Revue de Métallurgie **109**, 415–422 (2012)
© EDP Sciences, 2012
DOI: 10.1051/metal/2012036
www.revue-metallurgie.org

Revue de Métallurgie

Micro mécanismes du durcissement structural d'un alliage d'aluminium aéronautique

M. Hantcherli[1,2], F. Delmas[3], A. Couret[1,2] et A. Coujou[1,2]

[1] *CEMES-CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse Cedex 04, France*
e-mail : muriel.hantcherli@cemes.fr
[2] *Université de Toulouse, UPS, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse Cedex 04, France*
[3] *Société Sud Ingénierie 34 chemin de l'Echut 31770 Colomiers, France*

Mots-clés :
Microscopie electronique en transmission ; dislocation ; alliage d'aluminium ; durcissement structural

Résumé – En déformant in situ dans un microscope électronique en transmission des micro éprouvettes de l'alliage d'aluminium 6056 T6, les micromécanismes responsables de sa résistance mécanique ont été identifiés. Il a été montré que les dislocations s'ancrent sur des lignes nommées lignes d'ancrage et qu'elles se propagent par bonds entre ces lignes. Les grandeurs physiques qui décrivent ces lignes ont pu être mesurées. Il apparaît que le glissement dévié des dislocations est très actif dès la température ambiante. Ce glissement dévié se produit souvent entre plans octaédriques mais aussi entre plans octaédriques et plans cubiques. L'incidence de ce mécanisme sur les propriétés mécaniques a été analysée.

Key words:
Transmission electron microscopy; dislocation; aluminium alloys; precipitation hardening

Abstract – Micro-mechanisms of precipitation hardening aluminium alloy for aeronautics. TEM in-situ straining tests on micro specimens of 6056 T6 alloy have been performed to determine the micro-mechanisms in relation with the mechanical strength. The dislocations are anchored along pinning lines and move by jump between these lines. The physical parameters, which describe these pinning lines have been determined. Evidence is found for activation of cross-slip even at room temperature. The cross-slip has been mainly observed between octaedric planes but also between octaedric and cubic planes. The relationship between these mechanisms and the mechanical properties is discussed.

Reçu le 18 janvier 2012
Accepté le 20 juillet 2012

Les alliages d'aluminium sont très utilisés dans l'industrie aéronautique qui cherche en permanence à améliorer leurs performances afin qu'ils soient capables de répondre à des cahiers des charges de plus en plus exigeants. Il faut pour cela choisir la bonne composition chimique et optimiser la microstructure (MS) de précipitation en choisissant le traitement thermique adapté. Les alliages utilisés aujourd'hui ont souvent été qualifiés avant l'émergence et l'emploi courant des techniques fines de microscopie electronique à transmission (MET) qui permettent l'observation fine de la MS héritée du traitement thermique. Actuellement les observations en microscopie electronique haute résolution (METHR) et la technique de déformation in situ dans un MET permettent à la fois de connaître finement la MS et de comprendre son comportement au cours de la déformation. Ces techniques accompagnent souvent les recherches actuelles sur l'optimisation des alliages.

La technique de déformation in situ dans un MET utilisée ici, permet de suivre en temps réel la dynamique des dislocations sous contrainte et en température. Dans les alliages d'aluminium durcis par des précipités, les micro mécanismes d'interaction des précipités avec les dislocations peuvent être analysés avec précision.

L'alliage d'aluminium 2024 (1,2 à 1,8 % de Mg, 0,5 % de Si, 3,8 à 4,9 % de Cu et 0,3 à 0,9 % de Mn) qui est le plus utilisé par l'industrie aéronautique est progressivement remplacé par l'alliage 6056 Al(MgSiCu) qui a une masse volumique plus faible, une forte tenue à la corrosion et qui possède une bonne soudabilité. Dans deux articles précédents [1, 2], la microstructure de précipitation de cet alliage, formée de lattes a été étudiée et la résistance de ces lattes au cisaillement par les dislocations a été

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press Article publié par EDP Sciences

mesurée pour la première fois par déformation in situ : cette résistance a été calculée par la théorie des dislocations, à partir de la détermination des angles d'échappement mesurés en position critique, c'est-à-dire juste avant le franchissement du précipité par la dislocation.

