permet de faire diminuer la contrainte nécessaire au passage d'une dislocation. Ce changement entraîne une diminution de la résistance mécanique maximale de 68 ± 8 MPa et de la limite élastique de 105 ± 7 MPa. Ici, les micro-mécanismes de déformation ne changent pas. Les dislocations contournent toujours les précipités et laissant derrière elles une boucle.

Pour les vieillissements plus longs, les propriétés mécaniques à température ambiante de cette nuance restent constantes entre 1000h et 10000h de vieillissement à 200°C. La stabilité des précipités nanométriques θ' permet de maintenir les propriétés mécaniques élevées de cette nuance. Il est intéressant de noter que pour les propriétés mécaniques en traction, l'évolution de la microstructure et des précipités intermétalliques grossiers ne semble pas jouer un rôle prépondérant.

Pour résumer, après 10000h de vieillissement, cette nuance a une résistance mécanique maximale de 367 ± 2 MPa et une limite élastique de 247 ± 1 MPa. Ces valeurs sont plus élevées de 100 MPa par rapport à celles du 2050 dans les mêmes conditions d'essais.

Chapitre VI.

Conclusions

Ce travail de thèse a permis de mettre en avant plusieurs points intéressants concernant l'utilisation des alliages légers, en aluminium, pour des pièces structurales employées à des températures modérées. Les conclusions de ce travail s'organisent autour de deux parties. L'une traite, dans un premier temps, des résultats scientifiques et des perspectives de recherche dans cette thématique. Le second traite de l'aspect industriel de la thèse en répondant aux problématiques industrielles et aux prochains travaux à réaliser afin d'envisager l'utilisation des alliages d'aluminium sur des aéronefs.

Chap VI. 1. Conclusions et perspectives de la thèse

VI. 1 - 1. Stabilité des précipités θ' .

L'un des principaux résultats de cette étude a été de montrer la stabilité thermodynamique des précipités de type $\theta' - Al_2Cu$ dans des alliages d'aluminium pour une utilisation à 200°C.

Ce type de précipités est présent au sein de la microstructure fine de la nuance 2219-T851 mais également tout au long du vieillissement. Les caractérisations des microstructures à l'aide de la microscopie électronique en transmission ont permis de mettre en évidence la présence de ces précipités jusqu'à 5000h d'expositions à 200°C.

Les caractérisations effectuées en analyses thermiques différentielles couplées à la microscopie électronique en transmission *in situ* en température, ont permis de confirmer qu'au cours du vieillissement ce sont bien les précipités θ' qui restent prépondérants, la transformation de phase $\theta' \rightarrow \theta$ étant toujours visible sur les thermogrammes.

De plus, la nuance 2050-T84 voit apparaître au sein de sa microstructure fine des précipités θ' , même si elle ne présente pas ce type de précipité dans son état de réception. L'apparition de ce type de précipités au cours du vieillissement traduit la stabilité de ces précipités à ces températures.

A contrario, l'instabilité des précipités T_1 présents au sein de la microstructure de la nuance 2050-T84 a été montrée. Au cours du vieillissement, ces précipités ont tendance à disparaître au profit de la formation de précipités θ' répartis de manière moins homogène au sein de la microstructure. Ces travaux ont ainsi permis de mettre en évidence la stabilité de la phase θ' vis à vis de la phase T_1 .

VI. 1 - 2. Évolutions des précipités intermétalliques grossiers.

Lors de cette étude, une attention particulière a également été portée sur les précipités intermétalliques grossiers présents au sein de la microstructure.

Les résultats de ces analyses ont mis en avant une forte augmentation de la proportion de précipités après 3000h de vieillissement, sur les deux nuances de l'étude. Cette augmentation est principalement due à l'apparition de précipités assez fins, dont la section visible en MEB est de moins de $20 \mu\text{m}^2$. Il a été intéressant de noter que malgré la forte présence de ces précipités après 5000h de vieillissement, l'effet sur les propriétés mécaniques en traction à température ambiante n'a pas été observée.

VI. 1 - 3. Évolutions des propriétés mécaniques et mécanismes de micro-plasticité

L'évolution des précipités T_1 entraîne, sur la nuance 2050, une très forte instabilité au début du vieillissement. Ainsi, cette nuance présente un fort abattement de propriétés en traction entre son état à réception et après 3000h d'exposition à 200°C et une relative stabilisation de ces dernières au-delà, même si une légère diminution des résistances en traction a pu être mise en évidence.

Sur cette nuance, l'augmentation de l'épaisseur des précipités T_1 entraîne un changement de mécanisme de micro-plasticité en lien avec l'augmentation du taux d'écrouissage au cours de l'essai de traction.

En revanche, la présence abondante des précipités de type θ' tout au long du vieillissement permet à la nuance 2219 de maintenir ses propriétés mécaniques en traction tout au long du vieillissement. Une faible chute de propriété est observée et les propriétés en traction sur cette nuance sont stables entre 1000h et 10000h de vieillissement à 200°C .

Sur cette nuance, les mécanismes de micro-plasticité restent les mêmes tout au long du vieillissement. Les précipités θ' sont suffisamment épais pour maintenir, après le contournement du précipité, la boucle de dislocation.

VI. 1 - 4. Perspectives des travaux.

Au cours des travaux de cette thèse et dans le but d'étendre les connaissances sur le comportement en vieillissement des alliages d'aluminium de la série 2000, les propriétés mécaniques de la nuance 2024-T851 ont été étudiées avant et après un vieillissement isotherme de 1000h à 200°C . Sur cette nuance, le traitement thermomécanique de réception permet d'obtenir des propriétés mécaniques comparables à celles du 2050-T84, à réception et, après vieillissement, à celles du 2219-TTH1. C'est ce qu'il est possible d'observer sur la Figure VI-1.

Contrairement à ce qu'il est possible de retrouver dans la littérature pour cette nuance ou pour les nuances présentant des précipités de type S , la tenue au vieillissement est assez bonne malgré l'importante chute de propriétés mécaniques accompagnée d'un changement d'allure de courbe. Ces résultats soulèvent un intérêt particulier pour les traitements thermomécaniques de réception des nuances. En effet, il pourra être intéressant de regarder l'effet qu'induit un traitement de type T851 sur les microstructures fines des alliages en le comparant à d'autres traitements et de pouvoir comparer, avec ce type d'alliage, la stabilité de la phase de *Type S* avec celle la phase θ' .

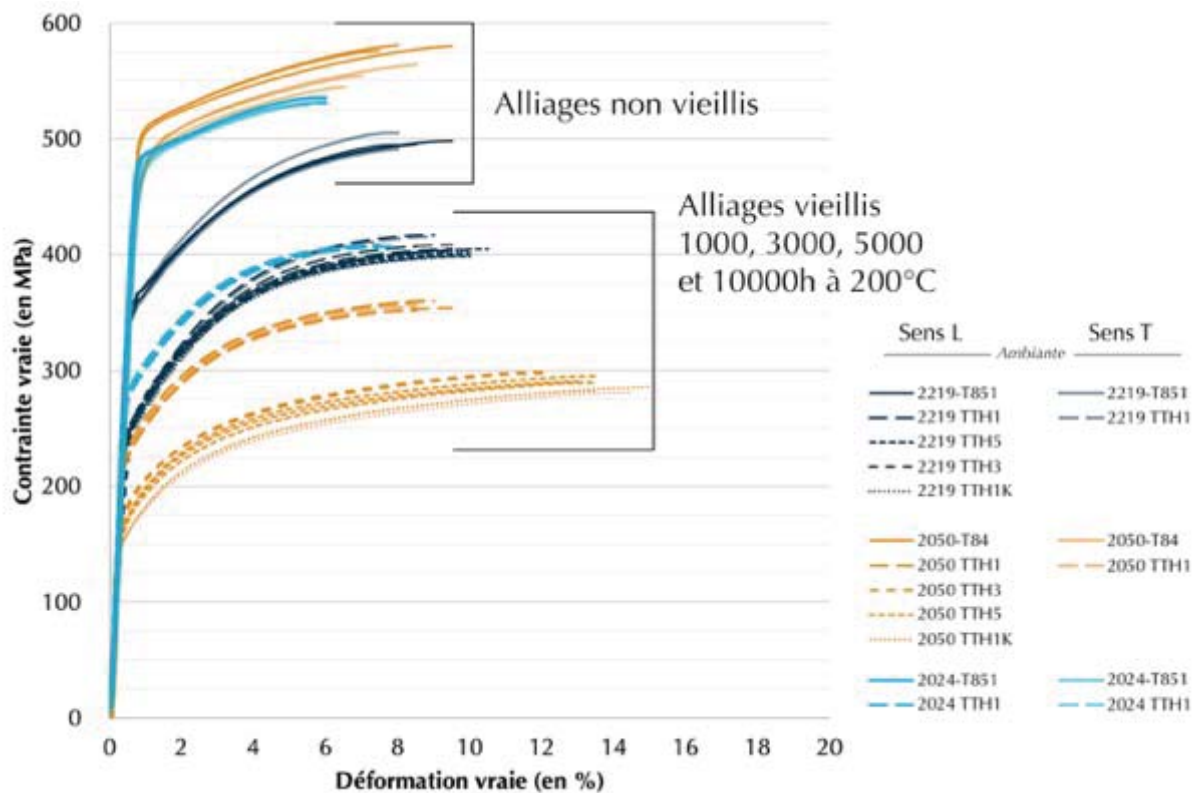


Figure VI-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en traction à température ambiante sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 vieillis jusqu'à 10000h et sur la nuance 2024-T851 vieillie 1000h à 200°C.

Chap VI. 2. Perspectives industrielles

Dans le cadre du projet Metaltechnics de l'IRT Saint Exupéry, l'objectif des travaux sur les alliages d'aluminium pour des applications à des température modérée était de montrer la possibilité d'augmenter la température en service des pièces de structures primaires d'avions.

Les travaux ont permis de mettre en avant un intérêt industriel pour la nuance 2219-T851. Cette nuance dans le traitement thermomécanique spécifié présente des propriétés mécaniques en traction à température ambiante stables entre 1000h et 10000h de vieillissement à 200°C. Les propriétés mécaniques sont stables et restent, pour la résistance maximale en traction, au-dessus de 360 MPa (valeurs conventionnelles).

Il est ainsi possible d'observer sur la Figure VI-2, présentée au début de ce manuscrit, que la nuance 2219-T851 présente des propriétés plus intéressantes après 10000h d'exposition à 200°C que les autres nuances présentes sur cette figure.

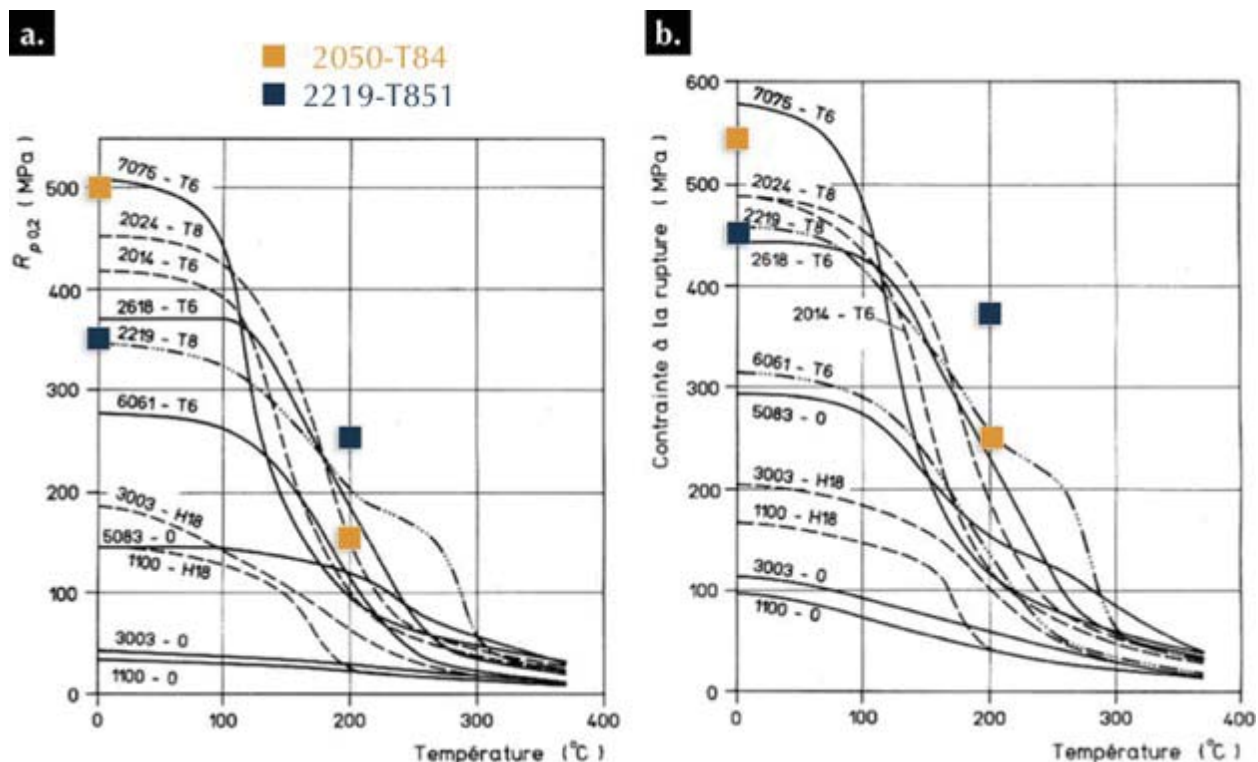


Figure VI-2. Évolution de a. la limite élastique et b. la contrainte à la rupture de plusieurs alliages d'aluminium après 10000h d'exposition à la température indiquée (Develay 1992). (Note : les informations sur les conditions expérimentales d'obtention de ces courbes ne sont pas disponibles, et semblent même inconnues de la société Péchiney qui a financé cette étude à l'époque).

Afin d'envisager de modifier les températures d'utilisation de ces alliages, d'autres études sont à prendre en compte.

Il est, dans un premier temps, important de s'intéresser aux propriétés en corrosion des alliages d'aluminium vieillis. Les structures primaires d'avions sont souvent dans des zones exposées de l'appareil et nécessitent des traitements particuliers. Des premières études présentes dans la littérature et par la suite réalisées dans le cadre du projet Metaltechnics ont permis de mettre en avant que le vieillissement ne dégrade pas les propriétés en corrosion sur les alliages de l'étude après 1000h d'exposition. Il sera intéressant d'observer l'influence des forts changements de microstructures au-delà de 1000h de vieillissement afin de le confirmer.

Pour des remplacements de pièces en alliages de titane, la compatibilité des alliages d'aluminium avec les matériaux environnants devra aussi être prise en considération (Coefficients d'expansions thermiques par exemple).

Enfin, dans l'objectif de définir avec plus de précision la vitesse à laquelle l'alliage 2219-T851 se stabilise lors d'un vieillissement à 200°C, une campagne de vieillissement thermique à 200°C supplémentaire a été lancée mais avec des durées plus courtes entre 100h et 1000h. Ces essais ont permis d'accéder à un nouveau traitement thermique permettant d'avoir un alliage dont les propriétés sont directement stables lors d'une utilisation à 200°C et dont la durée serait compatible avec un cycle industriel, une durée de traitement de 1000h (41 jours) étant clairement incompatible avec les gammes de fabrications industrielles actuelles.

Chapitre VII. Annexe

L'objectif industriel lié à ce travail de thèse est l'évaluation d'alliage d'aluminium pour des applications structurales d'aéronefs. De ce fait le dimensionnement en traction de telles pièces ne saurait être suffisant et une attention devra être portée sur le comportement sous sollicitations cycliques du ou des alliages sélectionnés, notamment en terme de tenue en fatigue et de résistance à la propagation de fissures. Des essais ont donc été réalisés sur les nuances à réception et après différentes durées de vieillissement à température ambiante et en température afin d'avoir une idée de l'abattement induit par une exposition à 200°C sur ces propriétés.

L'analyse complète en vue de la compréhension du comportement sous sollicitations cycliques ne pouvant être menée dans le cadre de ces travaux de thèse, les résultats obtenus sont répertoriés dans cette annexe à titre indicatif.

Chap VII. 1. Matériels et Méthodes

Les essais réalisés sous sollicitation cyclique suivent le même schéma que ceux réalisés sous sollicitation monotone.

