



HAL
open science

Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n°504 64-PH : approche historique et sciences des matériaux

Audrey Cochard

► **To cite this version:**

Audrey Cochard. Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n°504 64-PH : approche historique et sciences des matériaux. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2016. Français. NNT : 2016TOU30384 . tel-01760733

HAL Id: tel-01760733

<https://theses.hal.science/tel-01760733>

Submitted on 6 Apr 2018

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.



Université
de Toulouse

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 par :

Audrey Cochard

Le mardi 8 novembre 2016

Titre :

Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du
Breguet 765 n°504 64-PH

Approche historique et sciences des matériaux

ED SDM : Physique de la matière - CO090

Unité de recherche :

CEMES - CNRS

Directeur(s) de Thèse :

SCIAU Philippe, Directeur de Recherche CNRS Toulouse, CEMES
OLIVIER Jean-Marc, Professeur, université Toulouse II - Jean Jaurès

Rapporteurs :

DONNADIEU Patricia, Directeur de Recherche CNRS Grenoble, SIMAP
BERTRAND Loïc, Directeur de l'unité IPANEMA, synchrotron SOLEIL

Autre(s) membre(s) du jury :

GOUDEAU Philippe, Directeur de Recherche CNRS Poitiers, institut Pprime - Examineur
KECHIDI Med, Professeur, université Toulouse II - Jean Jaurès - Examineur
REGUER Solenn, Scientifique de ligne DIFFABS, synchrotron SOLEIL, co-encadrante - Invitée

Remerciement

Merci à Philippe Sciau de m'avoir donné l'occasion et l'envie de découvrir le monde de la recherche. Il s'en est parfois mordu doigts. Tout comme Solenn Reguer, merci pour le temps que tu m'as accordé. Merci également à Jean-Marc Olivier, un modèle d'optimisme et de diplomatie. Merci à Magali Brunet qui est arrivée dans l'équipe en cours de route et qui est très vite devenu un moteur ! J'espère sincèrement que ces travaux ont permis de mettre en relief que tout est à faire, et que d'autres études suivront.

Merci à mon jury de thèse, Philippe Goudeau, Med Kechidi et tout particulièrement à mes rapporteurs Patricia Donnadiou et Loïc Bertrand pour leur évaluation attentive et bienveillante d'un travail qui sort un peu de l'ordinaire.

Merci aux Ailes Anciennes pour votre accueil, votre curiosité, votre passion revigorante, ainsi que de m'avoir autorisée à repartir avec des morceaux de vos avions. Plus particulièrement à l'équipe du Breguet Deux-Ponts, merci de m'avoir laissé jouer avec les riveteuses, la scie sauteuse (mais chuuuutt...) et surtout pour ce partage et votre amitié ! Je n'ai pas eu le temps de m'y pencher, mais merci au CAEA à Mérignac avec l'autorisation de Laurent Rabier et à Gilles Collaveri de votre accueil, d'avoir accepté d'échanger et de me fournir également en échantillons.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans le co-financement de thèse PRES-université Toulouse III Paul Sabatier (Ref. 5913) / Région Midi-Pyrénées (Ref. 12053330) à travers le projet MIPROPAL.

Je n'aurai pas pu obtenir les résultats nécessaires à l'écriture du manuscrit sans les nombreuses personnes avec qui j'ai pu travailler. En commençant par l'infrastructure, l'administration et le service informatique qui m'ont permis de m'installer et m'ont guidée dans la paperasse, Geneviève Fouillardon, Elodie Jean-Alphonse, Aurore Pruvost, Mireille Trupin, Alain Magdalena, Bruno Melet, Pascal Païva, Olivier Bancilhon, Christophe Collard, Jean-Noël Fillon. Mais aussi les personnes qui m'ont permis de préparer les échantillons et de les étudier, Dominique Lamirault, Catherine Crestou, Robin Cours, Pierre Abeilhou, Abdallah Bouzid, Nicolas Ratel-Ramond, Florent Houdellier, Sébastien Joulié, Cécile Marcelot, Christophe Dehayes et Joël Douin. Ainsi qu'à Isabelle Labau qui a dû parfois réaliser des fouilles pour trouver certains articles. Merci de m'avoir consacré de l'attention, du temps et votre gentillesse.

L'étude des propriétés mécaniques a été possible grâce à Julitte Huez du CIRIMAT et Luc Robbiola de TRACES à travers le stage de Kailin Zhu au Cirimat financé par RTRA (Réseau Thématique de Recherche Avancée) – Science et Technologies pour l'Aéronautique et l'Espace, à travers le projet VIMA (Vieillissement des Matériaux Avancés).

J'ai eu la chance de pouvoir découvrir un certain nombre de techniques. L'étude des alliages par sonde atomique tomographique au Groupe de Physique des Matériaux à Rouen réalisé par W.Lefebvre et I. Blum a été possible grâce au réseau de Plateformes de Microscopie Electronique et Sonde Atomique METSA. Je remercie également SOLEIL pour l'accès aux installations en rayonnement synchrotron et toute l'équipe de DIFFABS pour l'aide apportée pour l'utilisation de leur ligne.

Merci au Centre de Châtelleraut du Service Historique de la Défense, au Centre de documentation du musée de l'Air et de l'Espace du Bourget, à Pascal Gaste aux Archives départementales de la Haute Garonne et à l'Institut pour l'Histoire de l'Aluminium pour leur travail de conservation et de m'avoir permis d'accéder à leurs archives. Merci pour votre intérêt, nos discussions et vos conseils.

J'ai une grosse pensée pour Tian, amie, collègue de bureau et parfois de galère (hein soyons honnête...). Merci pour le soutien, les rigolades, de m'avoir aidée à transformer le bureau en distributeur de gâteaux et de bonbons (10 Kg de gagnés en 3 ans). Je bois maintenant de l'eau chaude, sans forcément de plantes dedans.

Merci Agnès d'avoir été là, tout simplement. De ton sourire, ton amitié, de m'avoir accueillie, et cela dès mon stage de M1. Tu as fait en sorte que je me sente à Toulouse comme à la maison et ça n'a pas mal réussi. Balades, lèche vitrine (machiavélique...) et psychologie de comptoir, encore !

Merci Marc de m'avoir encouragée à tester des activités dangereuses pour un cas comme moi ! Malheureusement je suis arrivée en troisième année en trop bon état. Mais j'ai bien ri et ça m'a de me dépasser, ça fait du bien. On se retrouve dans le ciel.

Merci Roman pour ton pragmatisme, ta franchise et ton attention. Pour tous ces repas (c'est très important), ces rires et discussions. Tu m'as aidé à prendre du recul, pas trop quand même... Je risquerais de grandir beurk !

Merci à Rémi mon petit brin d'optimisme ! Réglé comme une montre suisse pour aller manger, les pauses, les apéros. C'est cool de discuter ensemble, un certain penchant pour l'esprit de contradiction mais ça apprend à défendre son bout de gras. Je garde tes magnifiques œuvres d'arts réalisées sur Paint en monnaie d'échange on ne sait jamais.

Merci à Ariane pour ta curiosité et ta spontanéité. Mais pourquoi Jamy ? Sans toi les répétitions de soutenance auraient été bien tristes ! La tienne va dépoter.

Merci à Julien d'avoir quitté Paris pour me suivre à Toulouse et surtout de m'avoir supportée durant les pics de stress ? De panique ? De venir me chercher aux urgences quand je me tords la cheville... un vrai maître Yoda mon amoureux ! Que la force soit avec toi.

Et que dire de la zen attitude de mes parents ? C'est bien d'avoir un enfant curieux mais point trop n'en faut. Merci pour votre soutien et votre confiance. Je vous aime.

Que ce soit à Paris, au Cirimat ou au Cemes, j'ai croisé un tas de personnes importantes qui m'ont inspirée, fait rire et passer de bons moments. Donc dans le désordre merci à :

Maxime Bayle, Clément Berne, Jacques Bonvoisin, Olivier Couturaud, Nicolas Dubié, Julien Dupré de Baubigny, Olivier Galangau, Florian Galliano, Marion Girard, Pierre Gras, Marie Hervé, Sylvaine Jacquart, Claire Kammerer, Bertrand Max, Caroline Mortagne, Maxime Perrais, Sara SmahDelphine Sordes, Suzanne Stemmer, Koenraad Theuwissen, Aneasha Varghese, Lorianne Vernisse.

J'ai forcément oublié quelqu'un. Si c'est le cas, envoyez-moi un mail pour toutes réclamations. Je m'excuserai avec une bière.