L'objectif du présent article est de mettre en évidence le rôle du glissement dévié des dislocations et les conséquences de ce mécanisme sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

1 Aspects techniques

L'alliage d'aluminium 6056 T6 d'un alliage et un alliage AlMgSiCu qui contient en masse, 0,75 % de Mg, 0,93 % de Si, 0,60 % de Cu et 0,63 % de Mn. Il contient aussi mais en plus petites quantités (<0,1 %) les solutés Fe, Zn, Zr, Cr, Ti. Le traitement thermique est effectué sur des tôles laminées à froid : après une remise en solution à 550 °C, une trempe à l'eau est réalisée. Comme elles ont perdu leur planéité, elles sont déformées de 2 % plastiquement par traction (cette opération est nommée parachèvement). Le traitement T6, qui correspond au pic de durcissement, consiste ensuite en un revenu de 8 h à 190 °C suivi d'un sur-revenu.

Les microéchantillons polycristallins pour les observations en MET ont été préparés par polissage électrolytique, dans un bain D62 de la société Presi, à une température de –12 °C et sous 900 mA. Grâce à des analyses de texture, la découpe des échantillons a pu être maîtrisée, en particulier ceux destinés à la METHR qui nécessitent d'avoir des grains dont la normale à l'échantillon est proche de l'axe de zone ⟨100⟩. Les micro éprouvettes pour la déformation in situ sont des rectangles de $3\times1\,\mathrm{mm}^2$. Elles sont collées sur les mors d'une micromachine de traction Gatan. Les détails techniques plus précis sont renseignés dans la thèse de Delmas [3]. Les avantages et les limites de la technique de déformation in situ ont été décrits par ailleurs [3–7].

Les observations en haute résolution ont été réalisées sur un MET Philips CM30 et les expériences de déformation in situ sur un MET JEOL 2010. La difficulté de ces observations réside dans l'impossibilité de mettre en contraste à la fois les précipités et les dislocations. La présence des précipités est mise en évidence par deux observations complémentaires :

- la dislocation sous contrainte est courbée entre deux précipités ;
- le contraste de la dislocation varie au voisinage du précipité quand les deux champs de déformation se superposent.

2 Résultats

La figure 1 présente la MS de l'alliage d'aluminium 6056 T6 étudié ici [1]. Le cliché (a) pris en champ sombre en axe de zone [100] montre que les précipités ont la forme de lattes orientées suivant les directions ⟨100⟩. On constate que cette précipitation est à la fois homogène mais aussi hétérogène lorsque la germination des précipités a lieu à partir d'une dislocation. La présence d'un dispersoïde D est également soulignée sur ce cliché. Le cliché (b) correspond à une image METHR prise avec l'axe de zone [010]. Les précipités notés D1 et D2 sont vus debout. Leur section est rectangulaire et le grand axe est parallèle à la direction [001]. Le précipité C1 est couché dans la lame et sa direction est parfaitement alignée avec la direction [001]. La structure de ces précipités parait périodique et cohérente avec la matrice d'aluminium. Les précipités lattes observés sont sûrement des précipités métastables précurseurs de la phase quaternaire stable Q [8].

La MS de cet alliage a été analysée quantitativement en détail [1]. Les lattes ont une section moyenne $\langle s\rangle$ de 21 nm^2, leur longueur moyenne est de 63 nm, leur densité est de $2{,}6\times10^{16}\ \mathrm{cm}^{-3}$, et leur fraction volumique est de l'ordre de 3,7 %. Ces mesures ont été réalisées sur des clichés analogues à ceux de la figure 1 en prenant soin de corriger les artefacts de lame mince.

La figure 2 présente six images extraites d'une séquence de déformation in situ réalisée à la température ambiante sur un échantillon de l'alliage 6056 T6. Elles ont été prises en faisceau faible avec un vecteur diffractant g = [200]. Sur le cliché (a) qui correspond à la configuration initiale, on observe la dislocation notée α qui est ancrée sur des précipités A, B, C, D, E, F. Sur le cliché (b) une nouvelle