Ainsi, une première série d'essais sur les nuances 2219 et 2050 à réception et après le premier vieillissement de 1000h à 200°C ont été réalisés dans les directions de laminage et travers long afin de mesurer les propriétés en fatigue (courbes de Wöhler), en propagation de fissure et en ténacité. Ces essais ont été réalisés à température ambiante et à 200°C.

Une seconde série d'essais a ensuite été réalisée sur les nuances vieilles 3000h et 5000h à 200°C. Sur cette série, seuls les essais de fatigue à température ambiante ont été considérés. Ces essais sont répertoriés au sein du Tableau VII-1.

- Normes utilisées pour la réalisation des essais

Les essais de fatigue pour l'obtention des courbes de Wöhler, ont été réalisés suivant la norme PR EN6072 sur des éprouvettes de type mini-T. Pour ces essais, 10 éprouvettes ont permis l'obtention de la courbe de Wöhler et ont permis de déterminer la limite d'endurance à 3000000 cycles ainsi que la contrainte maximale à 100000 cycles.

Les essais en propagation de fissure pour l'obtention de la courbe da/dN ont été réalisés suivant la norme ASTM E647 sur des éprouvettes CTW40B10. Ces essais ont permis de déterminer les coefficients de la partie linéaire de la courbe, loi de Paris donnée pour une certaine plage de ΔK .

Ténacité			Propagation de fissures		Fatigue (courbe de Wöhler, 10 éprouvettes par courbe)	
Conditions opératoire	Température de l'essai	Sens (Pour chaque température)	Température	Température	Sens (Pour chaque température)	Sens (Pour chaque température)
Nuances						
2219						
T851	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L-T et T-L	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L	L-T et T-L
TTH1	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L-T et T-L	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L	L-T et T-L
TTH3				T_{Amb}	L	
TTH5				T_{Amb}	L	
2050						
T84	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L-T et T-L	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L	L-T et T-L
TTH1	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L-T et T-L	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	$T_{Amb} / 200^{\circ}\text{C}$	L	L-T et T-L
TTH3				T_{Amb}	L	
TTH5				T_{Amb}	L	

Tableau VII-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en Ténacité, Propagation de fissures et en fatigue sur les nuances de l'étude.

Chap VII. 2. Résultats des essais mécaniques sous sollicitations cycliques

VII. 2 - 1. Essais mécaniques en fissuration

Dans ce paragraphe, l'intérêt est porté sur les propriétés mécaniques lors de sollicitations cycliques. Les courbes de propagation de fissure ainsi que les courbes de Wöhler sont présentées tant à température ambiante qu'à 200°C afin d'observer l'influence du vieillissement sur le comportement mécanique en fatigue.

a. Sollicitations à température ambiante

La Figure VII-1 présente les résultats des essais de propagation de fissure sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. Deux sens de propagation sont présentés, les sens L-T et T-L correspondant respectivement à une sollicitation dans les directions de laminage et travers longs avec une fissure se propageant dans les plans TC-TL et L-TC.

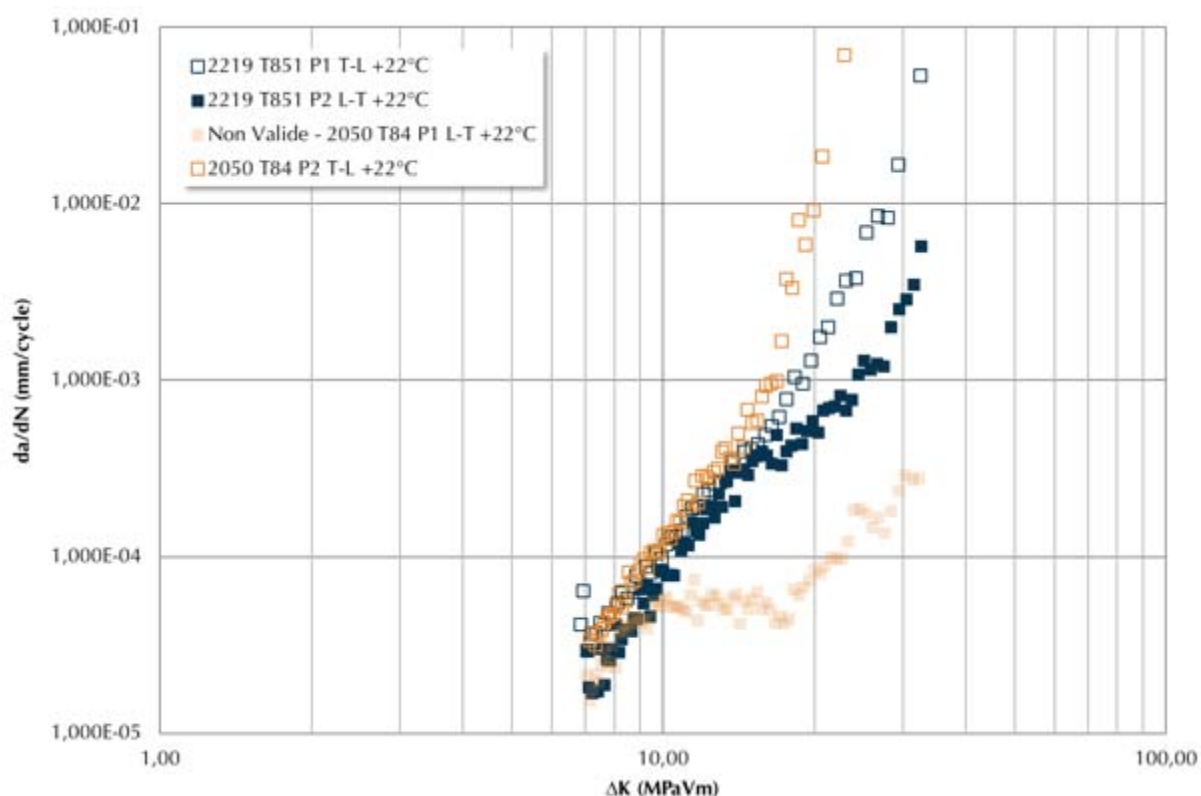


Figure VII-1. Essais de propagation de fissures des nuances 2219-T851 et 2050-T84 réalisés à température ambiante dans les directions L-T et T-L.

- Propagation de fissures sur l'alliage 2219-T851

Pour le 2219-T851, peu de différences peuvent être observées aux faibles ΔK . Ce n'est qu'à partir d'environ $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ que le sens de propagation semble influencer sur la résistance à la propagation de fissures. Le plan TL-TC (éprouvette L-T) présentant une vitesse de propagation de fissure légèrement inférieure à celle mesurée dans le plan L-TC (éprouvette T-L).

En comparant ces résultats avec ceux obtenus sur les essais de traction, la faible différence entre les valeurs de propagation de fissure au-dessous peut être liée à la faible différence entre les résistances des sens L et T déjà observés sur les essais de traction à température ambiante. Ces résistances sont liées à la résistance de la microstructure au sein des grains. C'est ce qu'il est possible d'observer sur la Figure VII-2a. et b. où pour de faibles valeurs de ΔK des faciès de ruptures similaires peuvent être observés.

Pour les valeurs de ΔK supérieures à $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ dont les faciès de propagation de fissures peuvent être observés sur la Figure VII-2c. et d., une plus forte influence de la texture morphologique des grains peut être observée. La texture morphologique des grains observée sur la Figure VII-2c. et d. est similaire à celle de la Figure III-2b. et c. Il est ainsi possible d'observer des grains allongés dans la direction de laminage dans le plan de propagation L-TC (Figure VII-2d.) avec des zones de ruptures intergranulaires orientées dans cette même direction. Dans le cas d'une propagation de fissure dans le plan TC-TL, il est possible d'observer aux forts ΔK des ruptures intragranulaires plus homogènes en raison du sens de laminage qui se situe suivant le sens de sollicitation ainsi qu'une rupture intragranulaire moins orientée.

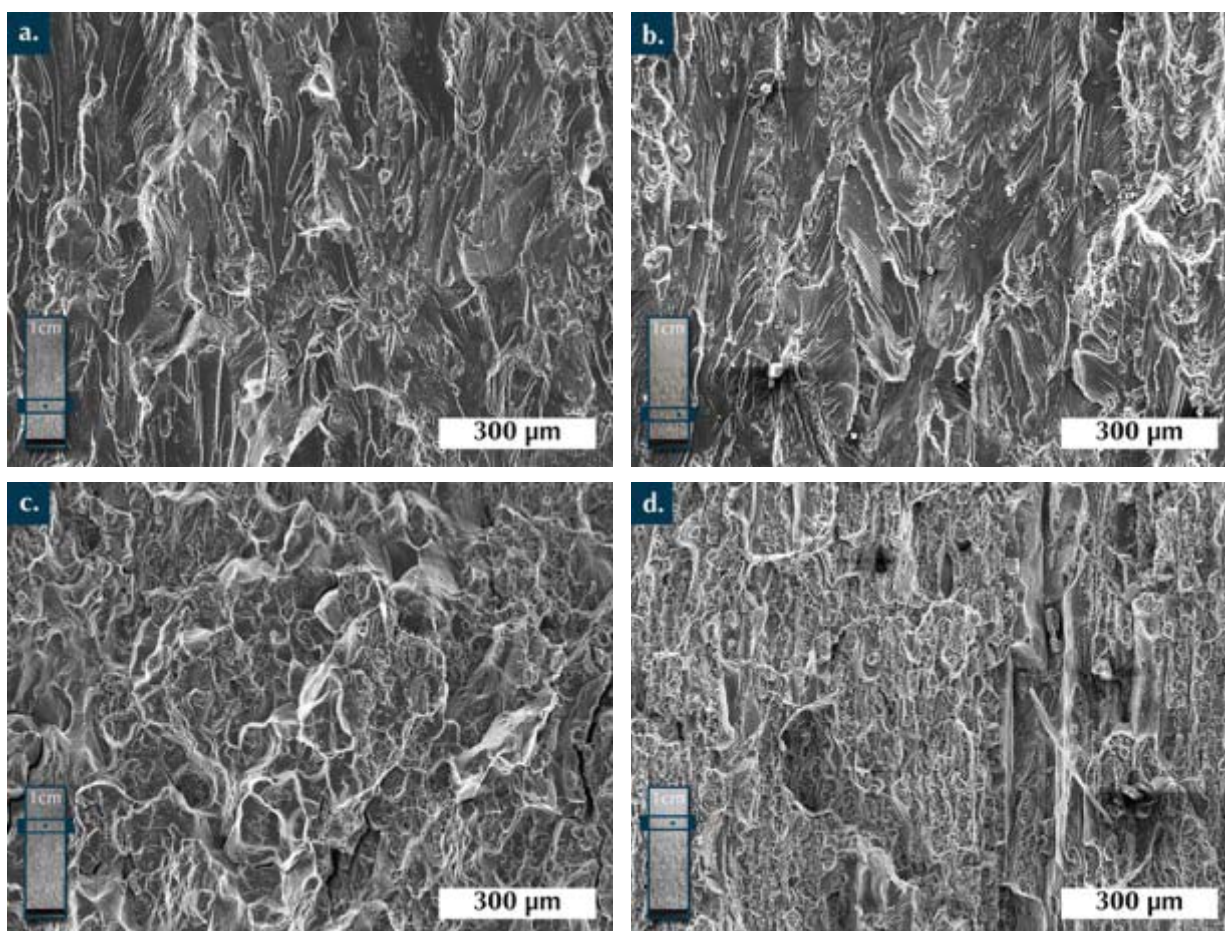


Figure VII-2. Observations MEB des faciès de propagation de fissures de la nuance 2219-T851 aux faibles ΔK (a. et b.) et aux forts ΔK (c. et d.). Observation des plans TC-TL (L-T a. et c.) et dans les plans L-TC (T-L b. et d.) réalisés à température ambiante.

- Propagation de fissure sur la nuance 2050-T84

Le comportement en propagation de fissure du 2050-T84 est très différent de celui du 2219-T851. En effet, même si les vitesses de propagation de fissure sont similaires entre les

éprouvettes T-L et L-T jusqu'à environ $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, elles deviennent radicalement différentes au-delà. Ainsi l'éprouvette T-L présente un comportement similaire à celui du 2219-T851 (et tout particulièrement de celui de l'éprouvette T-L) tandis que l'éprouvette L-T présente un plateau signifiant une apparente stabilisation de la vitesse de propagation jusqu'à de valeur de ΔK proches de $18 - 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Au-delà de $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la vitesse de propagation de fissure augmente avec une pente similaire à celle de l'éprouvette T-L.

Une analyse de l'éprouvette L-T post-mortem montre une propagation hors du plan théorique de fissuration (plan TL-TC). La méthode d'estimation de la vitesse de propagation par compliance repose sur l'hypothèse forte d'une propagation de fissure dans le plan ; la valeur de da/dN correspond donc ici la projection dans le plan théorique de fissuration de la vitesse d'avance réelle et donc la sous-estime à tel point que les données ne peuvent être considérées comme représentatives du comportement du matériau.

Le phénomène de déviation du plan de fissuration a déjà été observé dans la littérature pour le 2050. Lors d'essais réalisés sous vide de forts angles de déviations ont été observés (Richard 2011). Néanmoins, le comportement en fissuration du 2050 n'étant le cœur de cette étude, le sujet n'a pas été traité plus en profondeur.

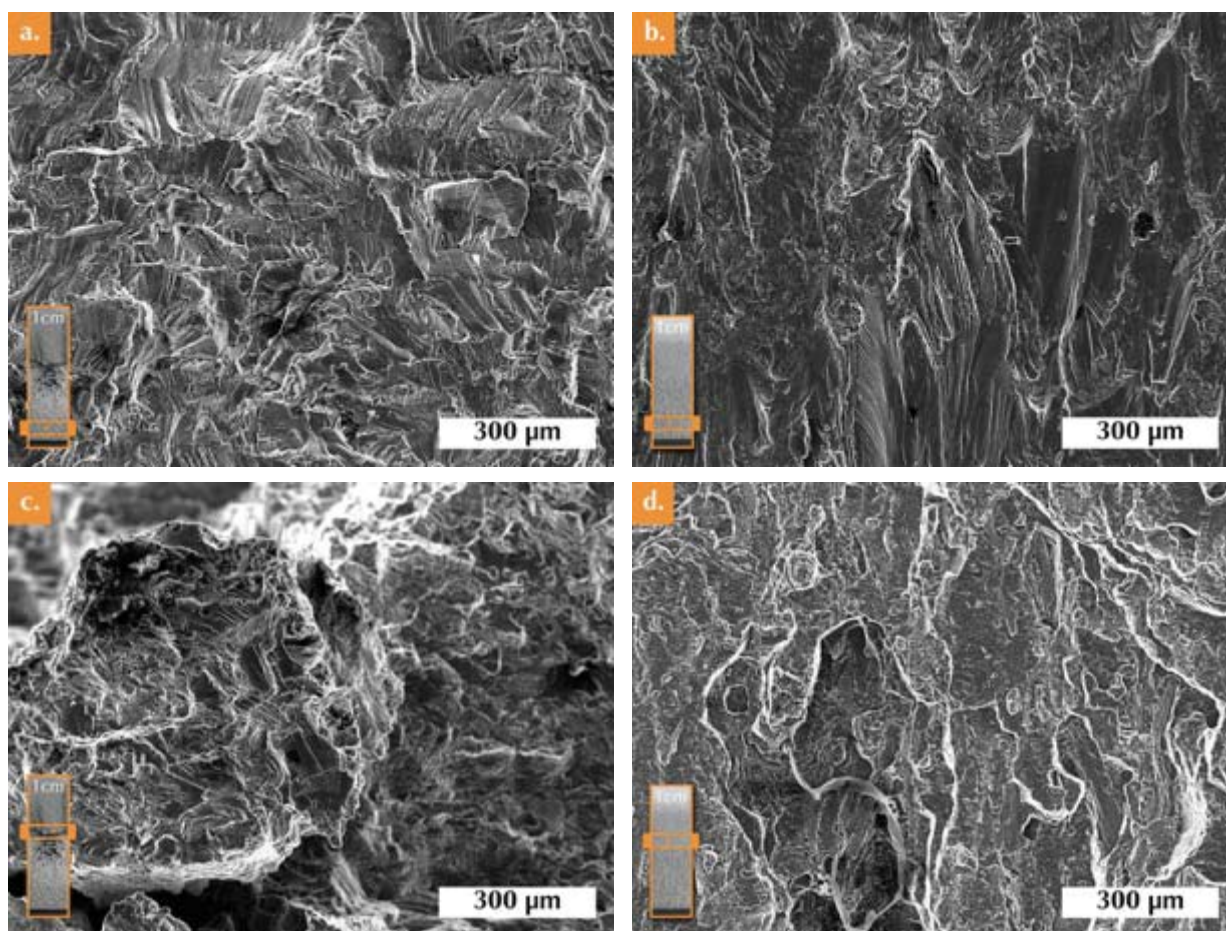


Figure VII-3. Observations MEB des faciès de propagation de fissures de la nuance 2050-T84 aux faibles ΔK (a. et b.) et aux forts ΔK (c. et d.). Observation des plans TC-TL (L-T a. et c.) et dans les plans L-TC (T-L b. et d.) réalisés à température ambiante.