Université
de Toulouse

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 par :

Audrey Cochard

Le mardi 8 novembre 2016

Titre :

Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du
Breguet 765 n°504 64-PH

Approche historique et sciences des matériaux

ED SDM : Physique de la matière - CO090

Unité de recherche :

CEMES - CNRS

Directeur(s) de Thèse :

SCIAU Philippe, Directeur de Recherche CNRS Toulouse, CEMES
OLIVIER Jean-Marc, Professeur, université Toulouse II - Jean Jaurès

Rapporteurs :

DONNADIEU Patricia, Directeur de Recherche CNRS Grenoble, SIMAP
BERTRAND Loïc, Directeur de l'unité IPANEMA, synchrotron SOLEIL

Autre(s) membre(s) du jury :

GOUDEAU Philippe, Directeur de Recherche CNRS Poitiers, institut Pprime - Examineur
KECHIDI Med, Professeur, université Toulouse II - Jean Jaurès - Examineur
REGUER Solenn, Scientifique de ligne DIFFABS, synchrotron SOLEIL, co-encadrante - Invitée

Table des matières

Introduction	9
Partie I : Contexte historique	13
1. Les fonctions de l'aviation militaire durant le XXe siècle	17
1.1. L'avion de guerre	17
1.2. L'avion comme symbole	19
2. L'aluminium et ses alliages	21
2.1. La découverte de l'aluminium	21
2.2. Pourquoi allier ?	24
2.3. Le Duralumin : premier alliage d'aluminium aéronautique	27
2.4. La mise en place d'une nomenclature pour les alliages d'aluminium	32
3. L'évolution de l'aluminium pour les besoins de l'aviation	39
3.1. Amélioration du Duralumin et recherche de nouveaux alliages aéronautiques	39
3.1.1. En France	39
3.1.2. Les rivets en duralumin : un exemple de l'adaptation d'un alliage pour l'aéronautique	43
3.1.3. Aux États-Unis	48
3.2. Les progrès de la production, de la mise en forme et des traitements thermiques	52
4. Le Breguet 765 « Sahara » n°504 64-PH dans ce contexte	63
4.1. La série des Breguet Deux-Ponts	69
4.2. Le choix des matériaux	77
Partie II : Etudes physico-chimiques	81
1. Pièces étudiées : localisation et description	83
1.1. Lisse L1a	84
1.2. Tôle et cale C de l'assemblage L2	85
1.3. Tôle L8	86

2. Techniques d'analyses.....	87
2.1. ICP-OES	87
2.2. Microscopie optique	88
2.3. Microscopie électronique à balayage couplée à un spectromètre à dispersion d'énergie X	88
2.4. Microscopie électronique en transmission	89
2.5. Diffraction des rayons X.....	90
2.6. Sonde atomique tomographique	90
2.7. Essais de dureté	91
2.8. Essais de traction	92
3. Composition élémentaire et macrostructure	93
3.1. Composition élémentaire.....	93
3.2. Macrostructure.....	96
4. Microstructure.....	101
4.1. Influence de la composition élémentaire et identification des phases.....	101
4.1.1. Alliages identifiés comme A-U4G1 (L1a, tôle L2).....	103
4.1.2. Alliages identifiés comme A-U4G (tôle L8, cale C).....	112
4.1.3. Duralumins pour rivet	119
4.2. Influence des traitements thermomécaniques.....	124
4.3. Exposition à la chaleur d'un alliage A-U4G (tôle L8).....	125
5. Propriétés mécaniques	131
5.1. Essais de traction	131
5.2. Essai de dureté.....	134
Discussion.....	137
Conclusion.....	145
Références Bibliographiques.....	149
Annexes.....	161

Introduction

Grâce à ses bonnes propriétés mécaniques et à sa légèreté, le duralumin (ancêtre des alliages aluminium-cuivre de la série 2000) est le premier type d'alliage à base d'aluminium ayant joué un rôle essentiel dans le développement de l'aéronautique. Bien que les alliages aluminium-zinc (série 7000) et les matériaux composites soient aujourd'hui majoritaires dans la construction des avions, les alliages de la série 2000 (cuivre comme élément d'alliage principal) étaient encore récemment largement utilisés. L'Airbus A380 est composé à 60% d'alliages à base aluminium, et de nos jours, l'alliage 2024 (équivalent actuel du duralumin A-U4G1) est encore présent dans le fuselage de nombreux avions civils. Des études de la microstructure et de la corrosion du 2024 sont d'ailleurs toujours en cours, mais peu d'entre-elles concernent le 2017 (équivalent actuel du premier duralumin mis au point, l'A-U4G).

Dans le domaine du patrimoine culturel, les métaux et leurs alliages concernent une part très importante des matériaux analysés par des procédés modernes. Les objectifs sont multiples et portent, entre autres, sur les processus de fabrication, les mécanismes d'altération ou l'origine et la nature des minerais. Toutefois, bien que l'aluminium (isolé en 1825) et ses alliages (duralumin 1906) fassent aussi partie du patrimoine culturel et industriel, peu d'études physico-chimiques y sont consacrées et la plupart d'entre-elles sont focalisées sur les problèmes de corrosion. La conservation et la restauration de ces alliages est une problématique relativement récente (années 1980^{1,2,3}) et qui encore de nos jours implique peu de personnes. C'est un domaine de recherche actif où la compréhension de la corrosion des alliages d'aluminium anciens se heurte aux multiples facteurs y intervenant tel que le rôle de la microstructure. C'est une difficulté dans la sauvegarde des collections aéronautiques qui prennent de plus en plus d'importance, que ce soit au musée de l'Air et de l'Espace du Bourget ou dans les nouvelles structures tel qu'Aeroscopia à Blagnac dont la mission inclue non seulement la sauvegarde des avions mais également celle de leur histoire industrielle (maquettes de test aérodynamique, documents ...).

1 GUIMINOT E., TISSIER Y., « Étude des alliages aluminium pour la mise au point des traitements de conservation des avions », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°54, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 2015, p.88. : « Les premiers traitements de déchloruration référencés datent des années 1980 [...] Puis des traitements électrochimiques sont utilisés [...] Mais, en pratique, il est courant que le traitement se limite à un simple rinçage à l'eau. En fait, le choix d'un traitement reste à l'heure actuelle largement sujet à discussions »

2 MACLEOD I., « Stabilization of corroded aluminum », *Studies in Conservation*, n°28, 1983, pp. 1-7.

3 DEGRIGNY C., *Mise au point d'un traitement cathodique de stabilisation de pièces en alliages d'aluminium dégradées par corrosion en milieu aqueux*, Thèse Spécialité chimie analytique, Université Paris VI, novembre 1990, 169 pages.

Ce travail se situe dans le cadre de la rénovation d'un avion-cargo militaire par des bénévoles de l'association *Ailes Anciennes Toulouse* : le Breguet Deux-Ponts 765 Sahara n°504 64-PH. Afin d'assurer le maintien de sa structure et de pouvoir faire visiter l'intérieur, il est nécessaire de déposer les pièces très corrodées et de les remplacer par de nouvelles, fabriquées à partir d'alliage moderne. Ces dépositions sont une occasion unique d'étudier des alliages anciens avant qu'ils ne disparaissent et soient recyclés. Ce Breguet ayant été construit à une période relativement récente, à la fin des années 1950, il est possible, en théorie, d'étudier ses matériaux en croisant deux types de sources d'informations. D'une part, en effectuant des analyses en laboratoire de la composition et de la structure ainsi que des tests mécaniques sur les matériaux récupérés, et d'autre part, de rechercher les documents d'époque de la société Breguet concernant cet avion et plus généralement les matériaux utilisés. Ces deux types d'approches ont été mises en œuvre dans cette étude et le croisement des données s'y est révélé indispensable pour obtenir des informations pertinentes sur les duralumins intervenant dans la construction de cet avion, dont certains duralumins qui ne sont plus utilisés de nos jours. Cette étude constitue une première référence des duralumins aéronautiques du milieu du XXe siècle et une contribution à la compréhension de ces alliages essentiel à leur sauvegarde.

Ce manuscrit est construit autour de cette double approche. Il est divisé en deux parties nommées *contexte historique* et *études physico-chimiques*.

La partie *contexte historique* s'articule autour de quatre thèmes :

- Le premier porte sur l'importance croissante de l'aviation militaire durant le XXe siècle et le contexte de l'industrie aéronautique en France lors de la fabrication de l'avion étudié.
- Le second est consacré à la découverte de l'aluminium (1825), la mise au point du Duralumin (1906) et l'installation des nomenclatures utilisées pour désigner les alliages d'aluminium afin de faciliter leur commerce (1943).
- Le troisième est consacré au lien qui s'est établi entre les alliages d'aluminium (les duralumins en particulier) et l'aéronautique grâce à leurs propriétés. Un lien qui a conduit à une recherche de l'amélioration de ces alliages via leur composition chimique mais également leur production et traitements thermomécaniques.

- Le dernier présente les documents d'archives retrouvés concernant le Breguet Deux-Ponts 765 Sahara et les matériaux utilisés par la société Breguet. Il retrace la construction de la série des Breguet Deux-Ponts dont l'avion étudié est le dernier exemplaire construit, ainsi que le choix des matériaux utilisés. Ceci d'après les quelques fiches des standards Breguet que nous avons pu retrouver à l'association des Ailes Anciennes Toulouse et au centre de Châtelleraut du Service Historique de la Défense qui m'ont gentiment permis de reproduire certains de ces documents.

La deuxième partie *études physico-chimiques* est composée de six sous-parties :

- La première et la deuxième présentent les pièces étudiées et les techniques d'analyses utilisées.
- La troisième est consacrée à la composition élémentaire et à la macrostructure de ces pièces. Trois types de duralumins sont étudiés : A-U4G1 (équivalent du 2024 actuel), A-U4G (équivalent du 2017 actuel) et A-U3G (spécialement conçu pour la fabrication des rivets).
- La quatrième concerne l'observation de la microstructure des différents alliages (du micromètre à la dizaine de nanomètre). L'influence sur les phases présentes de la composition élémentaire, des traitements thermomécaniques et de l'exposition à la chaleur des moteurs sur une pièce en A-U4G est abordée.
- La cinquième présente les résultats d'essais de traction et de tests de dureté menés sur deux des pièces étudiées. Les résultats sont comparés aux valeurs des fiches de standards de Breguet (caractéristiques mécaniques minima exigées par cette société).
- Enfin dans la sixième sous-partie sont résumés les difficultés rencontrées lors des recherches en archives et les résultats des analyses des matériaux en laboratoire. L'intérêt du croisement de ces données est également discuté à travers l'exemple de l'A-U3G et de son utilisation par la société Breguet.

