

## III – Métallurgie de l'aluminium et de ses alliages

Un simple eutectique côté Al, avec un intermétallique (fragile),  $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

Alliage à la fois important en pratique, et de surcroît excellent du point de vue recherche & pédagogie.

Phase	Composition [%pds Cu]	Phase	Composition [%pds Cu]
(Al)	0 à 5.65	(suite)	
$\theta$	52.5 à 53.7	$\delta$	77.4 à 78.3
$\eta_1$	70.0 à 72.2	$\gamma_0$	77.8 à 84
$\eta_2$	70.0 à 72.1	$\gamma_1$	79.7 à 84
$\zeta_1$	74.4 à 77.8	$\beta_0$	83.1 à 84.7
$\zeta_2$	74.4 à 75.2	$\beta$	85.0 à 91.5
$\varepsilon_1$	77.5 à 79.4	$\alpha_2$	88.5 à 89
$\varepsilon_2$	72.2 à 78.7	(Cu)	90.6 à 100

## Al-Cu

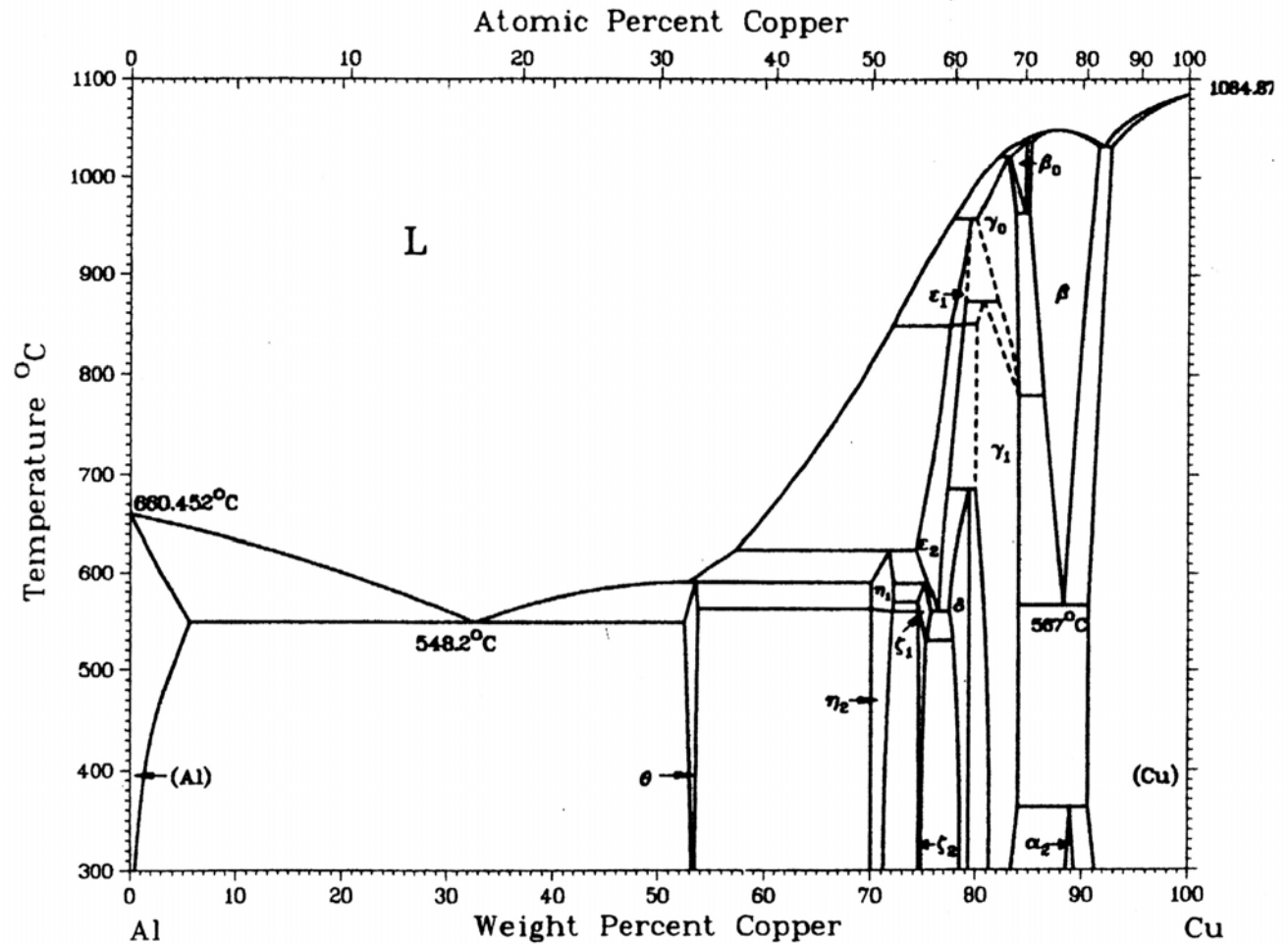


FIGURE II-11 – Diagramme de phase d'équilibre du système Al-Cu.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 3, 2011 ; J.L. Murray, 1985.

## Points triples des diagrammes de phase

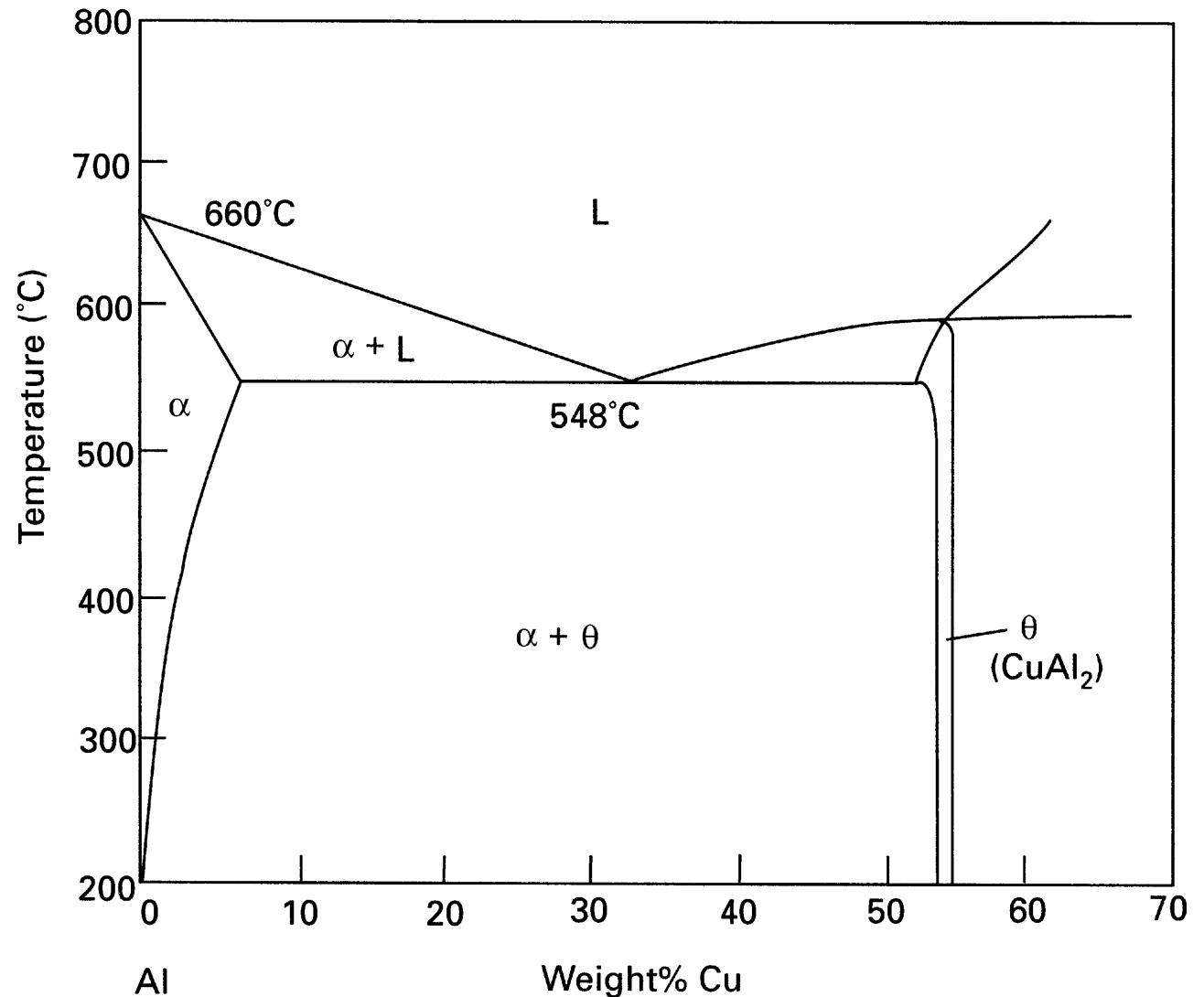
TABLE II-2 – Typologie et terminologie des points triples.

Nom du point triple	Réaction lors du refroidissement	Apparence <i>schématique</i> sur un diagramme de phase
<b>Eutectique :</b>	$L \longrightarrow \alpha + \beta$	
<b>Eutectoïde :</b>	$\alpha \longrightarrow \beta + \gamma$	
<b>Péritectique :</b>	$L + \alpha \longrightarrow \beta$	
<b>Péritectoïde :</b>	$\alpha + \beta \longrightarrow \gamma$	

## EPFL Le système Al-Cu

Côté Al du diagramme de phase.

On nomme par la lettre  $\theta$  l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et par la lettre  $\alpha$  la solution solide de Cu dans Al



si pour un alliage de  $C\%$  de  $B$  dans  $A$ , qui contient deux phases de composition  $C_\alpha < C_\beta$ , on doit avoir deux relations. D'une part, la somme des fractions des deux phases doit être égale à 1, qu'elles soient massiques ou atomiques :

$$f_\alpha + f_\beta = 1 \quad (\text{II-4})$$

D'autre part, la composition de l'alliage doit être retrouvée dans la moyenne de celle des deux phases en présence :

$$C = f_\alpha C_\alpha + f_\beta C_\beta \quad (\text{II-5})$$

De ceci, on peut déduire (simple question d'algèbre) les fractions respectives de chacune des phases en fonction de leurs deux différentes concentrations :

$$f_\alpha = \frac{C_\beta - C}{C_\beta - C_\alpha} \quad (\text{II-6})$$

$$f_\beta = \frac{C - C_\alpha}{C_\beta - C_\alpha} \quad (\text{II-7})$$

où  $f_i$  est la fraction de la phase  $i$  par rapport à l'unité utilisée pour la composition  $C$ . Par exemple, si l'unité de mesure de la concentration est le pourcentage massique,  $f_i$  est la fraction massique de phase  $i$  de l'alliage de composition  $C$ . Si  $C$  est mesurée en fraction ou pour cent molaire,  $f_i$  est la fraction molaire de phase  $i$  par atome ou mole d'alliage.

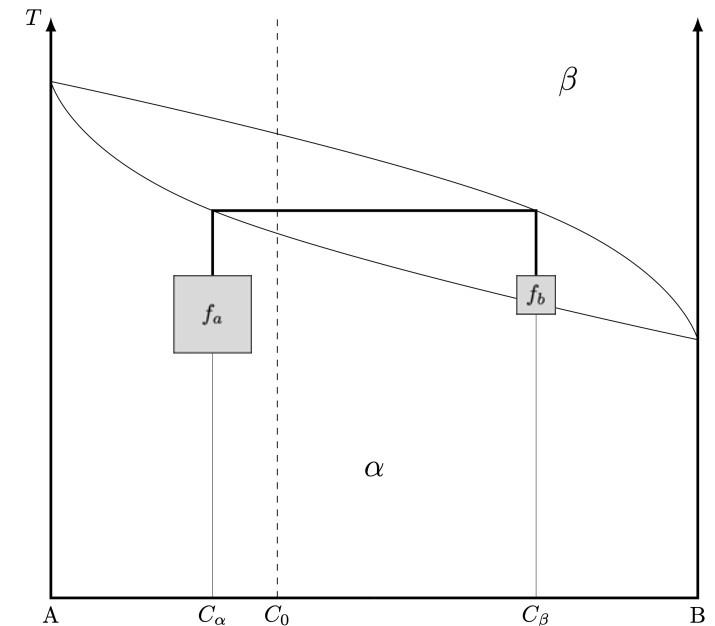


FIGURE II-13 – Illustration de la loi du levier.

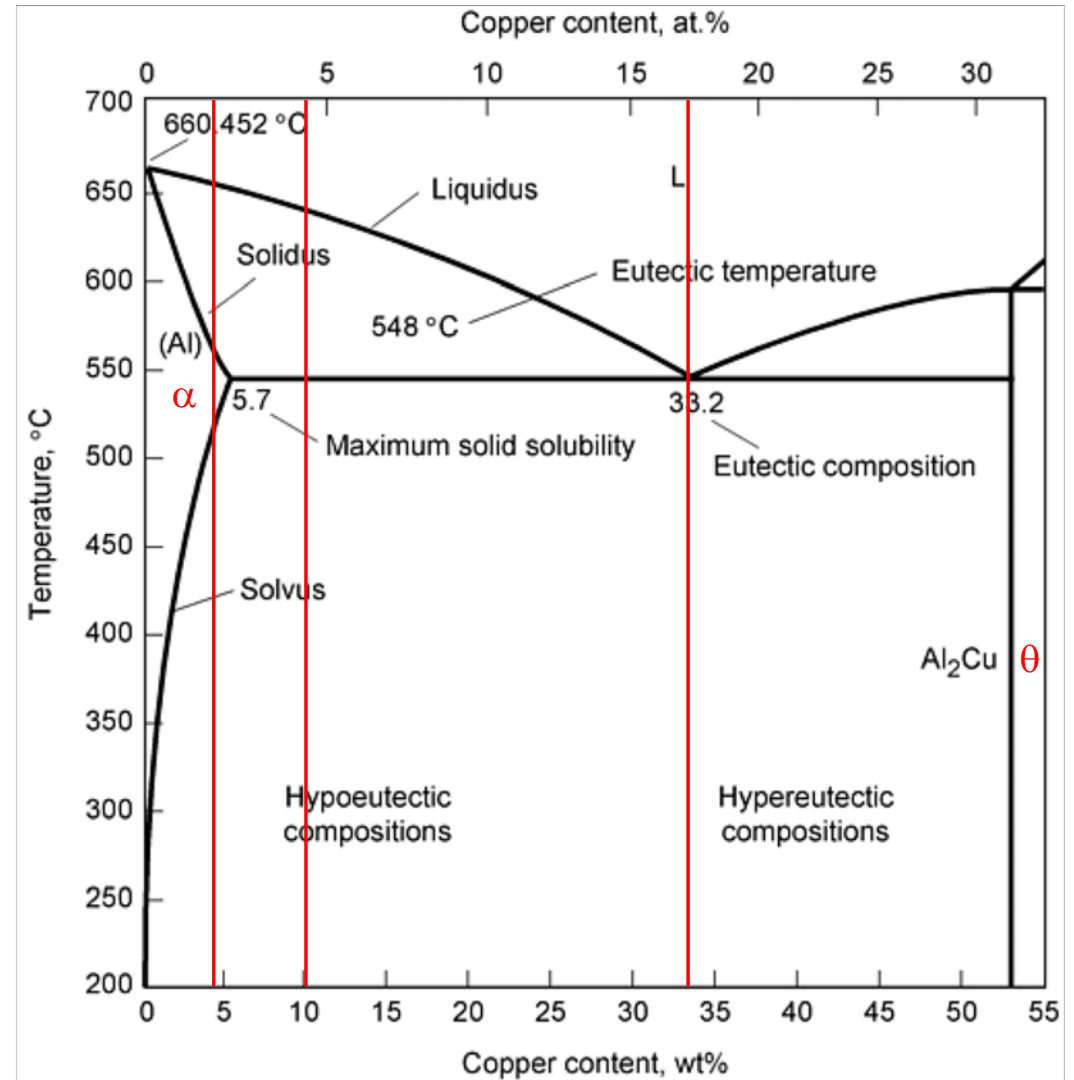
Pour les 3 alliages

Al-4.5 % pds Cu

Al-10 % pds Cu

Al-33 % pds Cu

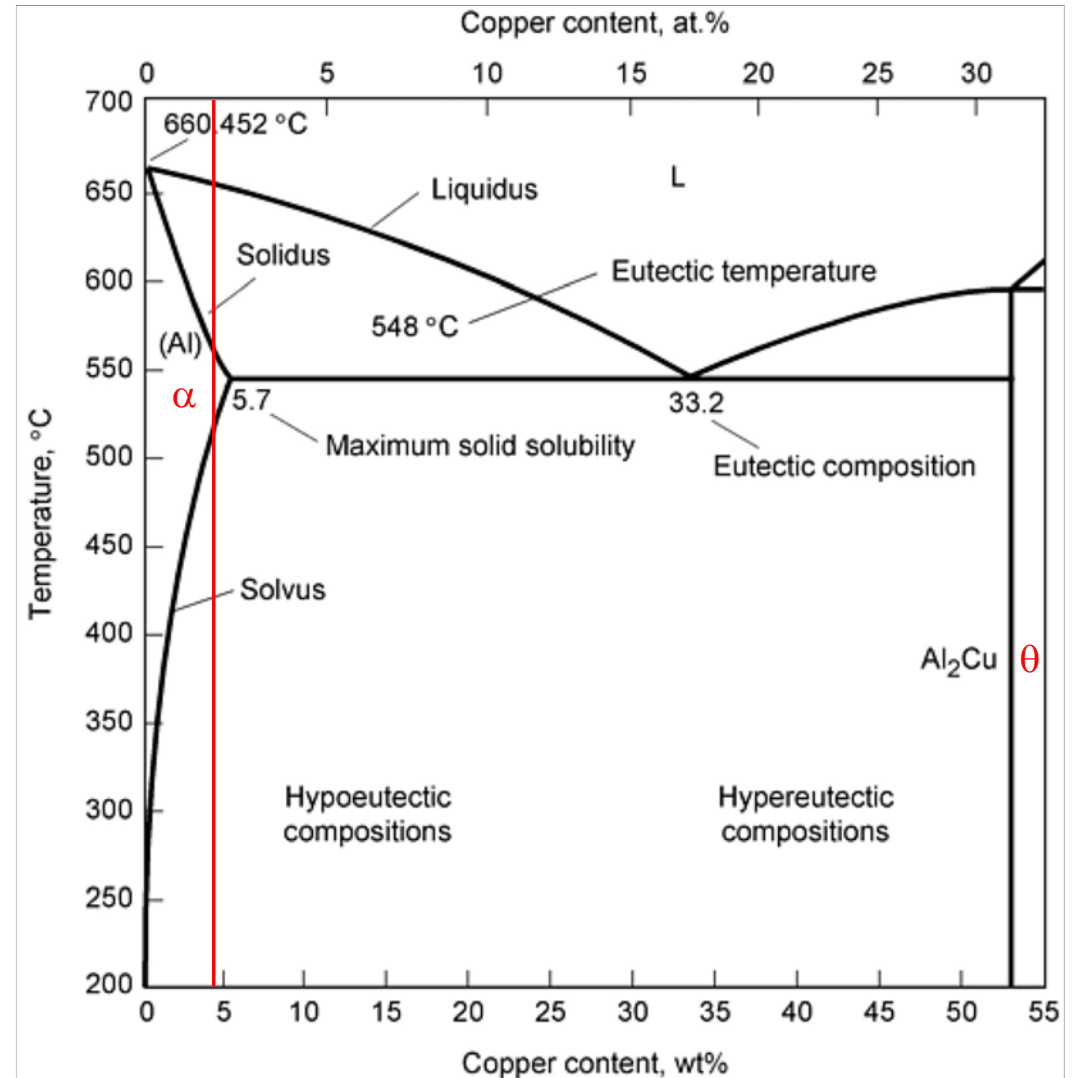
quelle est la structure d'équilibre  
en fonction de la température ?



Pour l'alliage

Al-4.5 % pds Cu

la phase (primaire) Al (avec du Cu en solution solide) est la première à croître: celle-ci apparaît sous forme de dendrites:



Pour les 2 alliages

Al-4.5 % pds Cu

Al-10 % pds Cu

la phase (primaire) Al  
(avec du Cu en  
solution solide) est la  
première à croître:  
celle-ci apparaît sous  
forme de **dendrites**:

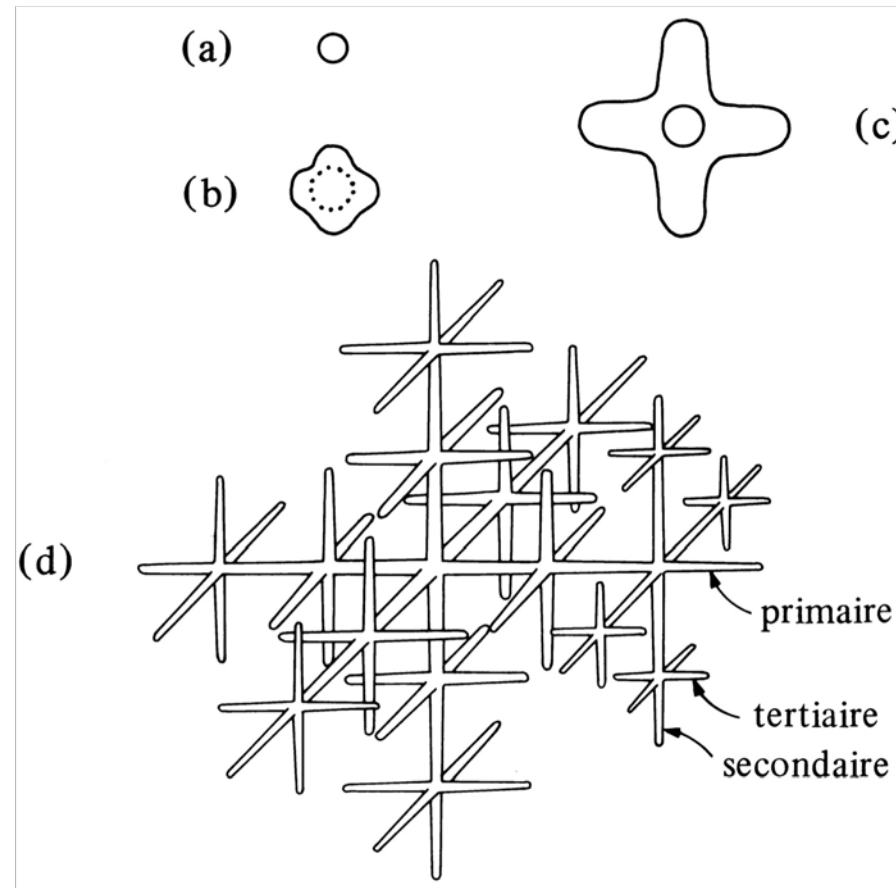


FIGURE II-15 – Croissance d’une structure dendritique : (a) germe cristallin sphérique ; (b) développement d’instabilités à la surface du cristal ; (c) premier stade de formation de la dendrite ; (d) dendrite en cours de développement.

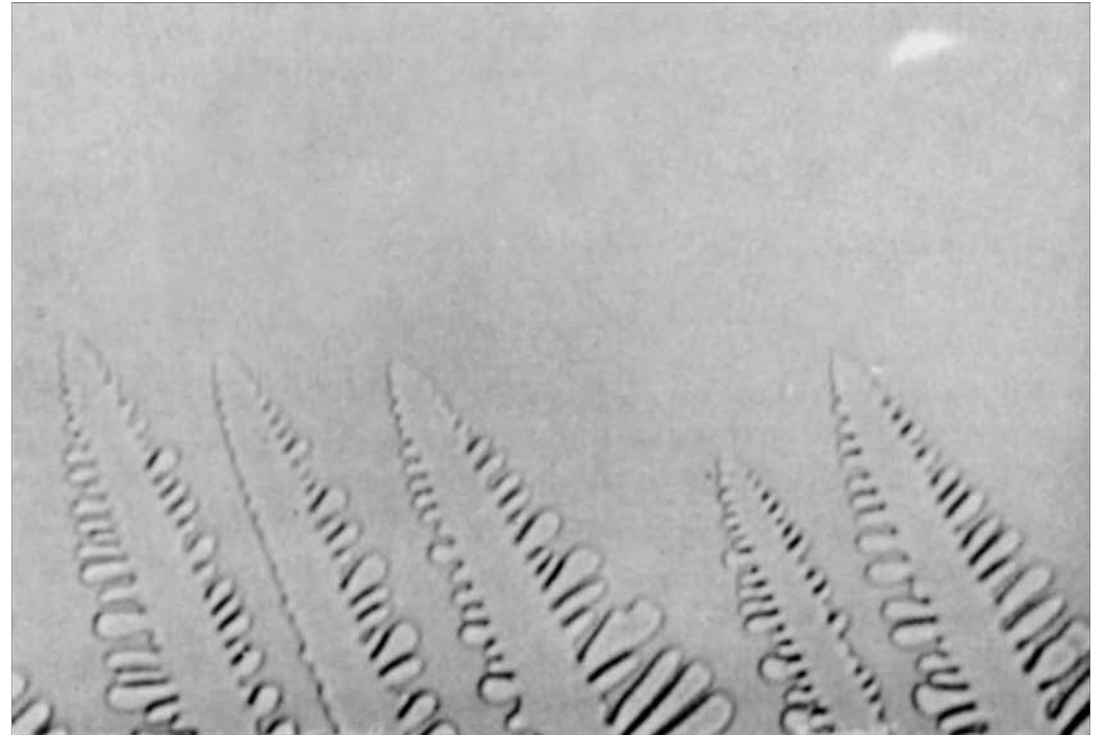
Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002 ; d’après Porter et Easterling, 1981.

## Flocons de neige



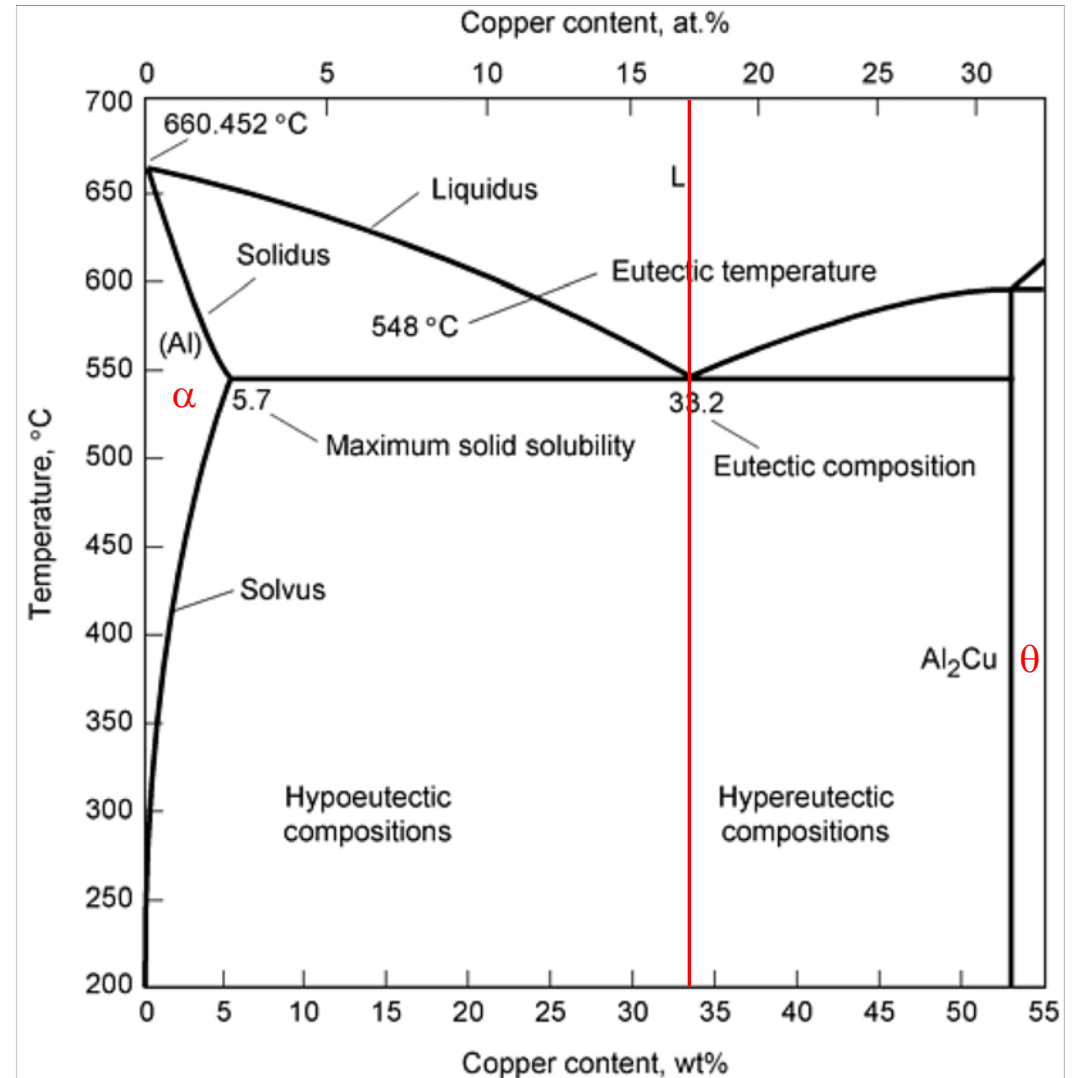
Alexey Kljatov / Shutterstock

Source: <https://www.treehugger.com/macro-photos-snowflakes-show-impossibly-perfect-designs-4858285>

**FIGURE 7.8**

Most metals solidify with a dendritic structure. It is hard to see dendrites growing in metals but they can be seen very easily in transparent organic compounds like camphene which—because they have spherical molecules—solidify just like metals.

Pour l'alliage  
**Al-33 % pds Cu**  
 les deux phases (primaire)  
 Al (avec du Cu =  $\alpha$ ) et  
 $\text{Al}_2\text{Cu}$  ( $\theta$ ) vont croître  
 simultanément  
 (croissance couplée): on  
 forme une structure  
 eutectique



Pour l'alliage

Al-33 % pds Cu

les deux phases (primaire)

Al (avec du Cu =  $\alpha$ ) et

$\text{Al}_2\text{Cu}$  ( $\theta$ ) vont croître

simultanément

(croissance couplée): on

forme une structure

eutectique

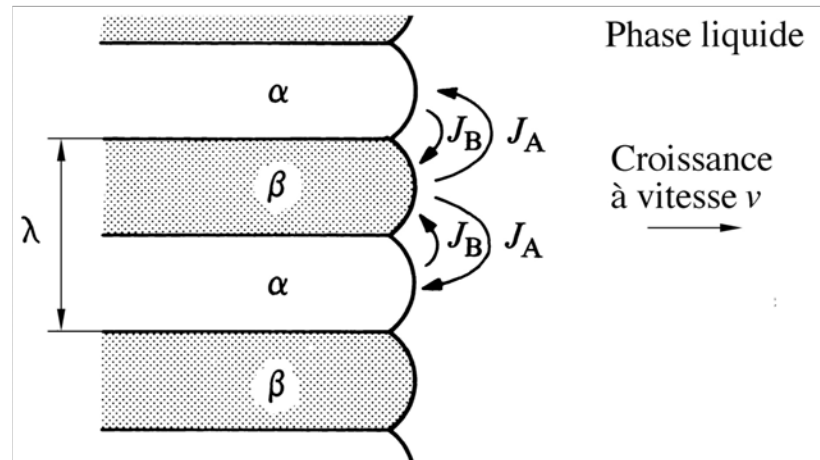


FIGURE II-14 – Croissance d'une structure eutectique.