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

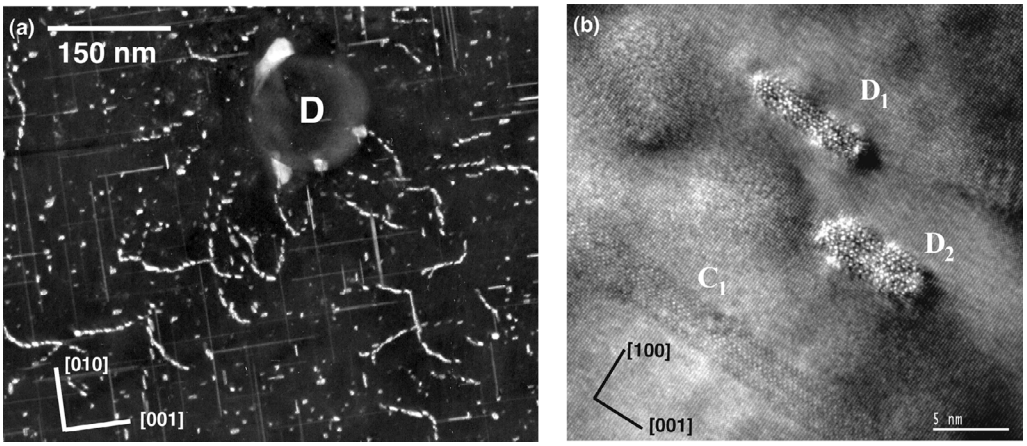


Fig. 1. (a) Image MET en champ sombre en axe de zone [100] de la MS de l'alliage d'aluminium 6056 T6 ; (b) observation en axe de zone [010] des précipités en METHR [1].

Fig. 1. (a) [100] zone axis dark field image of the precipitation microstructure of 6056 T6 alloy; (b) [010] zone axis HRTEM image of precipitates [1].

dislocation notée β est apparue en s'ancrant sur les précipités G, H, I, J, K et L. Sur le cliché (c) on constate que la dislocation β s'est désancrée pour glisser sur les précipités M à Q tandis que la dislocation α n'a pas bougé depuis la vue (a). Entre les images (c) et (d), une partie de la dislocation β a encore effectué un mouvement pour se bloquer sur les précipités R, S et T. Lorsque la déformation se poursuit (clichés e et f) la dislocation α finit par se désancrer tandis qu'une autre, notée δ, vient s'ancrer sur les précipités G à L qui avaient déjà immobilisé la dislocation β.

En étudiant attentivement ce genre de séquences plusieurs caractéristiques importantes de la déformation à l'échelle microscopique sont mises en évidence :

1. Les dislocations s'ancrent sur les mêmes configurations de précipités : sur la figure 2 par exemple, la configuration de précipités G, … L, qui a immobilisé la dislocation β (cliché b) immobilise ensuite la dislocation δ (cliché e). Ces configurations sont appelées « lignes d'ancrage ». Elles correspondent à des précipités suffisamment résistants et pas trop éloignés pour que la force exercée sur eux par la dislocation soit inférieure à la résistance des précipités. Ces lignes sont décrites par la résistance moyenne des précipités au cisaillement par une dislocation, notée $\langle F \rangle$ et la distance moyenne $\langle d \rangle$ entre précipités le long de la ligne de dislocation.
2. La valeur moyenne de $\langle F \rangle$ a pu être mesurée au cours d'observations in situ. En étudiant les mouvements des dislocations sous contrainte, il est possible d'atteindre les angles d'échappement de part et d'autre du précipité au moment du cisaillement. En identifiant les forces qui s'exercent sur le brin de dislocation juste avant le cisaillement, et en écrivant l'équilibre de ces forces, il est possible de calculer F [2]. La valeur obtenue est $\langle F \rangle \sim 1{,}9 \pm 0{,}45$ nN. La distance moyenne entre précipités le long d'une ligne d'ancrage est déterminée par les mesures des distances AB, BC … EF, en les corrigeant pour tenir compte de la géométrie locale qui est différente pour chaque segment. La valeur de $\langle d \rangle \sim 40 \pm 10$ nm est alors obtenue.
3. En observant les lignes de glissement de ces dislocations (l'une de ces lignes est soulignée par les flèches grises sur le cliché a de la Fig. 2) on constate qu'elles sont ondulées ce qui traduit le changement fréquent de plan de glissement de chaque dislocation (glissement dévié). On constate qu'en moyenne elles glissent dans le plan (1-11). Leur vecteur de Burgers est $b = a/2$ [–101].