Partie I : Contexte historique

L'apparition de l'aluminium et de ses alliages au début du XX^e siècle a été un élément important du développement de l'aéronautique comme en témoigne son utilisation croissante jusqu'à devenir prédominante après la Seconde Guerre mondiale. Dès 1903, le carter⁴ du *Wright Flyer* des frères Wright⁵ est en aluminium (Figure 1). Mais le métal pur est encore trop mou pour être utilisé dans la structure des appareils soumis à de fortes contraintes mécaniques. C'est donc seulement avec la mise au point du Duralumin⁶ par Alfred Wilm entre 1906 et 1909, que les alliages d'aluminium ont atteint la résistance mécanique suffisante pour être largement utilisés dans la construction aéronautique. Le Duralumin a alors très vite supplanté le bois et la toile initialement employés. Plus facile à travailler et à stocker, il est surtout un gage de sécurité. Il résiste en effet mieux au feu que le bois en cas d'accident, mais aussi aux contraintes et vibrations qui s'accroissent en même temps que la vitesse et l'altitude en vol augmentent. Son utilisation permet également de simplifier les structures des appareils et de dégager de l'espace, facilitant ainsi l'aménagement pour le transport de passagers, de matériel ou d'essence supplémentaire^{7, 8, 9}.

La production industrielle du Duralumin a débuté dès 1910¹⁰ à Düren en Allemagne et s'est rapidement développée. Dès la Première Guerre mondiale, cet alliage a été utilisé pour la construction d'avions militaires, notamment dans la structure des Breguet XIV construits à 12 000 exemplaires à partir de juin 1916 (Figure 2). Le Junker J4 allemand, premier avion considéré comme métallique, majoritairement constitué de Duralumin, apparaît dès 1917¹¹. Mais il faut attendre les années 1930 pour que ce type de construction exclusivement métallique avec une majorité de duralumin, tel que le Junker J 52, se généralise (Figure 3).

4 Pièce coulée qui englobe et protège les pièces mécaniques du moteur tel que les pistons.

5 <http://www.histalu.org>, repères chronologiques, transports et aérospatial, consulté le 15/06/2016.

6 Ce matériau, sujet du thème 3 de la partie I, est le premier alliage d'aluminium utilisé en aéronautique. Il a été obtenu par Alfred Wilm en ajoutant une faible quantité de cuivre ($\leq 4\%$), de magnésium ($\leq 1\%$) et de manganèse ($< 1\%$) dans une base aluminium.

(HARDOUIN DUPARC O., « Alfred Wilm et les débuts du Duralumin », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 34, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2005, pp.63-77).

7 BALLY J., « La Construction en tôle de duralumin dans l'aviation », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°79, Paris, 1936, pp. 105-108.

8 BALLY J., « Une sensationnelle démonstration de résistance d'un avion métallique », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°61, Paris, 1934, pp. 2418-2420.

9 BALLY J., « Aviation 1937. Le XVe Salon de l'Aviation (Paris) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°86, Paris, 1936, pp. 455-470.

10 GUIMMINOT E., TISSIER Y., « Étude des alliages aluminium pour la mise au point des traitements de conservation des avions », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 54, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2015, pp.83-93.

11 A part le blindage et les mâts de renforcement en acier, le reste de l'appareil est constitué de Duralumin. (GUIMMINOT E., TISSIER Y., *op. cit.*, p.4).

Cependant, même si les alliages de type duralumin sont un matériau industriel récent et largement utilisé, avec une grande production de documents écrits, il existe une perte d'information compte tenu de la politique d'archives appliquée par les industriels. Leur gestion étant lourde et coûteuse, un tri est fait lorsque les documents sont considérés comme dépassés ou que l'entreprise subit un changement important tel une fusion avec une autre entreprise^{12,13}. Cette perte d'information touche particulièrement les données physico-chimiques des matériaux mais aussi la justification des choix techniques pris par les avionneurs que l'on peut retrouver entre autres dans leur correspondance ou les compte-rendu de réunions de l'entreprise. Les documents qui ont été conservés jusqu'à aujourd'hui sont aussi bien déposés par des particuliers que par des entreprises à différentes structures. Ces dernières peuvent être des associations rénovant les appareils comme les Ailes Anciennes ou des associations dédiées aux études historiques tel que l'Institut pour l'Histoire de l'Aluminium. Ces écrits peuvent être également confiés aux centres d'archives départementaux ou à des centres plus spécialisés tel que le centre de documentation du Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget ou les archives du Service Historique de la Défense. Afin de rassembler un maximum d'informations sur ces anciens alliages, les documents étudiés dans cette thèse correspondent à ceux provenant de la déposition de pièces d'un appareil en cours de rénovation. En croisant les informations des documents d'archives avec les données des analyses menées en laboratoire, il est possible de discuter le choix des matériaux utilisés par le constructeur, de comparer ce qui a été réalisé avec ce qui était initialement prévu lors de la conception de l'avion et de compléter les données connues de ces matériaux avec les moyens d'étude actuels tel que la microscopie électronique à balayage et en transmission. Apparues dans les années 1930, ces techniques d'observation en développement à la fin des années 1950 ont permis la réalisation de nombreux travaux pour la compréhension du durcissement des alliages par précipitation. Cependant ces moyens d'études n'était pas encore d'utilisation courante pour l'étude des alliages industriels comme aujourd'hui^{14,15}.

12 SCHMIDT C., « Les archives industrielles et commerciales », in Bibliothèque de l'école des chartes, 1927, tome 88, pp. 390-392. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 08 septembre 2015].

13 OTT F., « Les archives d'entreprise », *Historiens & Géographes. Dossier Patrimoine Industriel*, n°401, Association des Professeurs d'Histoire et de Géographie, Paris, 2008, pp. 215-222.

14 SAULNIER A., « La micrographie électronique au Service de recherches et essais physiques de Chambéry de 1945 à 1962 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 22, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 1998.

15 SMITH Kenneth C.A., OLIVER C. Wells, McMULLAN D., « The fiftieth anniversary of the first applications of the scanning electron microscope in materials research », *Proceedings of the Seventh International Conference on Charged Particle Optics, Physics Procedia 1*, pp.3-12, 2008.

Durant ces trois années de thèse, l'étude s'est focalisée sur le Breguet 765 Sahara n°504 64-PH (Figure 4). Cet avion militaire présente deux intérêts : sa période de construction et sa rénovation en cours aux Ailes Anciennes Toulouse.

La construction de cet avion se situe dans la période d'après-guerre où la production aéronautique a profité d'un intérêt particulier de l'État en tant que symbole du relèvement de la France après l'Occupation. C'est également une époque qui a bénéficié de l'évolution des alliages et de leur mise en forme de la Seconde Guerre. Durant cette période de conflit, il a fallu faire face à l'intensification de la production d'avions militaires. Cette intensification de la production de pièces pour l'aéronautique a mené notamment à une chaîne de production la plus continue et avec le moins d'intervention humaine possible. Ces changements ont permis l'obtention d'un métal de meilleure qualité présentant une texture plus régulière et une composition plus homogène. Avec ce même but d'accélération de la production, de nouveaux alliages pour rivet aéronautique, moins contraignants à poser que le duralumin classique, ont été développés. Cette période a été également l'occasion d'améliorer les alliages existants et d'en mettre de nouveaux plus résistants au point, pour affronter les conditions de vol et alléger la structure de l'avion, et ainsi pouvoir transporter plus d'essence et élargir le rayon d'action des chasseurs et bombardiers.

Cet avion étant actuellement en rénovation, il est possible d'obtenir des échantillons pour l'analyse des matériaux à partir de prélèvements effectués sur des pièces affectées par la corrosion et remplacées pour assurer l'intégrité de la structure. Et cela parfois dans des zones de l'avion qui sont accessibles temporairement seulement du fait de la rénovation en cours. Mais surtout, c'est l'occasion d'étudier d'anciens alliages aluminium-cuivre-magnésium, prédécesseurs des 2017 et 2024 actuels.



Figure 1 : vol du 17 décembre 1903 du Wright Flyer sur la plage de Kitty Hawk en Caroline du Nord. The United States Library of Congress's Prints and Photographs division. <http://loc.gov/pictures/resource/cph.3a53266/>



Figure 2 : Breguet XIV au décollage (La Ferté Alais 1994) par Gautherie sur [wikimedia.org](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Breguet_XIV_1994.jpg)



Figure 3 : CASA 352 (Ju 52/3m license built by CASA in Spain) par Kogo sur [wikimedia.org](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:CASA_352.jpg)



Figure 4 : Breguet 765 n°504 64-PH en service (Daniel Hartmann, Ailes Anciennes Toulouse)

1. Les fonctions de l'aviation militaire durant le XXe siècle

1.1. L'avion de guerre

Dès décembre 1907, Henry Farman fait l'éloge des qualités tactiques de l'avion dans un article paru dans *Le Monde Moderne*, alors que l'armée passe ses premières commandes de dirigeables¹⁶. Ce pionnier y a vu un engin de reconnaissance et d'observation permettant une transmission rapide des renseignements. Rapide, discret et surtout plus maniable que le dirigeable, l'avion a ensuite vite démontré son utilité lors des grandes manœuvres de Picardie en 1910. Le budget militaire dédié à leur acquisition a donc été fortement augmenté, pour finalement dépasser celui alloué aux dirigeables à partir de 1911. Par la suite l'armement des avions (mitrailleuses et bombes) commence à transformer la fonction de ces appareils. Au cours de la Première Guerre mondiale, l'avion est non seulement utilisé pour des missions de reconnaissance, mais aussi comme moyen de bombardement des troupes adverses. Il a ainsi permis de dépasser les frontières et d'attaquer directement le cœur du territoire ennemi. Par conséquent, en 1918 les belligérants avaient tous constitué de « véritables » flottes ; côté français, environ 11 800 avions étaient opérationnels pour 17 000 pilotes, élèves et navigateurs sortis d'écoles spécialisées¹⁷.