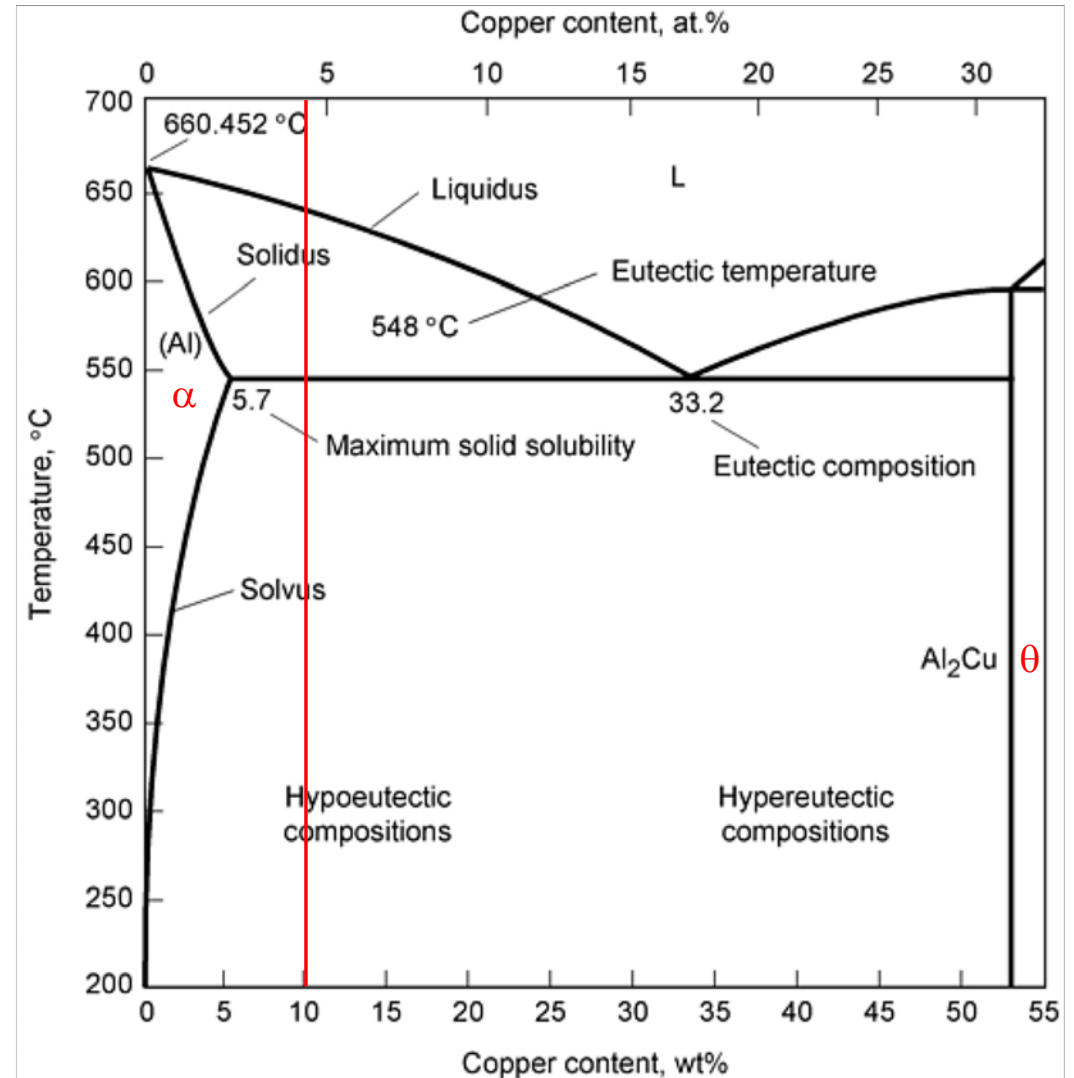
Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002

Pour le troisième alliage

**Al-10 % pds Cu**

on a à l'équilibre les deux structures (d'une puis deux phases):

- des dendrites d'Al primaire ( $\alpha$ ), puis
- l'eutectique ( $\alpha$  &  $\theta$ )



Notez que la loi du levier, qui découle des règles de la thermodynamique, présuppose qu'à chaque instant les phases en présence puissent adapter leur concentration. Si cela est vrai des liquides car la diffusion y est rapide, cette homogénéisation n'est pas possible au sein de la plupart des phases solides dans les temps usuellement impartis pour la solidification.

Il en résulte qu'à l'exception de certains systèmes pour lesquels la diffusion dans le solide est rapide (soluté interstitiel, dont C dans Fe), on observe plutôt l'inverse: une fois formé, le solide ne change plus sa composition. Ce qu'on voit donc quand on observe au microscope la structure solidifiée est le solide à la concentration qu'il avait quand il avait solidifié, presque sans modification pendant la suite de la solidification et du refroidissement de l'alliage.

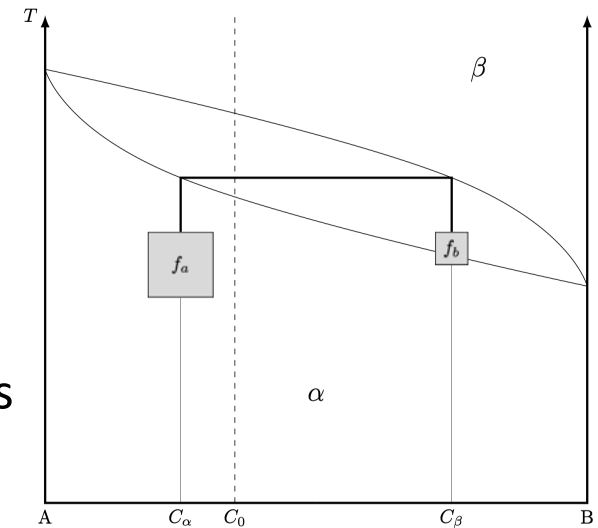
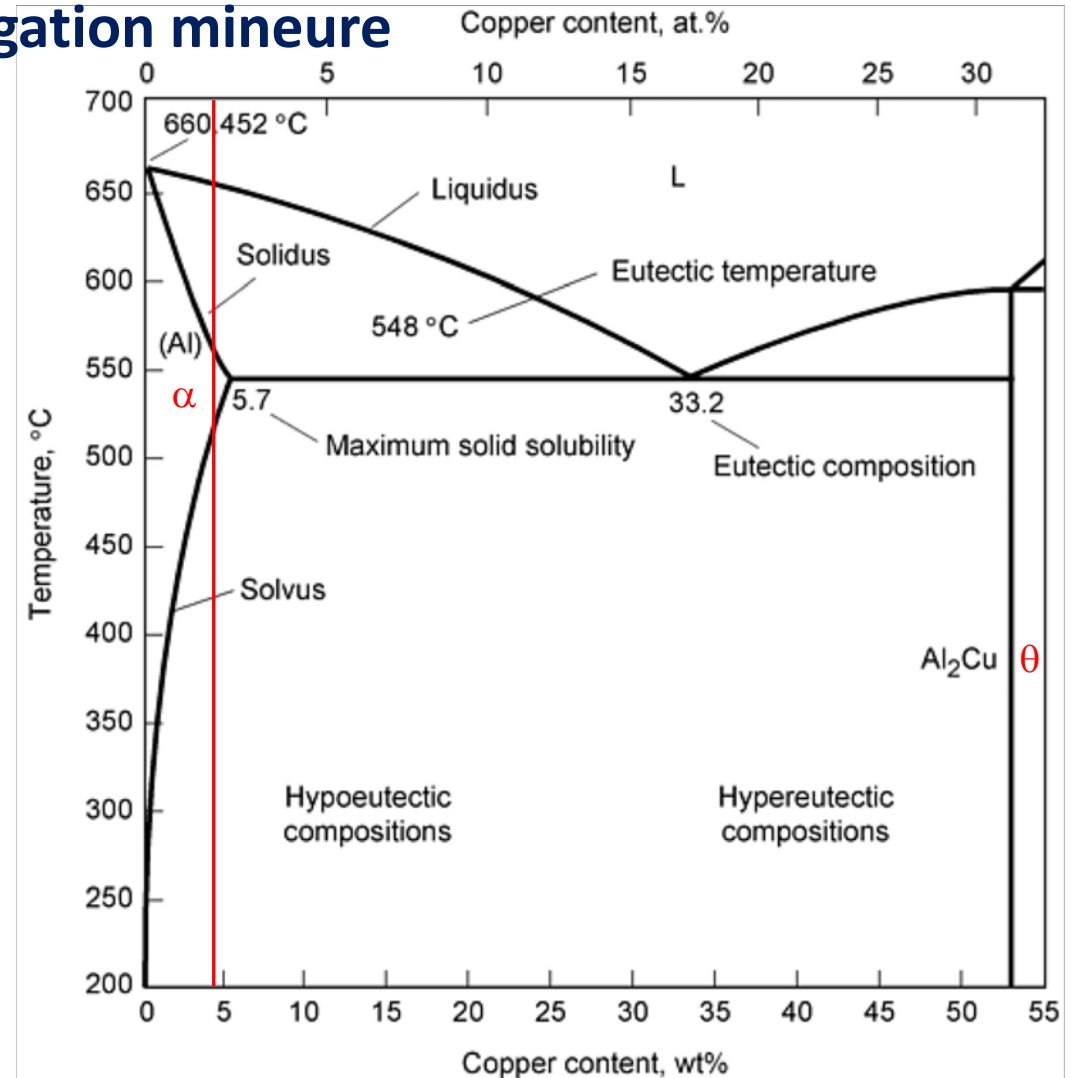


FIGURE II-13 – Illustration de la loi du levier.

## La microségrégation, ou ségrégation mineure

L'alliage contient de ce fait des gradients de concentration voire des phases non prévues par le diagramme de phase: c'est la *ségrégation mineure* ou *microségrégation* (microsegregation).

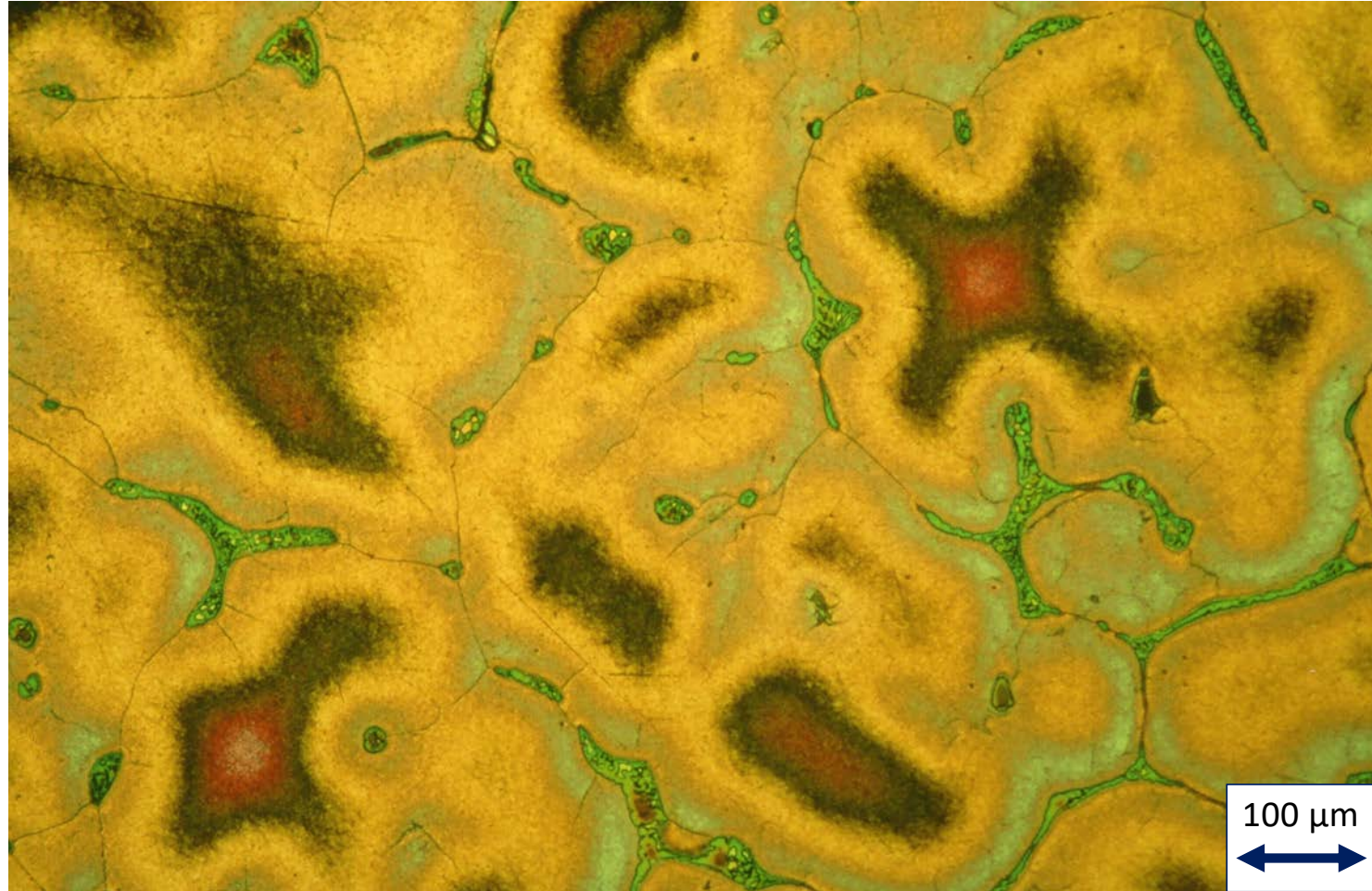
Ceci fait que dans l'Al-4.5 % pds Cu la phase  $\theta$  est formée (à la température eutectique) pendant la solidification de l'alliage.



## EPFL Notion de base: la microségrégation, ou ségrégation mineure

*Micrographie d'Al-4.5 % pds Cu brut de coulée, la couleur y est fonction de la teneur en Cu dans la phase  $\alpha$ : on y distingue des dendrites avec des gradients de concentration et la phase  $\theta = \text{Al}_2\text{Cu}$  (en vert) au sein d'un eutectique.*

Cette phase  $\theta$  est hors équilibre, tout comme les gradients de concentration au sein du solide.



Les surfaces et interfaces sont des lieux d'énergie locale plus élevée car les liaisons atomiques  $\gamma$  sont généralement moins stables. Leur création est donc accompagnée d'un excédent d'énergie:  
c'est l'énergie de surface ou d'interface  $\gamma$  (J/m<sup>2</sup>).

Notez que 1 J/m<sup>2</sup> = 1 N/m; cette énergie de surface/interface se traduit par une *tension de surface/interface* (quand elle est isotrope; quand elle dépend de l'orientation de la surface la situation est plus complexe):



Il faut, pour créer 1 m<sup>2</sup> de surface, tirer sur 1 m avec une force  $F = \gamma$  (J/m<sup>2</sup>) =  $\gamma$  (N/m)

Donc dans une sphère de matière entourée par une surface ou interface d'énergie surfacique  $\gamma$ , la matière au sein de la sphère est soumise à une surpression  $\Delta P$  donnée par le simple équilibre de forces

$$\pi R^2 \Delta P = 2\pi R\gamma$$

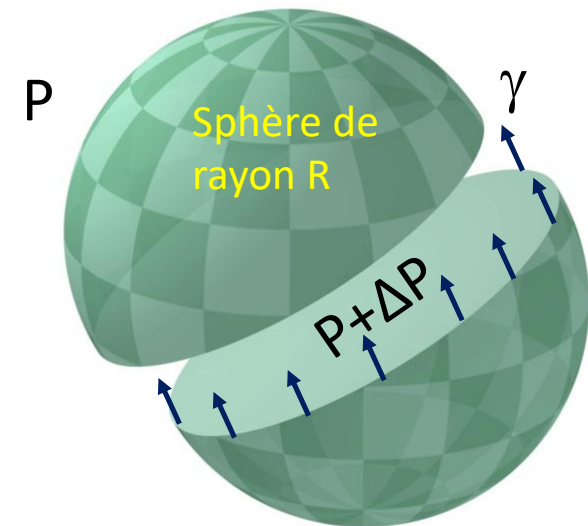
avec pour résultat:

$$\Delta P = 2\gamma/R.$$

Ceci augmente l'énergie libre  $G$  du solide de  $\Delta P = 2\gamma/R$  fois son volume spécifique (=volume par unité de masse, par mole, selon la définition de  $G$ )

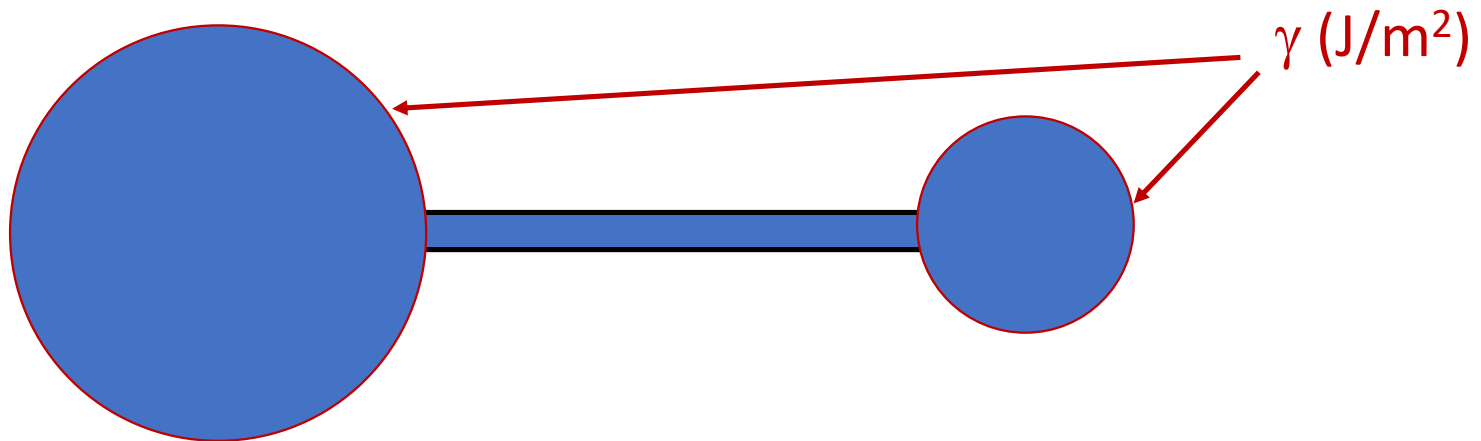
Plus  $R$  est faible, donc, moins la phase dans la sphère est stable.

Pour une surface quelconque on a  $\Delta P = \gamma C$  où  $C$  est la courbure (positive ou négative en  $m^{-1}$ ) de la surface.



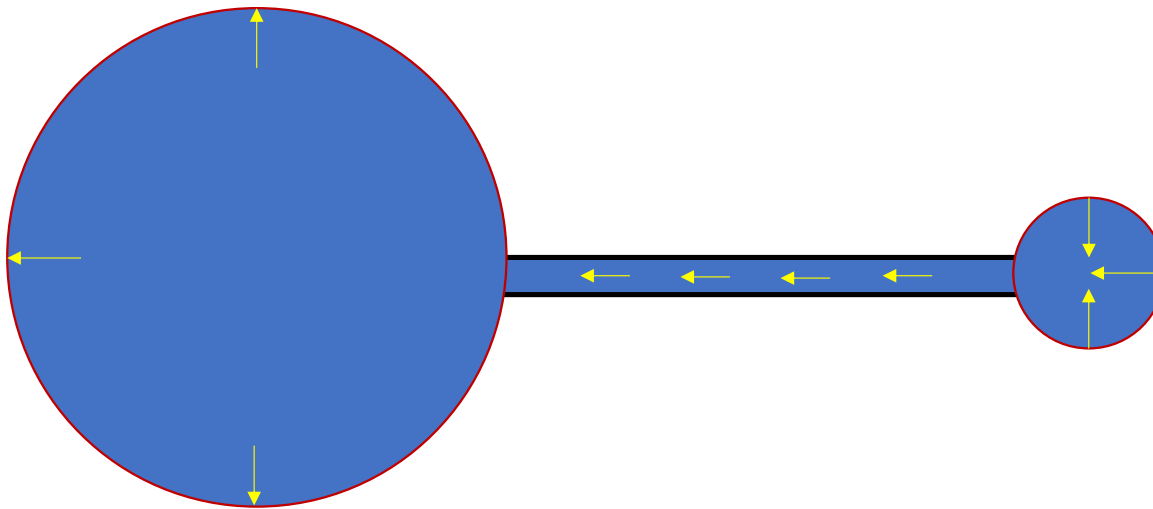
## Notion de base: la maturation liée à la capillarité

*Question:* j'ai deux ballons faits de caoutchouc ayant une contrainte d'écoulement (élastique) constante, gonflés avec l'un plus petit que l'autre. Ils sont soudain reliés par une paille: que se passe-t-il ?



## Notion de base: la maturation liée à la capillarité

*Réponse:* la surpression  $\Delta P = 2\gamma/R$  est plus grande dans le plus petit des deux ballons, lequel va donc se vider dans le plus grand des deux.



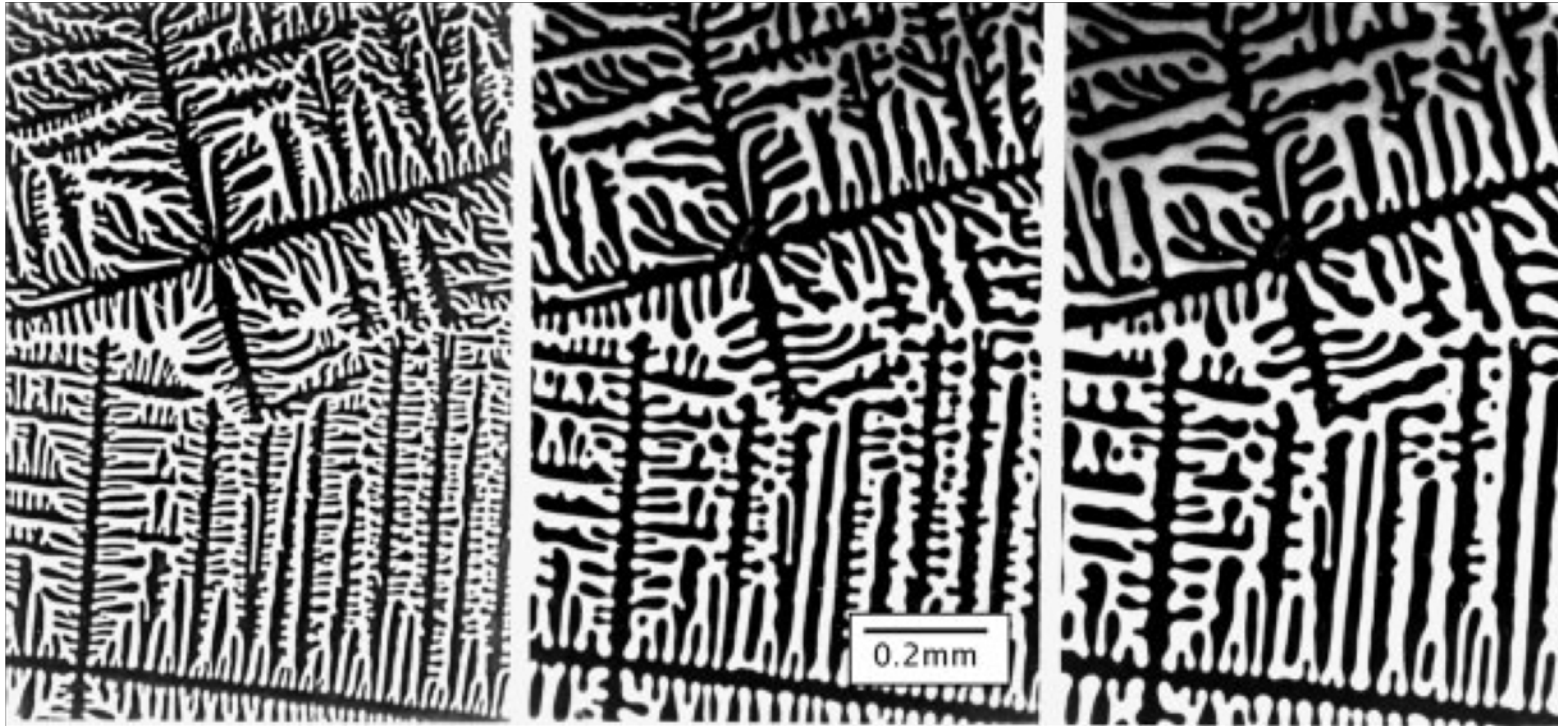


FIGURE II-17 – Maturation de dendrites planes (vues en transmission entre deux plaques de verre). Les images ont été prises 1, 3 et 5 min après la formation de dendrites.

Source: K.A. Jackson, *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials*, Wiley-VCH, 2004.

La vitesse (ou cinétique) de la maturation est souvent régie par la diffusion. L'analyse mène alors à la conclusion que la dimension moyenne  $\lambda$  des éléments de microstructure considérés (séparation moyenne des bras de dendrite par exemple, ou diamètre moyen des bulles dans une mousse), suit la loi :

$$\lambda^3 - \lambda_0^3 = K t \quad (\text{II-9})$$

où  $t$  est le temps,  $\lambda_0$  est la valeur de  $\lambda$  à  $t = 0$ , et  $K$  est une constante qui dépend de la température et du système considéré.

## Notion de base: la maturation liée à la capillarité (cas des dendrites)

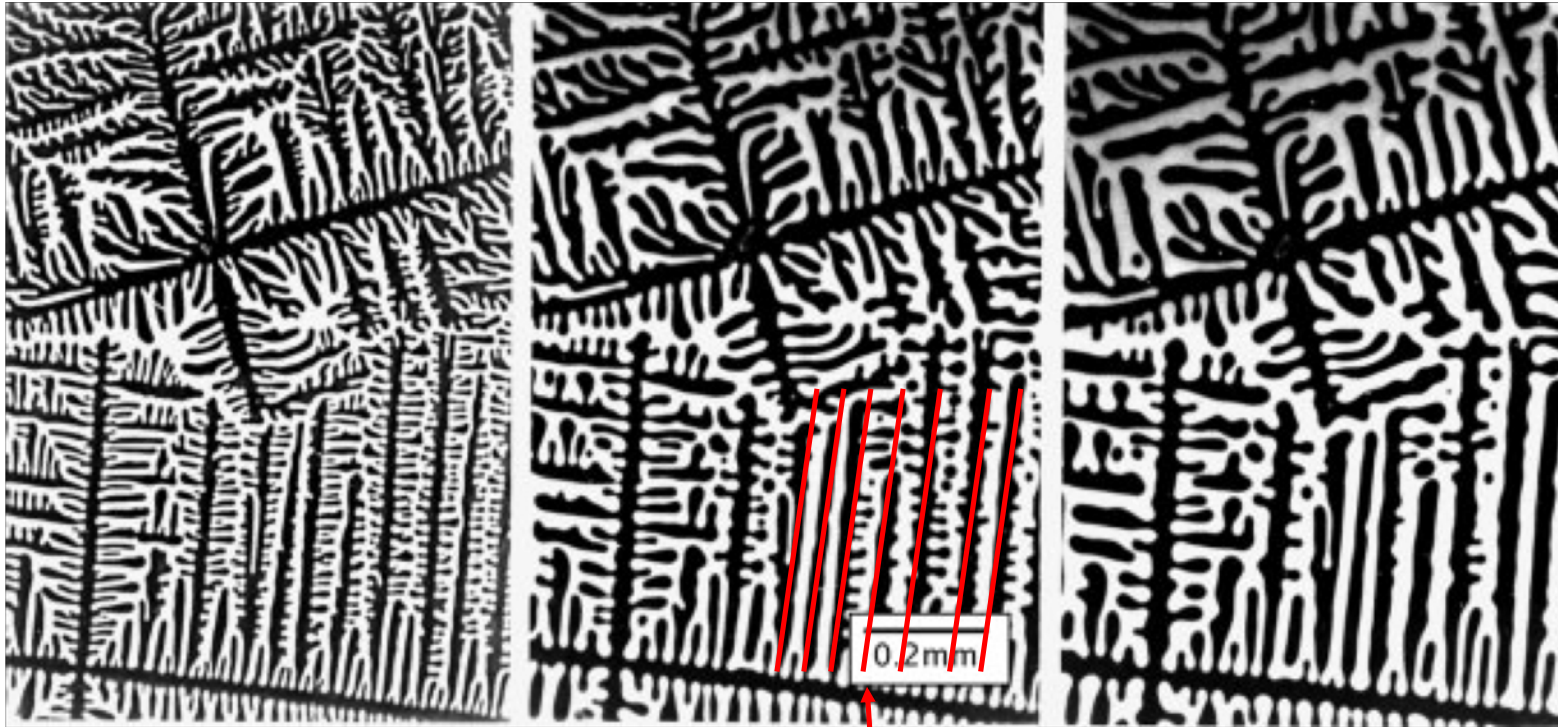


FIGURE II-17 – Maturation de dendrites planes (vues en transmission entre deux plaques de verre). Les images ont été prises 1, 3 et 5 min après la formation de dendrites.