Ce mécanisme de glissement dévié très fréquent des dislocations apparaît comme étant

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

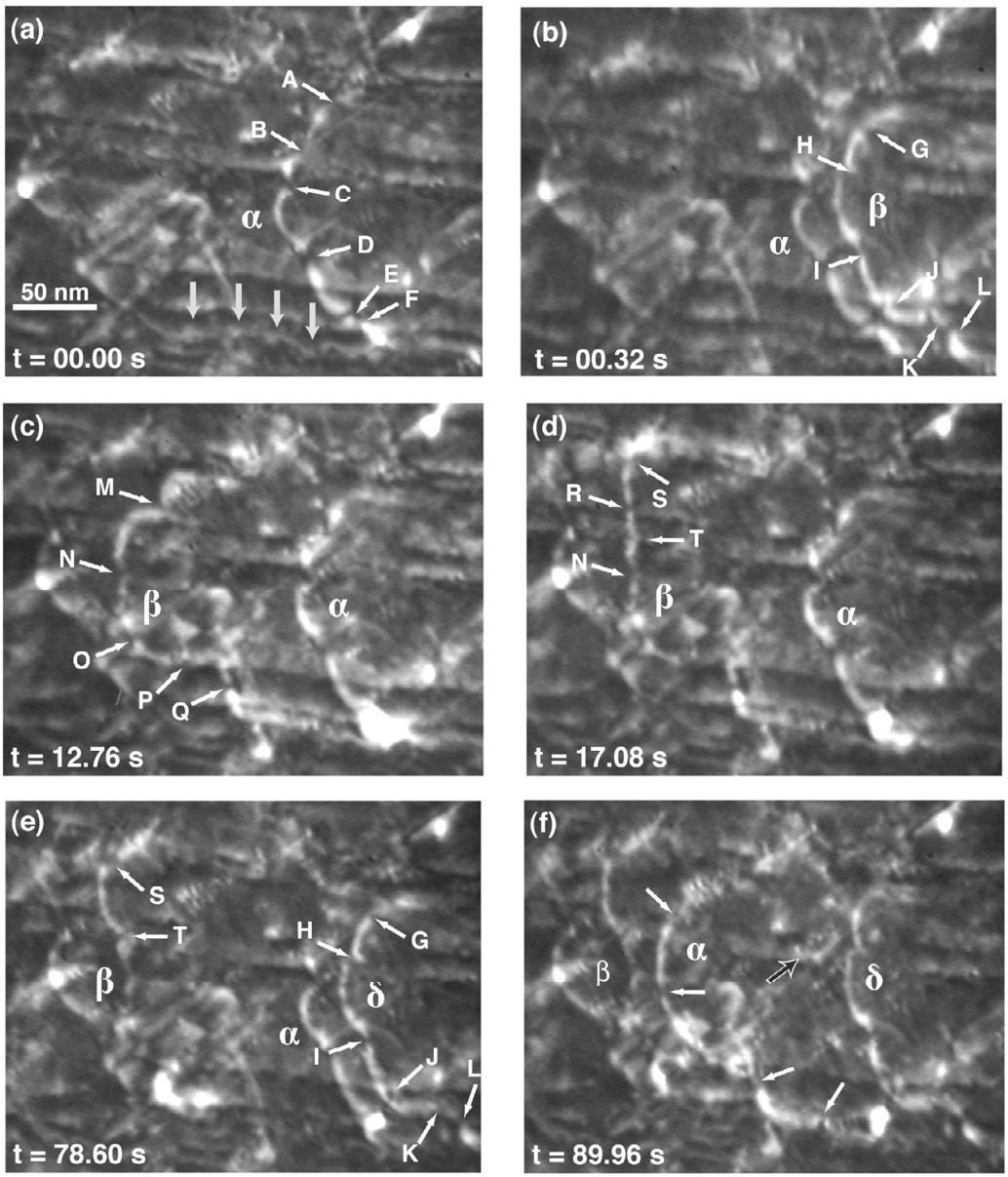


Fig. 2. Séquence de déformation in situ en faisceau faible avec un vecteur diffractant g = [200] qui montre l'ancrage et le désancrage des dislocations mobiles. Le mouvement de trois dislocations différentes est étudié au cours de la durée de la séquence, elles sont notées α, β et δ. Les précipités servant de point d'ancrage aux dislocations sont également indiqués.

Fig. 2. Weak beam TEM in situ straining sequence under g =[200] *showing the propagation of segment of dislocations. Three dislocations are observed during the time of the sequence: α, β and δ. The precipitates on which the dislocations are anchored are also indicated.*

un mécanisme majeur dans cet alliage. Il est essentiel de comprendre comment il influence les propriétés mécaniques.

La figure 3 présente les traces de lignes de glissement laissées par une dislocations qui glisse en moyenne dans le plan (111) dont la direction projetée est indiquée sur le cliché. La trace des lignes de glissement n'est pas rectiligne mais brisée, et l'on observe que les plans de déviation sont les plans cubiques (010) et (100), comme cela est indiqué par les flèches blanches.