Cet engouement et l'important impact psychologique de ce nouveau type de stratégie ont été le point de départ d'une réflexion durant l'entre-deux-guerres, notamment en France, en Angleterre et aux États-Unis^{18, 19}. L'aviation a été ensuite largement utilisée durant la Seconde Guerre mondiale pour différentes missions qui peuvent être classées en deux grandes catégories ; stratégique et tactique. D'une part, les actions stratégiques sont destinées à avoir un effet à long terme, comme troubler par des bombardements l'organisation du ravitaillement et du transport des troupes ou de matériel. D'autre part, les interventions tactiques ont une influence immédiate sur un combat. Elles peuvent se décomposer en trois phases : prise de la supériorité aérienne par la destruction des forces ennemies en vol et au sol, isolement du champ de bataille par des missions d'interdiction et appui direct au sol au profit de l'armée de Terre. Classiquement, les bombardements sont effectués par des bombardiers, avions imposants conçus pour couvrir de grandes distances et détruire les cibles au sol. Les tâches tactiques sont assurées par les chasseurs plus discrets et rapides, conçus pour assurer la maîtrise du ciel et la protection des bombardiers durant leur mission. Cette dernière action n'a

16 CHADEAU E., *De Blériot à Dassault. L'industrie aéronautique en France (1900-1950)*, Fayard, Paris, 1987, 552 pages, pp.29-32, 38, 81-82.

17 *Ibid.*

18 VENESSON P., « La fabrication de l'armée de l'air en France : innovation institutionnelle et compromis socio-techniques », in : Genèses, 15, 1994. Innovations institutionnelles, pp.69-83

19 KONVITZ Joseph W., « Représentations urbaines et bombardements stratégiques, 1914-1945 », in : Annales. Économies, Sociétés, Civilisations, 44e année, N. 4, 1989, pp.823-847.

été possible qu'avec l'apparition, en 1944, de chasseurs à grande autonomie, tel que le Republic P.47 Thunderbolt et North American P.51 Mustang²⁰. Deux méthodes de bombardement ont été utilisées : le bombardement dit de « terreur » et le bombardement de « précision ». Le premier, visant les villes, a pour but de créer un mouvement de panique et de détruire le moral de la population civile. Le second, est quant à lui destiné à détruire directement l'infrastructure économique pour désorganiser la vie industrielle et, par exemple, ralentir la fabrication d'avions ou de chars²¹. Au final l'impact psychologique a été moins fort que prévu, bien que la désorganisation des transports par la destruction des voies de circulation ait réellement perturbé le transport des troupes, du ravitaillement et de la production de matériel en retardant l'arrivée de matière première ou de pièces dans les usines²².

Au lendemain de la Deuxième Guerre, une nouvelle fonction stratégique est apparue : la dissuasion nucléaire, renforçant le besoin en bombardiers à long rayon d'action pour le transport de la bombe atomique. Les États-Unis ont possédé pendant un temps le monopole de cette arme, qui leur a conféré une grande puissance après les bombardements d'Hiroshima et Nagasaki en 1945. Une force aérienne américaine, la Strategic Air Command, a donc été créée dès 1946 pour regrouper les unités de bombardement de l'United States Air Force. La dissuasion nucléaire a été sa principale mission, qu'elle a assuré grâce aux bombardiers américains à long rayon d'action dont le B-29 Superfortress, le Convair B-36 Peacemaker et le B-47 Stratojet 23.

Poussée par la nécessité du contrôle de l'espace aérien, la course à l'amélioration des avions s'est donc intensifiée durant la Seconde Guerre mondiale, donnant naissance aux moteurs à réactions. Pour obtenir des avions robustes, maniables et avec le maximum d'autonomie cette évolution technique majeure a conduit à une adaptation du design des engins et des matériaux utilisés. A la fin de la guerre, la course technologique ne s'est pas arrêtée pour autant, les firmes ont seulement pris la décision de passer en partie à l'aviation commerciale, à l'exemple d'Havilland avec le Comet mis en service dès janvier 1951, ou Douglas avec le DC-8 mis en service en juin 1959²⁴. Les matériaux ont alors dû évoluer pour supporter de nouvelles contraintes de vol, comme l'augmentation de la vitesse, de la température et des vibrations.

20 CARLIER C., *L'aéronautique française : 1945-1975*, éd. Panazol, Lavauzelle, 1983, 655p., pp. 77-86.

21 KONVITZ Josef W. « Représentations urbaines et bombardements stratégiques, 1914-1945 » In : *Annales. Économies, Sociétés, Civilisations*. 44^e année, N. 4, 1989. pp. 823-847. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 15 juin 2016].

22 CARLIER C., *op. cit.*, pp. 77-86.

23 *Ibid.*

24 BURIGANA D., « Aéronautique et aluminium entre innovation technologique, survivance nationale et leadership, de l'entre-deux-guerres à la concurrence Boeing-Airbus », in *Aluminium : du métal de luxe au métal de masse : XIXe-XXIe siècle*, Créalu : Journées d'étude (2 ; 2012 ; Centre Roland Mousnier, Paris), PUPS, p.115.

1.2. *L'avion comme symbole*

Pendant l'Occupation, la France a pris un certain retard technique par rapport à ses alliés surtout en ce qui concerne ces moteurs à réaction²⁵. En effet, les Anglais et les Américains, stimulés par l'exigence du contrôle aérien durant le conflit, ont pu librement expérimenter les solutions techniques mises au point par leurs bureaux d'études. Solutions qu'ils ont ensuite éprouvées par des essais, une fabrication en grande série et une utilisation sur le terrain. Les nombreuses heures de vol ont permis de déceler et de remédier aux différentes difficultés qui ne sont pas toujours envisageables lors de l'étude²⁶. Du côté Français, les usines ont été spécialisées aux tâches de faible technicité par les autorités allemandes. Ce qui a entraîné la confiscation des machines-outils les plus modernes et une perte du savoir-faire. Comme nous le verrons dans le thème 3 de cette partie I, la recherche métallurgique ne s'est pas arrêtée pour autant²⁷. Au contraire, l'intensification de la production et la raréfaction du cuivre ont permis de continuer les recherches.

A la Libération, le général Charles de Gaulle et le ministre de l'Air Charles Tillon ont voulu redresser cette industrie aéronautique comme symbole du relèvement de la France. Le premier objectif a été de maintenir en poste le personnel spécialisé des usines qui n'avaient pas été détruites. Pour ce faire, l'État passa des commandes d'appareils adaptés des avions allemands fabriqués en France durant la guerre. Ainsi le Messerschmitt Bf 108 est devenu le Nord 1001 Pingouin puis le Nord 1002 Pingouin II et le Junkers JU 52 est devenu le AAC.1 Toucan. Ensuite la recherche et le développement ont été privilégiés pour rattraper, entre autres, le retard technologique concernant les moteurs à réaction. Afin de mettre un terme à la dépendance de la France vis-à-vis des appareils étrangers, de remplacer le matériel hérité du conflit par des appareils non seulement construits mais aussi conçus en France, tous les projets des bureaux d'études, parfois fraîchement reconstruits, ont été financés par l'Etat et toutes les fabrications en cours ont été poursuivies²⁸.

De toutes ces études menées en parallèle découle une dispersion qui a abouti en octobre 1947 à l'étude simultanée de 18 avions de combat, 19 avions de transport, 34 avions écoles, 3

25 CARLIER C., *L'aéronautique française : 1945-1975*, éd. Panazol, Lavauzelle, 1983, 655p., pp. 105-138.

26 GALLOIS P.M., « Réflexions sur la période 1945-1985. Le plan quinquennal aéronautique, 1951-1955 », communication présentée au colloque *De l'Aéronautique à l'Espace, 40 années de développement aérospatial français, 1945-1985*, (Sorbonne, 26-27 novembre 1985), Paris, Fondation pour les Etudes de Défense Nationale – Institut d'Histoire des Conflits Contemporains et de l'Université de Paris I Panthéon-Sorbonne/Centre d'Histoire de l'Aéronautique et de l'Espace, 1986, p 29-39.

27 BRESSON Y., « Souvenirs d'un ingénieur au Service des recherches et essais physiques de Chambéry 1940-1948 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°13, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 1993-1994, p.75.

28 GALLOIS P.M., *op. Cit.*, pp.23-26.

hydravions, 11 hélicoptères et 11 avions expérimentaux différents. Le retard technique de la France ayant été mal évalué, cet enthousiasme a vite montré ses limites : les appareils à peine sortis d'usine étaient déjà obsolètes^{29,30}. En 1949, le général Charles Léchères, chef d'état-major de l'armée de l'Air, décide alors avec les ingénieurs généraux Mazer et Meyer, de faire préparer un plan budgétaire de cinq ans pour redresser la situation. Un groupe de travail a été chargé d'établir ce plan associant les études et les fabrications aux besoins de l'armée de l'Air et de l'Aéronavale : M. Martinet pour les Finances, l'ingénieur en chef Hutin et l'ingénieur en chef Etesse pour la Direction de la technique et de l'innovation (DTI) et Pierre Marie Gallois pour l'état-major de l'Armée de l'air. L'apport financier des USA et les exigences internationales, comme la formation de l'OTAN et la guerre d'Indochine, ont concentré l'action de l'État sur le développement militaire³¹. Mais l'aviation civile et commerciale n'a pas été oubliée pour autant et des crédits lui ont été consacrés à l'étude d'un moyen-courrier moderne, qui deviendra la Caravelle, mis au point par La Société Nationale des Constructions Aéronautiques du Sud-Est (SNCASE).