Source: K.A. Jackson, *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials*, Wiley-VCH, 2004.

$$\lambda^3 - \lambda_0^3 (\approx \lambda^3) = K t$$

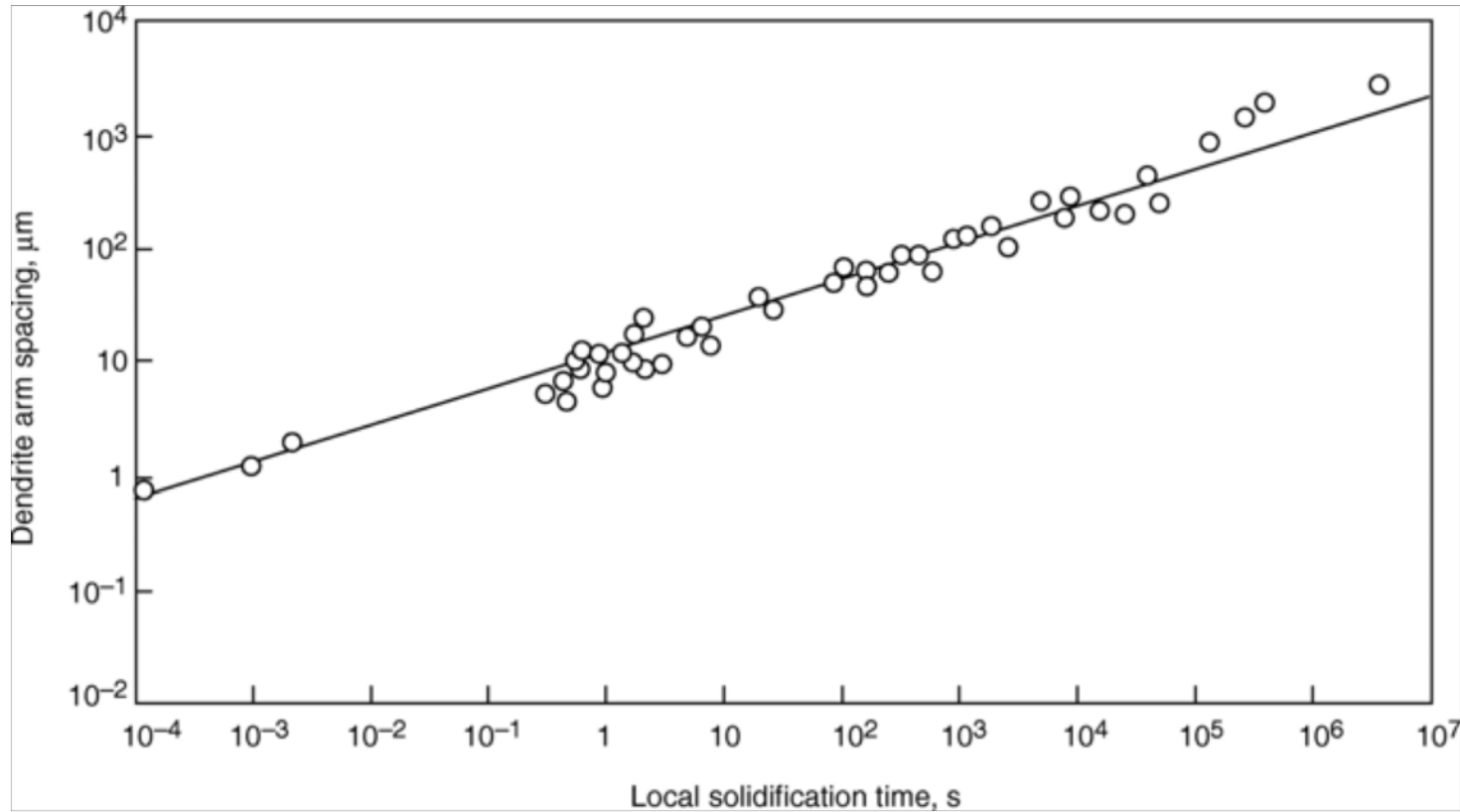


FIGURE II-18 – Espacement de bras de dendrites des alliages Al-4.5% pds Cu en fonction du temps de solidification.

Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2005; M.C. Flemings, 1991

## Résumé: les microstructures d'alliage brutes de coulée (= qui résultent de la solidification sans traitement ultérieur)

### Phases présentes (ségrégation mineure):

la microstructure peut montrer d'autres phases que celles dictées par le diagramme de phase, et va généralement contenir des gradients de concentration au sein des phases présentes.

### Echelle de la microstructure (maturation):

sera d'autant plus fine que la vitesse de solidification (= intensité du refroidissement lors de la solidification) est élevée.

**Aux grandes vitesses de solidification** on peut même voir d'autres phases que celles prédites par le diagramme de phase (voire une structure amorphe).

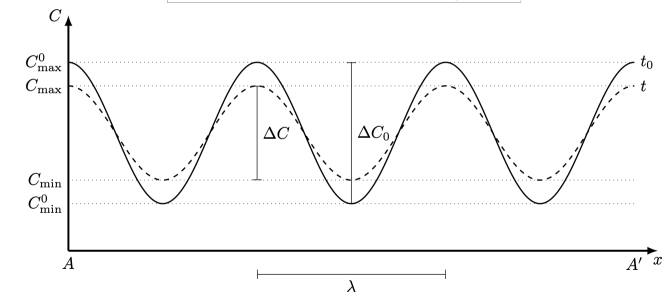
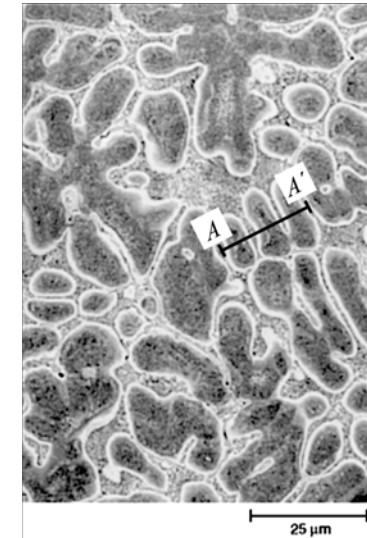
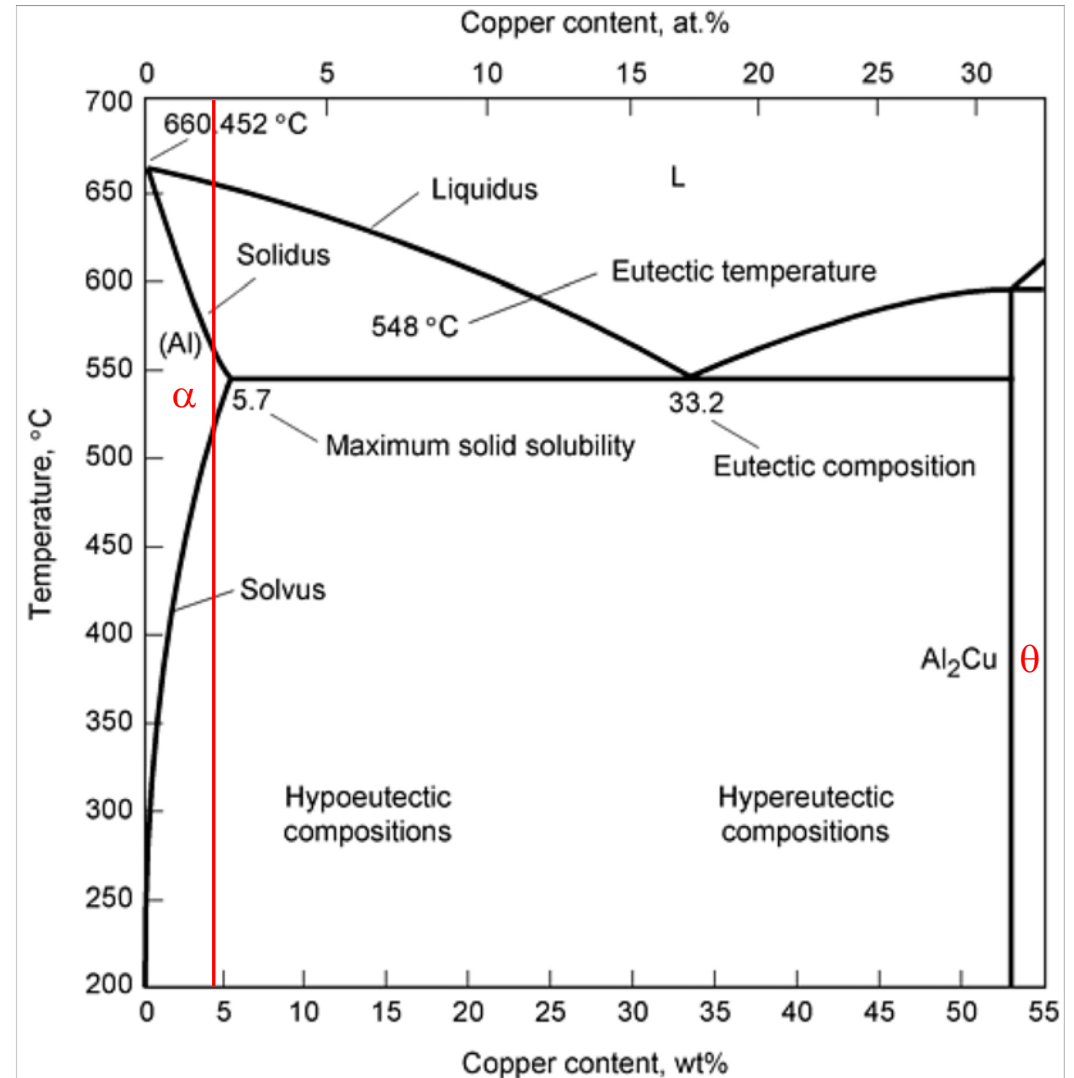
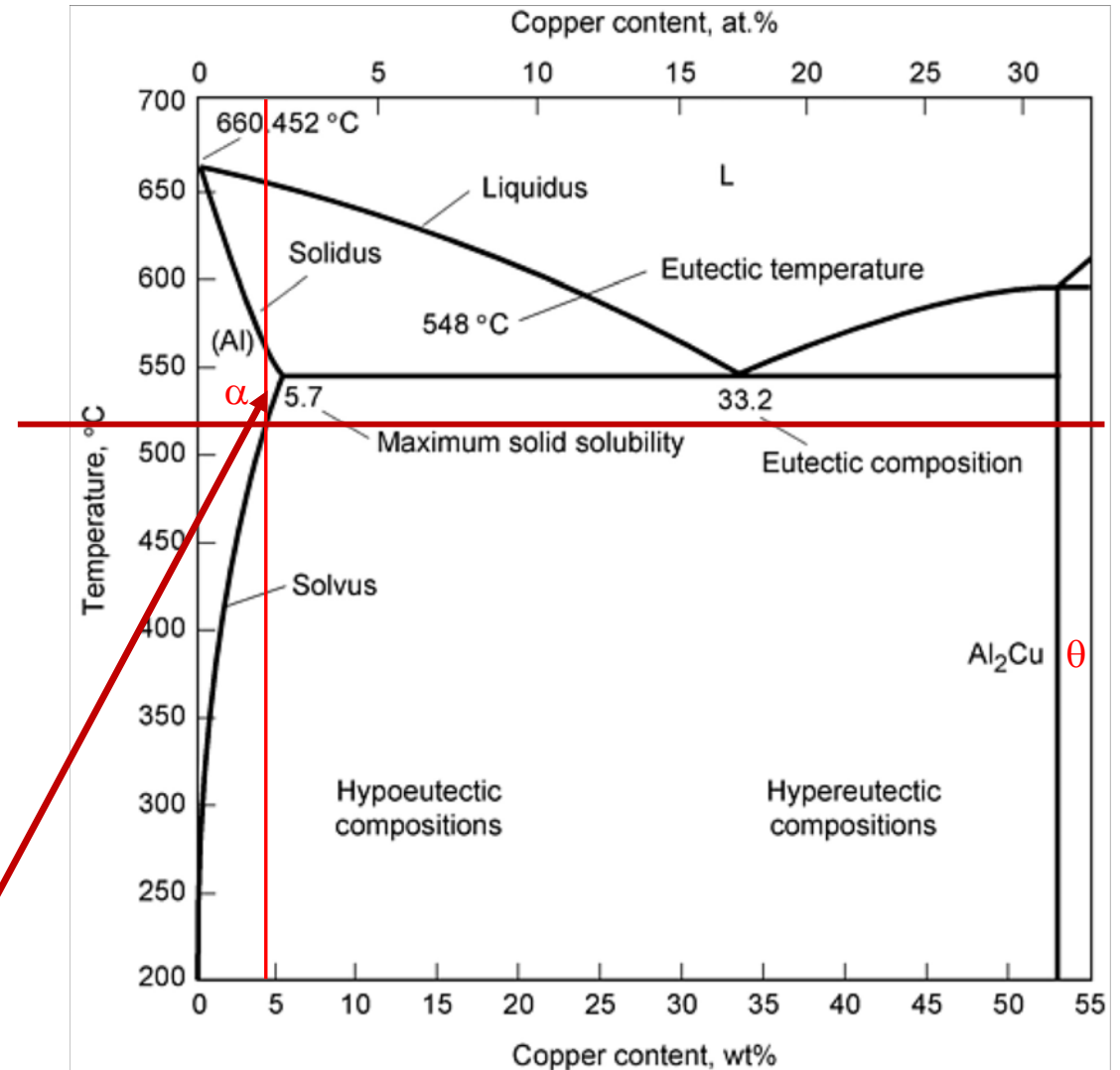


FIGURE II-21 – Ségrégation mineure et homogénéisation.

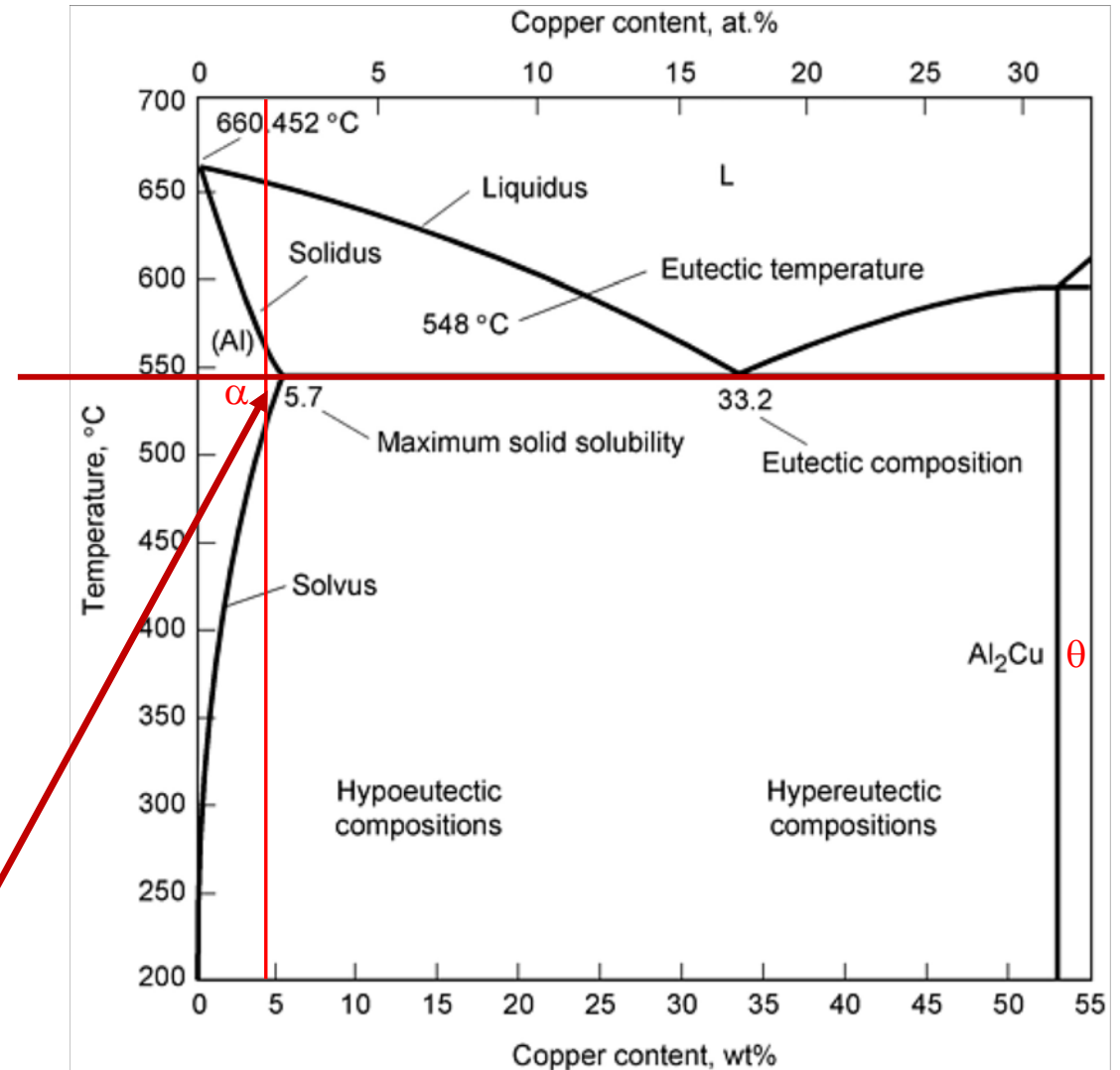
Pour **Al-4.5 % pds Cu** après coulée on soumet généralement l'alliage à un traitement thermique d'*homogénéisation*: on donne le temps à la diffusion en phase solide de ramener la structure à celle dictée par le diagramme de phase: la phase  $\alpha$  partout, à la concentration moyenne de 4.5 % pds Cu.



Pour **Al-4.5 % pds Cu** après coulée on soumet généralement l'alliage à un traitement thermique d'homogénéisation: on donne le temps à la diffusion en phase solide de ramener la structure à celle dictée par le diagramme de phase: la phase  $\alpha$  partout, à la concentration moyenne de 4.5 % pds Cu. **On chauffe donc là**



.. tout en restant en-dessous de la température eutectique car sinon la structure eutectique fond, puis la microstructure évolue par maturation rapide. Ceci donne une structure dite brûlée, fragile car contenant une phase fragile ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) aux joints de grains, difficile à homogénéiser car son échelle est devenue moins fine.



Chapitre 3 – Métaux et Alliages – Al & Cu - 27 **FIGURE II-12** – Diagramme de phase partiel du système Al-Cu. Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 4, 2011.

Exemple  
d'alliage  
"brûlé".

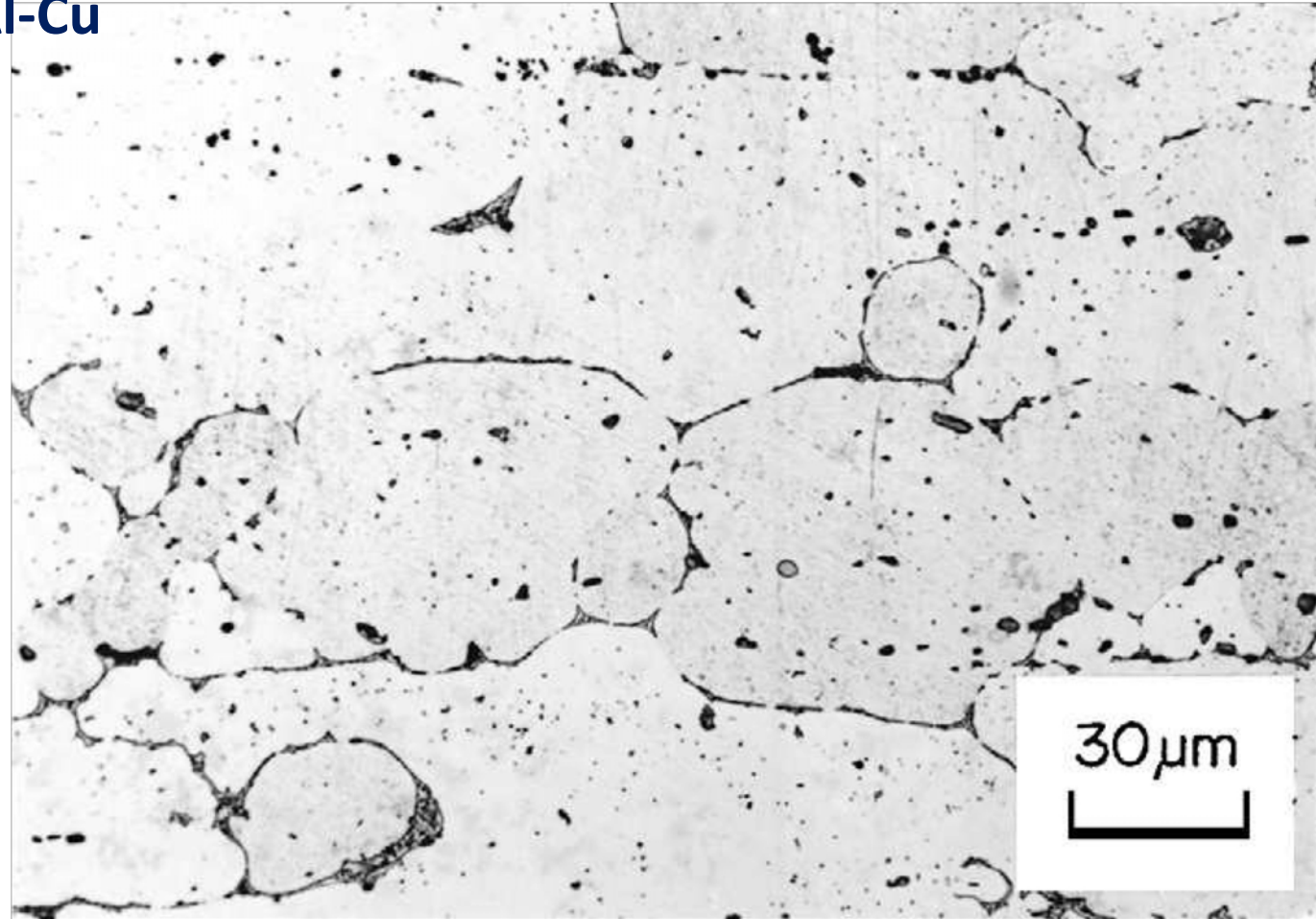


FIGURE II-20 – Micrographie d'un alliage Al-Cu-Mg brûlé, c'est-à-dire dont l'eutectique a fondu et donc dont la microstructure a fortement grossi.

Source: I.J. Polmear, *Light Alloys: from traditional alloys to nanocrystals*, Butterworth-Heinemann, 2006.

## EPFL Notion de base: la cinétique des transformations de phase

La **thermodynamique** mesure et prédit la propension d'une transformation à avoir lieu, par le signe et l'ampleur de  $\Delta G$ .

La **cinétique** mesure et prédit la **vitesse** à laquelle elle a lieu.

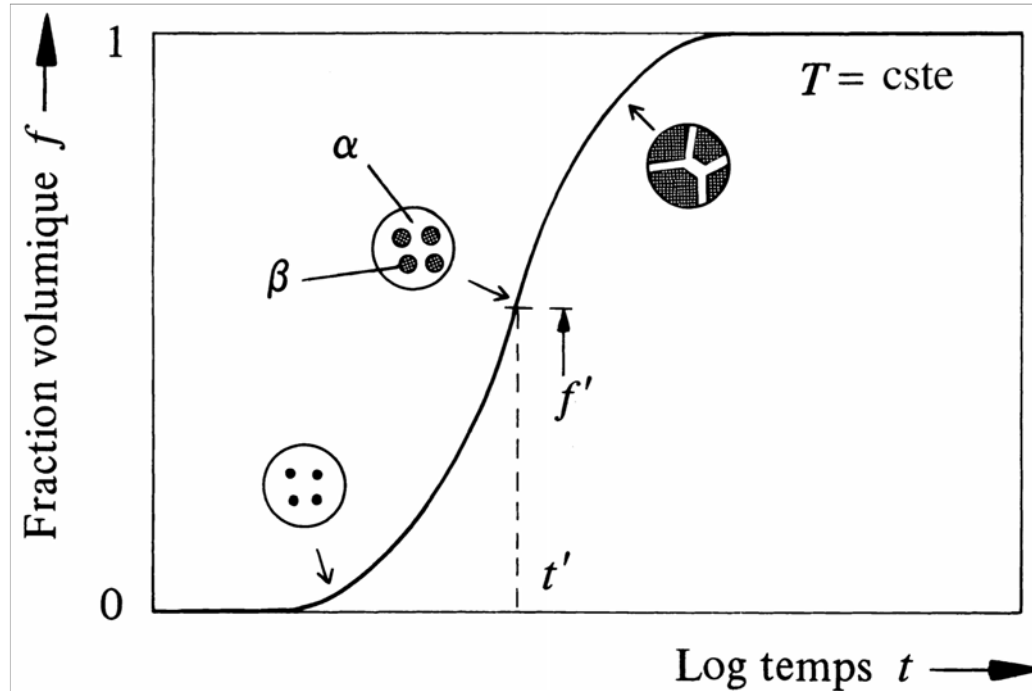


FIGURE II-25 – Variation de la fraction volumique de phase  $f$  en fonction du temps. Notez que la vitesse de transformation est simplement donnée par la pente de la courbe à chaque moment donné.

Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002.

## EPFL Notion de base: la cinétique des transformations de phase

Près de l'équilibre la force motrice ( $\Delta G$ ) est faible: la transformation est lente;

près de 0K tout processus activé thermiquement est ralenti: la transformation est lente.

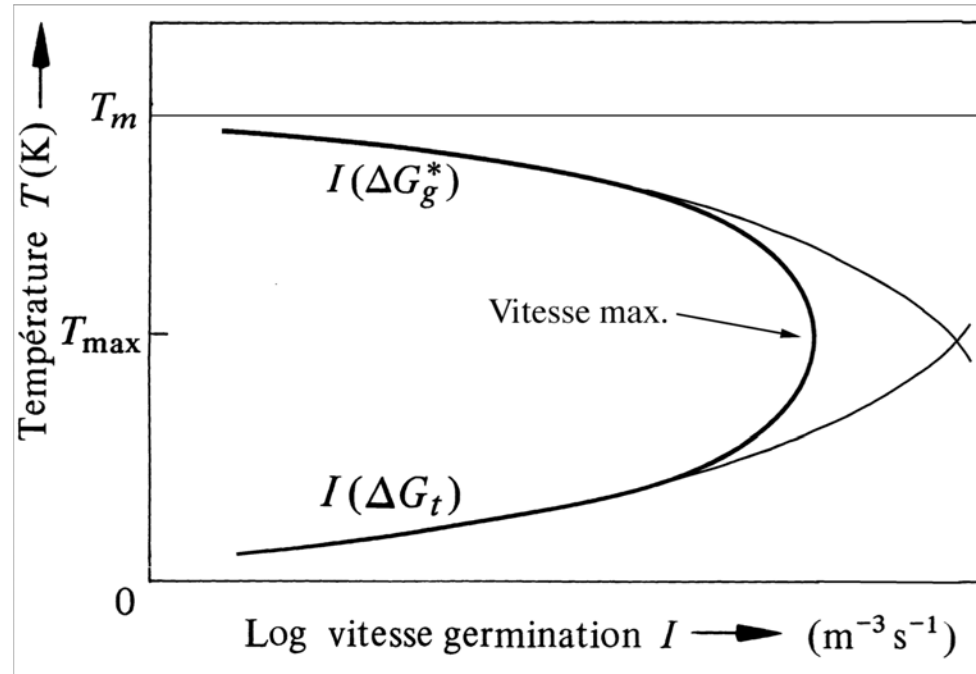


FIGURE II-22 – Vitesse de germination d'une phase en fonction de la température.

Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002.

# EPFL Notion de base: la cinétique des transformations de phase

Transformation  
isotherme:

courbe sigmoïdale de  
la fraction  
transformée  $f$  en  
fonction du temps  $t$

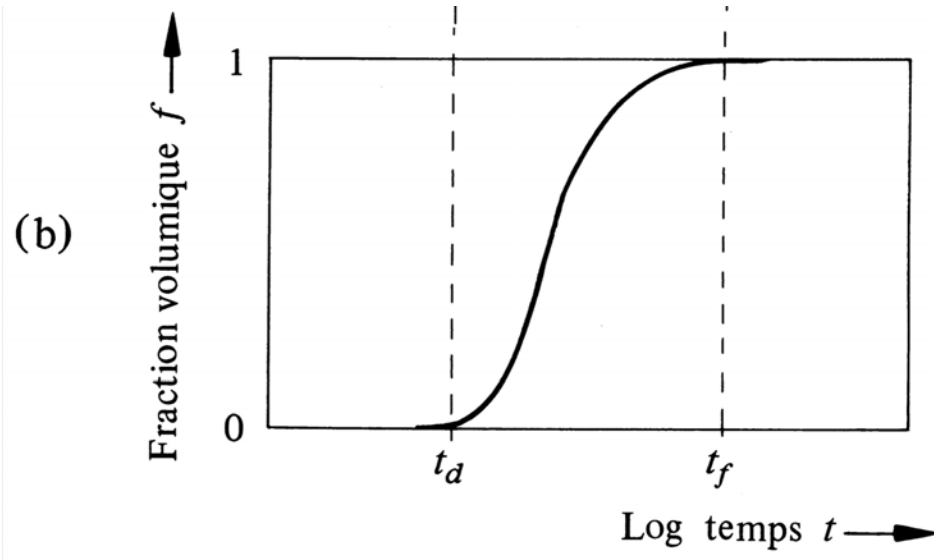
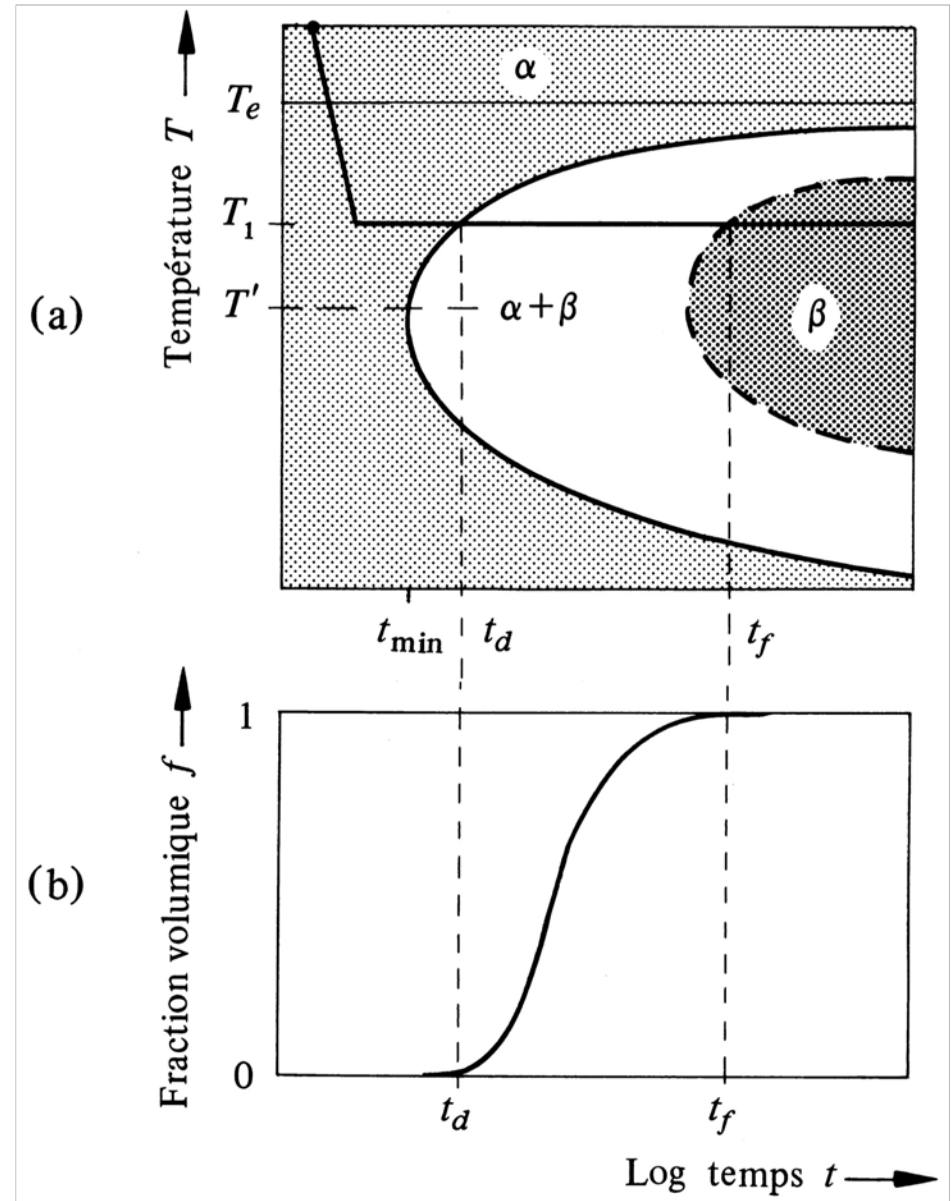


FIGURE II-23 – Diagramme TTT (Température Temps Transformation) schématique.

Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002.

# Notion de base: la cinétique des transformations de phase

## Définition du diagramme TTT



## Le diagramme TTT

Donne les lignes de début ( $f \ll 100\%$ ) et de fin ( $f$  un peu  $< 100\%$  de  $f_{\text{équilibre}}$ ) d'une transformation lors d'un maintien **isotherme** du matériau après

(i) une exposition donnée à une température donnée (commune pour tout le diagramme; généralement supérieure au domaine de températures de transformation), suivi de (ii) un transit (généralement une trempe=quench) "infiniment rapide" vers chacune des températures de transformation.

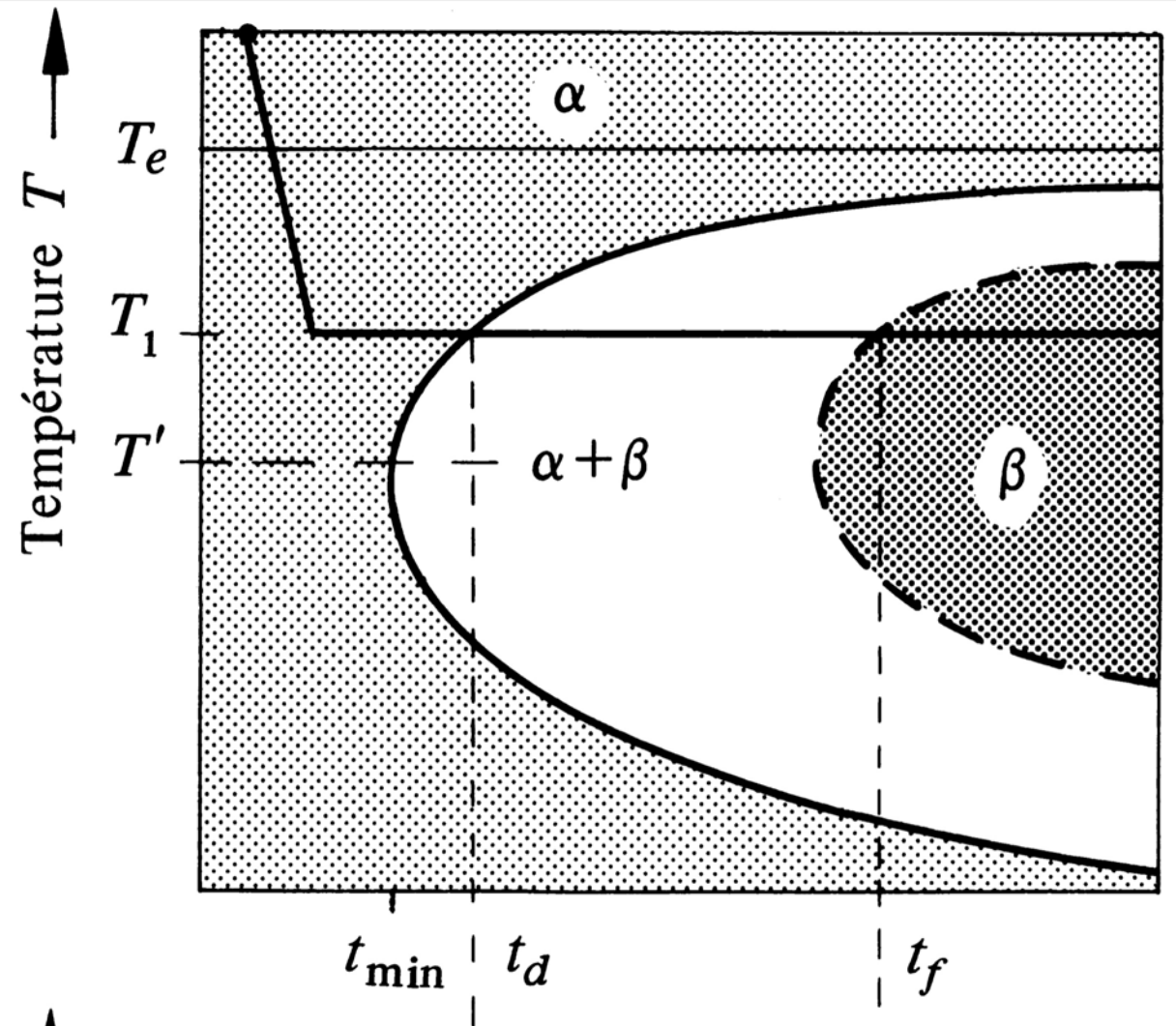


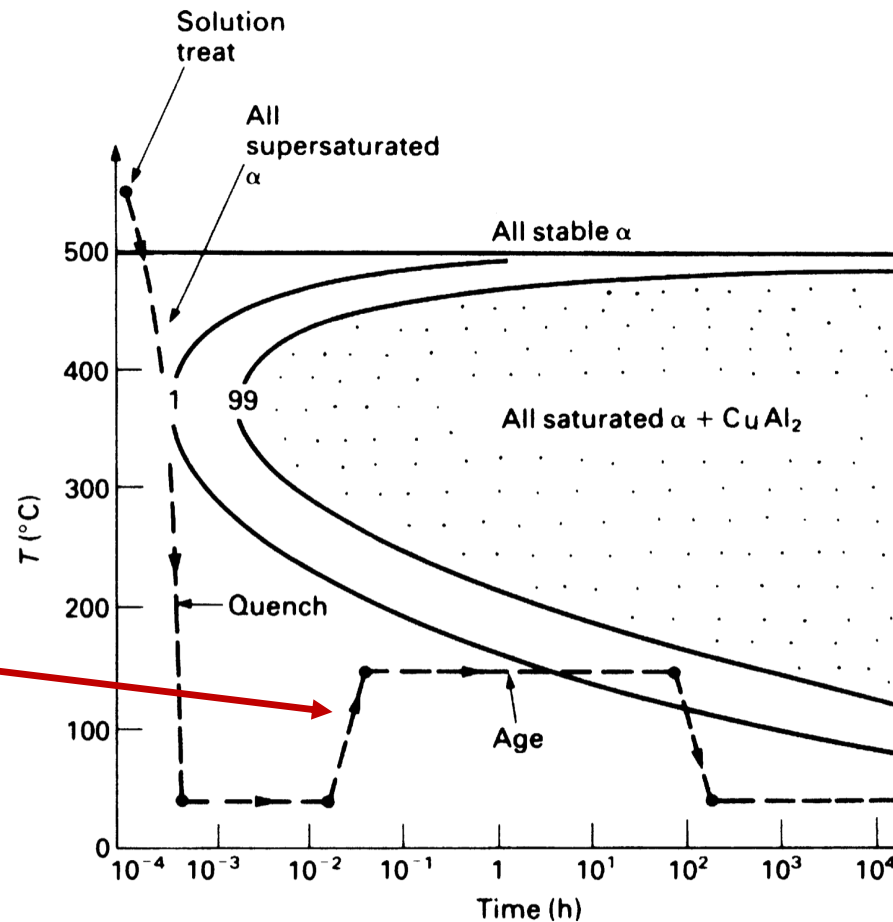
FIGURE II-23 – Diagramme TTT (Température Temps Transformation) schématisé.

Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux*, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002.

## Le traitement de mise en solution ou d'homogénéisation

(note: là on sort du domaine d'utilisation entièrement correcte du diagramme car l'historique n'est pas isotherme)

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

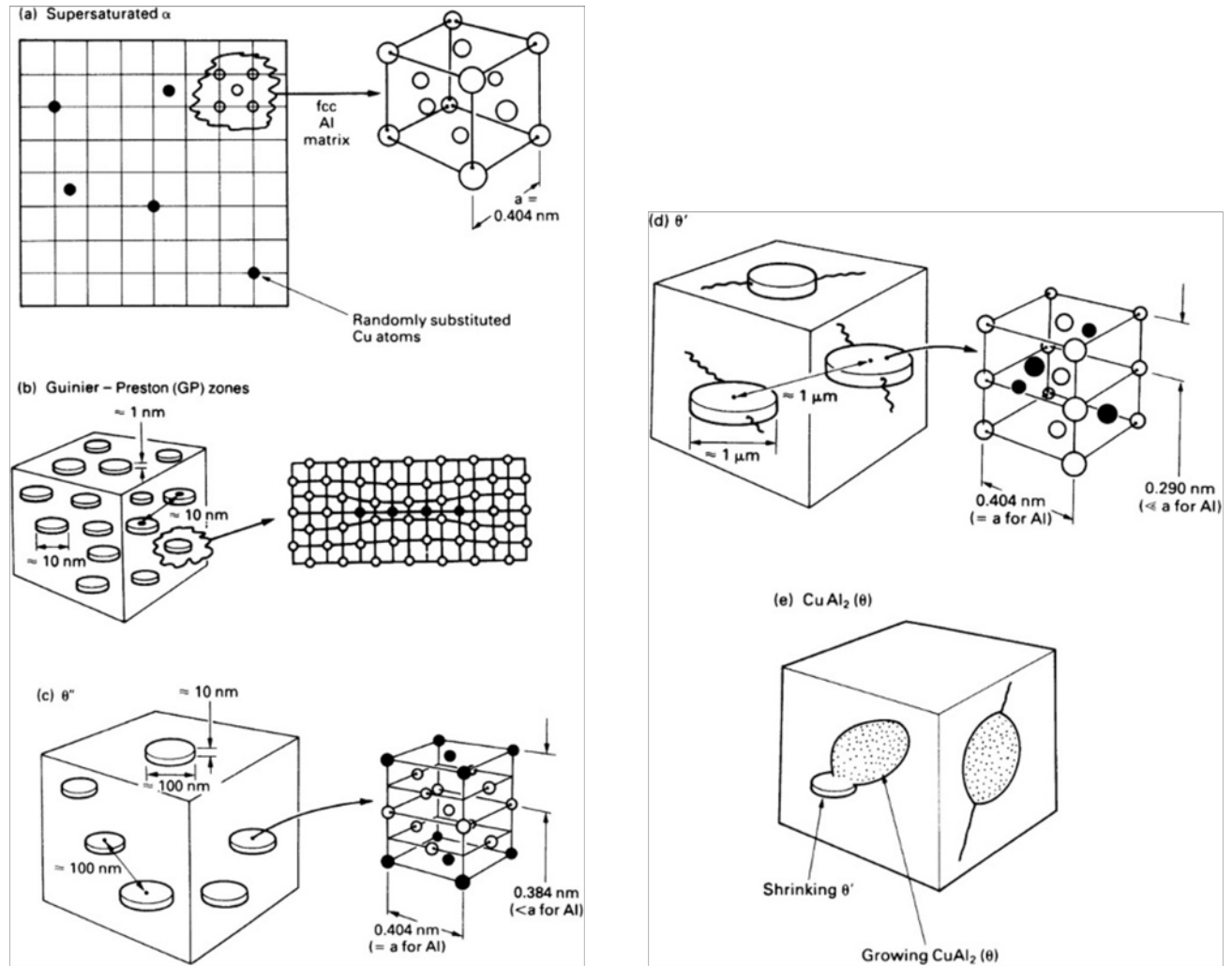


**FIGURE 11.5**

TTT diagram for the precipitation of  $\text{CuAl}_2$  from the Al + 4 wt% Cu solid solution. Note that the *equilibrium* solubility of Cu in Al at room temperature is only 0.1 wt% (see Figure 11.3). The quenched solution is therefore carrying  $4/0.1 = 40$  times as much Cu as it wants to.

**EPFL** Le système Al-Cu

En fait ce qui se produit est plus compliqué: plusieurs types de précipités de composition proche de  $\text{Al}_2\text{Cu}$  peuvent se former, car certains précipités moins stables peuvent avoir une cinétique de germination et croissance plus rapide que les précipités plus stables. Quatre précipités peuvent se former dans Al-Cu sursaturé.



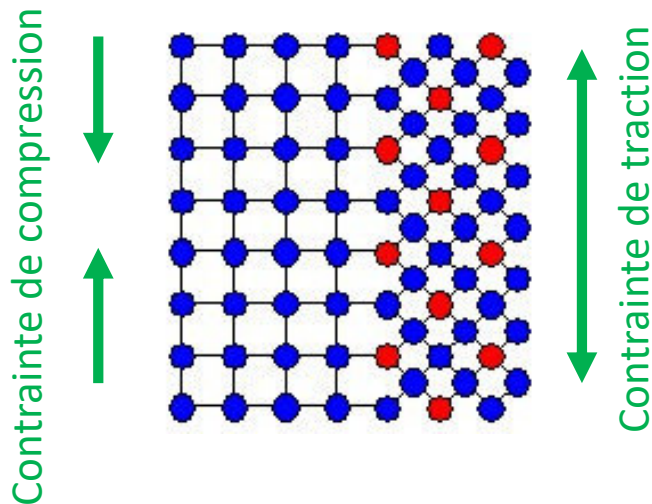
Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

FIGURE II-26 – Phases GP,  $\theta''$ ,  $\theta'$ , et  $\theta$ .

Source: *Engineering Materials and Processes Desk Reference*, Butterworth-Heinemann, U.K., 2009.

## EPFL Les interfaces cohérentes, semi-cohérentes ou incohérentes

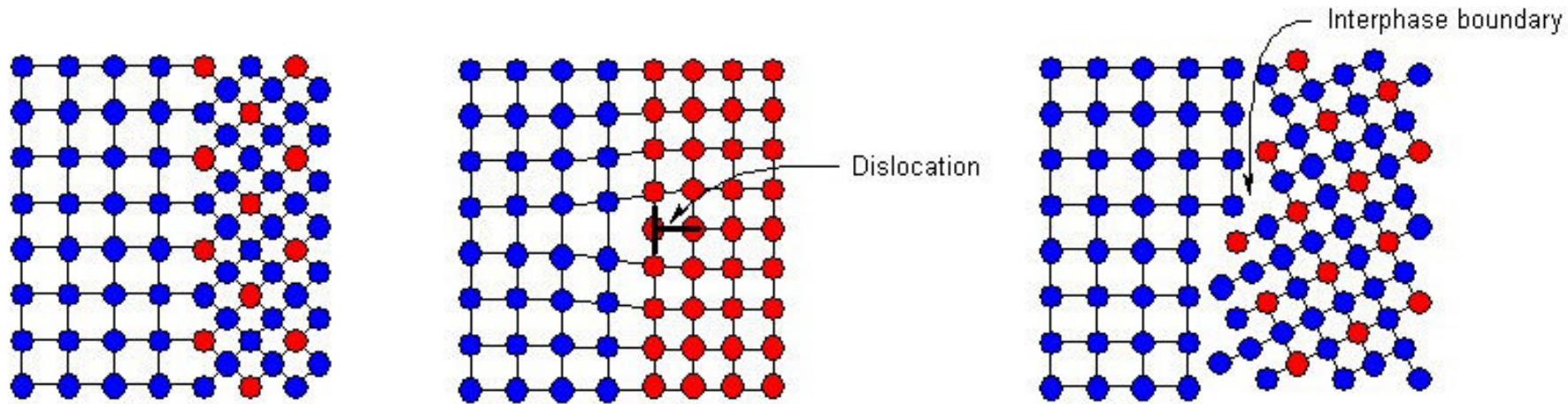
Une raison essentielle pour laquelle un précipité moins stable peut se former et grandir avant un précipité plus stable est que son interface avec la phase au sein de laquelle il croît est de faible énergie. Cela sera le cas si, entre deux cristaux différents, on peut former une interface le long de laquelle les positions des atomes coïncident entre les deux cristaux. On appelle cela une interface **cohérente** (coherent interface)



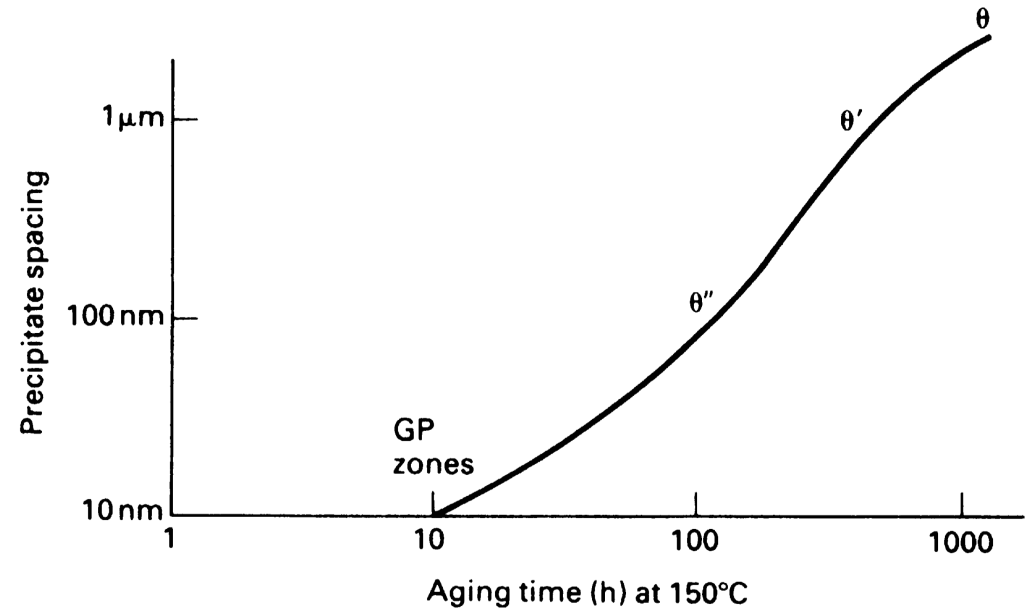
Généralement, si les positions coïncident, les distances interatomiques sont souvent différentes; les interfaces cohérentes sont donc souvent entourées de champs de contrainte

**EPFL** Les interfaces cohérentes, semi-cohérentes ou incohérentes

Parfois, pour soulager ces contraintes, des dislocations apparaissent le long de telles interfaces: ce sont des interfaces *semi-cohérentes*.  
Le long d'une interface *incohérente* les positions des atomes ne coïncident pas.



Dans le temps, la taille des précipités tend à augmenter, tant car elles croissent, qu'à cause de la maturation.



**FIGURE 11.9**

The gradual increase of particle spacing with aging time.

## EPFL Le système Al-Cu

Notez que moins un précipité est stable (ou en d'autres mots moins son énergie libre de formation  $\Delta G$  est négative):

- (i) plus la température au-dessus de laquelle il ne se forme pas est faible et
- (ii) plus la teneur en Cu dans la phase alpha à partir de laquelle il se forme est élevée.

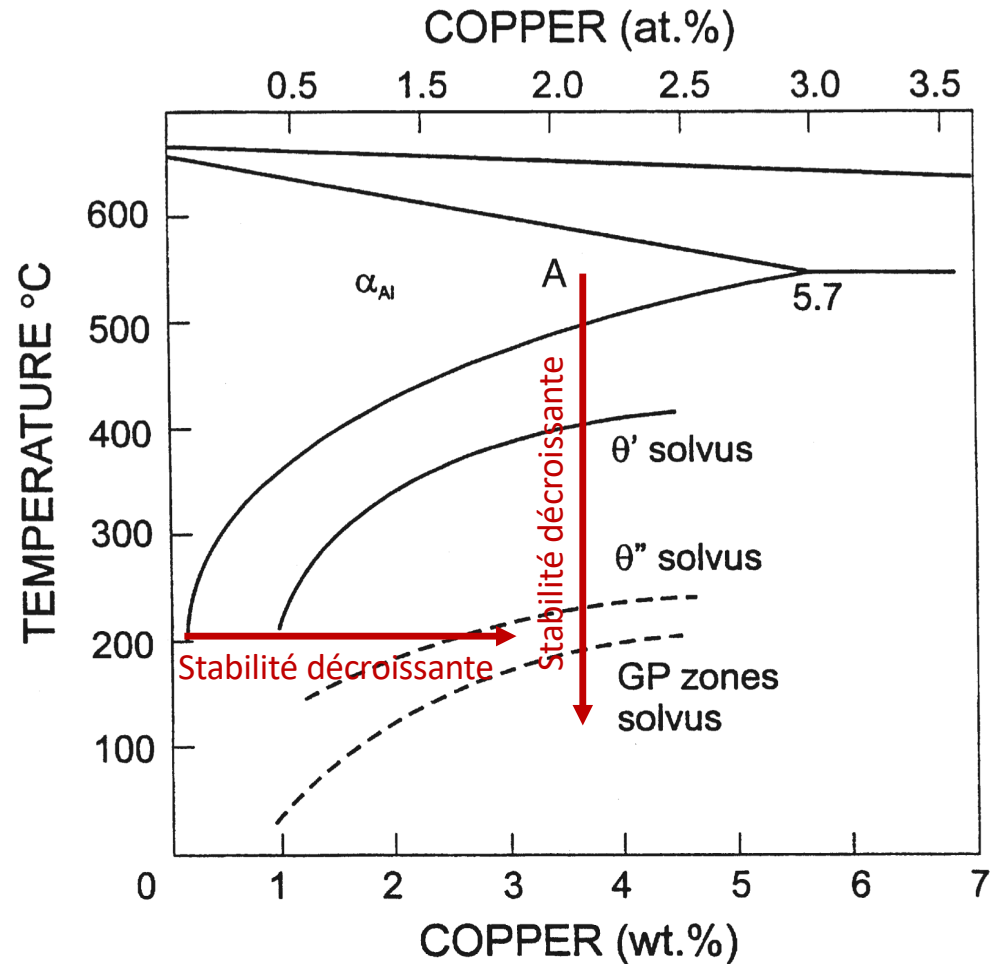
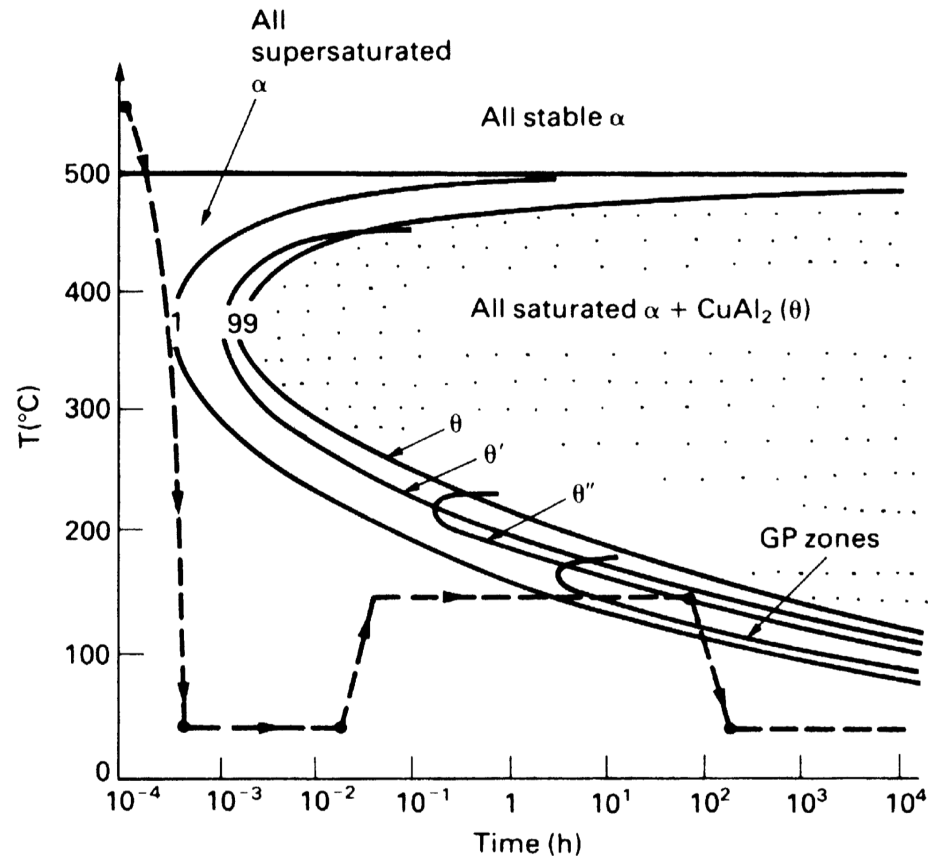


FIGURE II-29 – Diagramme de phase métastable du système Al-Cu.

Source: I.J. Polmear, *Light Alloys: from traditional alloys to nanocrystals*, Butterworth-Heinemann, 2006.

A température suffisamment basse, un précipité moins stable peut apparaître en premier, et rester jusqu'à l'apparition d'une phase plus stable – laquelle va graduellement absorber les précipités moins stables.



**FIGURE 11.10**

Detailed TTT diagram for the Al–4 wt% Cu alloy. We get peak strength by aging to give  $\theta''$ . The lower the aging temperature, the longer the aging time. Note that GP zones do not form above 180 °C: if we age above this temperature we will fail to get the peak value of yield strength.

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, *Engineering Materials Vol. 2*, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

Dans le temps, le nombre et la la taille des précipités commencent d'abord par croître.

Puis, tant pendant qu'après la précipitation, la maturation va augmenter la taille moyenne et réduire le nombre des précipités.