La figure 4 est un cliché pris *post mortem* après une déformation par traction à 150 °C.

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

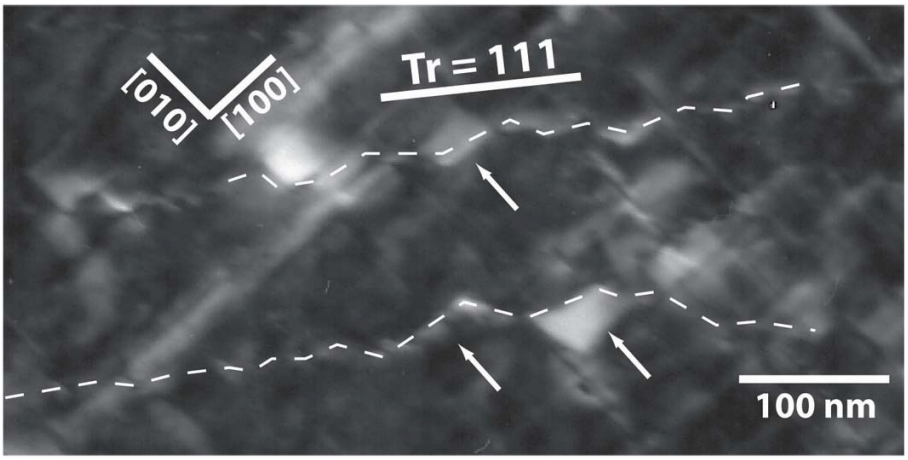


Fig. 3. Observation en faisceau faible des traces des lignes de glissement laissées à la surface par le glissement des dislocations. Le glissement des dislocations s'effectue en moyenne dans le plan (111) mais des déviations dans les plans cubiques (100) et (010), soulignées par les flèches blanches, sont observées.

Fig. 3. Weak beam Observation of non-linear slip traces on surface. The average glide is on the (111) plane but cross-slip on (100) and (010) planes are also observed, as indicated by the white arrows.

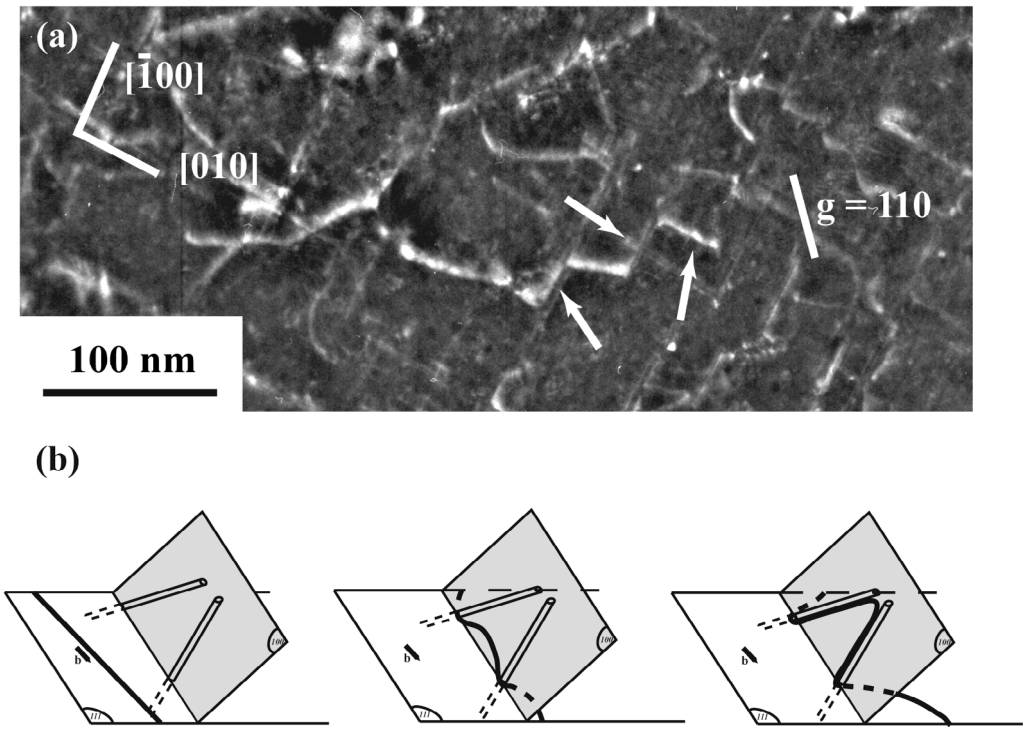


Fig. 4. (a) cliché *post mortem* en faisceau faible montrant une dislocation bloquée le long d'un précipité après une déviation dans le plan cubique (T = 150 °C) ; (b) Schéma représentant les différentes étapes de cette déviation (le plan cubique est grisé).