Pour cette remise en ordre des études de fabrication aéronautique, quelques directives ont été données au nouveau groupe de travail :

- Évaluer le retard technologique, notamment en ce qui concerne les propulseurs et les équipements
- Resserrer les efforts vers l'essentiel : réduire le nombre de projets en éliminant ceux qui semblent dépassés et privilégier ceux qui regroupent le maximum de besoin afin d'obtenir un petit nombre de grandes séries
- Consulter les différents utilisateurs pour monter un programme raisonnable et faisable en cinq ans
- Calculer les heures de travail nécessaires, évaluer le besoin en matière première, décider des effectifs et des bureaux d'études à maintenir en pleine activité. L'ensemble dans le cadre des crédits normalement alloués à ce secteur industriel
- Prendre en compte dans les chiffres les matériels existant ou en cours de fabrication et en assurer la cohérence avec le Plan en construction.

De ce travail, découle un plan quinquennal aéronautique allant de 1951 à 1955, avec ses conditions fixées par la loi-programme aéronautique adoptée à l'Assemblée Nationale le 19 août 1950.

29 D'ABZAC-EPEZY C., « La reconstruction dans l'industrie aéronautique : l'exemple français, 1944-1946. », in *Histoire, économie et société*, 1999, 18e année, n°2, *La reconstruction économique de l'Europe (1945-1953)*, pp. 435-449. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 08 février 2016].

30 ALFF L., GUILLEMIN J., « Après les manifestations du Bourget et de Farnborough. Aviation 1953 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°205, Paris, 1953, pp. 441-475.

31 CARLIER C., *L'aéronautique française : 1945-1975*, éd. Panazol, Lavauzelle, 1983, 655p., pp. 105-138.

2. L'aluminium et ses alliages

Dès le début de l'aviation, l'objectif des constructeurs a été d'alléger la structure des appareils. La puissance des moteurs étant limitée, il a été nécessaire de réduire leur poids afin d'améliorer leur performance de vol mais tout en gardant une bonne tenue mécanique de la structure. L'aluminium pur étant léger mais trop mou pour être utilisé, il faut attendre la première moitié du XXe siècle et l'invention du Duralumin pour que ce matériau devienne essentiel à l'évolution de l'aéronautique³². Avant de se pencher sur l'histoire de cet alliage, il est nécessaire de revenir sur le matériau et la technique utilisée pour le durcir. Les évolutions techniques et scientifiques, subies par les duralumins pour répondre aux besoins des constructeurs aéronautiques seront ensuite détaillées.

2.1. La découverte de l'aluminium

Découverte par l'ingénieur des mines et géologue Pierre Berthier³³ en 1821 dans la région des Baux de Provence³⁴, la bauxite est le minerai le plus utilisé pour la production d'aluminium. Cette roche est riche en alumine hydratée (40% à 60%) mais contient aussi 20 à 30% d'oxyde ferrique (Fe_2O_3) ainsi que de la silice, de l'oxyde de titane et de l'eau³⁵. Environ deux tonnes de bauxite sont nécessaires pour obtenir une tonne d'alumine. Le minerai peut être de formation récente, dans ce cas son exploitation se fait à ciel ouvert. Mais lorsqu'il s'agit de la forme fossile, comme c'est le cas dans le Var en France, une exploitation plus difficile par mine souterraine est nécessaire. La France est restée le principal producteur de bauxite jusqu'à la Première Guerre mondiale. Mais au lendemain de la Seconde Guerre, craignant un épuisement des gisements suite à la reprise de l'industrie, les grands producteurs mondiaux d'aluminium ont intensifié leurs campagnes de prospection initiées dès 1921 par Alcan³⁶ en Guinée. D'importantes sources de formation récente, donc d'extraction facile, ont été découvertes contenant un minerai d'excellente qualité en Guinée, Jamaïque et Australie³⁷.

32 BALLY J., « Aviation 1937. Le XVe Salon de l'Aviation (Paris) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°86, Paris, 1936, pp. 455-470.

33 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

34 *Ibid.*

35 BARRALIS J., *Métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation*, collection Précis, AFNOR, Nathan, Paris, 1997, p.10.

36 Filiale canadienne du producteur d'aluminium primaire américain Alcoa.

37 Savey S., « Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium », in : *Revue de géographie alpine*, tome 56, n°3-4, 1968, pp. 569-591.

Les dernières mines françaises ayant été fermées en 1991³⁸, les principales réserves minières sont aujourd'hui concentrées sur trois zones : l'Amérique centrale (Jamaïque, Guyane, Guyana, Surinam, le nord du Brésil), l'Afrique (pourtour du golfe de Guinée, dont Guinée et Cameroun) ainsi qu'en Australie, en Indonésie, et en Inde³⁹.

La production d'aluminium comporte trois étapes : l'exploitation des mines de bauxite, l'extraction de l'alumine⁴⁰ contenue dans le minerai et sa réduction. Bien que l'aluminium soit un élément répandu dans l'écorce terrestre, son oxyde est très stable et difficile à réduire jusqu'à sa forme métallique⁴¹. Il a donc longtemps été considéré comme un métal précieux.

Le procédé chimique pour extraire l'alumine de la bauxite, toujours en vigueur aujourd'hui, a été mis au point en 1887 par Karl Joseph Bayer⁴². La bauxite, préalablement broyée et concassée, est attaquée à chaud par de l'hydroxyde de sodium⁴³. Pour ensuite réduire cet oxyde sous sa forme métallique, deux voies de production de l'aluminium ont été exploitées successivement au XIXe siècle : la réduction par voie chimique puis par électrolyse ignée⁴⁴.

La voie chimique a été initiée par Hans Christian Oersted⁴⁵. En 1825, il réussit à isoler l'aluminium pour la première fois, sous la forme de poudre, par réduction du chlorure d'aluminium⁴⁶ avec un amalgame de potassium. Informé de ces travaux, Friedrich Wöhler⁴⁷ fabrique en 1827 un culot de métal en chauffant un chlorure d'aluminium anhydre en présence de potassium. Puis en 1854, le procédé est perfectionné par Henri Sainte-Claire Deville⁴⁸ en remplaçant le potassium par un produit plus accessible à l'époque : le sodium. L'utilisation de la bauxite et du sodium lui a permis de lancer une production progressant de 505kg à 2959kg de métal par an entre 1860 et 1889⁴⁹ dans son usine de Salindres dans le Gard. Mais au vu des quantités qui restent faibles, cet aluminium a surtout été utilisé en orfèvrerie et bijouterie.

38 <http://www.histalu.org>, repères chronologiques, bauxite et alumine, consulté le 15/06/2016

39 <http://www.histalu.org>, Histoire de l'aluminium, le matériaux aluminium, la production de l'aluminium : de la bauxite à l'alumine, consulté le 15/06/2016.

40 Oxyde d'aluminium Al_2O_3

41 BARRALIS J., *Métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation*, collection Précis, AFNOR, Nathan, Paris, 1997, p.11.

42 Chimiste austro-hongrois (1847-1904) (BAYER W., « So geht es ! » L'alumine pure de Karl Bayer et son intégration dans l'industrie de l'aluminium », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, 2/2012 (N° 49), p. 20-45) disponible sur <http://www.cairn.info/>.

43 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.2.

44 À chaud

45 Physicien et chimiste Danois (1771-1851) (LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche. Un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, Institut d'Histoire de l'Industrie et éditions Rive Droite, Paris, 1998, p. 42).

46 Préparé par chloration d'un mélange de charbon et d'alumine

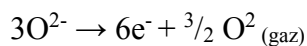
47 Chimiste allemand (1800-1882) (LE ROUX M., *op. cit.*, p. 42.)

48 Chimiste français (1818-1881) (*Ibid.*).

49 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche. Un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, Institut d'Histoire de l'Industrie et éditions Rive Droite, Paris, 1998.

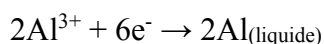
C'est grâce à la méthode électrolytique que la production passe à l'échelle industrielle. Elle s'effectue par électrolyse de l'alumine fondue dans des cuves servant de cathode et dans laquelle sont plongées des anodes en carbone. Le mécanisme de l'électrolyse se produit sous tension continu⁵⁰ et peut être décrit schématiquement de la manière suivante :

- Au niveau des anodes en carbone se produit la réaction d'oxydation :



L'oxygène produit réagit avec le carbone des anodes pour former du monoxyde de carbone CO et du dioxyde de carbone CO₂. Les anodes sont donc brûlées par cet oxygène et doivent être régulièrement remplacées.

- Dans les cuves se produit la réaction de réduction suivante :



Cette solution pour réduire l'alumine en aluminium a déjà été envisagée en 1808 par Humphrey Davy⁵¹. Mais elle n'a été réalisable qu'avec l'invention en 1871 par Zénobe Gramme d'un générateur électrique de courant continu, appelé *dynamo Gramme*, et son adaptation à l'échelle industrielle en 1875. Ces recherches ont abouti en 1886 à la mise au point simultanée d'une méthode électrolytique par Paul Louis Toussaint Héroult⁵² en France et Charles Martin Hall⁵³ aux États-Unis, encore utilisée aujourd'hui. Ceci avec l'utilisation d'un bain de cryolithe⁵⁴ comme fondant, qui a permis de faire passer la température de fusion de l'alumine de 2040°C – bien trop élevée pour une production industrielle – à environ 1000°C⁵⁵.

50 En 1889, les premières cuves d'Héroult ont fonctionné sous une tension de 10 volts et une intensité de 4 000 ampères à la Société ElectroMétallurgique Française. En 1934, les 44 cuves de l'usine de Saint-J. de Maurienne ont atteint une intensité de 40 000 ampères. Aujourd'hui la tension classique de fonctionnement est de 4 volts avec une intensité allant jusqu'à 300 000 ampères.

(LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche. Un siècle de recherche industrielle* à Pechiney, Institut d'Histoire de l'Industrie et éditions Rive Droite, Paris, 1998, p.86 et 203)

(Barralis J., MAEDER G., *élaboration, structures-propriétés, normalisation*, coll. Précis, Edition AFNOR/Nathan, Paris, 1997)

51 Chimiste et physicien anglais (1778-1829) qui a prouvé l'existence de l'élément Aluminium. (LE ROUX M., *op. cit.*, p.42)

52 Métallurgiste français (1863-1914). (JACOMY B., « HÉROULT P. LOUIS TOUSSAINT - (1863-1914) », *Encyclopædia Universalis* [en ligne], consulté le 26 mai 2016. URL : <http://www.universalis.fr/encyclopedie/P-louis-toussaint-heroult/>)

53 Chimiste américain (1863-1914). (JACOMY B., « HALL CHARLES MARTIN - (1863-1914) », *Encyclopædia Universalis* [en ligne], consulté le 26 mai 2016. URL : <http://www.universalis.fr/encyclopedie/charles-martin-hall/>)

54 Hexafluoroaluminate de sodium Na₃AlF₆

55 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », *Dossier Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible

La fabrication de l'aluminium à l'échelle industrielle a donc commencé dès la fin du XIXe siècle avec l'aide de l'attaque alcaline de la bauxite et de l'électrolyse ignée de l'alumine. En France, les premières tonnes d'aluminium ont été produites à Froges près de Grenoble par la Société Électrométallurgiques Française à partir de 1890. D'autres usines ont été installées par la suite dans les Alpes françaises et suisses, tel que l'usine de Saint-Jean-de-Maurienne construite en 1907 par la Compagnie des produits chimiques d'Alais et de la Camargue. Aux États-Unis, les centres de productions ont été créés peu après dès 1895⁵⁶. L'aluminium étant produit en grande quantité, le prix au kilogramme du matériau chute alors de 1200 à 1500 francs or par kilo⁵⁷ à 30 Francs par kilo en 1890 puis à 2,85 Francs en 1900⁵⁸.

2.2. Pourquoi allier ?

L'aluminium pur a de nombreux avantages : il est trois fois plus léger que l'acier, présente une bonne déformation plastique, une résistance aux agents chimiques et aux différentes atmosphères, une bonne aptitude au soudage et de bonnes propriétés cryogéniques. Cependant, ce métal possède une résistance mécanique relativement faible. Il représente donc aujourd'hui seulement 10% de la consommation mondiale, principalement dans le domaine de l'électricité et de l'emballage⁵⁹. Pour améliorer ses propriétés et élargir son utilisation, les métallurgistes ont cherché à le durcir dès le début de sa production industrielle. Toutes les méthodes de durcissement de l'aluminium fonctionnent selon le même principe : elles rendent difficile le mouvement des défauts de sa structure cristalline, appelés dislocations, qui lui permet de s'adapter aux déformations.

Pour ce faire, des éléments sont ajoutés à l'aluminium. Il existe trois types d'addition :

- Une principale, représentant souvent quelques pourcents, qui détermine la nature de la famille d'alliage.
- Une seconde qui modifie certaines des propriétés et différencie les nuances d'une même famille d'alliage.
- Une troisième en faible quantité, généralement moins de 1%, pour améliorer certaines propriétés telles que la sensibilité aux traitements thermiques.

sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.2.

56 VARGEL C., *op. cit.*, p.2.

57 Plus cher que l'argent à 210 Francs par kilo

(SAVEY S., *Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium*, in : Revue de géographie alpine, tome 56, n°3-4, 1968, pp. 569-591).

58 SAVEY S., *Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium*, in : Revue de géographie alpine, tome 56, n°3-4, 1968, pp. 569-591.

59 VARGEL C., *op. cit.*, p.1.

Le métal subit ensuite une série de transformations par traitement thermique et/ou déformation afin d'obtenir les propriétés visées. Il existe deux types de durcissement séparant les alliages d'aluminium en deux catégories : ceux qui durcissent par écrouissage – c'est-à-dire que leurs caractéristiques dépendent de leur gamme de déformation – et les alliages à durcissement structural⁶⁰, qui ne peuvent atteindre les propriétés souhaitées que suite à une gamme de traitements thermiques. Les principaux alliages aéronautiques étant à durcissement structural, nous nous concentrons sur ce type. Et plus particulièrement sur les alliages de corroyage qui, par opposition aux alliages de fonderie, sont destinés à être transformés mécaniquement par des techniques de forge : forge, laminage, filage, matriçage etc.

Dans le cas du phénomène de durcissement structural, l'augmentation de la résistance mécanique est due à la précipitation des éléments d'alliage qui gêne le mouvement des dislocations. Pour obtenir ces précipités, un traitement thermique en trois étapes est nécessaire :

- La mise en solution : durant cette étape, le métal est chauffé à environ 450°C ou plus, de manière à ce que tous les atomes de solutés⁶¹ se retrouvent répartis dans la maille cristalline de l'aluminium.
- Ce chauffage est suivi par une trempe : lors de cette étape le métal est refroidi par immersion dans l'eau. Ce refroidissement doit être assez rapide, au minimum 18°C par seconde pour le duralumin⁶², pour figer cet état de solution solide acquis lors de la mise en solution, et ainsi éviter sa décomposition en précipités dit d'équilibre, trop gros et espacés pour freiner le mouvement des dislocations.
- Puis le matériau subit soit une maturation, c'est-à-dire qu'il durcit stocké à température ambiante, soit par un revenu. Dans ce dernier cas, le matériau est maintenu à une température inférieure à 250°C pendant une durée déterminée. Quelle que soit la méthode utilisée, aucun élément n'étant complètement miscible avec l'aluminium à l'état solide, c'est durant cette étape que la solution solide se décompose. Ce sont principalement ces précipités allant de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètre qui gênent les déplacements des dislocations⁶³.

Facilement disponible et possédant une solubilité supérieure à 1% dans l'aluminium à l'état solide, le cuivre, le magnésium, le manganèse, le silicium et le zinc sont les éléments

60 Appelés aussi alliages à traitement thermique ou alliages trempant.

61 Éléments ajoutés à l'aluminium.

62 DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, p.18, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

63 DUBOST B., SAINFORT P., « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

ajoutés les plus communs. Leur influence sur les propriétés de l'alliage dépend de leur nature et de la quantité ajoutée, mais aussi pour certains d'entre eux, de la présence d'un ou plusieurs autres éléments avec lesquels ils peuvent former préférentiellement des composés⁶⁴.

L'aluminium contient dès le départ des éléments dont la présence n'est pas un ajout volontaire. Ces impuretés proviennent en majorité de la bauxite, qui contient de l'oxyde de fer (Fe_3O_4), de la silice (SiO_2) et de l'oxyde de titane (TiO_2) en quantité variable. Certains éléments peuvent également provenir des installations de production comme le vanadium présent dans le carbone des anodes d'électrolyse (10 à 100ppm). Le fer et le silicium sont les deux impuretés majeures connues. Sauf ajout volontaire, le rapport Fe/Si est voisin de 2. La teneur totale « Fe% + Si% » dans le métal primaire, issu de l'électrolyse ignée et non d'une seconde fusion de recyclage, détermine le titre de l'aluminium pur. Ces impuretés ne suffisent pas à servir de barrières aux dislocations, mais peuvent avoir tout de même une influence sur les propriétés physiques et mécaniques du métal. Cette teneur est donc strictement contrôlée. Le titre du métal primaire à 99% au début du XXe siècle, augmente pour atteindre couramment 99,5% en 1950⁶⁵ et jusqu'à 99,95% en 1958 pour un métal raffiné⁶⁶. Actuellement, l'aluminium titre couramment à 99,7%, avec 0,15 à 0,2% de fer et 0,07 à 0,15% de silicium, et ce taux peut varier jusqu'à quelques ppm dans un métal raffiné.

Le fer présent dans l'aluminium réduit la solubilité du manganèse : il forme avec lui des précipités grossiers $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ qui en diminuent la ductilité⁶⁷. En tant qu'impureté, il forme des phases, différentes selon les éléments présents et la vitesse de refroidissement du lingot d'alliage. Souvent grossières et sans intérêt pour les caractéristiques du métal, certaines de ces phases sont instables et disparaissent lors des traitements thermiques. La solubilité du fer étant 3% à 700°C dans l'aluminium en fusion et de 0,05 % à température ambiante, il peut également être un ajout et représenter 1,7% à 2,2% de l'alliage. Quand les particules Al_3Fe formées suite à cet ajout sont fines et bien réparties, elles permettent de réduire la taille des grains dans les produits corroyés et améliore la formabilité ainsi que la résistance mécanique. Mais étant cathodiques par rapport à la matrice d'aluminium, quand il y a corrosion, elle se produit préférentiellement autour de ces particules⁶⁸.

64 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.4.

65 *Ibid.*

66 GEDEAU R., *L'aluminium*, Armand Colin, Paris, 1958, p.3.

67 Capacité d'un matériau à se déformer plastiquement sans se rompre.

68 VARGEL C., *op. cit.*, p.8.

Complètement insoluble dans l'aluminium solide en dessous de 227°C, le silicium est l'impureté⁶⁹ la plus commune dans l'aluminium électrolytique commercial après le fer. Facilitant la fluidité du métal, il est aussi l'élément d'addition majeur dans les alliages destinés au moulage. Les alliages Aluminium-Silicium à forte teneur en silicium sont utilisées pour mouler des pièces aux formes complexes et fines. En ajout dans les alliages de corroyage (de 0,5 à 4%) il réduit la tendance à la fissuration des alliages aluminium-cuivre-magnésium⁷⁰.