La Figure VII-3 permet d'illustrer la déviation macroscopique du plan de fissuration de l'éprouvette L-T par rapport au plan de fissuration théorique, phénomène non visible sur l'éprouvette T-L.

b. Influence de la température et du vieillissement sur la propagation de fissure du 2219-T851

La Figure VII-4 présente l'influence de la température combinée ou non avec vieillissement de 1000h à 200°C sur les propriétés en propagation de fissure de la nuance 2219-T851.

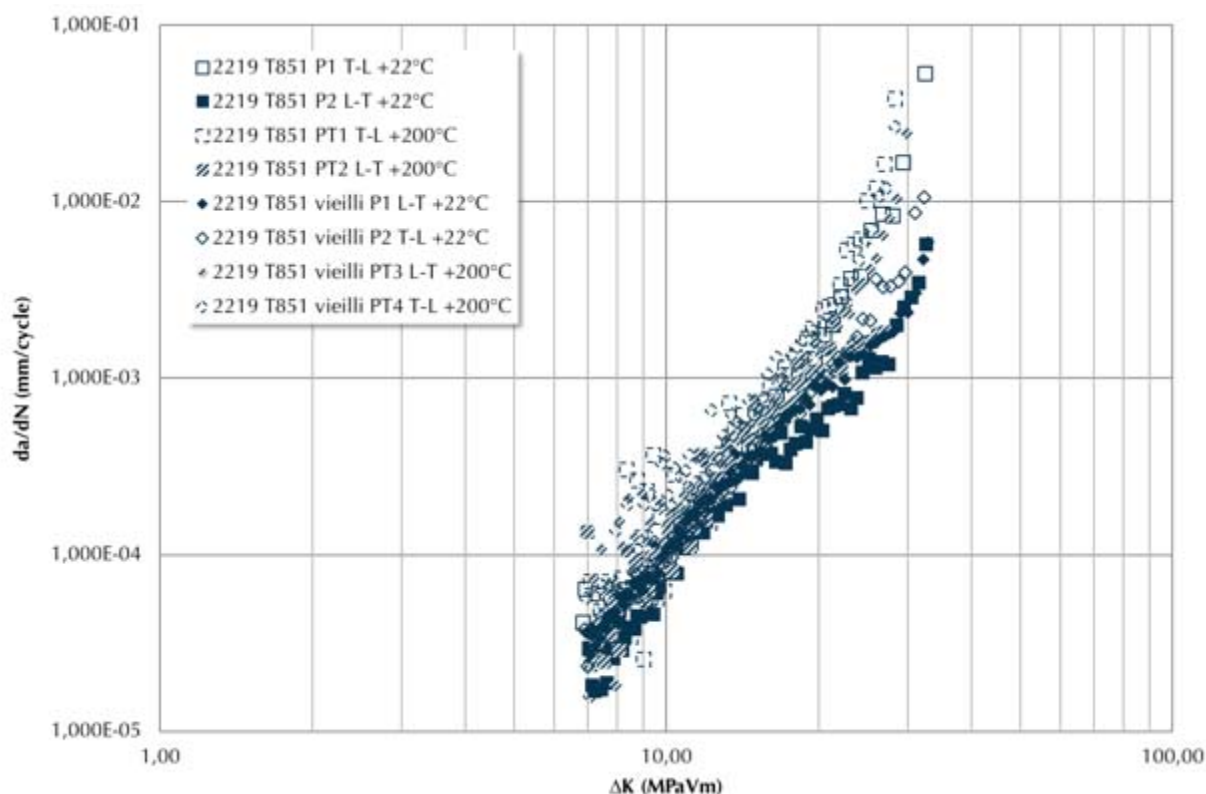


Figure VII-4. Synthèse des essais de propagation de fissure de la nuance 2219 réalisés à réception et après 1000h à 200°C à température ambiante et à 200°C dans les directions L-T et T-L.

Comme mentionné au début de cette annexe, ces essais ont été réalisés à titre indicatifs, l'objectif ici étant d'avoir une idée de l'impact de la température et du vieillissement thermique et d'identifier si les propriétés en fissuration sont affectées dans la même mesure que les propriétés en traction.

Il est clairement visible sur la Figure VII-4 que la résistance à la fissuration du 2219-T851 n'est que peu voire pas affecté :

- par un vieillissement préalable de 1000h à 200°C,
- par la réalisation de l'essai en température que ce soit sur un état T851 ou sur un état T851+1000h à 200°C.

La stabilité de la microstructure du 2219-T851, à l'origine de la stabilité des propriétés en traction de l'alliage semble avoir un effet similaire sur les propriétés en fissuration. La raison de la stabilité du comportement fissuration en température n'a pas été étudiée mais présente un réel avantage d'un point de vue industriel ; tout comme la stabilité au cours d'un vieillissement thermique.

c. Influence de la température et du vieillissement sur la propagation de fissure du 2050-T84

L'essai en température sur l'éprouvette L-T (solicitation selon L et propagation dans le plan TL-TC) de la nuance 2050-T84, tout comme celui effectué à température ambiante présente une déviation du plan de fissuration par rapport au plan de fissuration théorique. Les résultats de ces essais étant par conséquent non exploitables, le parti a été pris de ne pas les représenter sur la Figure VII-5. Cette figure présente l'ensemble des essais exploitables et réalisés sur la nuance 2050 à température ambiante dans les sens L-T et T-L avant et après un vieillissement de 1000h à 200°C.

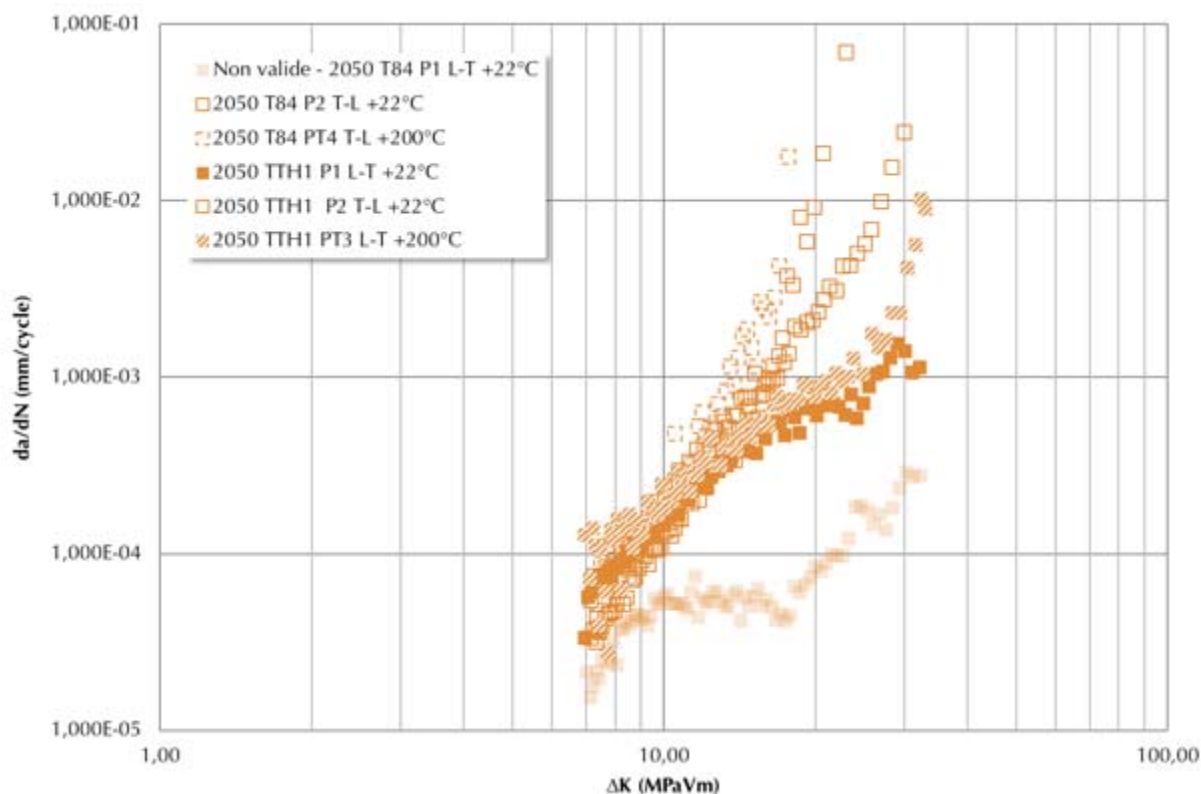


Figure VII-5. Synthèse des essais de propagation de fissure de la nuance 2050 réalisés à réception et après 1000h à 200°C à température ambiante et à 200°C dans les directions L-T et T-L.

En revanche, il est intéressant de noter que les essais de fissuration avec sollicitation selon la direction L et propagation dans le plan TL-TC effectués sur le 2050-T84 après vieillissement thermique n'ont pas présenté cette déviation du plan de fissuration rendant les résultats obtenus exploitables. Il est possible de supposer que les modifications microstructurales observées au cours des 1000h de vieillissement à 200°C soit à l'origine de ce changement et une étude approfondie mériterait d'être entreprise.

Au-delà de cette première remarque, il apparaît que la résistance à la fissuration des éprouvettes L-T soit légèrement supérieure à celle des éprouvettes T-L. Il est possible de supposer que même si la déviation du plan de fissuration soit significativement réduite des phénomènes de bifurcation à une échelle plus faible soient à l'origine de ces résultats.

Enfin, en dépit de différences peu marquées aux faibles ΔK il semblerait que pour des $\Delta K > 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$:

- La résistance à la fissuration soit légèrement réduite lors d'un essai en température,
- La résistance à la fissuration soit légèrement améliorée après vieillissement de 1000h à 200°C.

VII. 2 - 2. Propriétés en fatigue

La Figure VII-6 présente les courbes de Wöhler des nuances 2219-T851 et 2050-T84. Il est possible d'observer que la limite d'endurance est plus importante pour le 2050-T84 mais que la contrainte maximale à 100 000 cycles est plus faible pour cet alliage. Les valeurs de ces essais sont représentées dans le Tableau VII-2.

Ces résultats sont cohérents avec les facteurs d'intensité de contrainte qui sont plus élevés pour le 2050-T84 que pour le 2219-T851 dans le sens L-T. Dans la direction de propagation opposée, le comportement est inversé traduisant l'importance et l'influence du laminage sur les propriétés mécaniques de ces alliages.

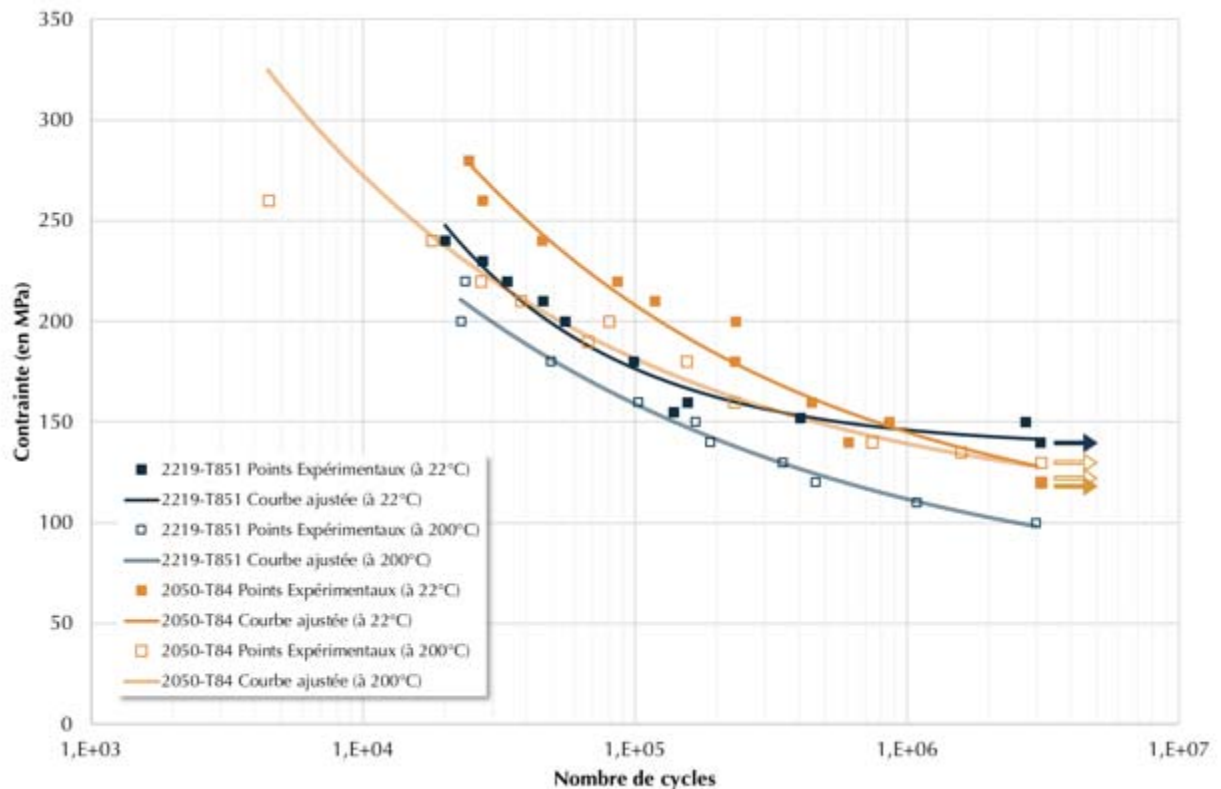


Figure VII-6. Courbes de Wöhler des alliages 2219-T851 et 2050-T84 réalisés à température ambiante et à 200°C sollicités dans le sens de laminage.

Facteur d'intensité de contrainte KIC MPa.m ^{1/2}	Propagation de fissure da/dN mm/cycle								Courbes de Wöhler MPa	
	C				m		R2		LE*	IQF**
	L-T	T-L	L-T	T-L	L-T	T-L	L-T	T-L	L	L
<i>Essais réalisés à température ambiante</i>										
2219-T851	37,8	31,6	1,37.10 ⁻⁷	1,61.10 ⁻⁸	2,81	3,81	0,947	0,981	142	176
2050-T84	41,4	21,4	2,87.10 ⁻⁸	1,49.10 ⁻⁸	3,33	3,93	0,877	0,984	128	208
<i>Essais réalisés à 200°C</i>										
2219-T851	39,1	-	1,07.10 ⁻⁷	8,42.10 ⁻⁹	3,06	4,16	0,922	0,890	98	159
2050-T84	37,0	21,3	-	1,47.10 ⁻⁹	-	5,14	-	0,954	128	182

Tableau VII-2. Récapitulatif des essais réalisés avec une sollicitation cyclique sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. *Limite d'Endurance à 3000000 de cycles et **Contrainte maximale à 100000 cycles.

a. Influence de la température sur le comportement en fatigue

Des courbes de Wöhler, ont été tracées pour les 2 nuances dans les conditions suivantes :

- Matériaux à réception testé à température ambiante,
- Matériau à réception testé à 200°C,
- Matériaux vieilli 1000 h à 200°C testé à température ambiante,
- Matériau à réception vieilli 1000 h à 200°C testé à 200°C.

Les courbes ainsi obtenues sont reportées sur les figures Figure VII-7 et Figure VII-8 respectivement pour le 2219 et pour le 2050.