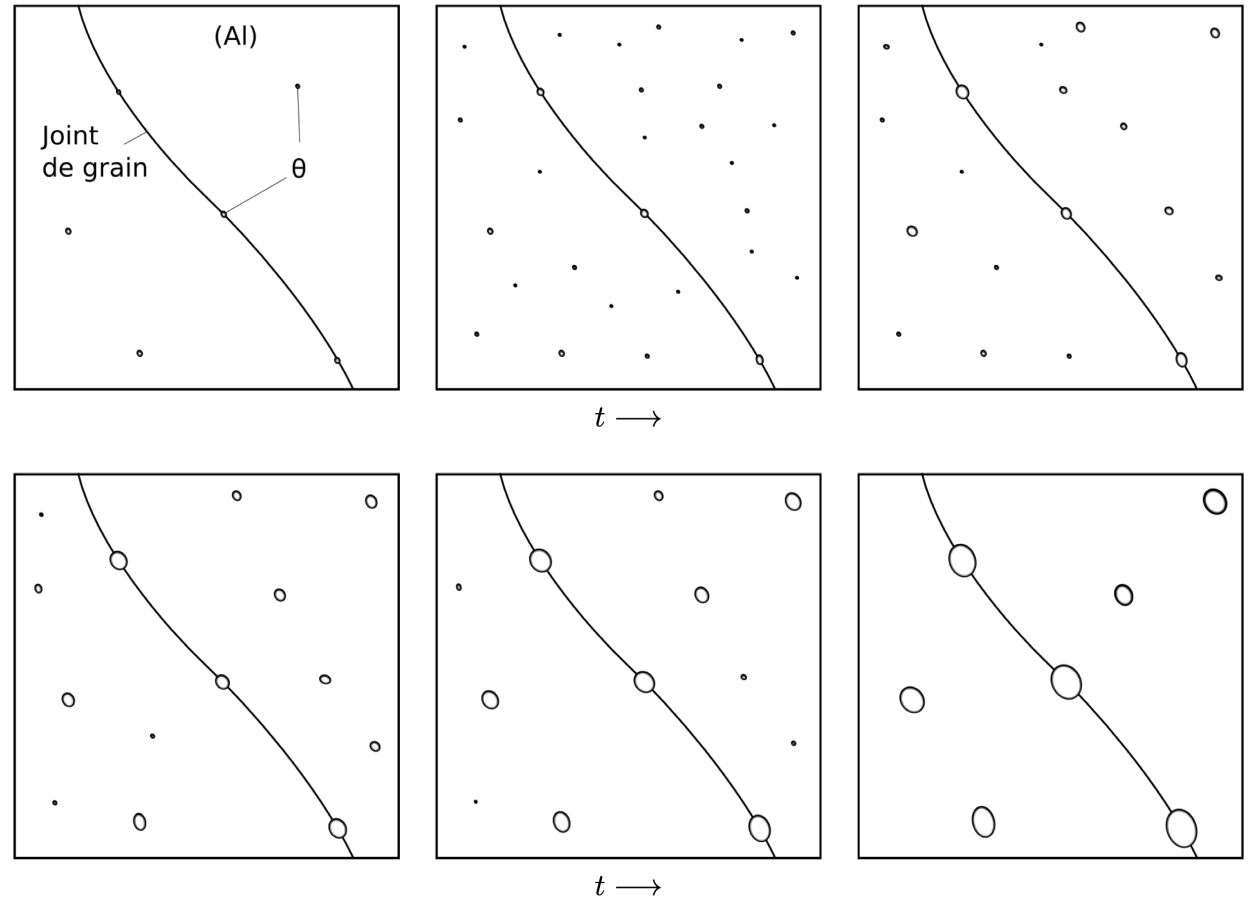
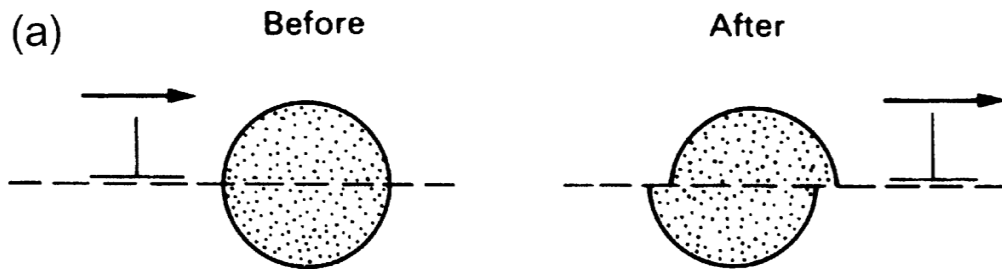


FIGURE II-34 – Illustration du processus de germination et maturation de précipités  $\theta$  dans une matrice  $\alpha$ .  
Source: Fortement inspiré de ASM international Handbook online, 2011

## EPFL Le système Al-Cu

Les précipités représentent un obstacle sur la trajectoire des dislocations, lesquelles vont devoir, pour avancer soit (a) **cisailler** les précipités, ceci est prévalent avec les précipités de faible taille et cohérents ou semi-cohérents;



Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, *Engineering Materials* Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

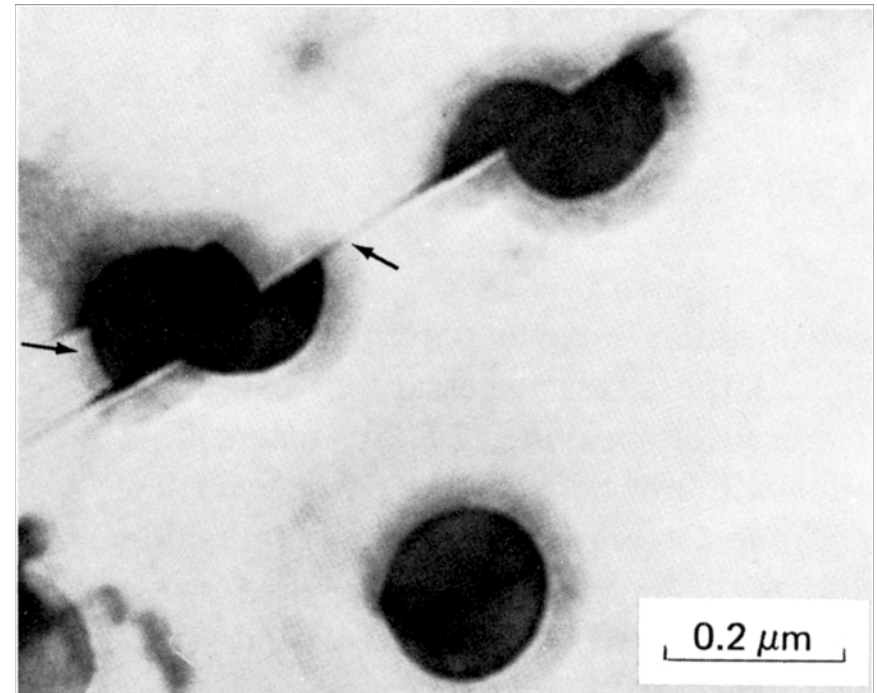
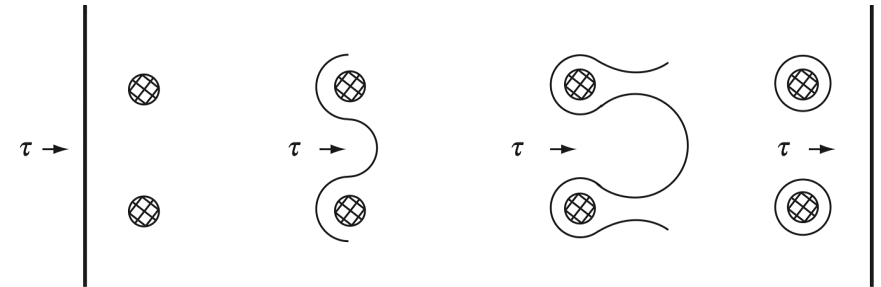


FIGURE II-35 – Micrographie d'un précipité  $\gamma'$  cisailé dans un alliage de nickel.  
Source: M.A. Meyers, K.K. Chawla, *Mechanical Metallurgy: Principles and Applications*, Prentice-Hall, USA, 1984.

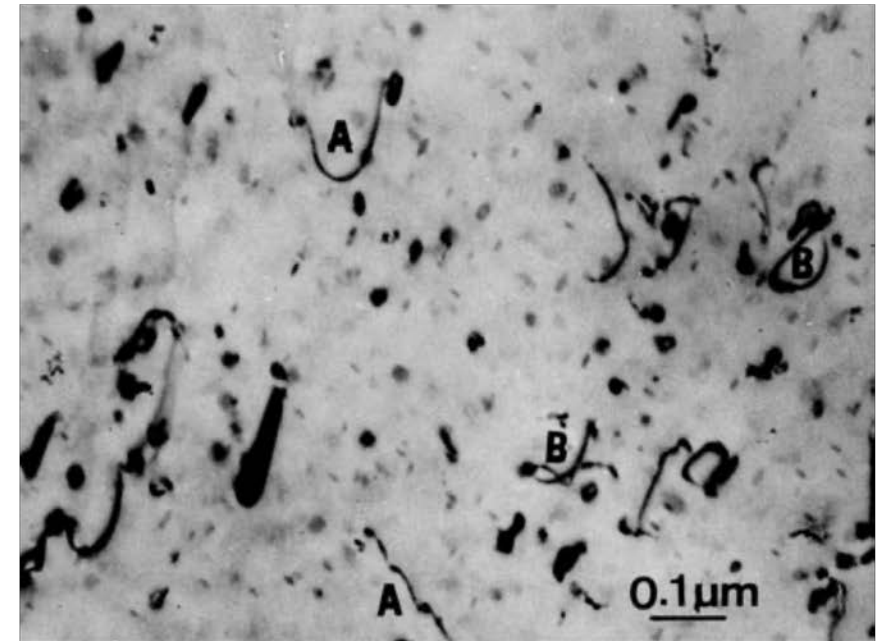
Source: M.A. Meyers and K.K. Chawla, *Mechanical Behavior of Materials* 2<sup>nd</sup> Ed., Cambridge University Press, 2009

**Fig. 10.18** (a) The Orowan model. (After E. Orowan, in *Internal Stresses in Metals and Alloys* (London: Institute of Metals, 1948), p. 451.) (b) Obstruction of dislocation motion by uniformly distributed nonshearing particles in an aluminum alloy (transmission electron microscope) (Courtesy of M. V. Heimendahl.)



...soit, alternativement,  
(b) se plier sous l'action de la contrainte appliquée et passer outre les précipités sans les cisailer, mais plutôt en les contournant.

La contrainte requise pour ce **contournement** est inversement proportionnelle à la distance entre précipités.



Source: M.A. Meyers and K.K. Chawla, *Mechanical Behavior of Materials* 2<sup>nd</sup> Ed., Cambridge University Press, 2009

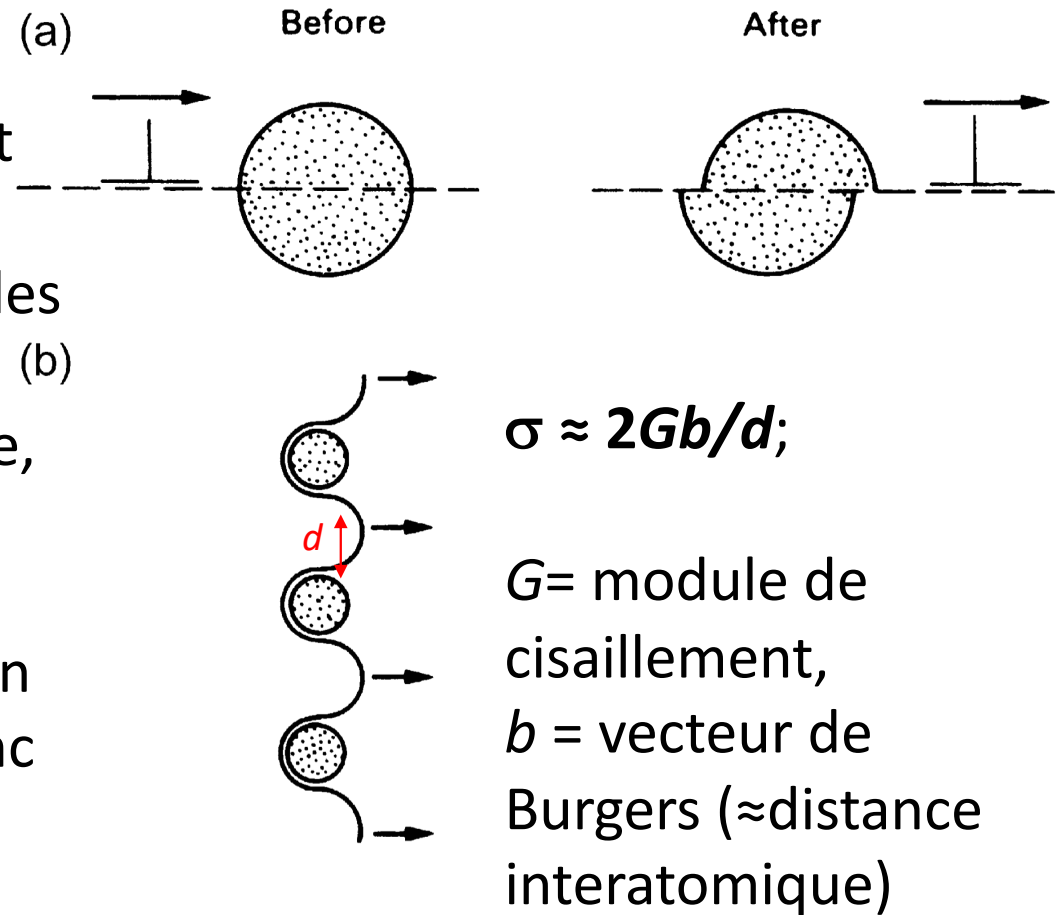
## EPFL Le système Al-Cu

- La contrainte requise pour *cisailler* les précipités augmente avec leur nombre et avec leur taille.
- La contrainte requise pour *contourner* les précipités varie comme l'inverse de la distance  $d$  qui les sépare et donc diminue, à fraction volumique de précipités constante (donc une fois la précipitation terminée) avec le temps car la maturation augmente leur taille moyenne et fait donc diminuer leur nombre et augmenter la distance qui les sépare.

**FIGURE 11.8**

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

Dislocations can get past precipitates by (a) cutting or (b) bowing.

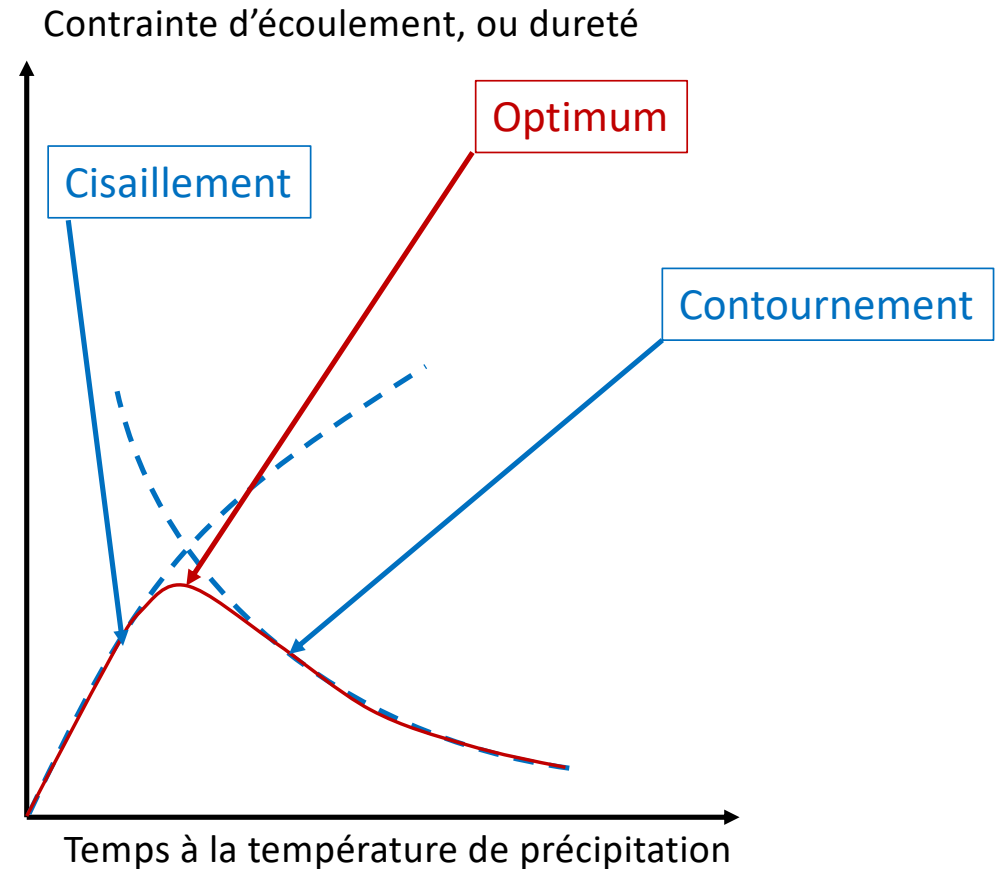


## EPFL Le système Al-Cu

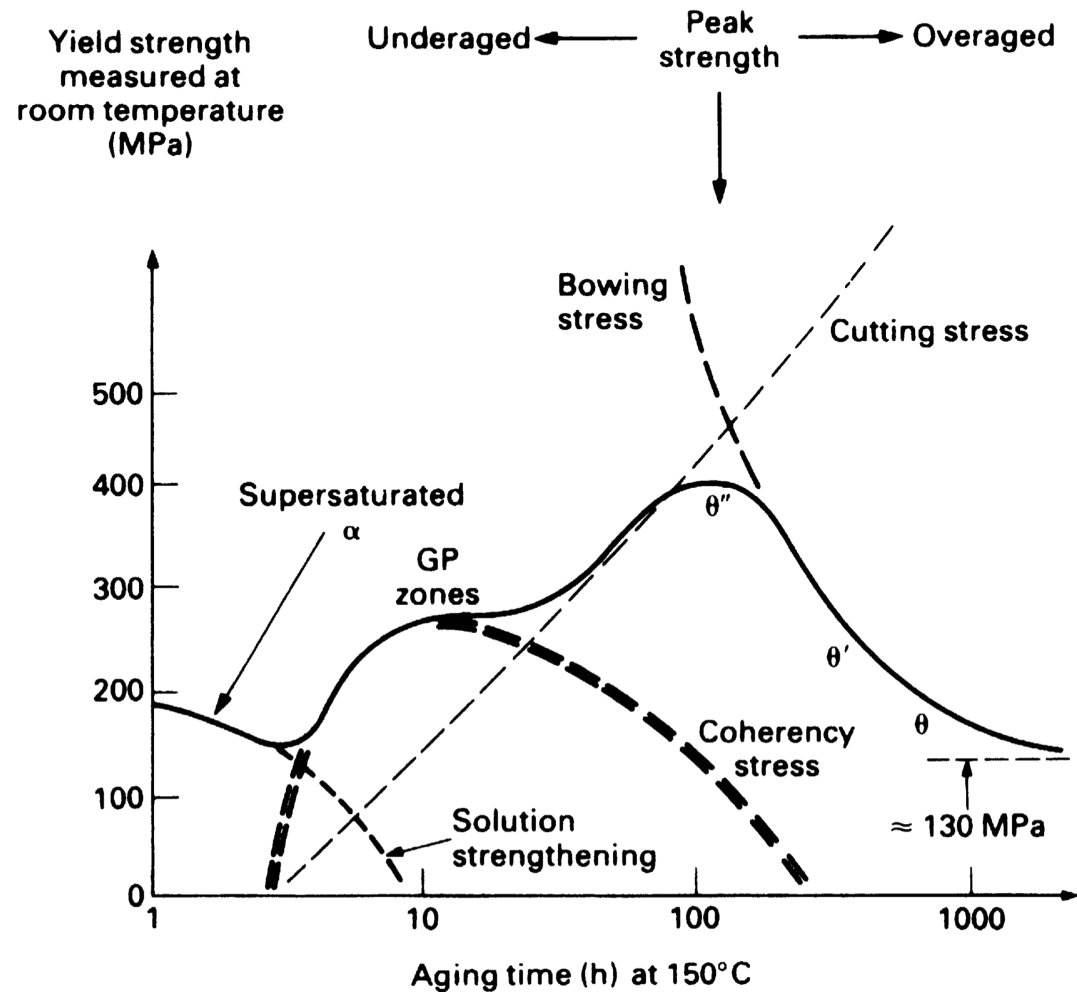
Il en résulte que le durcissement créé par les précipités croît d'abord (quand ils se forment), puis décroît (car la distance entre précipités croît du fait de la maturation).

Il y a donc un temps de durcissement optimal.

Ce temps dépend de la température de précipitation.



La courbe de durcissement peut être complexe s'il y a plusieurs précipités (comme est le cas pour l'Al-Cu).



Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

**FIGURE 11.7**

The yield strength of quenched Al–4 wt% Cu changes dramatically during aging at 150 °C.

## EPFL Le système Al-Cu

Le niveau de durcissement produit dépend de la température (car tant la cinétique que la nature des précipités varient).

Comme on le voit sur le système Al-Cu, le durcissement obtenu est conséquent, et dépend de la température de revenu.

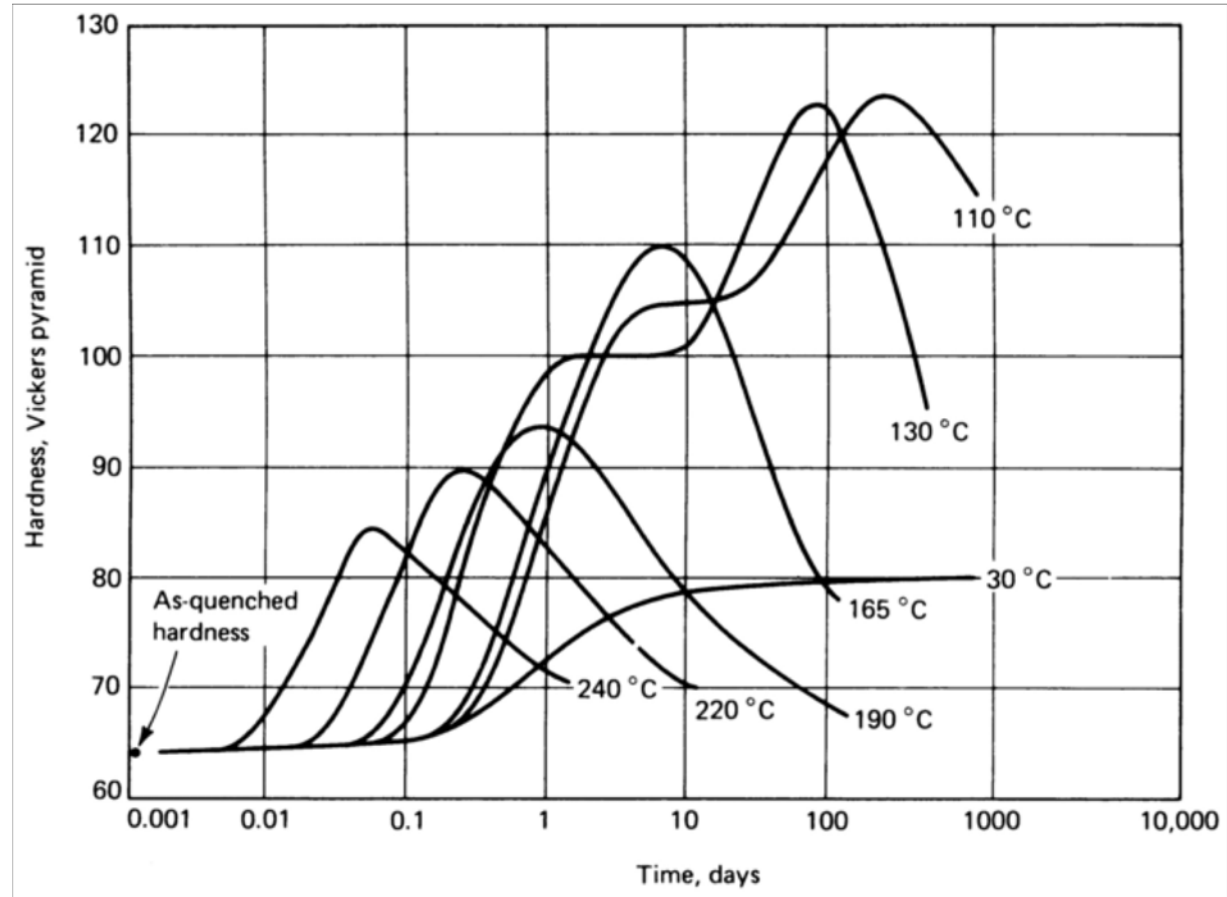


FIGURE II-33 – Dureté Vickers d'un alliage Al-4%pds Cu en fonction du temps et de la température de revenu, après une mise en solution de 48 h à 520 °C et une trempe à l'eau à 25 °C.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 4, 2011 ; H. K. Hardy 1951

## EPFL Le durcissement structural

Ce traitement thermique est nommé **durcissement structural** (precipitation hardening or age hardening).

Il comporte **trois étapes**:

- **mise en solution** ou *homogénéisation* (solutionisation or homogenisation),
- **trempe** (quench) et
- **revenu** si la précipitation est conduite à température élevée, ou *vieillissement* si elle est conduite à température ambiante (ageing or precipitation treatment in anglais, quelle que soit la température).

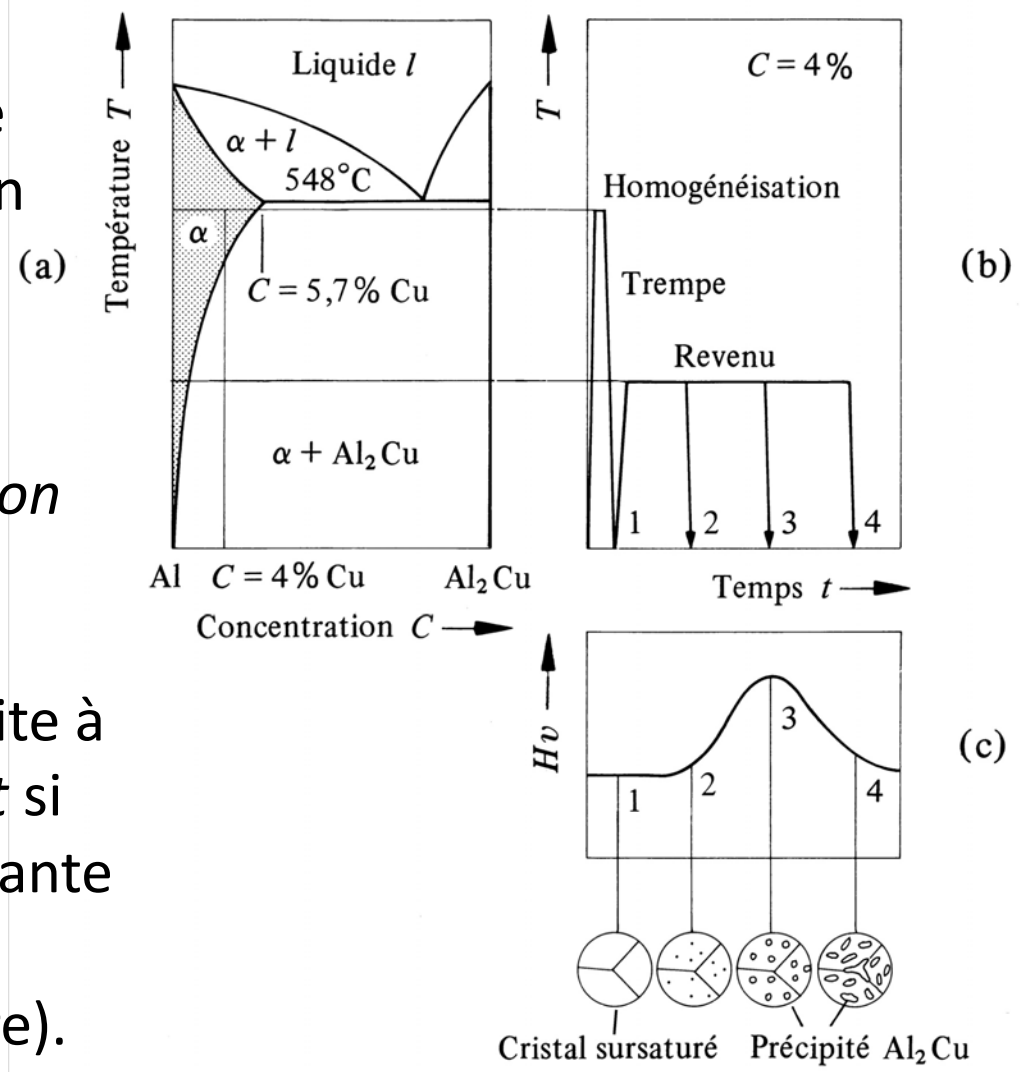


FIGURE II-31 – Traitement thermique d'un alliage Al-Cu.

Source: W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Traité des Matériaux*, Vol. 1, Introduction à la Science des Matériaux, 3<sup>e</sup> Édition, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2002.

Le durcissement structural est un des mécanismes de durcissement les plus efficaces.

Il est abondamment utilisé en pratique; les séquences de précipités peuvent être complexes (comme pour Al-Cu)

Table 10.1   Some Precipitation-Hardening Systems		
Base Metal	Alloy	Sequence of Precipitates
Al	Al–Ag	Zones (spheres) — $\gamma'$ (plates) — $\gamma$ (Ag,Al)
	Al–Cu	Zones (disks) — $\theta''$ (disks) — $\theta'$ — $\theta$ (CuAl <sub>2</sub> )
	Al–Zn–Mg	Zones (spheres) — M' (plates) — (MgZn <sub>2</sub> )
	Al–Mg–Si	Zones (rods) — $\beta'$ — (Mg <sub>2</sub> Si)
	Al–Mg–Cu	Zones (rods or spheres) — S' — S(Al <sub>2</sub> CuMg)
	Al–Li–Cu	Zones — $\theta''$ — $\theta'$ — $\theta$ (CuAl <sub>2</sub> ) Ti(CuAl <sub>2</sub> Li)
Cu	Cu–Be	Zones (disks) — $\gamma'$ — $\gamma$ (CuBe)
	Cu–Co	Zones (spheres) — $\beta$
Fe	Fe–C	$\epsilon$ -Carbide (disks) — Fe <sub>3</sub> C(“laths”)
	Fe–N	$\alpha''$ (disks) — Fe <sub>4</sub> N
Ni	Ni–Cr–Ti–Al	$\gamma'$ (cubes) — $\gamma$ (Ni <sub>2</sub> Ti)

Le **durcissement structural** requiert certaines caractéristiques de la part de l'alliage:

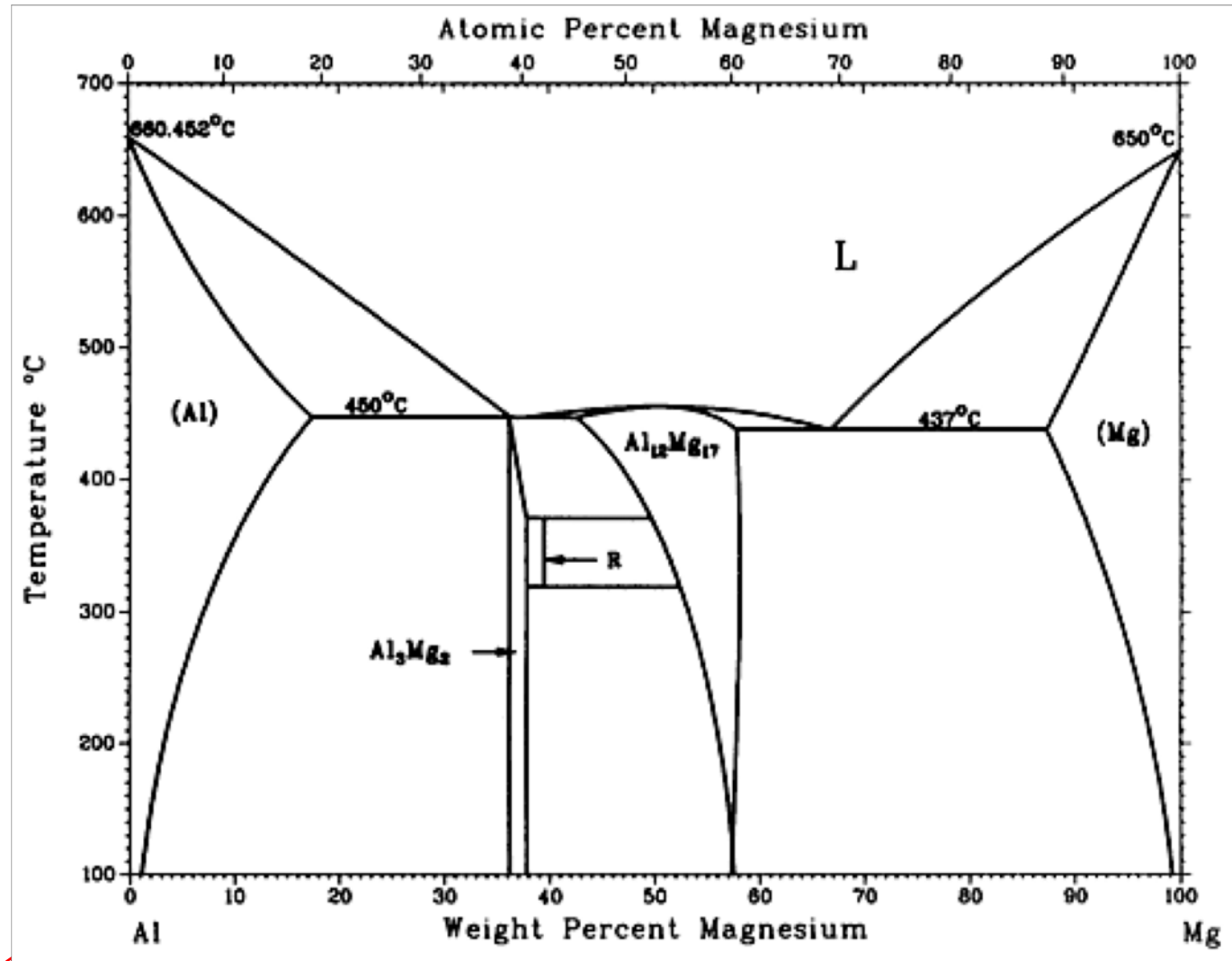
- une solubilité qui décroît avec la température d'éléments formant une seconde phase
- que cette seconde phase précipite avec une cinétique (diagramme TTT) permettant de tremper l'alliage et de la faire apparaître à des temps et températures praticables

Ce durcissement a aussi une limitation importante: on ne peut utiliser l'alliage à des températures où agit la maturation.