2.3. Le Duralumin : premier alliage d'aluminium aéronautique

Le cuivre, le magnésium et le manganèse ont été les premiers éléments exploités pour l'élaboration d'alliage d'aluminium⁷¹.

L'influence du cuivre sur les propriétés de l'aluminium a été remarquée dès les débuts de sa production dans la deuxième moitié du XIXe siècle. Henri Sainte-Claire Deville a en effet observé dans son atelier de Javel que l'utilisation de récipients en cuivre avait provoqué une perte de ductilité du métal⁷². A l'état liquide, les alliages peuvent contenir jusqu'à 10% de cuivre. Mais sa solubilité maximum dans l'aluminium à l'état solide étant de 5,7%⁷³, le maximum de durcissement s'obtient par un ajout allant de 4 à 6 % selon les éléments ajoutés⁷⁴. A température ambiante sa solubilité chute à 0,05%⁷⁵, il forme alors des précipités durcissant qui améliorent les caractéristiques mécaniques de l'alliage. Mais son ajout diminue également très nettement sa résistance à la corrosion. Un ajout de cuivre atteignant 6%, augmente aussi fortement la sensibilité à la fissuration à chaud au point que les alliages de type aluminium-cuivre ne sont pas soudables à l'arc.

Les alliages binaires Aluminium-Cuivre sont fréquemment étudiés, notamment pour observer les premières étapes de précipitation du durcissement structural. Mais pour la commercialisation, il est nécessaire d'ajouter du magnésium afin d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques. Cet élément présente une forte solubilité de 14,9% à 450°C en

69 Généralement présent de 0,01 à 0,15% en tant qu'impureté.

(VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.12)

70 DAVIS J.R., *Aluminium and aluminium alloys*, (dir.) ASM International Handbook Committee, coll. Materials Park, Ohio : ASM International, 1993, p.45.

71 *Ibid.*

72 BOURGARIT D., PLATEAU J., « Quand l'aluminium valait de l'or : peut-on reconnaître un aluminium « chimique » d'un aluminium « électrolytique » ? », *ArchéoSciences* [En ligne], 29 | 2005, mis en ligne le 31 décembre 2007, consulté le 13 octobre 2012. URL : <http://archeosciences.revues.org/560>

73 A la température eutectique aluminium/cuivre de 547°C

74 DAVIS J.R., *op. cit.*, p.41.

75 VARGEL C., *op. cit.*, p.7.

solution solide et de 1,7% à température ambiante⁷⁶. Les alliages aluminium-cuivre-magnésium en contiennent donc jusqu'à 1,8% en tant qu'ajout secondaire. Les alliages aluminium-magnésium n'en contiennent eux pas plus de 5%. Car au-delà de cette teneur le maintien prolongé en température provoque la précipitation aux joints de grains du composé intermétallique Al_3Mg_2 qui fragilise l'alliage. Contrairement au cuivre, le magnésium accroît fortement la résistance à la corrosion : les alliages aluminium/magnésium sont donc largement utilisés en milieu marin⁷⁷.

Contrairement aux deux éléments précédents, le manganèse a une solubilité très limitée dans le métal à l'état solide et n'est que de 1.9% à 657°C⁷⁸. Ajouté de 0.5% à 1% à l'alliage, il forme des particules appelées dispersoïdes durant les longs traitements thermiques tel que l'homogénéisation des lingots avant leur transformation. Le rôle de ces dernières est de contrôler la taille des grains lors de traitements thermiques ultérieurs. Les grains étant plus petits, plus de joints de grains sont présents et gênent le déplacement des dislocations⁷⁹. Le manganèse relève également la température de recristallisation de 20 à 100°C suivant son état de dispersion dans la matrice et permet la formation d'une structure fibreuse qui donne au matériau de meilleures caractéristiques mécaniques, tel que la résistance aux efforts répétitifs et alternés, dans la direction du fibrage⁸⁰.

Dès la fin du XIXe siècle, jusqu'à 6% de cuivre en France et jusqu'à 4% de nickel aux États-Unis ont été ajoutés à l'aluminium pour le durcir. Mais faute de connaître le phénomène de durcissement structural et donc l'importance du traitement thermique à appliquer, les propriétés mécaniques sont restées faibles et les alliages sensibles à la corrosion⁸¹. En 1902, Alfred Wilm entame des essais systématiques au Zentralstelle für wissenschaftlich-technische Untersuchungen⁸² de Neubabelsberg afin de développer un nouvel alliage d'aluminium assez léger⁸³ et résistant pour la fabrication de douilles de cartouche. L'originalité de sa démarche aura été de combiner deux techniques déjà connues : l'alliage, à l'exemple du bronze, et le traitement thermique maîtrisé pour l'acier⁸⁴. Mais aussi, d'ajouter du magnésium,

76 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.10.

77 *Ibid.*

78 Température de l'eutectique Aluminium/Manganèse. (VARGEL C., *op. cit.*, p.11).

79 WANG S. C., and STARINK M. J., « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys », *International Materials Reviews*, vol. 50, no. 4, pp. 193-215, Aug, 2005.

80 VARGEL C., *op. cit.*, p.11.

81 VARGEL C., *op. cit.*, p.2.

82 Centre ou Agence centrale de recherches scientifiques et techniques.

83 La densité de l'aluminium est à 2,7 g/cm³ contre 7,9g/cm³ pour le fer.

84 HARDOUIN DUPARC O., « Alfred Wilm et les débuts du Duralumin », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 34, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2005, pp.63-77.

généralement ajouté séparément du cuivre⁸⁵, dans une formule de type aluminium-cuivre-manganèse. Pour ces alliages d'aluminium le traitement thermique consiste en une mise en solution autour de 495°C suivie d'une trempe à l'eau froide puis d'une maturation de quatre jours^{86, 87}.

C'est en 1906 que les premiers résultats positifs sont obtenus⁸⁸. Puis en 1909, son supérieur, le professeur Striberk, quitte le centre de recherche, remplacé par un spécialiste des poudres nullement intéressé par la métallurgie. Alfred Wilm part donc également de l'institut en récupérant les droits des brevets. Il dépose ensuite à titre personnel un ultime brevet « pour un procédé d'amélioration d'alliage d'aluminium contenant du magnésium »⁸⁹ le 20 mars de cette même année. Pour protéger le secret de fabrication, ce dernier n'a été rendu public que le 9 mars 1912⁹⁰.

Les usines Dürener Metallwerke AG affiliées aux fabriques allemandes d'armes et de munitions ont été les premières à acquérir le droit de production. C'est à ce moment que la marque « Duralumin » est déposée, sous le numéro 8130, le 8 octobre 1909 par la Société anonyme Dürener Metallwerke A.G. de Düren. Sa composition en sortie d'usine est fixée à 0,5% en poids de Mg, entre 3,5% et 4,5% de cuivre et de 0,25% à 1% de manganèse⁹¹. Mais ce nom a été longtemps utilisé pour désigner les alliages à 4% de cuivre en général ⁹².

Sans doute grâce aux relations dynastiques privilégiées qu'entretenaient l'Angleterre et la Prusse, la Vickers Compagny a été la première entreprise à massivement utiliser le nouvel alliage pour la construction du *Mayfly*. Pour ce dirigeable rigide, l'entreprise a utilisé presque tout le Duralumin commercialement produit par les Dürener Metallwerke en 1910. Cependant l'appareil ne résistera pas longtemps et se brisera lors d'une rentrée en hangar. Suite à cet incident, Vickers perd confiance dans le Duralumin allemand alors que l'entreprise venait d'obtenir de Wilm les droits de licence. Vickers décide donc de produire son propre alliage après avoir rétrocédé ses droits à la Société du Duralumin en France à Dives-sur-Mer. Le

85 Office Nationale de la Propriété industrielle, Brevet d'invention n°384.187, classe VIII, groupe 2, déposé par la société Centralstele für Wissenschaftlich Technische Untersuchungen, demande le 20 novembre 1907, publié le 31 mars 1908 en France.

86 COLOMB R., « fiche E 1-2 – mars 1955 : Les Pièces forgées et matricées en alliages d'aluminium » in Encyclopédie du travail de l'aluminium, extrait de la Revue de l'Aluminium n°118, Paris, 1955, pp. 167-171.

87 DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, p.16, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

88 WILM A., « Die Verwendung des Aluminiums und seiner Legierungen für die Kriegstechnik, unter besonderer Berücksichtigung des Duralumins », *Kriegstechnische Zeitschrift*, 16 Jahrgang, 3. Heft, 1913, p.97-106.

89 Patentschrift n°244544, Klasse 48d, Gruppe5: Verfahren zum Veredeln von Magnesiumhaltigen Aluminiumlegierungen (20 märz 1909)

90 HARDOUIN DUPARC O., « Alfred Wilm et les débuts du Duralumin », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 34, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2005, p.66.

91 *Ibid.*

92 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>, p.7.

brevet étant protégé jusqu'en 1912, la société devra entamer des recherches sur ces alliages dans ses laboratoires de Barrow-en-Furness et produire son propre alliage de type Duralumin dès 1911 à Birmingham⁹³.