Fig. 4. (a) Weak beam post mortem observation of a dislocation anchored on precipitate after a cross slip on cubic plane (T = 150 °C); (b) Schematic representation of the cross slip (the corresponding cubic plane is in grey).

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

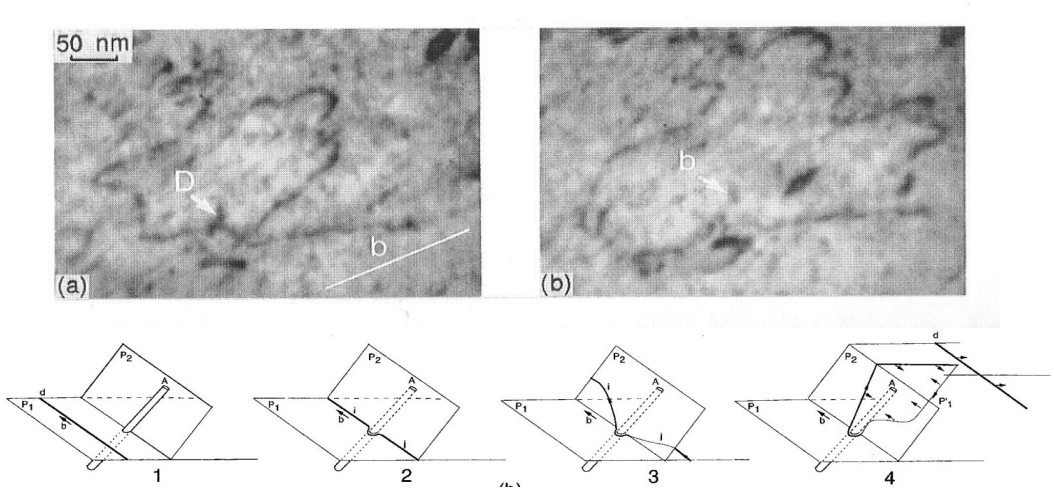


Fig. 5. (a) et (b) Deux clichés en champ clair avec un vecteur diffractant $g = [11{-}1]$ pris au cours d'un essai de déformation in situ montrant l'étalement sous contrainte d'une boucle ouverte. (c) Schéma en 3D illustrant la formation de ces boucles.

Fig. 5. (a) and (b) Bright field TEM In-situ straining observation under $g = [11{-}1]$ showing the spreading of a dislocation loop. (c) 3D Schématic drawing of the loop formation.

les brins de dislocations indiqués par des flèches blanches sont immobilisés dans des directions de type ⟨100⟩. Il semble que ce blocage a eu lieu contre des précipités selon le mécanisme présenté sur le schéma 4b : lors de la traction, le brin vis d'une dislocation glissant dans un plan (111) dévie dans le plan cubique contre les précipités orientés selon les directions [100] et [010] contenues dans ce plan. Des observations analogues ont été réalisées à la température ambiante mais avec une fréquence moindre étant donné que le glissement dévié est thermiquement activé [9].

Le glissement dévié des dislocations laisse souvent des boucles tridimensionnelles glissiles qui contribuent à la multiplication des dislocations [3, 10–12]. Sur la figure 2f, l'une de ces boucles est indiquée par une flèche noire. Ces boucles sont bien glissiles comme le montre la séquence in situ de la figure 5 : le cliché a correspond à l'état initial de la déformation observée et sur le cliché b on voit que la boucle s'est étalée. On notera aussi sur ce cliché la présence d'un dipole, noté *D*, dont les brins s'annihilent et laissent une boucle d'Orowan, notée *b*.

Le schéma en 3D de la figure 5 présente les différentes phases de la création de ces boucles ouvertes tridimensionnelles : lorsqu'un brin vis glissant dans le plan P1 rencontre un précipité, une partie peut dévier dans le plan P2 (schéma 2) puis dévier de nouveau dans un plan parallèle à P1 pour former une boucle tridimensionnelle qui peut s'étaler sous l'effet de la contrainte (contrairement à une boucle d'Orowan). On comprend pourquoi cette déviation contribue à la multiplication des dislocations.