- Cas du 2219-T851

Les résultats obtenus montrent une diminution de la tenue en fatigue lors d'un essai à 200°C de l'ordre de 40 MPa pour des durée de vie allant jusqu'à 10⁵ cycles. L'impact de la température semble d'autant plus marqué (80 MPa) lorsque sont considérées des durées de vie plus longues (et donc des contraintes appliquées plus faibles).

A contrario l'impact du vieillissement de 1000h et de 3000h à 200°C semble visible uniquement pour les essais correspondant à des durées de vie inférieure à 10⁵ cycles, au-delà, l'impact d'un vieillissement n'apparaît pas sur ces essais. L'impact du vieillissement de 5000h est visible pour des durées de vie inférieures à 5.10⁵ cycles.

Ainsi, l'impact d'un vieillissement de 1000h à 200°C, ne semble pas plus affecter les propriétés en fatigue que les propriétés en fissuration ou en traction, démontrant encore une fois le fort potentiel de cet alliage pour des applications en température. Cet alliage présentant également des propriétés en fatigue intéressantes après 5000h de vieillissement.

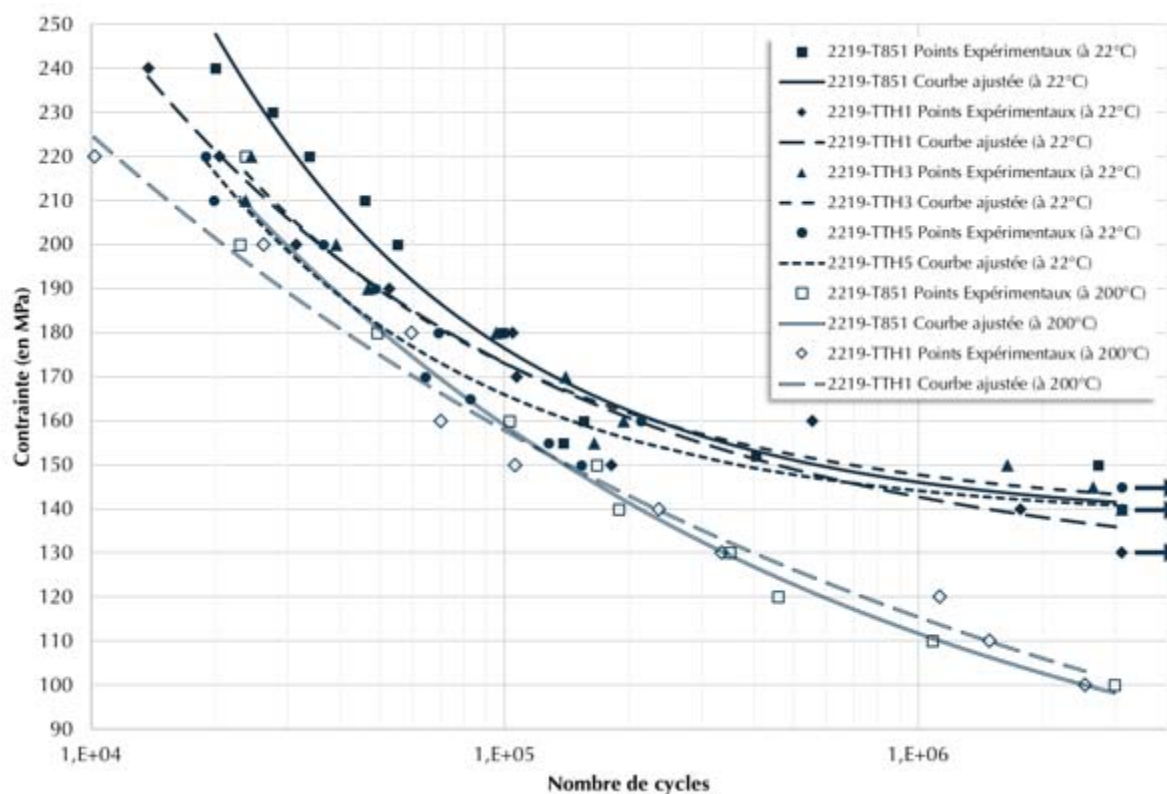


Figure VII-7. Synthèse de l'ensemble des essais de fatigue réalisés pour l'obtention des courbes de Wöhler de la nuance 2219. Essais réalisés à température ambiante et à 200°C sur la nuance à réception et après à 1000h à 200°C et après 3000h et 5000h de vieillissement à température ambiante uniquement.

- Cas du 2050-T84

Pour ce qui concerne le 2050-T84, l'impact de la température de l'essai est notable à forte contrainte / faible nombre de cycle avec une différence d'environ 90 MPa pour des durées de vie de l'ordre de 30000 cycles. Pour les faibles contraintes / longues durées de vie, l'impact de la température de l'essai est négligeable.

L'impact du vieillissement thermique de 1000h à 200°C est particulièrement marqué sur cet alliage. En effet, il est possible de remarquer que la durée de vie pour une contrainte donnée chute d'un ordre de grandeur après le vieillissement. Un abattement est aussi visible sur les propriétés en fatigue après 3000h de vieillissement. Cet abattement est probablement à mettre en lien avec la chute des propriétés en traction mesurées.

Ici encore comme pour les autres caractérisations effectuées sur cet alliage, les tendances observées sur les propriétés en traction se confirment :

- Un faible impact de l'application ponctuelle d'une température de 200°C,
- Une forte diminution des propriétés à température ambiante ou à chaud lorsque le matériau a été soumis à un vieillissement préalable de 1000h à 200°C,
- Des propriétés en fatigue stables entre 3000h et 5000h de vieillissement à 200°C.

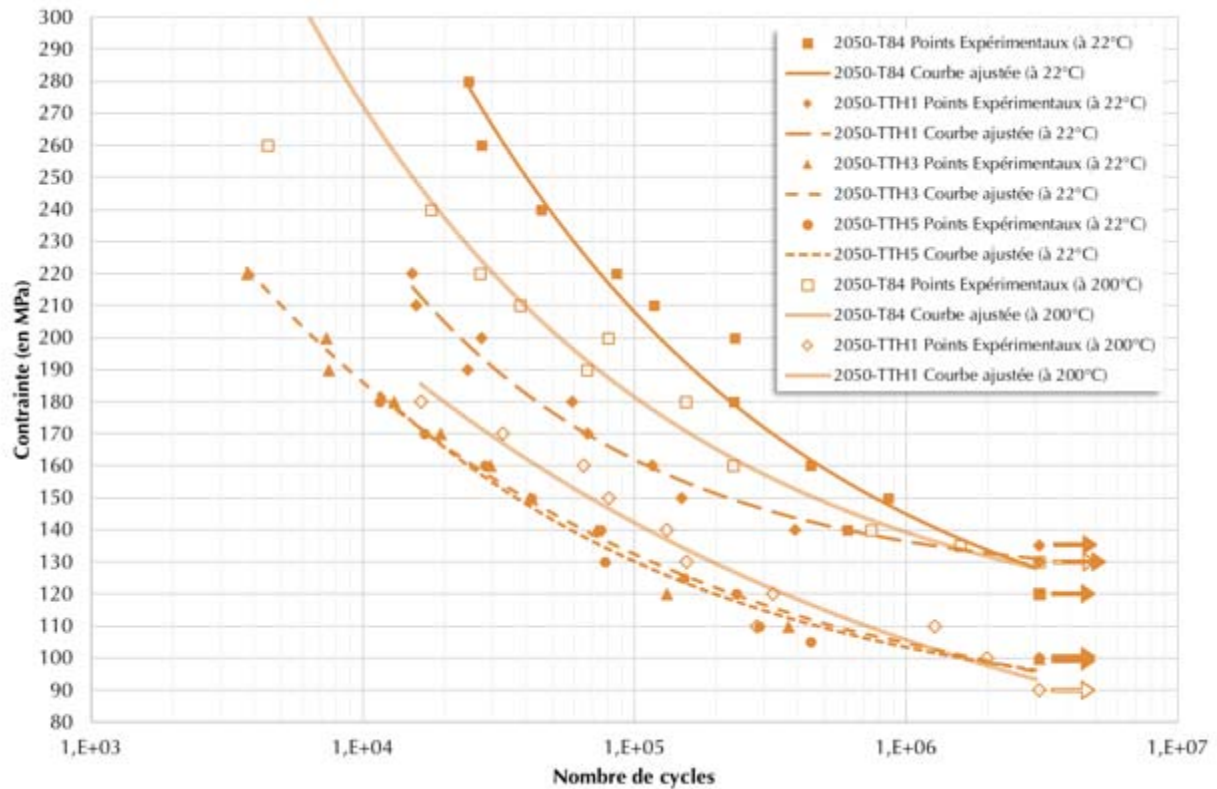


Figure VII-8. Synthèse de l'ensemble des essais de fatigue réalisés pour l'obtention des courbes de Wöhler de la nuance 2050. Essais réalisés à température ambiante et à 200°C sur la nuance à réception et après à 1000h à 200°C et après 3000h et 5000h de vieillissement à température ambiante uniquement.

Il pourra être intéressant par la suite d'analyser précisément comment les modifications microstructurales observées et mises en évidence dans ces travaux modifient les mécanismes de déformations et de fissuration lors de sollicitations de type cycliques que ce soit pour le 2219-T851 ou le 2050-T84.

Bibliographie

- Abis, S., R. Caciuffo, F. Carsughi, R. Coppola, M. Magnani, F. Rustichelli, and M. Stefanon. 1990. "Late Stages of δ' Precipitation in an Al-Li Alloy by Small-Angle Neutron Scattering." *Physical Review B* 42 (4): 2275–81. doi:10.1103/PhysRevB.42.2275.
- Alexopoulos, Nikolaos D. 2009. "On the Corrosion-Induced Mechanical Degradation for Different Artificial Aging Conditions of 2024 Aluminum Alloy." *Materials Science and Engineering A* 520 (1–2): 40–48. doi:10.1016/j.msea.2009.05.023.
- Alexopoulos, Nikolaos D., Zaneta Velonaki, Constantinos I. Stergiou, and Stavros K. Kourkoulis. 2016. "The Effect of Artificial Ageing Heat Treatments on the Corrosion-Induced Hydrogen Embrittlement of 2024 (Al-Cu) Aluminium Alloy." *Corrosion Science* 102. Elsevier Ltd: 413–24. doi:10.1016/j.corsci.2015.10.034.
- ALMET. 2012a. "Désignation Des Alliages d'aluminium." *Informations Techniques Aluminium*. <http://www.almet-metal.com/informations-techniques/donnees-aluminium>.
- . 2012b. "Désignation Des États Métallurgiques." *Informations Techniques Aluminium*. <http://www.almet-metal.com/informations-techniques/donnees-aluminium>.
- . 2012c. "Role Des Éléments d'addition." *Informations Techniques Aluminium*. <http://www.almet-metal.com/informations-techniques/donnees-aluminium>.
- Ambriz, Ricardo Rafael, and David Jaramillo. 2014. "Mechanical Behavior of Precipitation Hardened Aluminum Alloys Welds." In *Light Metal Alloys Applications*, 35–59. InTech. doi:10.5772/58418.
- An, Li Hui, Yang Cai, Wei Liu, Shi Jian Yuan, Shi Qiang Zhu, and Fan Cheng Meng. 2012. "Effect of Pre-Deformation on Microstructure and Mechanical Properties of 2219 Aluminum Alloy Sheet by Thermomechanical Treatment." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)* 22 (SUPPL.2). The Nonferrous Metals Society of China: s370–75. doi:10.1016/S1003-6326(12)61733-6.
- Bai, Song, Hongshuang Di, and Zhiyi Liu. 2016. "Dislocation Interaction with Ω Phase in Crept Al-Cu-Mg-Ag Alloys." *Materials Science and Engineering: A* 651 (January). Elsevier: 399–405. doi:10.1016/j.msea.2015.10.031.
- Bakavos, D., P. B. Prangnell, B. Bes, and F. Eberl. 2008. "The Effect of Silver on Microstructural Evolution in Two 2xxx Series Al-Alloys with a High Cu:Mg Ratio during Ageing to a T8 Temper." *Materials Science and Engineering A* 491 (1–2): 214–23. doi:10.1016/j.msea.2008.03.014.
- Balducci, E, L. Ceschini, S. Messieri, S. Wenner, and R. Holmestad. 2017. "Effects of Overaging on Microstructure and Tensile Properties of the 2055 Al-Cu-Li-Ag Alloy." *Materials Science & Engineering A* 707 (June). Elsevier B.V.: 221–31. doi:10.1016/j.msea.2017.09.051.
- Bassani, Paola, E. Gariboldi, and D. Ripamonti. 2008. "Thermal Analysis of Al-Cu-Mg-Si Alloy with Ag/Zr Additions." *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 91 (1): 29–35. doi:10.1007/s10973-007-8376-1.
- Bourgeois, Laure, Christian Dwyer, Matthew Weyland, Jian-Feng Nie, and Barrington C. Muddle. 2011. "Structure and Energetics of the Coherent Interface between the θ' Precipitate Phase and Aluminium in Al-Cu." *Acta Materialia* 59 (18). Acta Materialia Inc.: 7043–50. doi:10.1016/j.actamat.2011.07.059.
- Boyd, J.D., and R.B. Nicholson. 1971. "The Coarsening Behaviour of θ " and θ' Precipitates in Two Al-Cu Alloys." *Acta Metallurgica* 19 (12): 1379–91. doi:10.1016/0001-6160(71)90076-9.
- Ceschini, Lorella, Alessandro Morri, Andrea Morri, and Marisa Di Sabatino. 2015. "Effect of Thermal Exposure on the Residual Hardness and Tensile Properties of the EN AW-2618A Piston Alloy." *Materials Science and Engineering: A* 639 (0). Elsevier: 288–97. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.080.
- Chen, Jiqiang, Zhiguo Chen, Xiaobin Guo, and Yunlai Deng. 2016. "Changing Distribution and Geometry of S' in Al-Cu-Mg Single Crystals during Stress Aging by Controlling the Loading Orientation." *Materials Science and Engineering: A* 650 (January). Elsevier: 154–60. doi:10.1016/j.msea.2015.09.120.
- Clark, B.G., I.M. Robertson, L.M. Dougherty, D.C. Ahn, and P. Sofronis. 2005. "High-Temperature Dislocation-Precipitate Interactions in Al Alloys: An in Situ Transmission Electron Microscopy