## EPFL Le système Al-Mg

Le durcissement structural requiert aussi des précipités qui durcissent l'alliage efficacement.

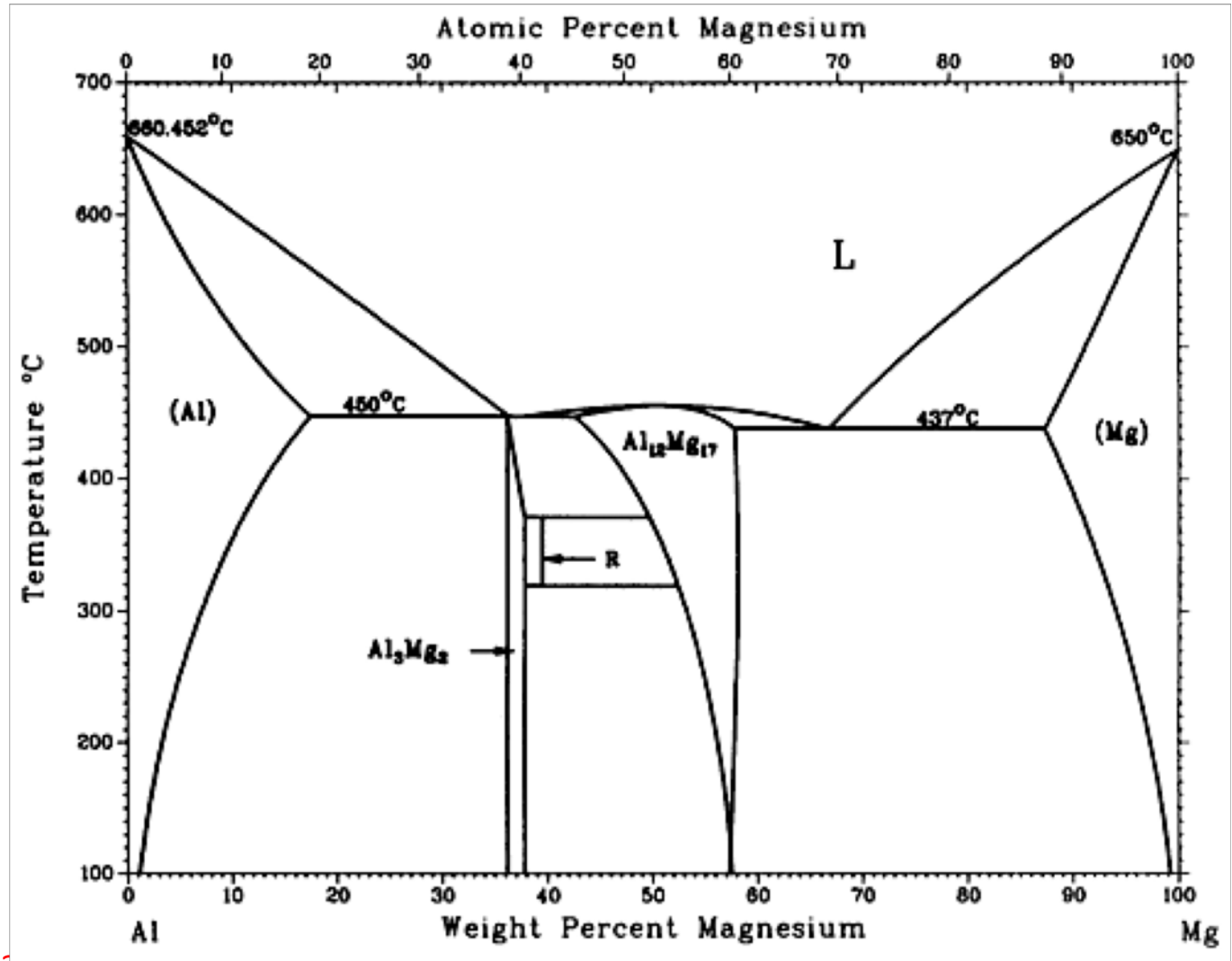
Les alliages Al-Mg fournissent un exemple de système où ce mécanisme de durcissement est inefficace pour cette (seule) raison.



(a) Diagramme de phase du système Al-Mg.

EPFL Le système Al-Mg

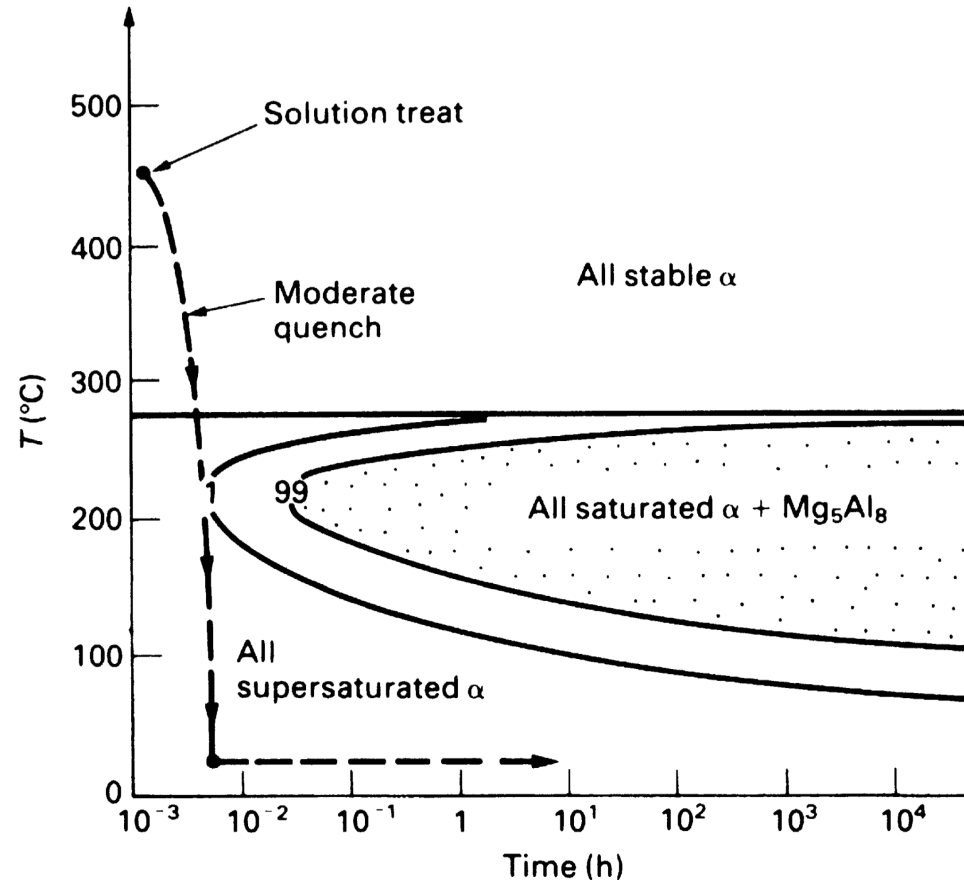
La solubilité de Mg dans la phase solide  $\alpha$  décroît bien avec la température...



(a) Diagramme de phase du système Al-Mg.

... et la cinétique de précipitation est a priori OK... **mais** le durcissement obtenu par formation de précipités n'est pas élevé.

On durcit ces alliages de deux autres façons - lesquelles opèrent aussi dans les alliages AlCu.



**FIGURE 11.2**

Semischematic TTT diagram for the precipitation of  $Mg_5Al_8$  from the Al–5.5 wt% Mg solid solution.

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

Les dislocations sont entourées d'un champ de contraintes élevées.

Les atomes étrangers en solution solide aussi.

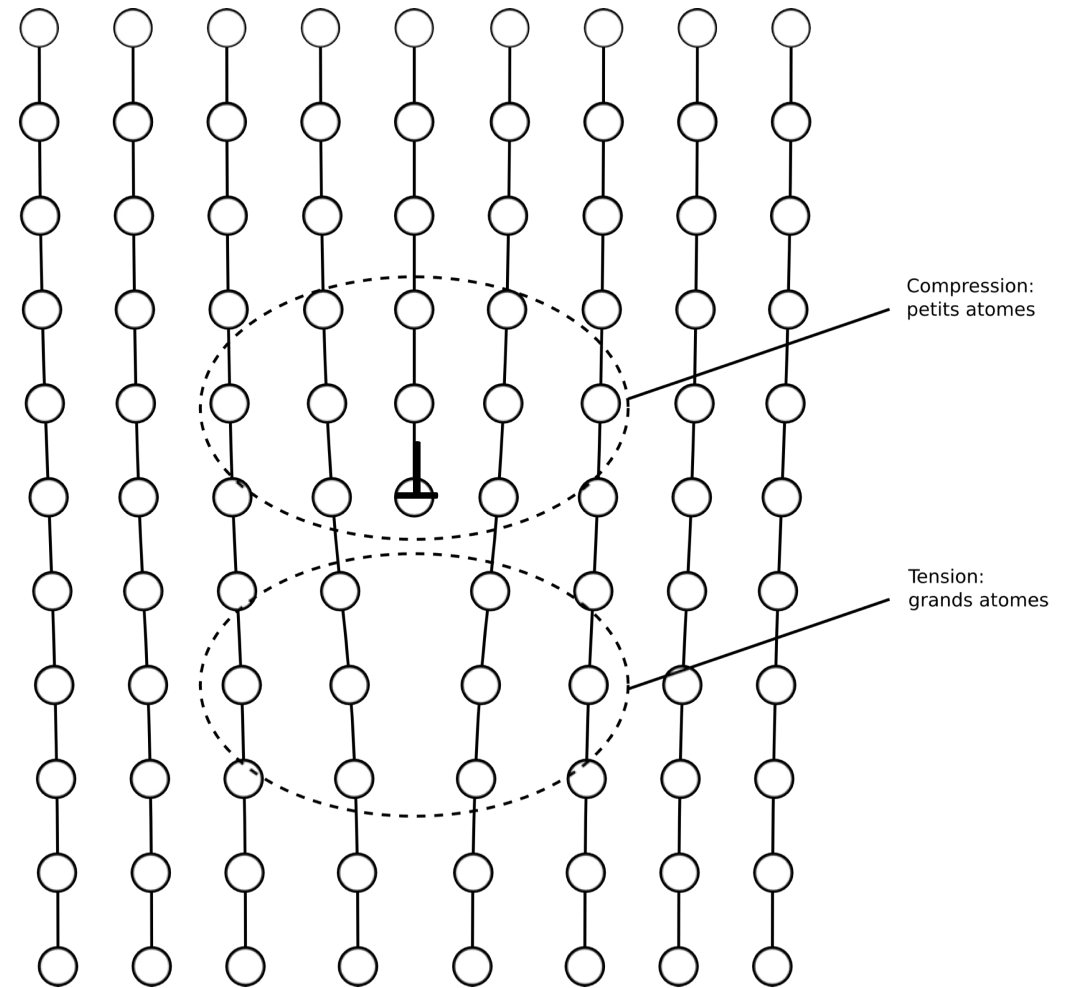


FIGURE II-42 – Contraintes dans un cristal contenant une dislocation.

Il en résulte que les dislocations et les atomes en solution solide se repoussent ou s'attirent mutuellement (selon le signe des contraintes et leurs situations réciproques).

Dans les deux cas (attraction ou répulsion) les forces qui en résultent interfèrent avec le mouvement des dislocations. Ceci augmente la contrainte requise pour faire avancer les dislocations (= la contrainte d'écoulement de l'alliage).

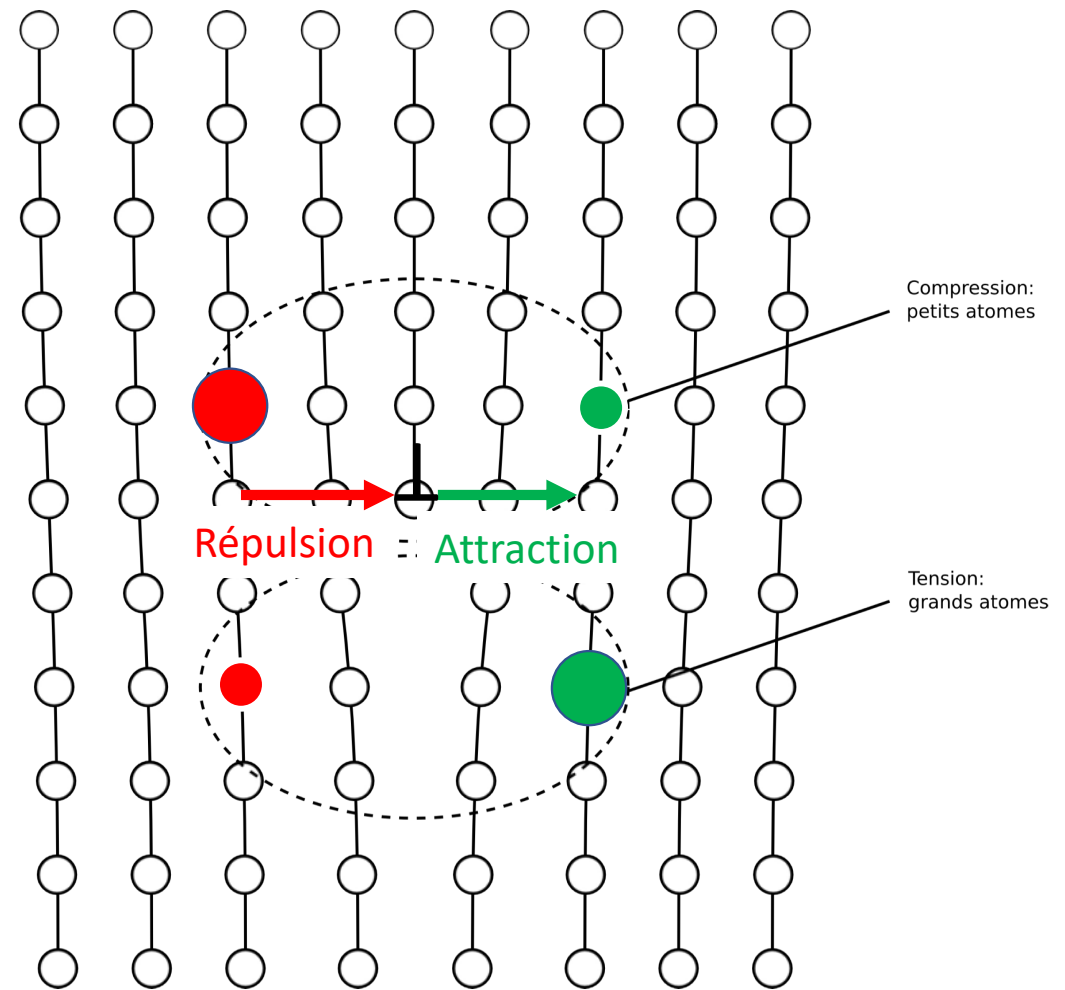


FIGURE II-42 – Contraintes dans un cristal contenant une dislocation.

Et pour la même raison (les dislocations sont entourées d'un champ de contraintes élevées), elles aussi s'attirent ou se repoussent mutuellement. Ceci fait qu'il faut aussi un excédent de contrainte pour faire avancer les dislocations si ces dernières sont en concentration élevée au sein du matériau cristallin qu'on veut déformer.

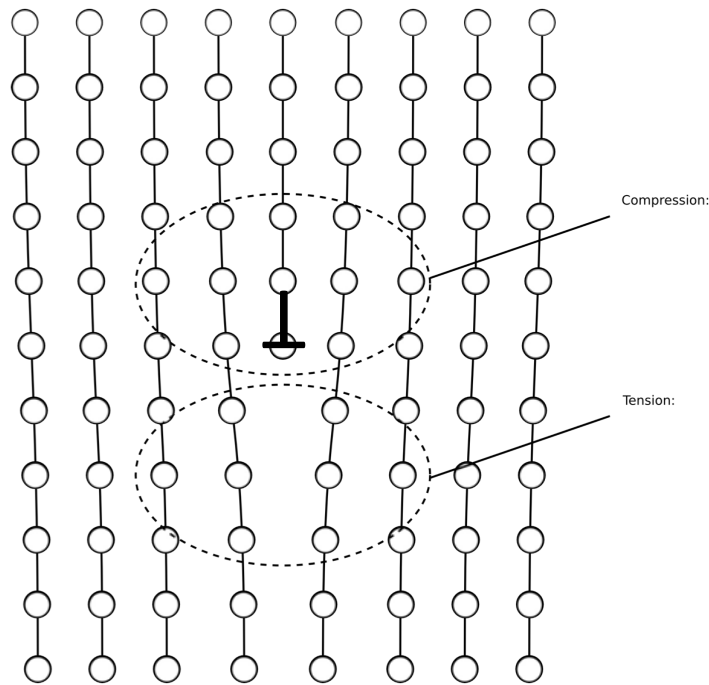


FIGURE II-42 – Contraintes dans un cristal contenant une dislocation.

Répulsion

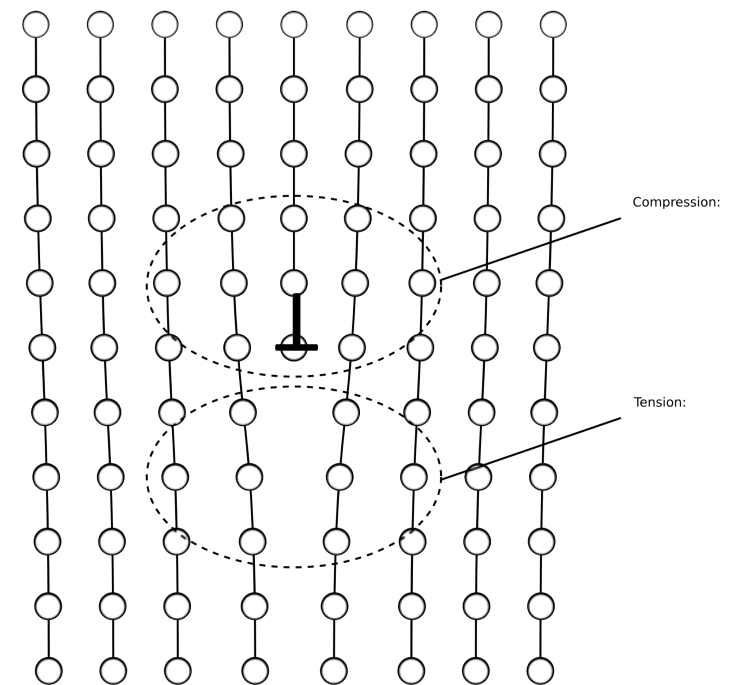


FIGURE II-42 – Contraintes dans un cristal contenant une dislocation.

Et pour la même raison (les dislocations sont entourées d'un champ de contraintes élevées), elles aussi s'attirent ou se repoussent mutuellement. Ceci fait qu'il faut de même un excédent de contrainte pour faire avancer les dislocations si elles sont en concentration élevée au sein du matériau cristallin qu'on veut déformer.

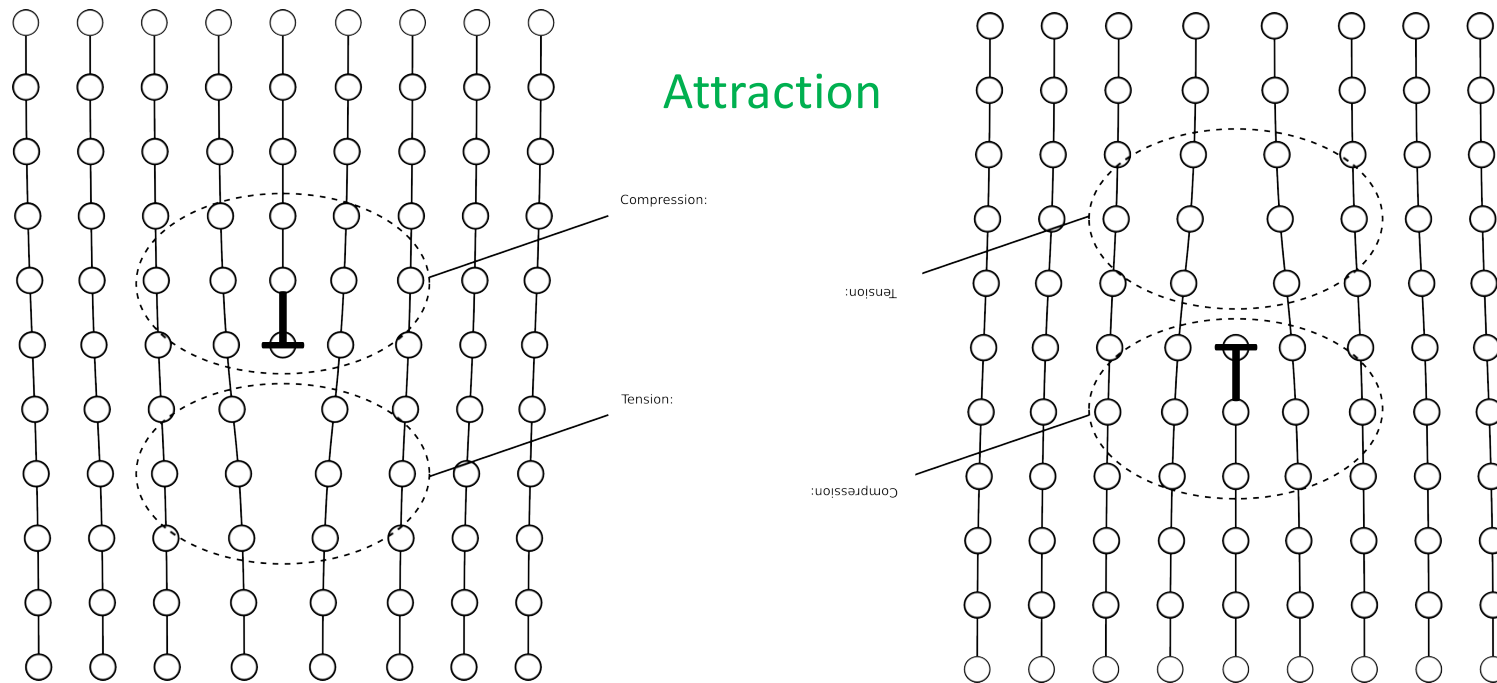


FIGURE II-42 – Contraintes dans un cristal contenant une dislocation.

## EPFL Le système Al-Mg

Et comme les dislocations s'accumulent au sein d'un métal ou alliage qu'on déforme, il se durcit au fur et à mesure qu'on le déforme.

C'est l'origine principale de l'*écrouissage* (work hardening) des métaux et alliages.

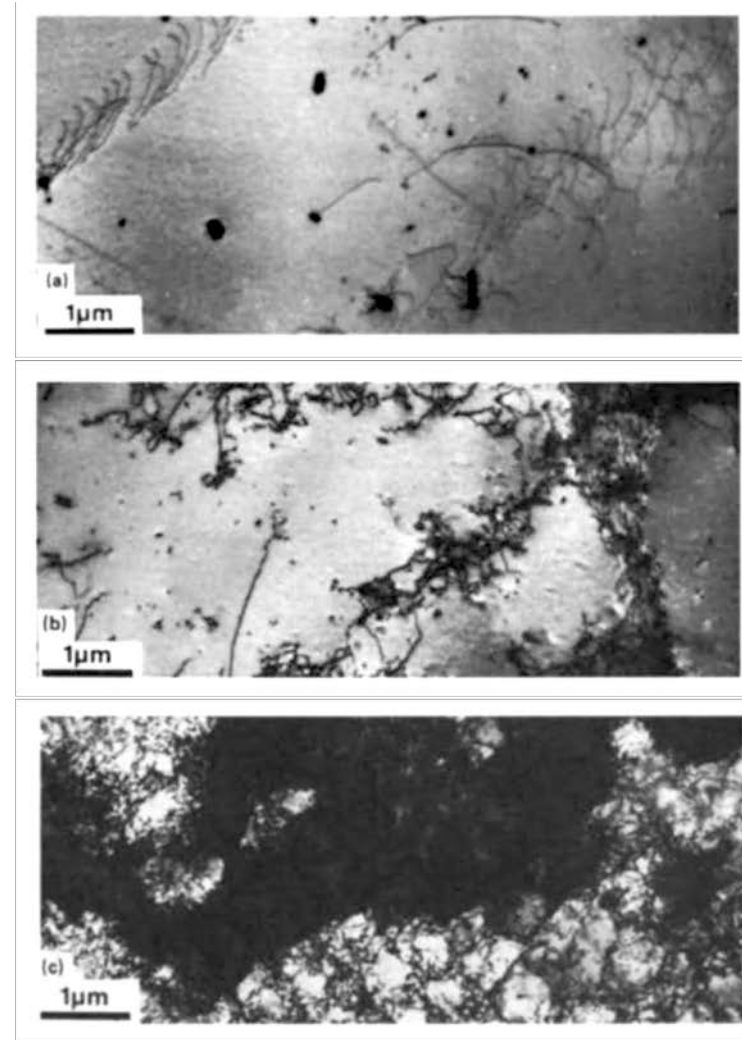


FIGURE II-44 – Micrographie au TEM de l'écrouissage : (a) 2% de laminage ; (b) 5% de laminage ; (c) 60% de laminage.

Source: J.E. Hatch, *Aluminum: properties and physical metallurgy*, ASM International, USA, 1984 ; courtesy of Alcan International Ltd.

Durcissement par solution solide et par écrouissage sont tous deux utilisés pour donner aux alliages Al-Mg des propriétés mécaniques attrayantes.

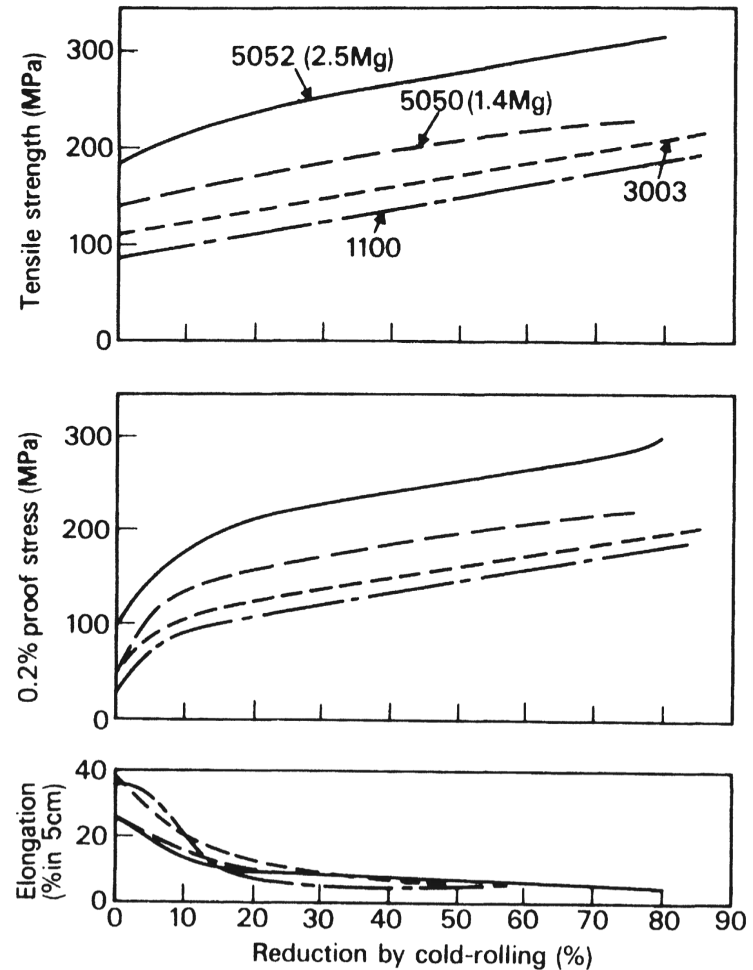


FIGURE II-43 – Effet de l'écrouissage sur la résistance en traction et la contrainte d'écoulement.  
Source: I.J. Polmear, *Light Alloys: from traditional alloys to nanocrystals*, Butterworth-Heinemann, 2006; W.A. Anderson, in *Aluminium*, Vol. 1, K. Van Horn (Ed.), American Society for Metals, Cleveland, Ohio, 1967.

**Les dislocations représentent un surcroît d'énergie interne** pour le cristal qui les contient; elles sont thermodynamiquement instables. Cela se traduit par le fait que, si environ 95-90% de l'énergie dépensée à déformer un métal par déformation plastique est relâchée sous forme de chaleur, **environ 5 à 10% de celle-ci est emmagasinée au sein du métal.**

De ce fait, la structure riche en dislocations caractéristique d'un métal fortement écroui (work hardened metal) a tendance à évoluer pour diminuer la densité de dislocations. Les mécanismes de suppression des dislocations étant activés thermiquement, celle-ci va se faire d'autant plus rapidement que la température est élevée.

C'est pourquoi pour adoucir un métal écroui, on le chauffe pour un temps contrôlé à température élevée: c'est le ***recuit*** (annealing).

Les dislocations peuvent réduire leur densité (mesurée en  $m/m^3$ ) de deux façons.

La première est la **restauration** (“recovery”): les dislocations de signe opposé (qui de ce fait s’attirent) migrent avec l’aide de l’activation thermique l’une vers l’autre pour réduire leur longueur et se positionner de façons plus stable. La densité de dislocations chute et avec elle la contrainte d’écoulement du métal.

L’effet de la restauration sur la contrainte d’écoulement est moins spectaculaire que pour l’autre mécanisme de suppression des dislocations créées par l’écrouissage, à savoir la recristallisation.

## EPFL Le système Al-Mg

La seconde façon est la **recristallisation**

(“recrystallisation”).

Celle-ci est la germination et croissance de nouveaux grains, au sein du matériau écroui, ayant la même composition et structure, mais plus stables car comptant bien moins de dislocations. Dans une structure

fortement déformée

on les reconnaît à

leur structure equiaxe.