3 Discussion

La discussion sera focalisée d'une part sur les lignes d'ancrage et d'autre part sur l'incidence du glissement dévié sur les propriétés mécaniques.

Les lignes sur lesquelles s'ancrent systématiquement les dislocations durant leur glissement à travers le dédale de précipités sont nommées ligne d'ancrage (LA). Ce sont des lignes qui rejoignent les « précipités efficaces ». Pour être « efficace » un précipité doit être à la fois résistant et « bien entouré » c'est-à-dire qu'il doit exister dans son voisinage immédiat d'autres précipités suffisamment résistants et suffisamment proches pour immobiliser la dislocation.

Une ligne d'ancrage est décrite par les deux paramètres moyens ⟨*F*⟩ et ⟨*d*⟩. Le niveau de contrainte moyen pour que la dislocation puisse franchir une ligne d'ancrage est donné par la relation de Hirsch et

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

Kelly [13], étendue aux polycristaux où M est le facteur de Taylor.

$$\tau = M\frac{\langle F\rangle}{b\,\langle d\rangle}$$

Cette relation traduit que la limite d'élasticité du matériau augmente lorsque les précipités sont résistants et proches les uns des autres, c'est à dire lorsque $\langle F\rangle$ est grand et $\langle d\rangle$ petit. Il faut quand même remarquer que l'analyse de Hirsch et Kelly concernait une situation moyenne dans l'échantillon tandis qu'ici, seules les lignes d'ancrages sont concernées.

L'existence de ces lignes montre que les précipités situés entre elles sont inefficaces parce que pas assez résistants et/ou mal entourés. Il serait bien sûr souhaitable que la plupart des précipités soient efficaces, mais est-il possible d'influencer la précipitation ? L'observation de la microstructure de la figure 1 suggèrerait de favoriser la précipitation hétérogène sur les lignes de dislocation introduites lors du traitement de parachèvement et également de rechercher le parachèvement le plus efficace.

La fréquence élevée du glissement dévié est à associer à la faible énergie de défaut d'empilement γ de cet alliage, qui n'a cependant pas été déterminée pour cet alliage précis. Mais la mesure très précise par METHR de Mills et Stadelmann [14] a montré que dans l'aluminium pur $\gamma = 150$ mJ/m^2 ce qui correspond à une distance de dissociation de 0,3 nm pour les dislocations. Les calculs de structures de cœur des dislocations dans l'aluminium [15] pur donnent à peu près le même résultat. Pour évaluer l'influence des solutés sur la valeur de γ, seuls les solutés majoritaires Mg et Si seront considérés. En utilisant la méthode proposée par Gallagher [16], on peut montrer que l'influence des deux solutés se compense si bien que la distance de dissociation des dislocations reste du même ordre de grandeur que dans l'aluminium pur [3].

Le glissement dévié dans le plan cubique a été observé par plusieurs auteurs dans l'aluminium pur [17, 18]. Colin [15] a récemment montré par un calcul à l'échelle atomique de structure de cœur d'une dislocation vis dans l'aluminium pur que, sous contrainte, le cœur s'étale dans le plan cubique suite à un effet d'élasticité non linéaire. Il n'est donc pas surprenant d'observer ce type de glissement dévié qui offre un degré de liberté supplémentaire au glissement des dislocations. Bien sûr, comme les traces de glissement restent quand même sensiblement parallèles à celle du plan (111) comme observé sur la figure 3, le glissement dévié du plan cubique vers le plan (111) se produit aussi fréquemment.

Cette facilité de glissement dévié pour les dislocations présente deux avantages en ce qui concerne les propriétés mécaniques de cet alliage :

- elle favorise la ductilité en rendant accessible d'autres chemins de déformation de l'alliage. Cet effet est encore augmenté par la multiplication de dislocations associée à la création et à l'étalement de boucles glissiles ;
- elle contribue à améliorer la limite d'élasticité : en réduisant l'empilement des dislocations sur les précipités, leur cisaillement se produit sous l'action de la seule contrainte appliquée sans l'aide de la contrainte interne crée par l'empilement des dislocations.

Lorsque cet alliage a été élaboré, l'existence du glissement dévié très fréquent des dislocations dans le matériau n'était pas connu. Il apparaît maintenant que la forme en latte des précipités est très efficace pour intercepter les dislocations qui dévient, ce qui explique les bonnes propriétés mécaniques de cet alliage.