- Deformation Study." *Journal of Materials Research* 20 (07): 1792–1801. doi:10.1557/JMR.2005.0224.
- Colombié, Michel. 2008. *Matériaux Métalliques - 2ème Édition*. Edited by Dunod.
- Contrepois, Quentin. 2010. "Texture et Anisotropie Du Comportement Mécanique à Chaud d'un Alliage Léger Aluminium Cuivre Lithium (2050) Pour l'aéronautique."
- Da Costa Teixeira, J., L. Bourgeois, C. W. Sinclair, and C. R. Hutchinson. 2009. "The Effect of Shear-Resistant, Plate-Shaped Precipitates on the Work Hardening of Al Alloys: Towards a Prediction of the Strength-Elongation Correlation." *Acta Materialia* 57 (20). Acta Materialia Inc.: 6075–89. doi:10.1016/j.actamat.2009.08.034.
- Daniélou, A., J.P. Ronxin, C. Nardin, and J.C. Ehrström. 2012. "Fatigue Resistance of Al-Cu-Li and Comparison with 7xxx Aerospace Alloys." In *ICAA13: 13th International Conference on Aluminum Alloys*, 511–16. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc. doi:10.1002/9781118495292.ch74.
- Davydov, V. G., L. B. Ber, E. Ya Kaputkin, V. I. Komov, O. G. Ukolova, and E. A. Lukina. 2000. "TTP and TTT Diagrams for Quench Sensitivity and Ageing of 1424 Alloy." *Materials Science and Engineering A* 280 (1): 76–82. doi:10.1016/S0921-5093(99)00659-0.
- Decreus, Benjamin. 2010. "Etude de La Precipitation Dans Les Alliages Al-Li-Cu de Troisième Generation – Relations Entre Microstructures et Propriétés Mécaniques."
- Deschamps, A., B. Decreus, F. De Geuser, T. Dorin, and M. Weyland. 2013. "The Influence of Precipitation on Plastic Deformation of Al-Cu-Li Alloys." *Acta Materialia* 61 (11). Acta Materialia Inc.: 4010–21. doi:10.1016/j.actamat.2013.03.015.
- Deschamps, A., M. Garcia, J. Chevy, B. Davo, and F. De Geuser. 2017. "Influence of Mg and Li Content on the Microstructure Evolution of Al Cu Li Alloys during Long-Term Ageing." *Acta Materialia* 122 (January): 32–46. doi:10.1016/j.actamat.2016.09.036.
- Deschamps, A., C. Sigli, T. Mourey, F. De Geuser, W. Lefebvre, and B. Davo. 2012. "Experimental and Modelling Assessment of Precipitation Kinetics in an Al-Li-Mg Alloy." *Acta Materialia* 60 (5). Acta Materialia Inc.: 1917–28. doi:10.1016/j.actamat.2012.01.010.
- Develay, Roger. 1992. "Aluminium et Alliages d'aluminium Corroyés : Propriétés Métalliques Aluminium et Alliages d'aluminium Corroyés : Propriétés Métalliques." *Techniques de l'Ingenieur* 33 (0).
- Donnadieu, P., Y. Shao, F. De Geuser, G.A. Botton, S. Lazar, M. Cheynet, M. de Boissieu, and A. Deschamps. 2011. "Atomic Structure of T1 Precipitates in Al–Li–Cu Alloys Revisited with HAADF-STEM Imaging and Small-Angle X-Ray Scattering." *Acta Materialia* 59 (2). Acta Materialia Inc.: 462–72. doi:10.1016/j.actamat.2010.09.044.
- Dorin, Thomas, Frédéric De Geuser, Williams Lefebvre, Christophe Sigli, and Alexis Deschamps. 2014. "Strengthening Mechanisms of T1 Precipitates and Their Influence on the Plasticity of an Al-Cu-Li Alloy." *Materials Science and Engineering A* 605. Elsevier: 119–26. doi:10.1016/j.msea.2014.03.024.
- Dorin, Thomas, Alexis Deschamps, Frédéric De Geuser, Williams Lefebvre, and Christophe Sigli. 2014. "Quantitative Description of the T-1 Formation Kinetics in an Al-Cu-Li Alloy Using Differential Scanning Calorimetry, Small-Angle X-Ray Scattering and Transmission Electron Microscopy." *Philosophical Magazine* 94 (10): 1012–30. doi:10.1080/14786435.2013.878047.
- Douin, J., P. Donnadieu, T. Epicier, G. F. Dirras, A. Proult, and J. F. Silvain. 2001. "Stress Field around Precipitates: Direct Measurement and Relation with the Behavior of Dislocations." *Materials Science and Engineering A* 319–321 (2001): 270–73. doi:10.1016/S0921-5093(01)01103-0.
- Douin, J., P. Donnadieu, and F. Houdellier. 2010. "Elastic Strain around Needle-Shaped Particles Embedded in Al Matrix." *Acta Materialia* 58 (17). Acta Materialia Inc.: 5782–88. doi:10.1016/j.actamat.2010.06.053.
- Drezet, J.-M., A. Evans, and T. Pirling. 2011. "Contraintes Résiduelles Dans Les Billettes d'Aluminium : Mesures Par Diffraction de Neutrons et Simulation Thermomécanique." In *20e Congrès Français de Mécanique*. Besançon.
- Drezet, J.-M., and Th. Pirling. 2014. "Influence of a Wiper on Residual Stresses in AA7050 Rolling Plate Ingots." *Journal of Materials Processing Technology* 214 (7). Elsevier B.V.: 1372–78. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.02.011.
- Du, Z. W., G. J. Wang, X. L. Han, Z. H. Li, B. H. Zhu, X. Fu, Y. A. Zhang, and B. Q. Xiong. 2012.

- "Microstructural Evolution after Creep in Aluminum Alloy 2618." *Journal of Materials Science* 47 (6): 2541–47. doi:10.1007/s10853-011-6077-4.
- Dubost, Bruno, and Pierre Sainfort. 1991. "Durcissement Par Précipitation Des Alliages d'aluminium." *Techniques de l'ingénieur*.
- Dutta, I., C P Harper, and G Dutta. 1994. "Role of Al₂O₃ Particulate Reinforcements on Precipitation in 2014 Al-Matrix Composites." *Metallurgical and Materials Transactions A* 25 (8): 1591–1602. doi:10.1007/BF02668525.
- Dwyer, C., M. Weyland, L. Y. Chang, and B. C. Muddle. 2011. "Combined Electron Beam Imaging and Ab Initio Modeling of T1 Precipitates in Al–Li–Cu Alloys." *Applied Physics Letters* 98 (20): 201909. doi:10.1063/1.3590171.
- Elgallad, E.M., P. Shen, Z. Zhang, and X.-G. Chen. 2014. "Effects of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of AA2618 DC Cast Alloy." *Materials & Design* 61 (6): 133–40. doi:10.1016/j.matdes.2014.04.045.
- Eskin, D G. 2003. "Decomposition of Supersaturated Solid Solutions in Al – Cu – Mg – Si Alloys" 8: 279–90.
- Foreman, A J E, and M J Makin. 1967. "Dislocation Movement through Random Arrays of Obstacles." *Canadian Journal of Physics* 45 (June 1967): 511–17. doi:10.1139/p67-044.
- Gao, N., L. Davin, S. Wang, A. Cerezo, and M. J. Starink. 2002. "Precipitation in Stretched Al-Cu-Mg Alloys with Reduced Alloying Content Studied by DSC, TEM and Atom Probe." *Materials Science Forum* 396–402 (2): 923–28. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.923.
- Gao, Z., J.Z. Liu, J.H. Chen, S.Y. Duan, Z.R. Liu, W.Q. Ming, and C.L. Wu. 2015. "Formation Mechanism of Precipitate T1 in AlCuLi Alloys." *Journal of Alloys and Compounds* 624 (March): 22–26. doi:10.1016/j.jallcom.2014.10.208.
- Garg, A, Y.C. Chang, and J.M. Howe. 1990. "Precipitation of the Ω Phase in an Al-4.0Cu-0.5Mg Alloy." *Scripta Metallurgica et Materialia* 24 (4): 677–80. doi:10.1016/0956-716X(90)90222-3.
- Gerold, V., H.-J. Gudladt, and J. Lendvai. 1992. "Microstructure and Deformation Behaviour of Age Hardenable Al-Li Single Crystals." *Physica Status Solidi (A)* 131 (2): 509–22. doi:10.1002/pssa.2211310224.
- Gladman, T. 1999. "Precipitation Hardening in Metals." *Materials Science and Technology* 15 (1): 30–36. doi:10.1179/026708399773002782.
- Grin, Yuri, Frank R. Wagner, Marc Armbrüster, Miroslav Kohout, Andreas Leithe-Jasper, Ulrich Schwarz, Ulrich Wedig, and Hans Georg von Schnering. 2006. "CuAl₂ Revisited: Composition, Crystal Structure, Chemical Bonding, Compressibility and Raman Spectroscopy." *Journal of Solid State Chemistry* 179 (6): 1707–19. doi:10.1016/j.jssc.2006.03.006.
- Guerin, Mathilde. 2014. "Comportement En Corrosion d'un Alliage d'aluminium-Cuivre-Lithium AW2050 : Couplage Environnement, Microstructure, et État de Contrainte Du Matériau."
- Guinier, André. 1938. "Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys." *Nature* 142 (3595): 569–70. doi:10.1038/142569b0.
- Gumbmann, Eva, Frédéric De Geuser, Christophe Sigli, and Alexis Deschamps. 2017. "Influence of Mg, Ag and Zn Minor Solute Additions on the Precipitation Kinetics and Strengthening of an Al-Cu-Li Alloy." *Acta Materialia* 133: 172–85. doi:10.1016/j.actamat.2017.05.029.
- Gupta, R. K., R. Panda, A. K. Mukhopadhyay, V. Anil Kumar, P. Sankaravelayutham, and Koshy M. George. 2015. "Study of Aluminum Alloy AA2219 After Heat Treatment." *Metal Science and Heat Treatment* 57 (5–6): 350–53. doi:10.1007/s11041-015-9888-0.
- Hafley, Robert A., Marcia S. Domack, Stephen J. Hales, and Ravi N. Shenoy. 2011. "Evaluation of Aluminum Alloy 2050-T84 Microstructure and Mechanical Properties as Ambient and Cryogenic Temperatures." *National Aeronautics and Space Administration*, 23681–2199.
- Han, Jian, Zhixiong Zhu, Huijun Li, and Chong Gao. 2016. "Microstructural Evolution, Mechanical Property and Thermal Stability of Al–Li 2198-T8 Alloy Processed by High Pressure Torsion." *Materials Science and Engineering: A* 651 (January). Elsevier: 435–41. doi:10.1016/j.msea.2015.10.112.
- Hardouin Duparc, Olivier. 2005. "Alfred Wilm et Les Débuts Du Duralumin.Pdf."

- Härtel, M., S Wagner, P. Frint, and M. F.X. Wagner. 2014. "Effects of Particle Reinforcement and ECAP on the Precipitation Kinetics of an Al-Cu Alloy." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 63 (1): 012080. doi:10.1088/1757-899X/63/1/012080.
- He, Hailin, Youping Yi, Shiquan Huang, and Yuxun Zhang. 2018. "Effects of Cold Predeformation on Dissolution of Second-Phase Al₂Cu Particles during Solution Treatment of 2219 Al-Cu Alloy Forgings." *Materials Characterization* 135 (July 2017). Elsevier: 18–24. doi:10.1016/j.matchar.2017.10.026.
- Howe, J.M., J. Lee, and a.K. Vasudevan. 1988. "Structure and Deformation Behavior of T1 Precipitate Plates in an Al- 2Li-1Cu Alloy." *Metallurgical Transactions A* 19 (12): 2911–20.
- Huang, J. C., and A. J. Ardell. 1988. "Addition Rules and the Contribution of δ' Precipitates to Strengthening of Aged AlLiCu Alloys." *Acta Metallurgica* 36 (11): 2995–3006. doi:10.1016/0001-6160(88)90182-4.
- Hull, D, and D J Bacon. 2011. *Introduction of Dislocations*. Edited by Butterworth-Heinemann. 5th ed. Elsevier Ltd. <http://ebooks.cambridge.org/ref/id/CBO9781107415324A009>.
- Hýtch, M. J., E. Snoeck, and R. Kilaas. 1998. "Quantitative Measurement of Displacement and Strain Fields from HREM Micrographs." *Ultramicroscopy* 74 (3): 131–46. doi:10.1016/S0304-3991(98)00035-7.
- Kamp, N., N. Gao, M. J. Starink, and I. Sinclair. 2007. "Influence of Grain Structure and Slip Planarity on Fatigue Crack Growth in Low Alloying Artificially Aged 2xxx Aluminium Alloys." *International Journal of Fatigue* 29 (5): 869–78. doi:10.1016/j.ijfatigue.2006.08.005.
- Kang, Sung Jin, Jian-Min Zuo, Heung Nam Han, and Miyoun Kim. 2018. "Ab Initio Study of Growth Mechanism of Omega Precipitates in Al-Cu-Mg-Ag Alloy and Similar Systems." *Journal of Alloys and Compounds* 737 (March). Elsevier B.V: 207–12. doi:10.1016/j.jallcom.2017.12.010.
- Knowles, K. M., and W. M. Stobbs. 1988. "The Structure of {111} Age-Hardening Precipitates in Al-Cu-Mg-Ag Alloys." *Acta Crystallographica Section B Structural Science* 44 (3): 207–27. doi:10.1107/S0108768187012308.
- Kovarik, L., S.A. Court, H.L. Fraser, and M.J. Mills. 2008. "GPB Zones and Composite GPB/GPBII Zones in Al-Cu-Mg Alloys." *Acta Materialia* 56 (17): 4804–15. doi:10.1016/j.actamat.2008.05.042.
- Kovarik, L., and M.J. Mills. 2011. "Structural Relationship between One-Dimensional Crystals of Guinier-Preston-Bagaryatsky Zones in Al-Cu-Mg Alloys." *Scripta Materialia* 64 (11): 999–1002. doi:10.1016/j.scriptamat.2011.01.033.
- Lagneborg, R. 1973. "Bypassing of Dislocations Past Particles by a Climb Mechanism." *Scripta Metallurgica* 7 (6): 605–13. doi:10.1016/0036-9748(73)90222-6.
- Larignon, Céline. 2011. "Mécanismes d'endommagement Par Corrosion et Vieillessement Microstructural d'éléments de Structure d'aéronef En Alliage D'aluminium 2024-T351."
- Le Fournier, M., J. Douin, C. Gatel, F. Pettinari-Sturm, and P. Donnadieu. 2012. "Mesures et Modélisations Des Déformations Élastiques Autour de Nanoprécipités." *Revue de Métallurgie* 109 (6): 409–14. doi:10.1051/metal/2012004.
- Le Fournier, Marion. 2012. "Etude d'un Alliage d'aluminium Pour l'aéronautique Par Les Techniques Avancée de Microscopie Électronique En Transmission."
- Lequeu, Ph, K. P. Smith, and A. Daniélou. 2010. "Aluminum-Copper-Lithium Alloy 2050 Developed for Medium to Thick Plate." *Journal of Materials Engineering and Performance* 19 (6): 841–47. doi:10.1007/s11665-009-9554-z.
- Li, B. Q., and F. E. Wawner. 1998. "Dislocation Interaction with Semicoherent Precipitates (Ω Phase) in Deformed Al-Cu-Mg-Ag Alloy." *Acta Materialia* 46 (15): 5483–90. doi:10.1016/S1359-6454(98)00188-8.
- Li, Fudong, Zhiyi Liu, Wenting Wu, Peng Xia, Puyou Ying, Qi Zhao, Junlin Li, Song Bai, and Chengwu Ye. 2016. "On the Role of Texture in Governing Fatigue Crack Propagation Behavior of 2524 Aluminum Alloy." *Materials Science and Engineering: A* 669. Elsevier: 367–78. doi:10.1016/j.msea.2016.05.091.
- Li, Siyu, Jin Zhang, Jinlong Yang, Yunlai Deng, and Xinming Zhang. 2014. "Influence of Mg Contents on Aging Precipitation Behavior of Al-3.5Cu-XMg Alloy." *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)* 27 (1): 107–14. doi:10.1007/s40195-014-0033-7.
- Liu, Chunhui, Sairam K. Malladi, Qiang Xu, Jianghua Chen, Frans D. Tichelaar, Xiaodong Zhuge, and Henny