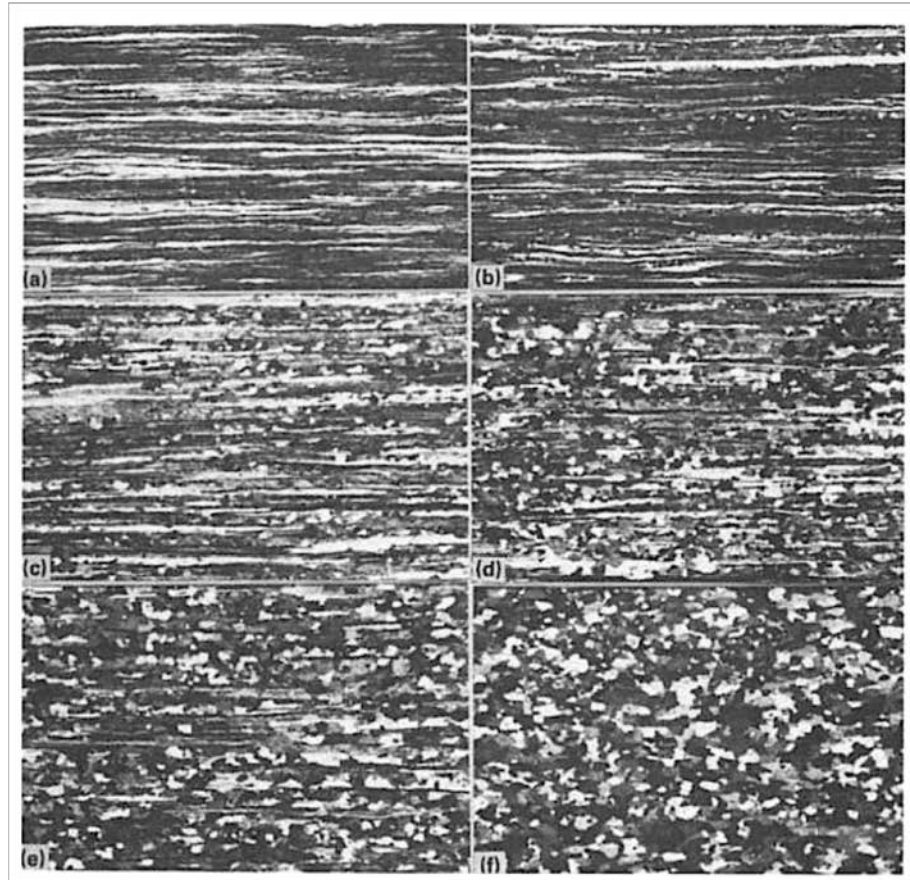


FIGURE II-46 – Recristallisation d’un alliage 5182 recuit à 245 °C : (a) sans recuit ; (b) après 1 h de recuit ; (c) après 2 h de recuit ; (d) après 3 h de recuit ; (e) après 4 h de recuit ; (f) après 7 h de recuit. Attaque par solution de Barkers.

Source: J.E. Hatch, *Aluminum: properties and physical metallurgy*, ASM International, USA, 1984; Courtesy of B.A. Riggs, Kaiser Aluminum and Chemical Corp.

## EPFL Le système Al-Mg

La recristallisation change entièrement la structure de grains du matériau. La taille de grain obtenue dépend en particulier du taux d'écroutissage avant recuit: plus il est élevé plus il y aura de sites de germination de nouveaux grains et donc plus les nouveaux grains seront fins.

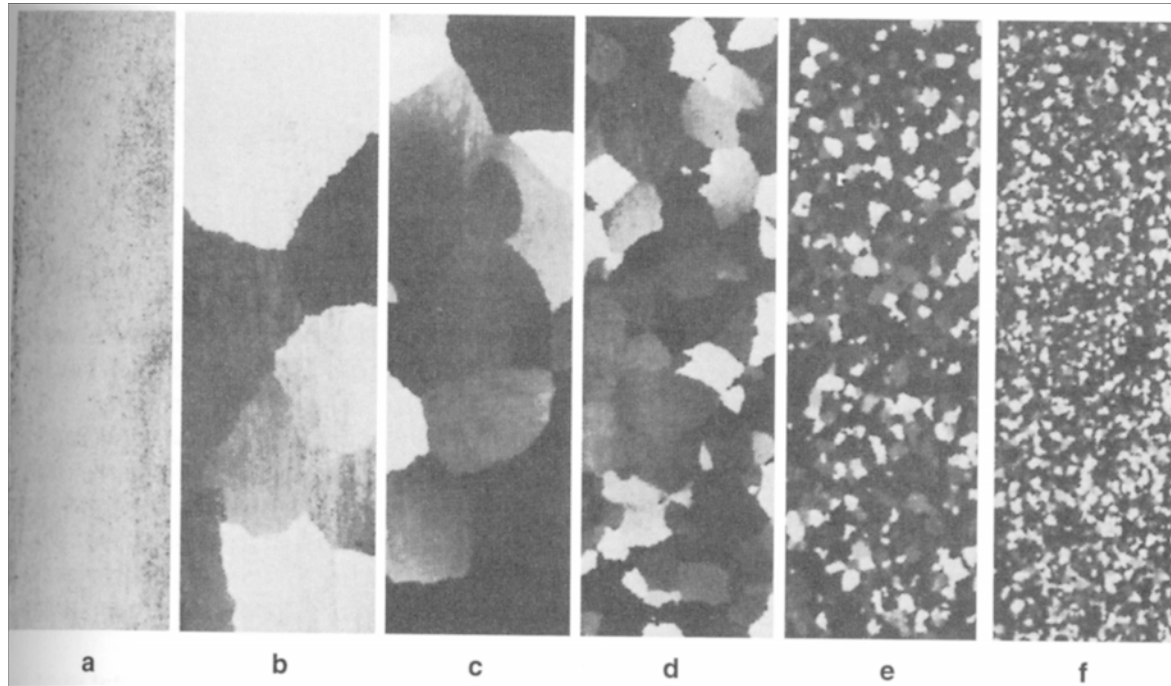


FIGURE II-47 – Recristallisation en fonction du taux d'écroutissage avant recuit : (a) 0% ; (b) 2% ; (c) 4% ; (d) 6% ; (e) 8% ; (f) 10%.

Source: D.G. Altenpohl, *Aluminum: technology, applications, and environment*, 6<sup>th</sup> Edition, The Aluminum Association, USA, 1999.

## EPFL Le système Al-Mg

La recristallisation a aussi besoin pour se produire qu'un certain seuil de déformation ait été excédé au sein du matériau (= qu'il y ait plus qu'une certaine concentration de dislocations). Illustration; notez que (i) les grains sont plus gros là où le métal a été moins déformé (moins de germination) et que (ii) toute la tôle n'a pas recristallisé.

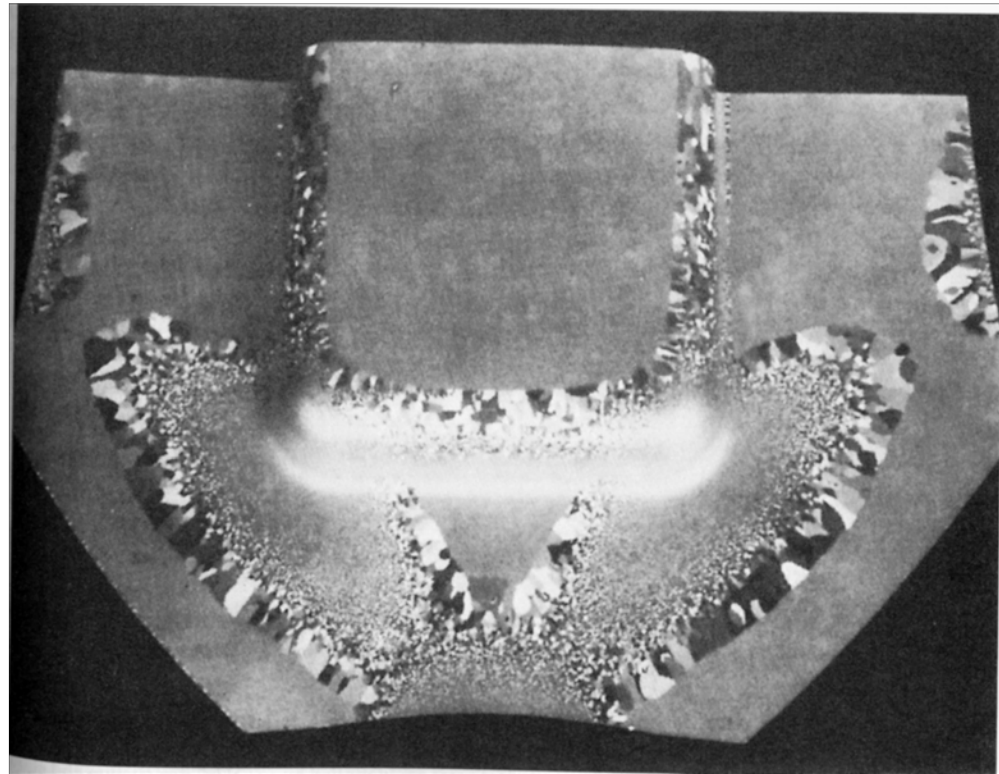


FIGURE II-48 – Pièce emboutie en alliage 5052, recuite après déformation.

Source: D.G. Altenpohl, *Aluminum: technology, applications, and environment*, 6<sup>th</sup> Edition, The Aluminum Association, USA, 1999.

## EPFL Le système Al-Mg

On peut donc adoucir un métal écroui en le chauffant pour y réduire la densité de dislocations: c'est le *recuit* ("annealing") des métaux et alliages (qui produit la restauration et/ou la recristallisation).

Le recuit (annealing) diminue la résistance et augmente la ductilité (et donc va à l'inverse de ce que fait l'écrouissage).

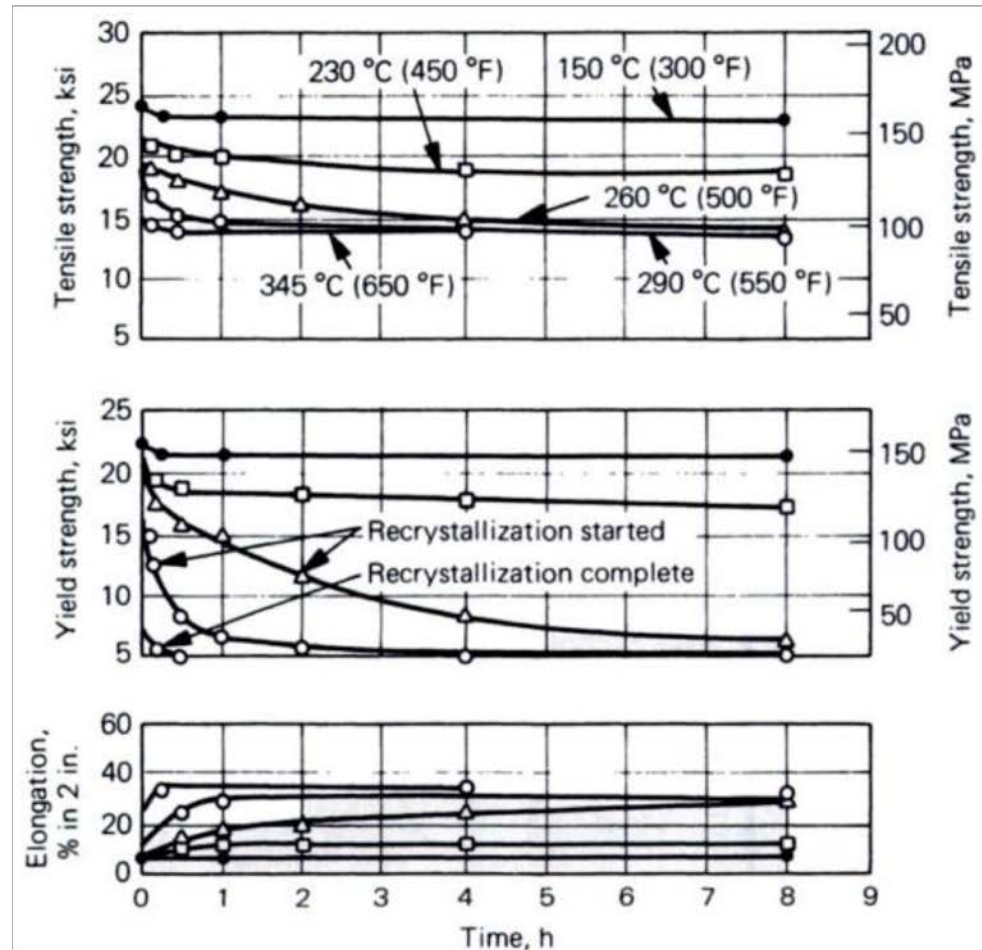


FIGURE II-45 – Courbes de restauration pour une plaque d'aluminium 1100-H18.

Source: J.E. Hatch, *Aluminum: properties and physical metallurgy*, ASM International, USA, 1984; Courtesy of Aluminum Company of America.

## EPFL Le système Al-Mg

La recristallisation a lieu car à haute température les joints de grain sont mobiles.

Etant mobiles, les joints de grain peuvent aussi se mouvoir pour diminuer l'aire de joint de grain volumique au sein du matériau (pour diminuer l'énergie d'interface volumique).

*Les mousses sont un système analogue*

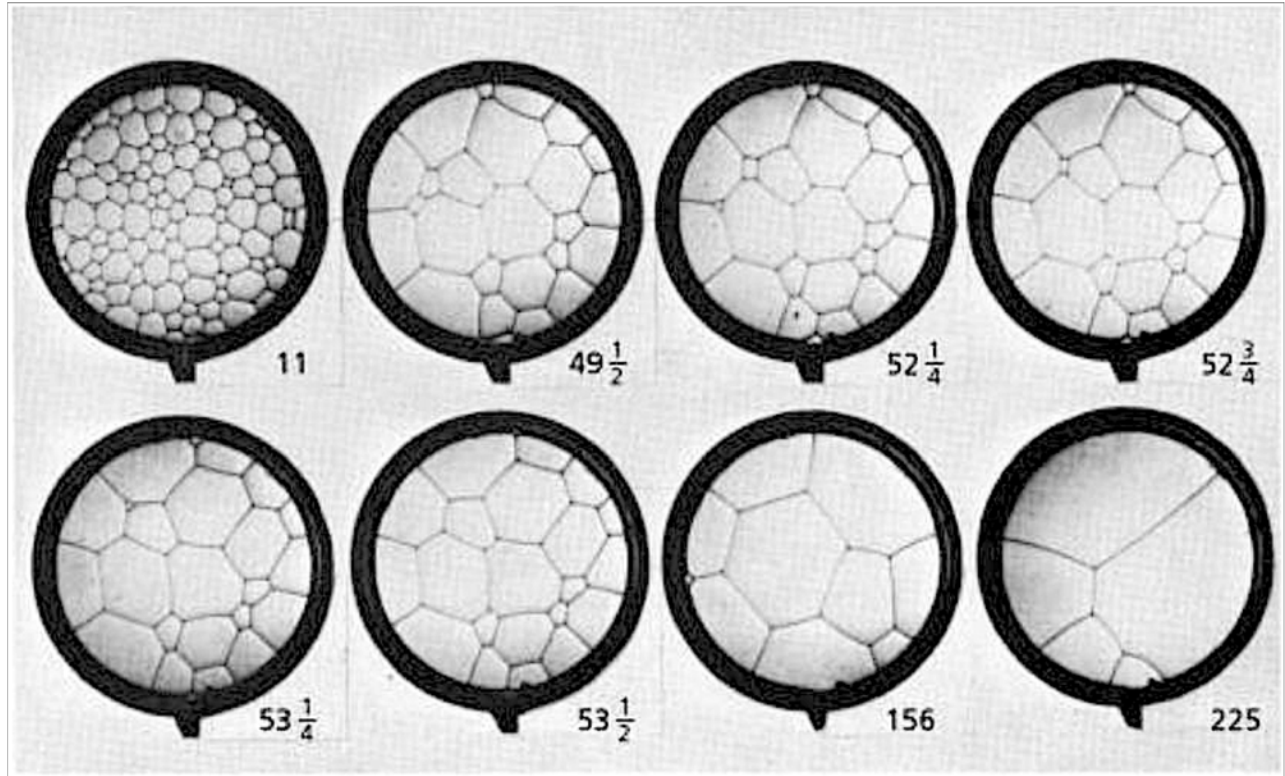


FIGURE II-50 – Maturation de bulles de savon.

Source: R. Abbaschian, L. Abbaschian, R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Cengage Learning, USA, 2009.

Si quelques grains sont nettement plus grands que les autres, on peut avoir ce qu'on appelle une *croissance de grain anormale* (abnormal grain growth): les gros grains, plus stables que le reste, absorbent tous ceux qui les entourent, menant à un contraste de taille de grain exagéré.

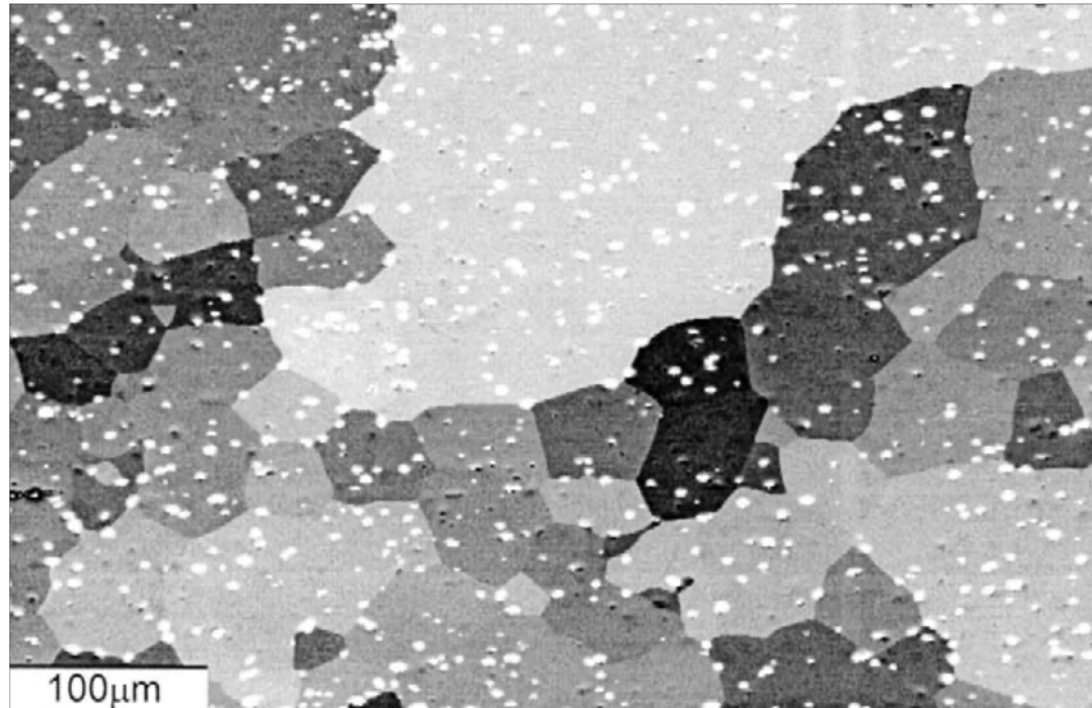


FIGURE II-49 – Croissance anormale.

Source: F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallisation and related annealing phenomena*, Pergamon, Oxford, 1995.

## EPFL Le système Al-Mg

Les secondes phases stables (précipités ou autres) sont des obstacles au mouvement des joints de grain (les deux s'attirent car un précipité logé à cheval sur un joint de grain en réduit l'aire et donc l'énergie).

Une dispersion de fins précipités est ainsi utilisée pour restreindre la taille des grains formés lors de la recristallisation.

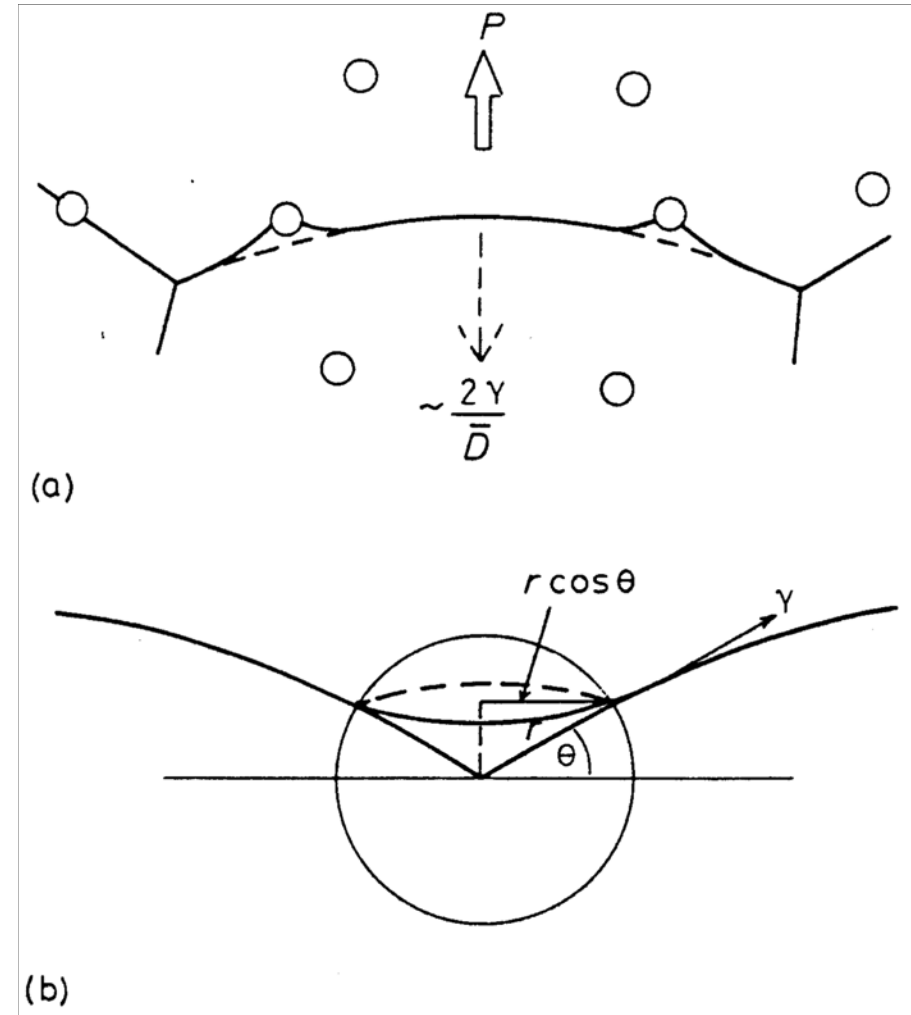


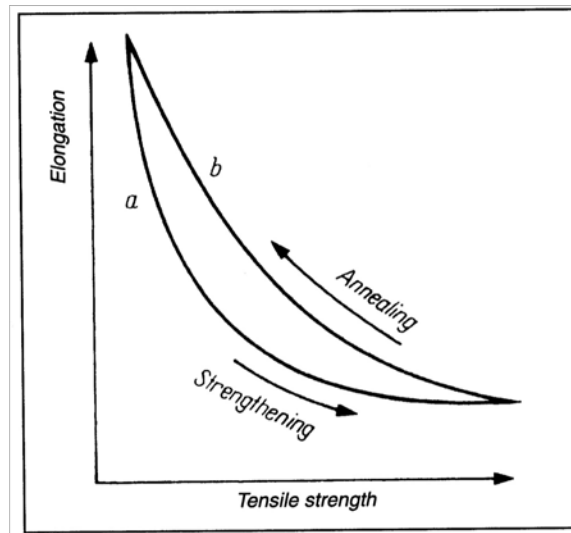
FIGURE II-51 – Précipité à un joint de grain.

## EPFL Le système Al-Mg

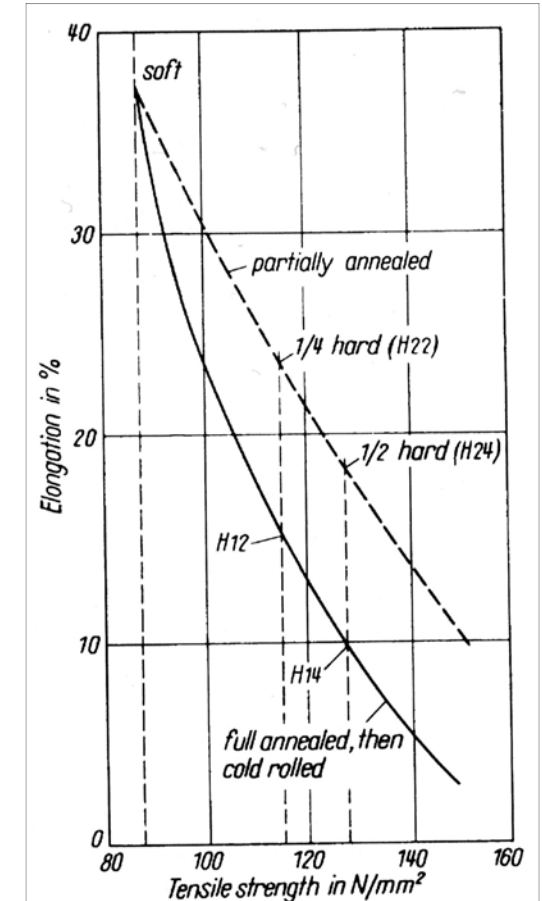
Par écrouissage ou par recuit, on peut donc durcir ou adoucir les métaux et les alliages.

La combinaison des propriétés, de résistance mécanique et de ductilité, qui en résulte n'est pas indifférente à la trajectoire de mise en forme:

une déformation suivie d'un recuit partiel donne dans l'aluminium de meilleures propriétés qu'un simple durcissement par déformation directe (mais cette voie est plus onéreuse).



(a) Comportement schématisé en fonction du recuit et de l'écrouissage.



(b) Comportement mesuré pour de l'aluminium pur à 99.5%.

FIGURE II-53 – Recuit et écrouissage de l'aluminium.

Source: D.G. Altenpohl, *Aluminum: technology, applications, and environment*, 6<sup>th</sup> Edition, The Aluminum Association, USA, 1999.

## EPFL Récapitulatif

Nous avons donc vu trois **mécanismes de durcissement** (*hardening mechanisms*) des métaux (donnés ici par ordre de découverte):

- ***l'écrouissage*** (*work hardening*), et son contraire le *recuit*, que l'on peut aussi utiliser dans les métaux purs;
- le ***durcissement par solution solide*** (*solid solution hardening*);
- le ***durcissement structural*** (*precipitation hardening*).

Tous trois sont à la base des mécanismes d'ajout, au sein de la microstructure du métal, d'**obstacles au mouvement des dislocations**; respectivement:

- les dislocations,
- les atomes étrangers,
- de petits cristaux étrangers.

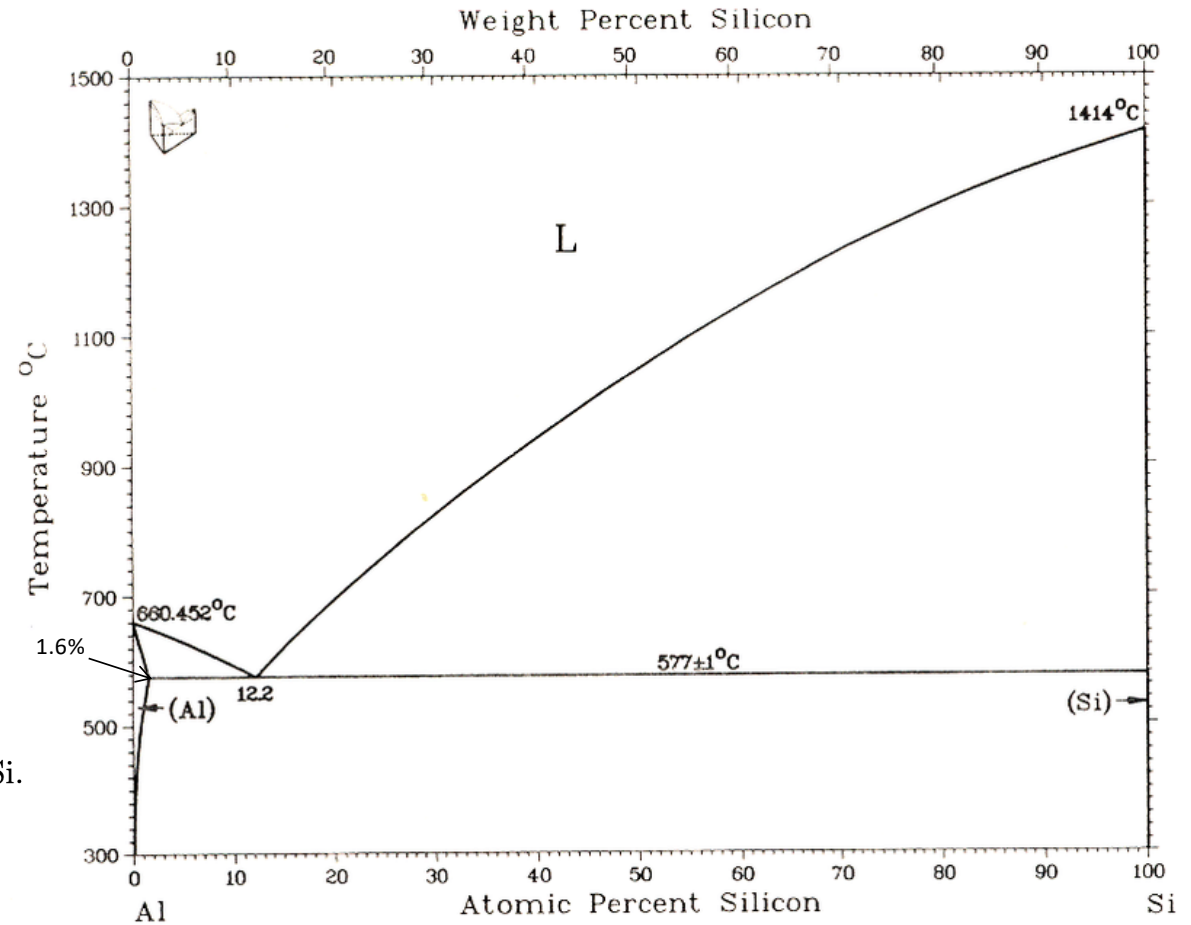
## EPFL Le système Al-Si

Voyons maintenant un système, Al-Si, surtout présent dans les alliages de fonderie; il est utilisé car les alliages Al-Si sont faciles à couler (et peu onéreux).

Phase	Composition [%pds Si]
(Al)	0 à 1.61
(Si)	99.985 à 100

(b) Composition des phases du système Al-Si.

FIGURE II-56 – Diagramme de phase d'équilibre du système Al-Si.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 3, 2002; J.L. Murray, 1984.



(a) Diagramme de phase du système Al-Si.

## EPFL Le système Al-Si

Une des raisons principales en est le *retrait de solidification* (solidification shrinkage):

la plupart des métaux se contractent de plusieurs % par volume en solidifiant.

Il en résulte la formation de *retassures* (shrinkage voids) que l'on cherche à exclure de la pièce coulée.