4 Conclusion

Les expériences de déformation in situ réalisées sur l'alliage d'aluminium 6056 T6 donnent quelques renseignements nouveaux sur les micro mécanismes responsables du durcissement structural de cet alliage :

- Les dislocations s'immobilisent sur des « lignes d'ancrage » qui correspondent à un bon compromis résistance des précipités / distance entre précipités pour ancrer les dislocations.
- Ces lignes d'ancrage sont décrites par deux paramètres microscopiques $\langle d\rangle$ et $\langle F\rangle$ qui peuvent être déterminés par cette technique.

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press

– Les dislocations glissent en moyenne dans les plans octaédriques mais il existe dans cet alliage une grande activité du glissement dévié en particulier vers les plans cubiques qui donnent un degré de liberté supplémentaire au glissement des dislocations.
– Ce glissement dévié intervient de façon positive sur les propriétés mécaniques de cet alliage : les boucles de dislocations à trois dimensions qu'il génère améliore sa ductilité et, parce qu'il empêche la création d'empilements de dislocations sur les précipités, ces derniers sont franchis sous l'action de la contrainte appliquée sans aide de la contrainte interne ce qui contribue à augmenter la limite d'élasticité.

Les modélisations de la propagation d'une dislocation dans une répartition de précipités [19–21] sont une aide précieuse pour comprendre qualitativement les observations in situ. Les lignes d'ancrage, par exemple, apparaissent dans ces modélisations. Mais, réciproquement, ce type d'observation peut guider les modélisations afin qu'elles soient encore plus proches des observations expérimentales concernant la MS (forme et répartition des précipités) et les mécanismes de déformation (existence de lignes d'ancrage décrites par $\langle d \rangle$ et $\langle F \rangle$, existence de glissements déviés vers [111] et [100]).

Références

[1] F. Delmas, M.J. Casanove, P. Lours, A. Couret, A. Coujou, *Mater. Sci. Eng.* **A373** (2004) 80-89
[2] M. Vivas, P. Lours, C. Levaillant, A. Couret, M.J. Casanove, A. Coujou, *Mater. Sci. Eng.* **A234** (1997) 264-267
[3] F. Delmas, Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse intitulée : Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un alliage AlMgSiCu, 2002
[4] J.L. Martin, L.P. Kubin, *Ultramicroscopy* **3** (1978) 215-226
[5] A. Coujou, P. Lours, N.A. Roy, D. Caillard, N. Clément, *Acta Metallurgica et Materialia* **38** (1990) 825-837
[6] A. Couret, J. Crestou, S. Farenc, G. Molénat, N. Clément, A. Coujou, D. Caillard, *Microscopy Microanalysis Microstructures* **4** (1993) 153-170
[7] F. Pettinari, A. Couret, D. Caillard, G. Molénat, N. Clément, A. Coujou, *J. Microscopy* **203** (2001) 47-56
[8] C. Cayron, P.A. Buffat, *Acta Mater.* **48** (2000) 2639-2653
[9] B. Escaig, *J. Phys.* **29** (1967) 225-239
[10] A. Couret, D. Caillard, *Acta Metall.* **33** (1985) 1447-1454
[11] E. Furubayashi, *J. Phys. Soc. Jap.* **27** (1969) 130-146
[12] F. Delmas, M. Vivas, P. Lours, A. Couret, A. Coujou, *Mater Sci. Eng.* **A340** (2003) 286-291
[13] P.B. Hirsch, A. Kelly, *Phil. Mag.* **12** (1965) 881-900
[14] M.J. Mills, P. Stadelmann, *Phil. Mag. A* **60** (1989) 355-384
[15] J. Colin, P. Beauchamps, S. Brochard, J. Grilhe, A. Coujou, *Euro Phys. let.* **78** (2007) 16002
[16] P.C.J. Gallagher, *Metall. Trans. A* **1** (1970) 2429-2461
[17] M. Carrard, J.L. Martin, *Phil. Mag. A* **56** (1987) 391-405
[18] A. Couret, D. Caillard, *Acta Metall.* **36** (1988) 2515-2524
[19] J. Douin, P. Donnadieu, G.F. Dirras, A. Proult, J.F. Sylvain, *Mater. Sci. Eng.* **A319** (2001) 270-273
[20] V. Mohles, D. Rönnpagel, E. Nembach, *Comput. Mater. Sci.* **16** (1999) 144-150
[21] V. Mohles, E. Nembach, *Acta Mater.* **49** (2001) 2405-2417

https://doi.org/10.1051/metal/2012036 Published online by Cambridge University Press