- W. Zandbergen. 2017. "In-Situ STEM Imaging of Growth and Phase Change of Individual CuAlX Precipitates in Al Alloy." *Scientific Reports* 7 (1). Springer US: 2184. doi:10.1038/s41598-017-02081-9.
- Liu, Z. R., J. H. Chen, S. B. Wang, D. W. Yuan, M. J. Yin, and C. L. Wu. 2011. "The Structure and the Properties of S-Phase in AlCuMg Alloys." *Acta Materialia* 59 (19): 7396–7405. doi:10.1016/j.actamat.2011.08.009.
- Majimel, J., G. Molénat, M.J Casanove, D. Schuster, A. Denquin, and G. Lapasset. 2002. "Investigation of the Evolution of Hardening Precipitates during Thermal Exposure or Creep of a 2650 Aluminium Alloy." *Scripta Materialia* 46 (2): 113–19. doi:10.1016/S1359-6462(01)01200-3.
- MatWeb, Material Property Data. 2000. "Aluminum 2219-T851." <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=7ab8f01622894d1d93797dc899f621fa>.
- Meetsma, A., J. L. De Boer, and S. Van Smaalen. 1989. "Refinement of the Crystal Structure of Tetragonal Al₂Cu." *Journal of Solid State Chemistry* 83 (2): 370–72. doi:10.1016/0022-4596(89)90188-6.
- Mondolfo, L.F. 1976. *Structure and Properties. Aluminum Alloys*. Elsevier. doi:10.1016/B978-0-408-70932-3.50008-5.
- Morris, W. L. 1979. "Microcrack Closure Phenomena for Al 2219-T851." *Metallurgical Transactions A* 10 (1): 5–11. doi:10.1007/BF02686400.
- Muddle, B.C, and I.J Polmear. 1989. "The Precipitate Ω Phase in Al-Cu-Mg-Ag Alloys." *Acta Metallurgica* 37 (3): 777–89. doi:10.1016/0001-6160(89)90005-9.
- Nie, J. F., and B. C. Muddle. 2000. "Comments on the 'Dislocation Interaction with Semicoherent Precipitates (Ω Phase) in Deformed Al-Cu-Mg-Ag Alloy'." *Scripta Materialia* 42 (4): 409–13. doi:10.1016/S1359-6462(99)00345-0.
- . 2001. "On the Form of the Age-Hardening Response in High Strength Aluminium Alloys." *Materials Science and Engineering A* 319–321: 448–51. doi:10.1016/S0921-5093(01)01054-1.
- . 2008. "Strengthening of an Al-Cu-Sn Alloy by Deformation-Resistant Precipitate Plates." *Acta Materialia* 56 (14): 3490–3501. doi:10.1016/j.actamat.2008.03.028.
- Noble, B., and G. E. Thompson. 1972. "T 1 (Al 2 CuLi) Precipitation in Aluminium–Copper–Lithium Alloys." *Metal Science Journal* 6 (1): 167–74. doi:10.1179/030634572790445975.
- Noble, B. 1968. "Theta-Prime Precipitation in Aluminium-Copper-Cadmium Alloys." *Acta Metallurgica* 16 (3): 393–401. doi:10.1016/0001-6160(68)90026-6.
- Novelo-Peralta, O., I.A. Figueroa, G. Lara-Rodríguez, and G. González. 2011. "New Evidence on the Nature of the Metastable S'-Phase on Al–Cu–Mg Alloys." *Materials Chemistry and Physics* 130 (1–2). Elsevier B.V.: 431–36. doi:10.1016/j.matchemphys.2011.07.004.
- Nový, F., M. Janeček, and R. Král. 2009. "Microstructure Changes in a 2618 Aluminium Alloy during Ageing and Creep." *Journal of Alloys and Compounds* 487 (1–2): 146–51. doi:10.1016/j.jallcom.2009.08.014.
- Oguocha, I.N.a., and S. Yannacopoulos. 1997. "Precipitation and Dissolution Kinetics in Al–Cu–Mg–Fe–Ni Alloy 2618 and Al–Alumina Particle Metal Matrix Composite." *Materials Science and Engineering: A* 231 (1–2): 25–33. doi:10.1016/S0921-5093(97)00065-8.
- Pletcher, B.A., K.G. Wang, and M.E. Glicksman. 2012. "Experimental, Computational and Theoretical Studies of δ' Phase Coarsening in Al–Li Alloys." *Acta Materialia* 60 (16). Acta Materialia Inc.: 5803–17. doi:10.1016/j.actamat.2012.07.021.
- Preston, G. D. 1938. "Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys." *Nature* 142 (3595): 570–570. doi:10.1038/142570a0.
- Radmilovic, V., R. Kilaas, U. Dahmen, and G. J. Shiflet. 1999. "Structure and Morphology of S-Phase Precipitates in Aluminum." *Acta Materialia* 47 (15): 3987–97. doi:10.1016/S1359-6454(99)00259-1.
- Ratchev, P, B Verlinden, P De Smet, and P. Van Houtte. 1998. "Precipitation Hardening of AnAl–4.2wt% Mg–0.6wt% Cu Alloy." *Acta Materialia* 46 (10): 3523–33. doi:10.1016/S1359-6454(98)00033-0.
- Raviprasad, K., C. R. Hutchinson, T. Sakurai, and S. P. Ringer. 2003. "Precipitation Processes in an Al-2.5Cu-1.5Mg (Wt. %) Alloy Microalloyed with Ag and Si." *Acta Materialia* 51 (17): 5037–50. doi:10.1016/S1359-6454(03)00351-3.
- Reich, L, M Murayama, and K Hono. 1998. "Evolution of Ω Phase in an Al–Cu–Mg–Ag Alloy—a Three-

- Dimensional Atom Probe Study." *Acta Materialia* 46 (17): 6053–62. doi:10.1016/S1359-6454(98)00280-8.
- Richard, Sébastien. 2011. "Fissuration Par Fatigue d'alliages d'aluminium Au Lithium de Troisième Génération."
- Rioja, Roberto J., and John Liu. 2012. "The Evolution of Al-Li Base Products for Aerospace and Space Applications." *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 43 (9): 3325–37. doi:10.1007/s11661-012-1155-z.
- Royster, Dick M. 1969. "Tensile Properties and Creep Strength of Three Aluminum Alloys Exposed up to 25000 Hours at 200° to 400°F (370° to 480° K)." *National Aeronautics and Space Administration*.
- Sato, Tatsuo, and Akihiko Kamio. 1991. "High Resolution Electron Microscopy of Phase Decomposition Microstructures in Aluminium-Based Alloys." *Materials Science and Engineering: A* 146 (1–2): 161–80. doi:10.1016/0921-5093(91)90275-R.
- Sharma, V. M J, K. Sree Kumar, B. Nageswara Rao, and S. D. Pathak. 2011. "Fatigue Crack Growth of AA2219 under Different Aging Conditions." *Materials Science and Engineering A* 528 (12). Elsevier B.V.: 4040–49. doi:10.1016/j.msea.2011.01.055.
- Shen, Zhenju, Qingqing Ding, Chunhui Liu, Jiangwei Wang, He Tian, Jixue Li, and Ze Zhang. 2017. "Atomic-Scale Mechanism of the $\Theta'' \rightarrow \Theta'$ Phase Transformation in Al-Cu Alloys." *Journal of Materials Science and Technology* 33 (10). The Society of Manufacturing Engineers: 1159–64. doi:10.1016/j.jmst.2016.08.031.
- Shollock, B.A., C.R.M. Grovenor, and K.M. Knowlcs. 1990. "Compositional Studies of Ω and Θ' Precipitates in an Al-Cu-Mg-Ag Alloy." *Scripta Metallurgica et Materialia* 24 (7): 1239–44. doi:10.1016/0956-716X(90)90335-E.
- Shou, W.B., D.Q. Yi, H.Q. Liu, C. Tang, F.H. Shen, and B. Wang. 2016. "Effect of Grain Size on the Fatigue Crack Growth Behavior of 2524-T3 Aluminum Alloy." *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 16 (3): 304–12. doi:10.1016/j.acme.2016.01.004.
- Siddiqui, R.A., S.A. Abdul-Wahab, and T Pervez. 2008. "Effect of Aging Time and Aging Temperature on Fatigue and Fracture Behavior of 6063 Aluminum Alloy under Seawater Influence." *Materials & Design* 29 (1): 70–79. doi:10.1016/j.matdes.2006.12.003.
- Starink, M J, N Gao, L Davin, J Yan, and A Cerezo. 2005. "Room Temperature Precipitation in Quenched Al-Cu-Mg Alloys: A Model for the Reaction Kinetics and Yield Strength Development." *Philosophical Magazine A* 85 (13): 1395–1417. doi:doi.org/10.1080/14786430412331333374.
- Teichmann, Katharina, Calin D. Marioara, Sigmund J. Andersen, and Knut Marthinsen. 2013. "TEM Study of B' Precipitate Interaction Mechanisms with Dislocations and B' Interfaces with the Aluminium Matrix in Al-Mg-Si Alloys." *Materials Characterization* 75 (January). Elsevier Inc.: 1–7. doi:10.1016/j.matchar.2012.10.003.
- The Aluminum Association Inc. 2015. "International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys." *The Aluminum Association, Arlington, Virginia*. <http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:International+Alloy+Designations+and+Chemical+Composition+Limits+for+Wrought+Aluminum+and+Wrought+Aluminum+Alloys#0%5Cnwww.aluminum.org%5Cnhttp://www.alueurope.eu/wp-content/uploads/2012/03/Tea>.
- Vansmaalen, S, a Meetsma, J Deboer, and P Bronsveld. 1990. "Refinement of the Crystal Structure of Hexagonal AlCuLi." *Journal of Solid State Chemistry* 85 (2): 293–98. doi:10.1016/S0022-4596(05)80086-6.
- Vennekens, R (Intitut Belge de la Soudure), B (ntitut Belge de la Soudure) Verstraeten, and K ntitut Belge de la Soudure) Broeckx. 2003. "Classification Des Alliages d'aluminium - Notice d'information Sur l'aluminium - 2ème Partie." *Métallerie*. http://www.bil-ibs.be/sites/default/files/publicaties/200304_49a11_fiche_dinfo_aluminium_p2_classification.pdf.
- Viejo, F., A. E. Coy, F. J. Garcia-Garcia, Z. Liu, P. Skeldon, and G. E. Thompson. 2010. "Relationship between Microstructure and Corrosion Performance of AA2050-T8 Aluminium Alloy after Excimer Laser Surface Melting." *Corrosion Science* 52 (6). Elsevier Ltd: 2179–87. doi:10.1016/j.corsci.2010.03.003.
- Wang, S. C., and M. J. Starink. 2005. "Precipitates and Intermetallic Phases in Precipitation Hardening Al-Cu-Mg-(Li) Based Alloys." *International Materials Reviews* 50 (4): 193–215.

doi:10.1179/174328005X14357.

- . 2007. "Two Types of S Phase Precipitates in Al-Cu-Mg Alloys." *Acta Materialia* 55 (3): 933–41. doi:10.1016/j.actamat.2006.09.015.
- Wilson, RN, and PG Partridge. 1965. "The Nucleation and Growth of S' Precipitates in an Aluminium-2.5% Copper-1.2% Magnesium Alloy." *Acta Metallurgica* 13 (12): 1321–27. doi:10.1016/0001-6160(65)90043-X.
- Wu, Wenting, Zhiyi Liu, Yangcheng Hu, Fudong Li, Song Bai, Peng Xia, An Wang, and Chengwu Ye. 2018. "Goss Texture Intensity Effect on Fatigue Crack Propagation Resistance in an Al-Cu-Mg Alloy." *Journal of Alloys and Compounds* 730. Elsevier B.V: 318–26. doi:10.1016/j.jallcom.2017.09.320.
- Yoshida, H. 1988. "Some Aspects on the Structure of Guinier-Preston Zones in AlCu Alloys Based on High Resolution Electron Microscope Observations." *Scripta Metallurgica* 22 (7): 947–51. doi:10.1016/S0036-9748(88)80081-4.
- Yoshimura, Ritsuko, Toyohiko J. Konno, Eiji Abe, and Kenji Hiraga. 2003. "Transmission Electron Microscopy Study of the Evolution of Precipitates in Aged Al–Li–Cu Alloys: The Θ' and T1 Phases." *Acta Materialia* 51 (14): 4251–66. doi:10.1016/S1359-6454(03)00253-2.
- Zahra, A. -M., and C. Y. Zahra. 1990. "Conditions for S'-Formation in an Al-Cu-Mg Alloy." *Journal of Thermal Analysis* 36 (4): 1465–70. doi:10.1007/BF01914069.
- Zhan, Li-hua, Yan-guang Li, and Ming-hui Huang. 2014. "Effects of Process Parameters on Mechanical Properties and Microstructures of Creep Aged 2124 Aluminum Alloy." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 24 (7). The Nonferrous Metals Society of China: 2232–38. doi:10.1016/S1003-6326(14)63338-0.
- Zheng, Yan, Wenlong Xiao, Sujing Ge, Weitao Zhao, Shuji Hanada, and Chaoli Ma. 2015. "Effects of Cu Content and Cu/Mg Ratio on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Cu-Mg Alloys." *Journal of Alloys and Compounds* 649. Elsevier B.V: 291–96. doi:10.1016/j.jallcom.2015.07.090.
- Zhou, Xuanwei, Zhiyi Liu, Song Bai, Meng Liu, and Puyou Ying. 2013. "The Influence of Various Ag Additions on the Nucleation and Thermal Stability of Ω Phase in Al-Cu-Mg Alloys." *Materials Science and Engineering A* 564. Elsevier: 186–91. doi:10.1016/j.msea.2012.11.081.

Liste des figures

- Figure I-1. Évolution de a. la limite élastique et b. la contrainte à la rupture de plusieurs alliages d'aluminium après 10000h d'exposition à la température indiquée (Develay 1992). (Note : les informations sur les conditions expérimentales d'obtention de ces courbes ne sont pas disponibles, et semblent même inconnues de la société Péchiney qui a financé cette étude à l'époque). _____ 18
- Figure I-1. Micrographies optiques d'un alliage 2050-T84 mise en forme sous forme de tôle épaisse de 100 mm en fonction de la profondeur de prélèvement a. 1/6, b. 1/2 et c. 5/6 (Hafley et al. 2011). _____ 38
- Figure I-2. Microstructure de deux alliages d'aluminium a. micrographie MEB d'un alliage 2219-T8 laissant apparaître en blanc les précipités intermétalliques grossiers (He et al. 2018) b. micrographie optique d'un 2050 laissant apparaître des précipités intermétalliques grossier en contraste sombre (Guerin 2014). ____ 38
- Figure I-3. Observations en Microscopie Électronique en Transmission d'un alliage a. Al-Cu-Li 2055-T83 (Balducci et al. 2017) sur lequel sont mis en évidence des précipités de types T1, θ' et S et b. 2219 ((An et al. 2012) l'échelle a été corrigée) avec une pré-déformation de 1,13% et une déformation totale de 9,41% sur lequel seuls les précipités θ' sont visibles. Il est également possible d'observer sur la figure a. la présence d'Ag sur la surface de l'échantillon qui est probablement due à la préparation des lames minces. _____ 39
- Figure I-4. Illustration des zones de Guinier-Preston (à gauche une couche et à droite deux) (Sato and Kamio 1991). _____ 41
- Figure I-5. Images en haute résolution d'un alliage Al-3,9%Cu illustrant des GPZ (a) couche simple et (b) double séparée par 3 rangées atomiques d'aluminium (Sato and Kamio 1991). _____ 41
- Figure I-6. Travaux de Kovarik et al. montrant les observations en STEM-HAADF (a et c) des zones GPB observées dans une direction de type 100Al, (e et f) des zones GPB/GPBII structure composite cœur-coquille montrant les éléments de base identifiés (fractional 1D crystal) et (g) un agrandissement de (f), l'image est déconvoluée pour en faciliter l'exploitation. Les figures (b, d et h) correspondent au modèle atomique correspondant montrant l'aspect modulaire de la structure et les positions atomiques pour le cristal de base (1D crystal) contenant (b) 16 atomes (d) 23 atomes. (h) Modèle atomique correspondant à (g) (Kovarik and Mills 2011). _____ 41
- Figure I-7. Évolution de la phase thêta (à gauche l'aluminium pur, en noir les atomes de soluté et en blanc ceux de l'aluminium) (Dubost and Sainfort 1991). _____ 42
- Figure I-8. Images HAADF-STEM mettant en avant la structure atomique du même précipité Al-Cu pendant un vieillissement à 160°C de (a) 0,5h, (b) 5h, (c) 9h et (d) 16h, échelle de 1 nm (C. Liu et al. 2017). _ 43
- Figure I-9. Images HAADF-STEM de précipités θ' de différentes épaisseurs obtenues sur un Al-1,7Cu après 24h à 200°C (pourcentage atomique). Les flèches rouges indiquent la présence d'atomes supplémentaires sur la couche atomique entre la matrice et le précipité alors que les flèches noires indiquent l'absence de ces atomes (Bourgeois et al. 2011). _____ 43
- Figure I-10. Illustration de la maille pour le modèle PW (A) et RK (B) (Z. R. Liu et al. 2011). _____ 44
- Figure I-11. Microstructure d'un alliage Al-2,99Mg-0,98Cu-0,05Si-0,15Fe (valeurs en pourcentage massique) après un vieillissement de 96h à 180°C. (a) Agglomérats de phase S ; (b) petites particules sous forme d'aiguilles (GPB zones) (Kovarik et al. 2008). _____ 44
- Figure I-12. Image en champ sombre en MET des précipités T1 observés dans une direction 110Al dans un alliage Al-3Cu-1Li (wt%) (Donnadieu et al. 2011) _____ 45
- Figure I-13. Modèles atomiques proposés dans la littérature (Donnadieu et al. 2011). (a) Huang et Ardell (b) Howe et al. (Howe, Lee, and Vasudevan 1988) (c) Van Smaalen et al. (Vansmaalen et al. 1990) _____ 45
- Figure I-14. Images en HAADF-STEM illustrant la croissance, dans un alliage Al-4,15Cu-1,15Li (wt.%), des précipités T₁ (a) la zone GP_{T1}, (b) la phase T₁ d'une cellule d'épaisseur, (c) l'apparition d'une seconde zone GP_{T1} à proximité du précipité et (d) l'apparition d'un précipité T₁ de deux cellules d'épaisseur (Z. Gao et al. 2015). _____ 46
- Figure I-15. Micrographies MET montrant les précipités Ω dans les plans 111Al d'un alliage Al-4%Cu-0,3%Mg-0,4%Ag (wt%) selon les directions d'observations a. $\langle 110 \rangle$ Al et b. $\langle 111 \rangle$ Al (Muddle and Polmear 1989). _____ 47