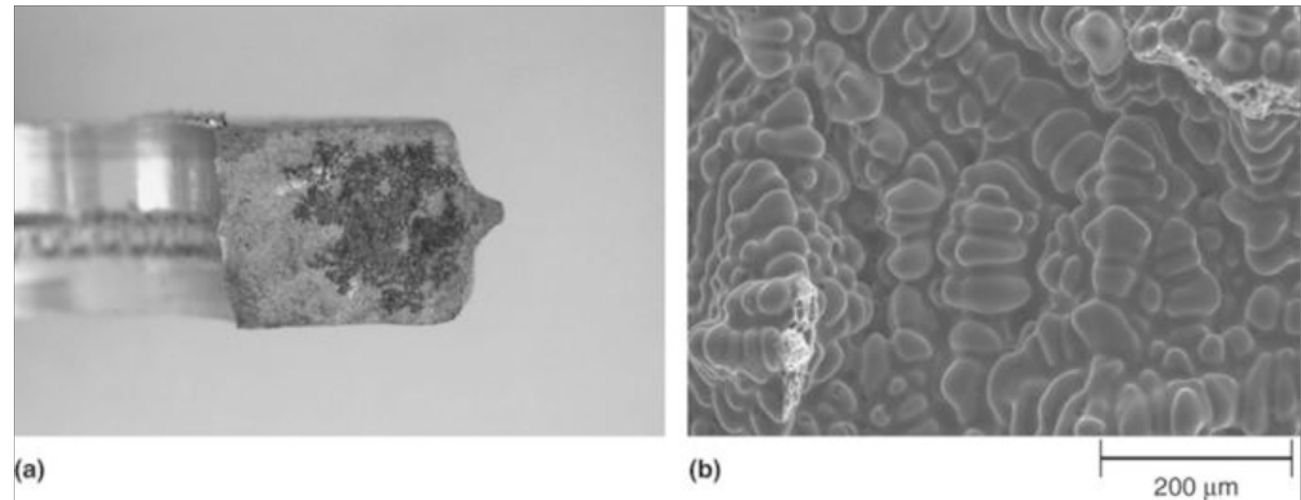


FIGURE II-58 – Retassure macroscopique (en gris foncé) dans un alliage en aluminium coulé : (a) au microscope optique; (b) au SEM, confirmant la présence de la retassure, grâce aux dendrites dénudées.

Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 15, 2009.

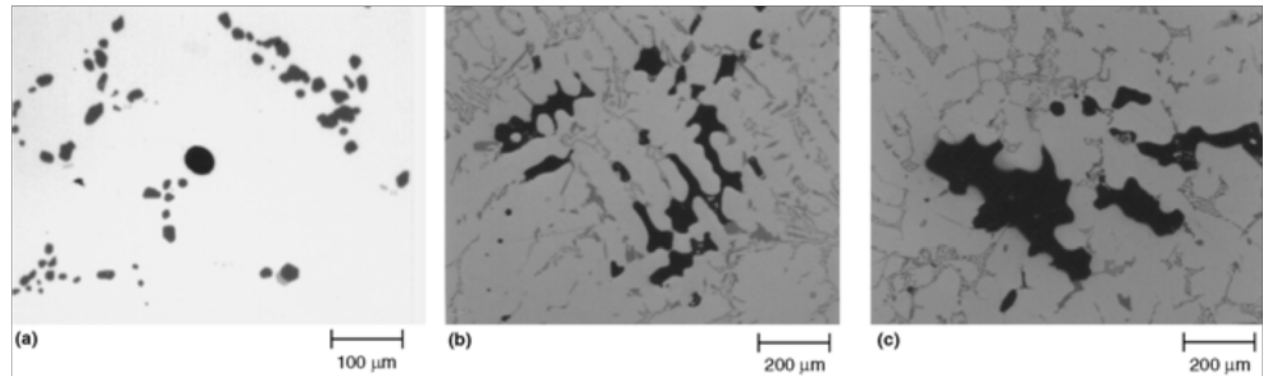


FIGURE II-59 – Retassures microscopiques : (a) pores gazeux; (b) retassures dispersées; (c) amas de retassures.

Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2010; M. Biel-Golaska, 2001.

Pour ce on utilise des *masselotes* (risers) qui restent liquides plus longtemps que la pièce et peuvent de ce fait alimenter en métal liquide le retrait de solidification au sein de la pièce.

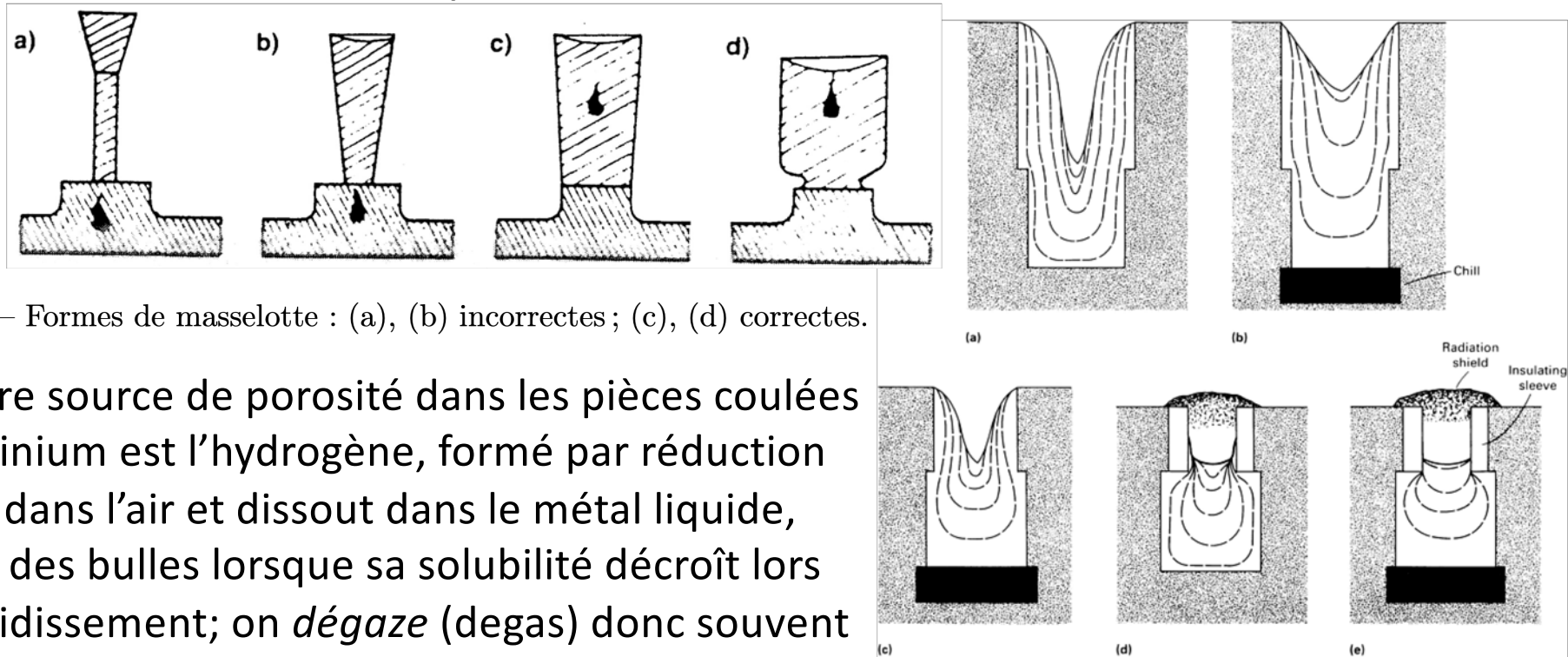


FIGURE II-60 – Formes de masselotte : (a), (b) incorrectes ; (c), (d) correctes.

Une autre source de porosité dans les pièces coulées en aluminium est l'hydrogène, formé par réduction de l'eau dans l'air et dissout dans le métal liquide, qui crée des bulles lorsque sa solubilité décroît lors du refroidissement; on *dégaze* (degas) donc souvent les alliages d'aluminium avant la coulée.

FIGURE II-61 – Masselotte : (a) simple ; (b, c) avec refroidissement de la pièce ; (d) avec un isolant ; (e) avec un isolant et refroidissement.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 15, 2002.

## EPFL Le système Al-Si

Dans les alliages coulés Al-Si, le Si prend la forme de cristaux à facettes:

- des cristaux (plus grands) formés en premier si l'alliage est hypereutectique;
- des plaquettes fines et assez irrégulières quand le Si fait partie de l'eutectique

(notez que ces micrographies n'ont malheureusement pas d'échelle: grosso modo les clichés font  $\approx 100 \mu\text{m}$  de côté)

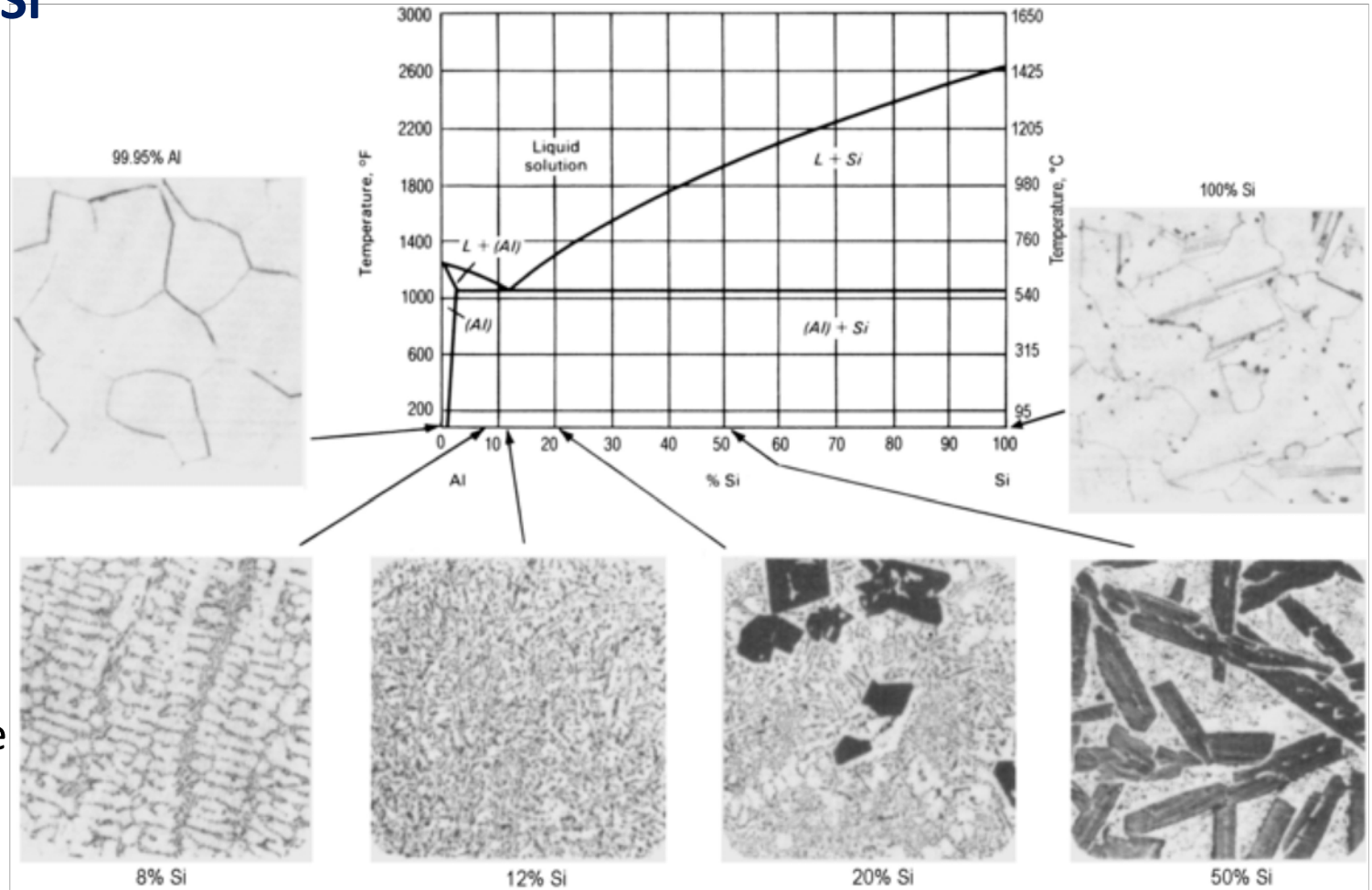


FIGURE II-63 – Phase Si dans les alliages Al-Si selon la composition.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2010.

## EPFL Le système Al-Si

Si la vitesse de solidification est élevée, ou si on ajoute de petites quantités de strontium ou de sodium, le silicium de l'eutectique prend la forme de fines branches, au lieu des plaquettes typiquement formées dans l'alliage coulé normalement.

Cette *modification* de la phase Si (Si modification) améliore les propriétés mécaniques de l'alliage.

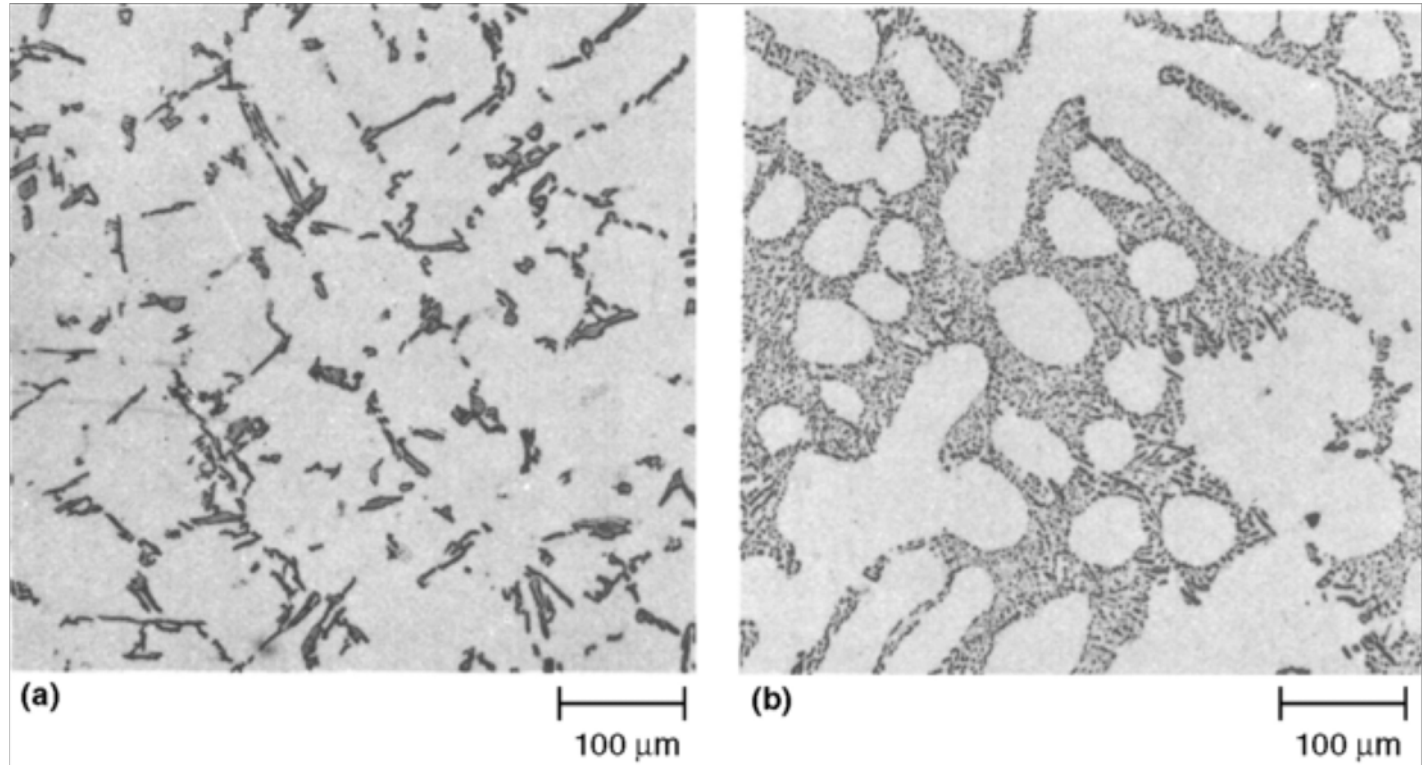


FIGURE II-64 – Modification de la phase Si dans un alliage hypoeutectique (356) : (a) sans ajout de sodium ; (b) avec ajout de 0.025%pds de sodium. Attaque par 0.5% HF.  
Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2010.

La désignation internationale des alliages d'aluminium utilise des chiffres:

- 4 chiffres pour les *alliages corroyés* (wrought alloys)
- 3 chiffres pour les *alliages de fonderie* (cast alloys)

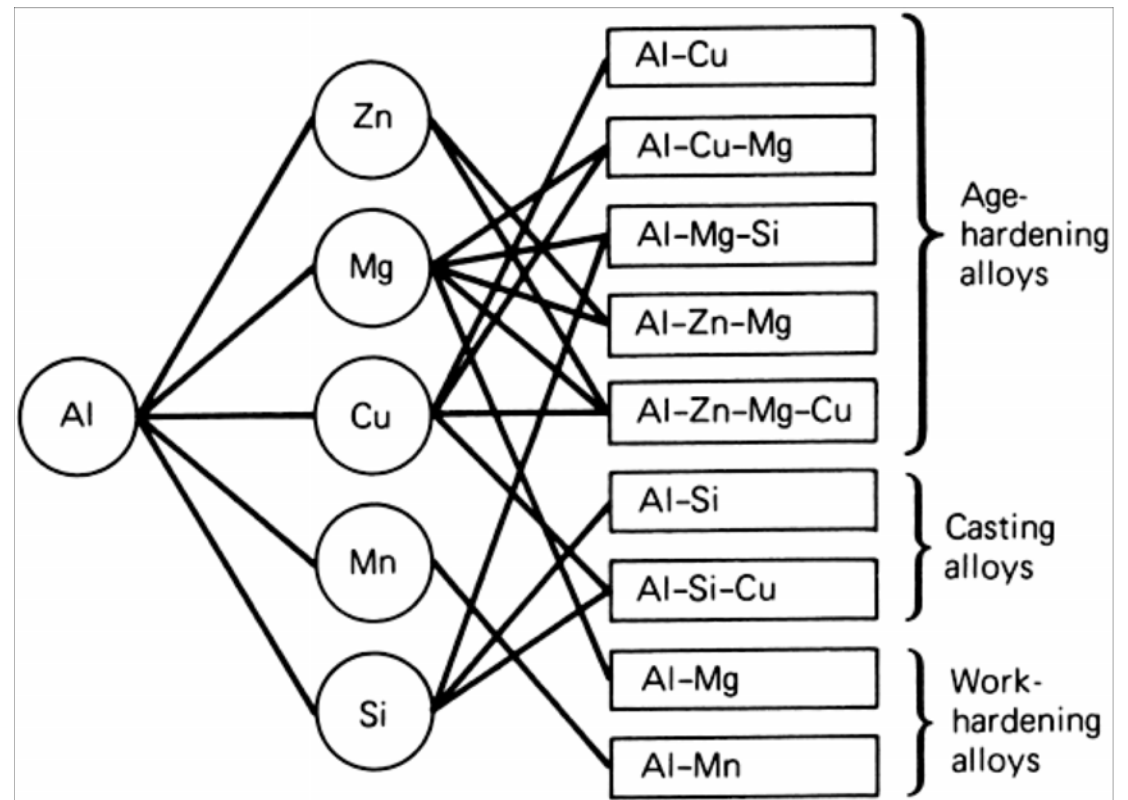


FIGURE II-66 – Les différentes classes d'alliages d'aluminium.

Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2011.

Le premier chiffre indique la classe ("series"), voulant dire les éléments d'alliage principaux.

Il est facile de mémoriser les classes que l'on peut durcir par durcissement structural, ou "*durcissables*" (age hardening alloys) si on se souvient des **trois précipités durcissants stables principaux:  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{MgZn}_2$**  (mais c'est une simplification de la réalité car bien d'autres précipités durcissants, mixtes Al-Mg-Cu par exemple, existent, voir la diapo 49).

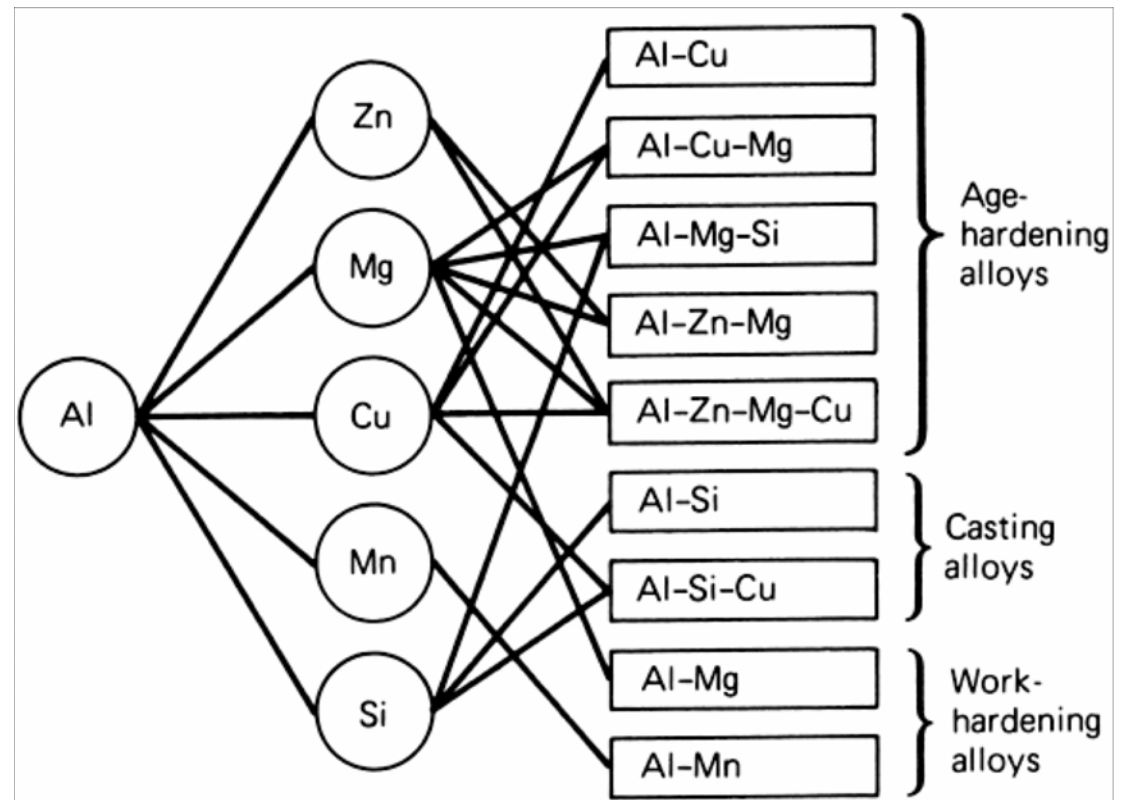


FIGURE II-66 – Les différentes classes d'alliages d'aluminium.

Source: ASM International *Handbook online*, Vol. 9, 2011.

# Un panorama d'ensemble des alliages de l'aluminium

## Alliages de corroyage

- 1xxx** : aluminium non allié, de pureté 99% ou davantage. Dans ce cas les deux derniers chiffres désignent la pureté : 1099 = 99.99% Al pur, 1050 = 99.5% Al pur, 1100 = Al pureté commerciale.
- 2xxx** : alliages contenant du cuivre comme élément d'alliage principal, souvent aussi du magnésium.
- 3xxx** : alliages contenant du manganèse comme élément d'alliage principal, souvent aussi du magnésium.
- 4xxx** : alliages contenant du silicium comme élément d'alliage principal.
- 5xxx** : alliages contenant du magnésium comme élément d'alliage principal.
- 6xxx** : alliages contenant du silicium ainsi que du magnésium comme éléments d'alliage principal (et donc formant des précipités de  $Mg_2Si$ ).
- 7xxx** : alliages contenant du zinc comme élément d'alliage principal, avec souvent d'autres éléments, notamment le Mg (pour former du  $MgZn_2$  et d'autres précipités).
- 8xxx** : tous les autres alliages, par exemple les alliages Al-Li.

# Un panorama d'ensemble des alliages de l'aluminium

## Alliages de fonderie

- 1xx.x** : aluminium non allié, de pureté 99% ou davantage. Ici aussi, les deux derniers chiffres désignent la pureté : 150 = 99.50% Al pur.
- 2xx.x** : alliages contenant du cuivre comme élément d'alliage principal, souvent aussi du magnésium.
- 3xx.x** : alliages contenant du silicium, ainsi que du magnésium ou du cuivre comme éléments d'alliage principal (et donc formant du  $Mg_2Si$ , ou d'autres précipités pour durcissement structural).
- 4xx.x** : alliages contenant du silicium comme élément d'alliage principal.
- 5xx.x** : alliages contenant du magnésium comme élément d'alliage principal.
- 6xx.x** : non utilisé, sauf en Australie où les **6xx** remplace les **3xx**.
- 7xx.x** : alliages contenant du zinc comme élément d'alliage principal, et souvent d'autres éléments, notamment le Mg (pour former du  $MgZn_2$ , et d'autres précipités).
- 8xx.x** : alliages contenant de l'étain comme élément d'alliage principal.
- 9xx.x** : tous les autres alliages, par exemple les alliages Al-Li.

# Un panorama d'ensemble des alliages de l'aluminium

En outre des préfixes et suffixes précisent certaines caractéristiques ou (pour les suffixes) le traitement thermique

## ALUMINIUM ALLOY AND TEMPER DESIGNATION SYSTEMS

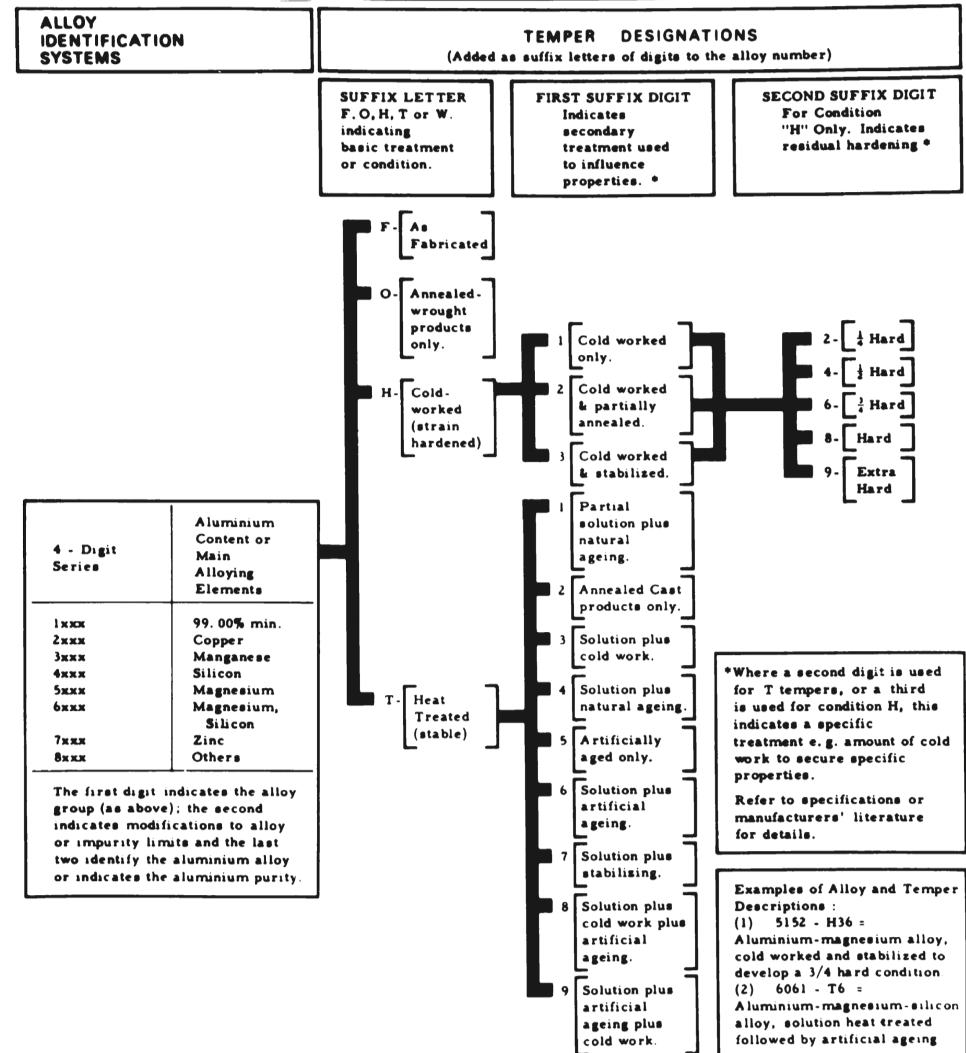


FIGURE II-67 – Nomenclature des alliages d'aluminium.  
 Source: I.J. Polmear, *Light Alloys: from traditional alloys to nanocrystals*, Butterworth-Heinemann, 2006; courtesy Institute of Metals and Materials, Australia.

## Un panorama d'ensemble des alliages de l'aluminium

**Table 11.4** Yield Strengths of Heat Treatable Alloys

Alloy Series	Typical Composition (wt%)	$\sigma_y$ (MN m <sup>-2</sup> )	
		Slowly Cooled	Quenched and Aged
2000	Al + 4 Cu + Mg, Si, Mn	130	465
6000	Al + 0.5 Mg 0.5 Si	85	210
7000	Al + 6 Zn + Mg, Cu, Mn	300	570

**Table 11.5** Yield Strengths of Work Hardened Aluminum Alloys

Alloy Number	$\sigma_y$ (MN m <sup>-2</sup> )		
	Annealed	Half Hard	Hard
1100	35	115	145
3005	65	140	185
5456	140	300	370

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.

**Table 11.2** Mechanical Properties of Structural Light Alloys

Alloy	Density $\rho$ (Mg m <sup>-3</sup> )	Youngs Modulus E (GN m <sup>-2</sup> )	Yield Strength $\sigma_y$ (MN m <sup>-2</sup> )	E/ $\rho$	E <sup>1/2</sup> / $\rho$	E <sup>1/3</sup> / $\rho$	$\sigma_y/\rho$	Creep Temperature (°C)
Al alloys	2.7	71	25–600	26	3.1	1.5	9–220	150–250
Mg alloys	1.7	45	70–270	25	4.0	2.1	41–160	150–250
Ti alloys	4.5	120	170–1280	27	2.4	1.1	38–280	400–600
(Steels)	(7.9)	(210)	(220–1600)	27	1.8	0.75	28–200	(400–600)

Source: M.F. Ashby & D.R.H. Jones, Engineering Materials Vol. 2, 4<sup>th</sup> Ed., 2006, Elsevier Butterworth.