Figure I-16. Image MET en champ sombre montrant les précipités δ' – Al ₃ Li dans un alliage Al-5Mg-1,8Li (wt%) (Deschamps et al. 2012).	47
Figure I-17. Taches de diffractions correspondant aux précipités mentionnés observés dans une direction d'observation 001Al. Les cercles vides sont les lieux de double diffraction.	50
Figure I-18. Caractéristiques mécaniques des familles d'alliages d'aluminium corroyés (Develay 1992).	52
Figure I-19. Exemple d'un faciès de rupture ductile sur a. un alliage 2198-T351 (Decreus 2010) et b. un alliage 2219 (Gupta et al. 2015).	54
Figure I-20. Forces exercées sur un précipité par une dislocation (Ambriz and Jaramillo 2014)(Gladman 1999).	55
Figure I-21. Illustration des contraintes autour de précipités lenticulaires de type T1 dans un alliage 2198-T8 proche de la composition de la nuance 2050-T84 étudiée lors de ces travaux. La matrice est orientée en axe de zone 110 et les déviations standards de la déformation ϵ_{xx} sont représentées sur la cartographie à droite (Marion Le Fournier 2012).	55
Figure I-22. Glissement dévié dans un matériau cubique à faces centrées (a), (b), (c) et double glissement dévié (d) (Hull and Bacon 2011).	56
Figure I-23. Simulation du déplacement d'une dislocation dans une forêt de dislocations aléatoire (à gauche) et en présence d'un chemin privilégié (à droite) (Foreman and Makin 1967).	57
Figure I-24. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance Clad* 2024-T81 en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000). *Aluminium plaqué.	60
Figure I-25. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance X2020-T6 en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000).	61
Figure I-26. Évolution des propriétés mécaniques en traction de la nuance 2219-T851 en fonction de la température de l'essai (Royster 1969; MatWeb 2000).	61
Figure I-27. Évolution schématique de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium à durcissement structural (Dubost and Sainfort 1991).	62
Figure I-28. Propriétés mécaniques de l'AA2618 brut de coulé après un maintien à (a) 175, (b) 195 et (c) 200°C jusqu'à 48 heures (Elgallad et al. 2014).	67
Figure I-29. Évolution des propriétés mécaniques à température ambiante d'un 2055-T83 en fonction du temps et de la température de vieillissement (Balducci et al. 2017).	67
Figure I-30. Évolution des propriétés mécaniques (R_m et $R_{p0,2}$), mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).	69
Figure I-31. Évolution des propriétés mécaniques (R_m et $R_{p0,2}$), mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).	69
Figure I-32. Évolution des propriétés mécaniques en allongement, mesurées à température ambiante, en fonction du vieillissement à la température indiquée (Royster 1969).	70
Figure I-33. Observations SEM d'un alliage 2055-T83 vieilli pendant 24h à a. 245°C et b. 305°C. Elles mettent en avant la formation de précipités au niveau des joints de grains et également l'augmentation de la taille des précipités nanométriques au sein des grains (Balducci et al. 2017).	71
Figure I-34. Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés montrant l'évolution de la microstructure de l'AA2618 à différents traitements thermiques : Peak Aged et a. 200°C pendant 24h, b. 230°C pendant 10h, c. 230°C pendant 120h, d. 290°C pendant 2,5h, e. 305°C pendant 9h et f. 305°C pendant 30h (Ceschini et al. 2015).	72
Figure I-35. Micrographies MEB des faciès de rupture d'un AA2618 (a) PA, (b) vieilli 120h à 230°C et (c) vieilli 30h à 305°C (Ceschini et al. 2015).	73
Figure I-36. Observation SEM des faciès de rupture sur un 2055-T83 a. à réception et b. après 24h à 305°C mettant en avant l'apparition de fines cupules (Balducci et al. 2017).	73
Figure I-37. Champ sombre en TEM illustrant l'augmentation de la largeur des précipités, vieillissements à 200°C pendant (a) 0,5h, (b) 3h, (c) 48h et (d) 168h sur un alliage Al-4Cu-0,05Sn (wt.%) (Nie and Muddle 2008).	74

Figure I-38. Micrographies en champ sombre de la microstructure d'un alliage d'aluminium Al-2,1%Li, (wt%) vieilli à 225°C pendant (a) 36h, (b) 96h et (c) 240h, les précipités δ' sont en clair (Pletcher, Wang, and Glicksman 2012).	75
Figure II-1. Illustration de la méthode de binarisation des images prises en MEB-FEG grâce à un détecteur CBS. a. L'image rognée avec en encart le graphique correspondant au contraste et à la brillance de l'image en échelle de gris (de 0 à 255), b. Le masque en rouge correspondant au seuillage visible dans l'encart et c. L'image binarisée.	87
Figure II-2. Illustration du porte objet Gatan pour de la traction in situ en MET avec un échantillon sur une grille de cuivre.	88
Figure II-3. a. Exemple d'un spectre présentant les valeurs de gris (Grey values) en fonction de la distance. Les 4 pics présents sur ce spectre correspondent aux précipités visibles sur la zone de l'image correspondante avec les 4 précipités, image b.	90
Figure III-1. Observations en microscopie optique de la microstructure des alliages étudiés représentée en trois dimensions a. 2219-T851 b. 2050-T84, barre d'échelle de 250 μm .	97
Figure III-2. Micrographies optiques des alliages étudiés a-c. 2219-T851 et d-f. 2050-T84 représentées dans les trois plans d'observations a. et d. L-TL, b. et e. L-TC et c. et f. TL-TC.	99
Figure III-3. Observations au microscope électronique à balayage de la microstructure de la nuance 2219-T851 a. x2000 et b. x5000. Images en couleurs inversées. La direction de laminage est représentée sur chacune des micrographies.	100
Figure III-4. Observations au MEB de la microstructure de la nuance 2050-T84 a. x2000 et b. x5000 en couleurs inversées. La direction de laminage est représentée sur chacune des micrographies.	100
Figure III-5. Observations en microscope électronique en transmission de la microstructure fine de la nuance a. 2219-T851 et b. 2050-T84 respectivement suivant des directions d'observations proches de 001Al et 110Al.	103
Figure III-6. Agrandissements de la figure 40 pour les nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84.	103
Figure III-7. Cliché de diffraction électronique du 2219-T851 réalisé en axe de zone 001Al laissant apparaître les taches de diffractions correspondant à la matrice d'aluminium et celles correspondant aux précipités de type θ' – Al ₂ Cu.	105
Figure III-8. Cliché de diffraction électronique du 2050-T84 réalisé en axe de zone 001Al laissant apparaître les taches de diffractions correspondantes à la matrice d'aluminium et celles correspondants aux précipités de type T1 – Al ₂ CuLi.	105
Figure III-9. Résultats des analyses STEM-EDS réalisées sur la nuance 2050-T84 mettant en évidence la présence d'un joint de grains, de précipités nanométriques durcissants et des dispersoïdes.	106
Figure III-10. Courbes de traction réalisées sur le 2219-T851 et le 2050-T84 dans le sens de laminage (L) et travers long (T). Les résultats présentés sont issus d'essais réalisés à température ambiante. A noter que le saut présent sur la courbe du 2219-T851 (flèche) est dû à un changement de vitesse au cours de l'essai. Ce changement, imposé par la norme ATSM, a ensuite été supprimé.	108
Figure III-11. Faciès de ruptures des éprouvettes de traction à température ambiante des nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84 observés en microscopie électronique à balayage.	108
Figure III-12. Agrandissement d'une zone de l'éprouvette de traction a. à température ambiante et b. à 200°C de la nuance 2050-T84 observée en microscopie électronique à balayage.	109
Figure III-13. Courbes de traction réalisées sur le 2219-T851 et le 2050-T84 dans le sens de laminage (L) et travers long (T). Les résultats présentés sont issus d'essais réalisés à 200°C. A noter : les faibles valeurs l'allongement sont dues à des ruptures hors extensomètres ; les sauts présents sur les courbes du 2219-T851 lors des essais en température sont dus à un changement de vitesse de l'essai imposé par la norme. Ce changement de vitesse a été supprimé par la suite.	110
Figure III-14. Faciès de ruptures des éprouvettes de traction à 200°C des nuances a. 2219-T851 et b. 2050-T84 observés en microscopie électronique à balayage.	112
Figure III-15. Courbes représentant le taux de durcissement des nuances 2219-T851 et 2050-T84 sur les essais de traction réalisés à température ambiante et à 200°C.	113

- Figure III-16. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2219-T851 en montée (pics A = 390°C, B = 430°C, C = 550°C, D = 580 – 600°C et E = 650°C) et en descente (pics F = 630°C, G = 550°C et H = 530°C) effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 47,62 mg. Direction exothermique représentée vers le haut. _____117
- Figure III-17. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2050-T84 en montée (pics A = 340°C, B = 400°C, C = 570 – 600°C et D = 650°C) et en descente (pics E = 640°C et F = 530°C). Analyses effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 10,05 mg. Direction exothermique représentée vers le haut. _____117
- Figure III-18. Synthèse des essais réalisés en MET in situ en température sur la nuance 2219-T851 _____119
- Figure III-19. Synthèse des essais réalisés en MET in situ en température sur la nuance 2050-T84. a. à i. Évolutions entre la température ambiante et 324°C. _____121
- Figure III-20. Comparaison de deux zones de l'échantillon en MET a. une zone fine après la rampe de température allant jusqu'à 450°C et b. une zone plus épaisse ayant subi la même rampe de température. _____122
- Figure IV-1. Comparaison des observations dans les trois plans de prélèvement des microstructures de la nuance 2219 en microscopie optique a. à c. dans son état de réception T851 et d. à f. après 1000h à 200°C (traitement TTH1). _____129
- Figure IV-2 Comparaison des observations dans les trois plans de prélèvement des microstructures de la nuance 2050 en microscopie optique a. à c. dans son état de réception T84 et d. à f. après 1000h à 200°C (traitement TTH1). _____130
- Figure IV-3. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 à a. à réception et b. après 1000h à 200°C. _____131
- Figure IV-4. Micrographies MEB-FEG de la nuance 2219 a. à réception et b. après 1000h à 200°C observés avec un détecteur CBS. _____131
- Figure IV-5. Micrographies MEB-FEG de la nuance 2050 a. à réception et b. après 1000h à 200°C observés avec un détecteur CBS. _____132
- Figure IV-6. Observations MET de la microstructure de l'alliage 2219 a. dans son état de réception et b. après 1000h à 200°C. Observations réalisées avec un faisceau d'électron proche de 001Al. _____134
- Figure IV-7. Diffractions électroniques dans la direction 001Al de la nuance 2219 a. à réception et b. après 1000h à 200°C. _____134
- Figure IV-8. Observations MET de la microstructure de l'alliage 2050 dans a. son état de réception et b. après 1000h à 200°C. Les flèches indiquent les précipités dans les plans 100Al. Observations réalisées avec un faisceau d'électron proche de 110Al. _____135
- Figure IV-9. Résultats des analyses STEM-EDS sur la nuance 2050 vieillie 1000h à 200°C. Le cercle blanc représente une zone où se situent deux natures de précipités. _____136
- Figure IV-10. Diffractions électroniques dans la direction 001Al de la nuance 2050 a. à réception et b. après 1000h à 200°C. Les flèches indiquent la présence de nouvelles taches de diffraction. _____136
- Figure IV-11. Évolutions des propriétés mécaniques en traction à température ambiante des nuances 2219 et 2050 entre l'état à réception et après 1000h de vieillissement à 200°C. _____138
- Figure IV-12. Superposition des positions successives des dislocations issues des simulations en DDD réalisées sur a. une microstructure riche en précipités de type θ équivalente à la microstructure du 2219-T851 et b. une microstructure moins riche en précipités équivalente à une microstructure vieillie de la nuance 2219-T851. Pour ces deux simulations, seules les microstructures changent. Les paramètres initiaux de contraintes, d'intervalles Δt et de position initiale de la dislocation (rectiligne en haut à gauche, indiqué par une flèche) sont les mêmes et la simulation a été arrêtée au même moment. _____140
- Figure IV-13. Image MET des essais in situ en traction. Il est possible d'observer les précipités θ' – Al₂Cu dans les plans 100Al (les directions 100Al sont indiquées par les flèches noires sur la figure) sur lesquels plusieurs dislocations sont présentes dans les plans 111Al. _____141
- Figure IV-14. Évolution du taux de durcissement au cours de l'essai de traction de la nuance 2219 dans son état de réception et après 1000h d'exposition à 200°C. _____142

- Figure IV-15. Résultat des analyses menées en GPA. a. image en haute résolution du 2219-TTH1 dans une direction 001Al, b. Image traitée par GPA sur laquelle il est possible d'observer dans la zone d'intérêt la présence d'une boucle de dislocation autour du précipité de type θ' – Al₂Cu, la déformation ϵ_{yy} y est représentée et c. Simulation du champ de déformation généré par la présence d'une boucle de dislocation. _____142
- Figure IV-16. Faciès de rupture observé en MEB en électrons secondaires d'une éprouvette de traction de l'alliage 2219-T851 a. avant vieillissement et b. après 1000h à 200°C. _____143
- Figure IV-17. Agrandissement d'une zone du faciès de rupture d'une éprouvette de traction de 2219 après 1000h à 200°C observée en a. électrons secondaires et b. en électrons rétrodiffusés. _____143
- Figure IV-18. Évolution du taux de durcissement au cours de l'essai de traction de la nuance 2050 dans son état de réception et après 1000h d'exposition à 200°C. _____145
- Figure IV-19. Faciès de rupture observés en MEB en électrons secondaires d'une éprouvette de traction de l'alliage 2050-T84 a. à réception et b. après 1000h à 200°C. _____146
- Figure IV-20. Agrandissement d'une zone de l'éprouvette de traction à température ambiante a. de la nuance 2050-T84 soit dans l'état de réception et b. De la nuance 2050-TTH1 soit après 1000h à 200°C. ____146
- Figure IV-21. Grandissement d'une zone du faciès de rupture d'une éprouvette de traction de 2050 après vieillissement observée a. en électrons secondaires et b. en électrons rétrodiffusés où il est possible d'observer des précipités au fond des cupules. _____146
- Figure IV-22. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à 200°C sur la nuance 2219 dans son état de réception et après 1000h à 200°C. La nuance 2219-T851 ne présente qu'un essai à 200°C. Les allongements, souvent hors extensomètres, sont reportés dans les Tableau IV-7, Tableau IV-9 et Tableau IV-10. _____148
- Figure IV-23. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à 200°C sur la nuance 2050 dans son état de réception et après 1000h à 200°C. Les allongements, souvent hors extensomètres, sont reportés dans les Tableau IV-7, Tableau IV-9 et Tableau IV-10. _____149
- Figure IV-24. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2219 TTH1 en montée (pics A = 390°C, B = 430°C, C = 560°C, D = 580 – 600°C et E = 650°C) et en descente (pics F = 630°C, G = 550°C et H = 530°C) effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 23,02 mg. Direction exothermique représentée vers le haut. Pour faciliter la comparaison avec la nuance à réception, les thermographes sont représentés en transparence. _____154
- Figure IV-25. Courbes des analyses thermiques différentielles réalisées sur le 2050 TTH1 en montée (pics A = 340°C, B = 400°C, B' = 450°C, C = 570 – 600°C et D = 650°C) et en descente (pics E = 640°C, E' = 550°C et F = 530°C). Analyses effectuées avec une rampe de 10°C.min⁻¹ sur un échantillon de 22,03 mg. Pour faciliter la comparaison avec la nuance à réception, les thermographes sont représentés en transparence. _____154
- Figure V-1. Résultats des essais mécaniques en traction à température ambiante sur les nuances 2219 et 2050 à différents temps de vieillissement allant de l'état à réception respectivement T851 et T84 à l'état vieilli de 1000h (TTH1), 3000h (TTH3), 5000h (TTH5) et 10000h (TTH1K) à 200°C. _____155
- Figure V-2. Micrographies en microscopie électronique à balayage montrant l'évolution de l'alliage 2050 a. à état à réception (T84), b. après 1000h à 200°C (TTH1), c. après 3000h à 200°C (TTH3) et d. après 5000h à 200°C (TTH5). _____158
- Figure V-3. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2050 TTH3 soit après 3000h d'exposition à 200°C. _____159
- Figure V-4. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2050 TTH5 soit après 5000h d'exposition à 200°C. _____159
- Figure V-5. Synthèse des observations en microscopie électronique en transmission de l'évolution de la microstructure de l'alliage 2050 a. T84, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5. Les observations sont faites dans une direction 110Al et les quatre images sont orientées de la même façon. _____161
- Figure V-6. Résultats des analyses chimiques en MET-EDS sur la nuance 2050 TTH3 soit après 3000h de vieillissement à 200°C. _____162

Figure V-7. Observation MET de la microstructure de la nuance 2050 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C. Les observations sont faites dans une direction proche de 110Al. _____	163
Figure V-8. Résultats des analyses chimiques en MET-EDS sur la nuance 2050 TTH5 soit après 5000h de vieillissement à 200°C. _____	164
Figure V-9. Observation MET de la microstructure de la nuance 2050 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C. Les observations sont faites dans une direction proche de 110Al. _____	164
Figure V-10. Évolutions des clichés de diffraction de la nuance 2050 en sélection d'aire a. à réception (T84) b. après 1000h à 200°C (TTH1), après 3000h à 200°C (TTH3) et c. 5000h à 200°C (TTH5). _____	165
Figure V-11. Résultats des essais de traction réalisés à température ambiante après différents temps de vieillissement sur la nuance 2050-T84. _____	168
Figure V-12. Évolution des propriétés mécaniques en traction à température ambiante de la nuance 2050. En plein sont représentées les valeurs conventionnelles de la résistance mécanique maximale et en vide la limite élastique. _____	169
Figure V-13. Évolution du taux de durcissement au cours des essais de traction de la nuance 2050 dans son état de réception, après 1000h, 3000h, 5000h et 10000h d'exposition à 200°C. _____	170
Figure V-14. Micrographies en microscopie électronique à balayage montrant l'évolution de l'alliage 2219 a. T851, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5 sur lesquelles il est possible de noter la présence des précipités intermétalliques grossiers en contraste blanc. _____	171
Figure V-15. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C. _____	172
Figure V-16. a. et b. Observations MEB-FEG de la microstructure de la nuance 2219 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C. _____	173
Figure V-17. Synthèse des observations en microscopie électronique en transmission de l'évolution de la microstructure de l'alliage 2219 a. T851, b. TTH1, c. TTH3 et d. TTH5. Les images sont observées avec une direction d'observation parallèle à 001Al et le cercle indique une zone où il est possible d'observer des précipités de faibles dimensions. _____	174
Figure V-18. Observation MET de la microstructure fine de la nuance 2219 TTH3, soit après 3000h de vieillissement à 200°C. _____	175
Figure V-19. Observation MET de la microstructure fine de la nuance 2219 TTH5, soit après 5000h de vieillissement à 200°C. _____	176
Figure V-20. Résultats des analyses chimiques réalisées en STEM-EDS sur la nuance 2219 TTH5. _____	177
Figure V-21. Évolutions des clichés de diffraction de la nuance 2219 en sélection d'aire a. à réception (T84) b. après 1000h à 200°C (TTH1), après 3000h à 200°C (TTH3) et c. 5000h à 200°C (TTH5). _____	177
Figure V-22. Résultats des essais de traction réalisés à température ambiante sur les différents vieillissements de la nuance 2219-T851. _____	178
Figure V-23. Évolutions des valeurs conventionnelles de résistance mécanique maximale et de limite élastique en traction à température ambiante sur la nuance 2219 après différents temps de vieillissement. _____	179
Figure V-24. Évolution du taux de durcissement au cours des essais de traction de la nuance 2219 dans son état de réception, après 1000h, 3000h, 5000h et 10000h d'exposition à 200°C. _____	179
Figure VI-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en traction à température ambiante sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 vieilles jusqu'à 10000h et sur la nuance 2024-T851 vieillie 1000h à 200°C. _____	187
Figure VI-2. Évolution de a. la limite élastique et b. la contrainte à la rupture de plusieurs alliages d'aluminium après 10000h d'exposition à la température indiquée (Develay 1992). (Note : les informations sur les conditions expérimentales d'obtention de ces courbes ne sont pas disponibles, et semblent même inconnues de la société Péchiney qui a financé cette étude à l'époque). _____	188
Figure VII-1. Essais de propagation de fissures des nuances 2219-T851 et 2050-T84 réalisés à température ambiante dans les directions L-T et T-L. _____	193

Figure VII-2. Observations MEB des faciès de propagation de fissures de la nuance 2219-T851 aux faibles ΔK (a. et b.) et aux forts ΔK (c. et d.). Observation des plans TC-TL (L-T a. et c.) et dans les plans L-TC (T-L b. et d.) réalisés à température ambiante. _____	194
Figure VII-3. Observations MEB des faciès de propagation de fissures de la nuance 2050-T84 aux faibles ΔK (a. et b.) et aux forts ΔK (c. et d.). Observation des plans TC-TL (L-T a. et c.) et dans les plans L-TC (T-L b. et d.) réalisés à température ambiante. _____	195
Figure VII-4. Synthèse des essais de propagation de fissure de la nuance 2219 réalisés à réception et après 1000h à 200°C à température ambiante et à 200°C dans les directions L-T et T-L. _____	196
Figure VII-5. Synthèse des essais de propagation de fissure de la nuance 2050 réalisés à réception et après 1000h à 200°C à température ambiante et à 200°C dans les directions L-T et T-L. _____	197
Figure VII-6. Courbes de Wöhler des alliages 2219-T851 et 2050-T84 réalisés à température ambiante et à 200°C sollicités dans le sens de laminage. _____	198
Figure VII-7. Synthèse de l'ensemble des essais de fatigue réalisés pour l'obtention des courbes de Wöhler de la nuance 2219. Essais réalisés à température ambiante et à 200°C sur la nuance à réception et après à 1000h à 200°C et après 3000h et 5000h de vieillissement à température ambiante uniquement. ____	200
Figure VII-8. Synthèse de l'ensemble des essais de fatigue réalisés pour l'obtention des courbes de Wöhler de la nuance 2050. Essais réalisés à température ambiante et à 200°C sur la nuance à réception et après à 1000h à 200°C et après 3000h et 5000h de vieillissement à température ambiante uniquement. ____	201

Liste des Tableaux

Tableau I-1. Désignation des alliages d'aluminium (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012a) Traitements thermiques / thermomécaniques. _____	32
Tableau I-2. Désignation de l'état de livraison (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b). _____	32
Tableau I-3. Subdivisions de H – écrouissage (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b) _____	33
Tableau I-4. Subdivisions de T – Traitement thermique dans l'ordre chronologique (Vennekens, Verstraeten, and Broeckx 2003; ALMET 2012b). _____	33
Tableau I-5. Composition chimique des nuances étudiées, valeurs exprimées en pourcentage massique (sont soulignés les éléments d'addition majoritaires) (The Aluminum Association Inc. 2015). *Analyses effectuées en ICP-OES. _____	35
Tableau I-6. Récapitulatif des propriétés cristallographiques des différents précipités présents dans les alliages d'aluminium Al-Cu-(Li) et références associées. Les valeurs des paramètres de maille a , b et c sont données en nanomètres. _____	50
Tableau I-7. Références ayant permis de synthétiser les clichés de diffraction des différents précipités _____	51
Tableau I-8. Propriétés mécaniques en traction à température ambiante des nuances 2050-T84 et 2219-T851 *pour des plaques épaisses comprises entre 76 et 103 mm en accord avec la matière qui a été réceptionnée pour cette étude. _____	53
Tableau I-9. Synthèse des différents événements thermique des phases nanométriques d'intérêt. Ce tableau rassemble les températures, la nature, l'origine et les conditions expérimentales d'obtention des différents événements thermiques. _____	66
Tableau I-10. Évolution des propriétés mécaniques du 2219 en fonction du traitement thermique (Sharma et al. 2011). _____	68
Tableau II-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en traction et en fatigue sur les nuances de l'étude.	82
Tableau II-2. Gamme de polissage pour les alliages d'aluminium de la série 2000 étudiés ici, produits de la gamme Buehler. _____	84
Tableau II-3. Constituants du réactif de Keller. _____	85
Tableau II-4. Ensemble des symboles et couleurs utilisés dans les chapitres III et IV du manuscrit. *Cette symbolique est utilisée pour mettre en avant l'effet du sens de prélèvement, de la température ou simplement clarifier un graphique. _____	93
Tableau III-1. Récapitulatif des mesures des dimensions des grains et facteurs de formes associés pour les nuances 2219-T851 et 2050-T84. _____	98
Tableau III-2. Résumé des analyses effectuées en MEB-EDS réalisés sur les précipités présents au sein des microstructures des nuances 2219-T851 et 2050-T84. Valeurs en pourcentages massiques où l'erreur représente l'écart type entre les différentes quantifications réalisées sur différents précipités. _____	101
Tableau III-3. Proportions surfaciques des précipités intermétalliques grossiers sur les nuances 2050-T84 et 2219-T851. _____	102
Tableau III-4. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure des nuances 2219-T851 et 2050-T84. _____	104
Tableau III-5. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur les alliages 2050-T84 et 2219-T851 dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme. _____	111
Tableau IV-1. Synthèse des mesures de taille de grains sur les nuances 2219 et 2050 avant et après vieillissement de 1000h à 200°C et facteurs de formes associés. _____	130

Tableau IV-2. Synthèse des analyses de la proportion surfacique des précipités intermétalliques grossiers présents dans la microstructure de la nuance 2219 après 1000h de vieillissement à 200°C par rapport à la surface totale analysée.	132
Tableau IV-3. Évolutions des proportions surfaciques en fonction de la taille des précipités.	133
Tableau IV-4. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure de la nuance 2219-T851 et 2219-TTH1.	134
Tableau IV-5. Tableau de synthèse des mesures effectuées sur les précipités nanométriques au sein de la microstructure de la nuance 2050-T84 et 2050-TTH1.	135
Tableau IV-6. Propriétés mécaniques dans le sens de laminage des nuances étudiées à température ambiante avant et après un vieillissement de 1000h à 200°C où Δ représente la différence entre les propriétés vieilles et celles à réception : $\Delta = \text{pptésTTH1} - \text{pptésTTH0}$.	139
Tableau IV-7. Propriétés mécaniques dans le sens de laminage des nuances mesurées à 200°C avant et après vieillissement de 1000h à 200°C où Δ représente la différence entre les propriétés vieilles et celles à réception : $\Delta = \text{pptés200}^\circ\text{CTTH1} - \text{pptés200}^\circ\text{CTTH0}$. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme.	149
Tableau IV-8. Synthèse des observations et mesures effectuées sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84 avant et après vieillissement de 1000h à 200°C.	150
Tableau IV-9. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur l'alliage 2050 à l'état de réception et après 1000H de vieillissement à 200°C dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles.	151
Tableau IV-10. Résultats des essais mécaniques en sollicitation monotone réalisés à température ambiante et à 200°C sur l'alliage 2219 à l'état de réception et après 1000H de vieillissement à 200°C dans les sens de laminage (L) et travers long (T). Les valeurs présentées sont les valeurs conventionnelles. *Seul 1 essai a été réalisé sur cet alliage en raison du changement de vitesse en cours d'essai initialement prévu dans la norme.	151
Tableau V-1. Résultats des analyses de la surface des précipités nanométriques présents dans la microstructure observée en MEB-FEG par rapport à la surface totale de la zone analysée.	160
Tableau V-2. Évolution des propriétés mécaniques conventionnelles en traction à température ambiante sur l'ensemble des vieillissements réalisés sur le 2050-T84 allant de l'état à réception jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.	169
Tableau V-3. Synthèse des résultats des analyses de la proportion surfacique des précipités intermétalliques sur la nuance 2219 au cours du vieillissement. Les valeurs sont rapportées à la surface analysée.	173
Tableau V-4. Résumé des mesures des dimensions des précipités exprimées en nm.	175
Tableau V-5. Évolutions des propriétés mécaniques en traction à température ambiante sur l'ensemble des vieillissements réalisés sur le 2219-T851 allant de l'état à réception jusqu'à 10000h d'exposition à 200°C.	180
Tableau V-6. Synthèse des mesures effectuées sur les différents vieillissements de la nuance 2219-T851. *L'incertitude de ces valeurs est plus élevée en raison d'une faible surface analysée.	180
Tableau VII-1. Synthèse de l'ensemble des essais réalisés en Ténacité, Propagation de fissures et en fatigue sur les nuances de l'étude.	192
Tableau VII-2. Récapitulatif des essais réalisés avec une sollicitation cyclique sur les nuances 2219-T851 et 2050-T84. *Limite d'Endurance à 3000000 de cycles et **Contrainte maximale à 100000 cycles.	199



Effets d'un vieillissement longue durée sur deux alliages d'aluminium de la série 2000

Ces travaux de thèse réalisés entre l'IRT Saint Exupéry et le CEMES, Université de Toulouse, CNRS ont pour objet l'étude d'alliages de la série 2000 pour des utilisations à des températures intermédiaires, de l'ordre de 200°C. La possibilité d'utiliser ces matériaux à cette température permettrait aux industriels du secteur aéronautique de réduire les coûts de production d'une part, et de diminuer les coûts d'exploitation des aéronefs ainsi plus légers d'autre part.

Afin de répondre à cette problématique industrielle, deux nuances commerciales ont été considérées : le 2219-T851 et le 2050-T84. Ces nuances, déjà utilisées dans l'industrie aéronautique, ont été caractérisées à différentes échelles d'observation tout au long d'un vieillissement isotherme à 200°C allant jusqu'à 10000 h. Des observations effectuées à l'aide de divers microscopes optiques et électroniques et couplées à des essais mécaniques macroscopiques ont permis de déterminer l'évolution de ces nuances vieilles dans de telles conditions.

Les résultats de cette étude montrent une importante stabilité thermodynamique des précipités nanométriques $\theta' - Al_2Cu$. Ces précipités constituent la microstructure fine de la nuance 2219-T851 à réception et apparaissent au cours du vieillissement au sein de la nuance 2050-T84 au détriment des précipités $T_1 - Al_2CuLi$ pourtant à l'origine des meilleures performances mécaniques avant vieillissement. Les évolutions microstructurales sont mises en lien avec les propriétés mécaniques en traction. Ces résultats montrent un intérêt industriel pour la nuance 2219-T851 dont la stabilité des propriétés a été montrée dès 1000h de vieillissement.

Long-term thermal ageing effect on two Al-Cu-(Li) aluminum alloys

The main objective of this work which has been conducted between the IRT Saint Exupéry and the CEMES, Université de Toulouse, CNRS laboratory is to reduce production and exploitation costs of aircraft primary structures by evaluating the potential increase of operating temperatures of aluminum alloys. To do so, two already fit-to-fly Al-Cu alloys have been selected and studied: the 2219-T851 and the 2050-T84.

These alloys have been characterized throughout ageing treatments up to 10,000h at 200°C with electronic and optical microscopies in order to evaluate the microstructural changes. Standardized mechanical tests have also been conducted to follow the effects of such ageing on the alloys' properties.

The results have shown the stability of the mechanical properties and the microstructure of the 2219-T851 from 1,000h to 10,000h of ageing. This is attributed to the nano-precipitation of $\theta' - Al_2Cu$, stable during the ageing treatment. Moreover, those precipitates tend to form during the ageing of the 2050-T84 by replacing the well known $T_1 - Al_2CuLi$ phase, unstable during medium range temperature ageing. During this thesis, special attention has been paid on the link between the mechanical properties and the fine scale microstructures of both alloys.