En mettant au point ce nouveau matériau, Alfred Wilm⁹⁴ a découvert le phénomène du durcissement structural par vieillissement des alliages. Le concept de dislocation, essentiel dans sa compréhension n'étant pas encore connu, la recherche est faite de manière empirique. C'est en 1919 que la première approche théorique du mécanisme de vieillissement a été proposée par Merica⁹⁵ qui expliqua le durcissement par la précipitation à basse température d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée de composition adaptée. La découverte des zones Guinier-Preston et le premier modèle structural des premiers stades de la décomposition de ces solutions solides ont été faites indépendamment par Guinier⁹⁶ et Preston⁹⁷ en 1938 par diffraction des rayons X. A la même période le concept de dislocation est apparu, ce qui a permis à Mot et Nabarro⁹⁸ en 1940 puis à Orowan⁹⁹ en 1948 de proposer les premières approches mécaniques du durcissement structural en tenant compte de ces dislocations. Peu avant 1939, une nouvelle technique de caractérisation est apparue et permettra plus tard d'observer directement ces phénomènes : le microscope électronique en transmission. La principale difficulté des débuts de cette technique a été la préparation des échantillons. L'amincissement aux quelques centièmes de microns, nécessaire pour une observation directe, a longtemps été réputé impossible. La technique de répliques des surfaces par film d'oxyde ou de réplique de carbone ont tout de même permis de reproduire la surface des échantillons métalliques polis et attaqués. Malgré les doutes émis quant à l'utilité de rechercher des particules plus petites que le micron dans des pièces industrielles, des études ont été menées sur des alliages de laboratoire aluminium-cuivre à 4% de cuivre. Ces dernières ont permis d'observer des creux en forme de bâtonnets de très faibles dimensions laissées sur les répliques. Répartis de manière très dense et orienté par rapport à la matrice d'aluminium, ils ont été interprétés comme les traces laissées par les amas riches en cuivre des premières phases de précipitation¹⁰⁰. En 1956, Bollmann et Hirsch ont démontré la possibilité d'amincir

93 HARDOUIN DUPARC O., *op. cit.*, pp.69-70.

94 WILM A., « Recherches sur la métallurgie physique des alliages aluminium-magnésium », *Métallurgie* 8, 1911, p. 225-7.

95 MERICA P.D., WATTENBURG R.G. et SCOTT R., Scientific Papers of the Bureau of Standard No. 347 : *Heat treatment of Duralumin*, 15, Department of Commerce, Washington, United States of America, 1919, p.271.

96 GUINIER A., « Un nouveau type de diagramme de rayons X », *CR Acad. Sci.* 226, 1938, p. 1641-3.

97 PRESTON G.D., « The Diffraction of X-Rays by Age-Hardened Al-Cu Alloys », *Proc. Royal Soc.*, A 167, 1938, p. 526-38.

98 MOTT N.F. et NABARRO F.R.N., *Proc. Phys. Soc.*, 52, 1940, p. 86.

99 OROWAN E., « Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys-Session III Discussion », Institute of Metals, London, 1948, p. 451.

100 SAULNIER A., « La micrographie électronique au Service de recherches et essais physiques de Chambéry de

les échantillons métalliques jusqu'à la centaine de nanomètre, échelle nécessaire au passage des électrons en transmission permettant ainsi l'observation directe au microscope électronique. Grâce à la diffraction des électrons par la matière, l'interprétation de la structure cristalline observée a été possible. Les études de Taylor, Orowan et Polanyi sur les défauts d'ordre atomiques comme les lacunes, dislocations et défauts d'empilement ont alors pris un nouvel essor donnant ainsi le sentiment de la naissance d'une « nouvelle science des matériaux »¹⁰¹. Cette avancée a permis la réalisation de nombreux travaux sur la modélisation et compréhension du durcissement par l'étude de la précipitation et des interactions dislocations/précipités à la fin des années 1950¹⁰².

La séquence de précipitation, toujours objet à controverses aujourd'hui, est différente selon que l'alliage est un aluminium avec du cuivre seul (à 4%) ou accompagné de magnésium. Elle commence par la formation d'amas d'atomes sur quelques plans atomiques qui évoluent vers des formes de précipités métastables. Étant cohérents avec la matrice, ces précipités la déforment et gênent ainsi le mouvement des dislocations. Selon la température et la durée du traitement les précipités métastables évoluent vers des formes de moins en moins cohérentes avec la matrice pour finir par constituer ce qui est appelé des phases d'équilibres de l'ordre du micromètre, trop gros et espacés pour avoir un intérêt dans le durcissement¹⁰³. Ce sont les ratios cuivre/magnésium et magnésium/silicium qui régissent la formation des précipités. Le cuivre étant généralement en excès par rapport au magnésium dans les alliages ternaires industriels de type duralumin, la séquence de précipitation est mixte. Une fois qu'il n'y a plus de magnésium libre pour former Al₂CuMg, le cuivre forme Al₂Cu avec l'aluminium. Ce qui donne la séquence¹⁰⁴ :

Solution solide sursaturée (SSS) → zones GPB → S'' → S' → S-Al₂CuMg
 → zones GP → θ'' → θ' → θ-Al₂Cu

Les précipités durcissant tel que les zones GP, GPB et les phases θ'' et S'' sont cohérentes avec la matrice, θ' et S' semi-cohérentes. Les phases θ-Al₂Cu et S-Al₂CuMg, les phases

1945 à 1962 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 22, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 1998.

101 SAULNIER A., « La micrographie électronique au Service de recherches et essais physiques de Chambéry de 1945 à 1962 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 22, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 1998.

102 DUBOST B., SAINFORT P., « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, p.2, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr> .

103 *Ibid.*

104 DUBOST B., SAINFORT P., *op. cit.*, p.20.

d'équilibres, ne sont pas cohérentes et ne participent donc pas au durcissement¹⁰⁵. Et quand il y a une addition de silicium dans un alliage contenant moins de 1% de magnésium, le précipité Mg₂Si peut participer au durcissement de l'alliage¹⁰⁶.

2.4. La mise en place d'une nomenclature pour les alliages d'aluminium

Une fois les propriétés optimisées, il a fallu distinguer les différents alliages afin de faciliter la communication et le commerce entre les différents acteurs de l'industrie de l'aluminium : producteurs, transformateurs et utilisateurs. Une normalisation de la symbolisation des différents alliages utilisés s'est donc mise en place.

Dès 1921, une organisation des alliages en tenant compte de leur densité et de leur résistance a été proposée. Ceux ayant une densité inférieure à 3,5 ont été classés comme *Alliages Légers* et ceux dont la densité est supérieure à cette valeur comme *Alliages Lourds*. De la même façon, les alliages ayant une résistance à la rupture moyenne supérieure à 36 kgf/mm² ont été appelés *Alliages à Haute Résistance* et ceux dont la résistance est plus faible *Alliages à Résistance Moyenne*. Ceci permet de classer les alliages - à l'exemple de ce qui a déjà été proposé pour les bronzes et les laitons - ayant des caractéristiques et des propriétés définies qui puissent être des produits commerciaux pouvant être livrés avec des garanties¹⁰⁷.

Cependant, jusqu'à la Deuxième Guerre mondiale, presque tous les alliages d'aluminium sont encore désignés par les noms donnés par les producteurs ou les transformateurs dans la plupart des pays européens ne donnant aucun indice sur la composition du matériau : en France l'Alpax était un alliage de fonderie à 13% de silicium et moins de 0,65% de fer sans traitement thermique et l'Avial une autre dénomination du Duralumin^{108,109}. Dans la première moitié des années 1940, une symbolisation alphanumérique a été progressivement mise en place afin de faciliter la communication entre les différents acteurs du domaine de l'aluminium¹¹⁰.

105 *Ibid.*

106 DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, p.18, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

107 GUERIN R., conférence réalisée le 6 mars 1921 sur l'aluminium : « Emplois industriels du Métal et de ses principaux Alliages », Conservatoire national des arts et métiers, Deuxième série ; 9, Eyrolles, Paris, 1921, 87 pages, pp. 35-39

108 LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étrangers », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956, pp. 1-3.

109 Ce matériau, dont on parlera dans le thème 3, est le premier alliage d'aluminium utilisé en aéronautique. Il a été obtenu en ajoutant une faible quantité de cuivre ($\leq 4\%$), de magnésium ($\leq 1\%$) et de manganèse ($< 1\%$) à de l'aluminium. (HARDOUIN DUPARC O., « Alfred Wilm et les débuts du Duralumin », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 34, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2005, pp.63-77)

110 L'Aluminium Français, *Symbolisation des alliages d'aluminium*, Paris, Novembre 1943, 20 p., pp. 1-5.

En 1943, une liste complète des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium a été établie avec cette nomenclature selon :

- Les principes édictés par la décision du 10 mai 1943 du Comité d'Organisation de l'Aluminium et du Magnésium (C.O.A.M.)
- La décision n°21 du Comité d'Organisation des Demi-Produits en métaux et alliages non-ferreux
- En accord avec le Comité d'Organisation des Industries de la Fonderie (C.O.I.F.)

Cette nomenclature a été entérinée dans la deuxième partie des années 1940 par L'Association Française de Normalisation¹¹¹ (AFNOR) via la publication des normes fixant ces règles de symbolisation applicables en métallurgie. La NF A 02-001, *Désignation chimique conventionnelle des métaux et alliages*, précisant la signification des symboles applicables à tous les métaux, a été homologuée en mai 1944. Et le projet de norme PN A 02-002, *Désignation conventionnelle des modes d'obtention et des états de livraison des métaux et alliages non-ferreux*, utilisé pour construire la symbolisation de l'aluminium et ses alliages, a été applicable à partir de mai 1947. Cette symbolisation ne donne pas les limites précises de composition chimique des alliages, mais une meilleure idée des éléments importants de la composition grâce à une désignation simple et facile à retenir. Elle comporte des lettres désignant le métal de base et les principaux éléments d'addition, ainsi que des chiffres précisant le mode d'obtention du métal de base et la teneur des éléments d'addition (tableau 1).

111 « L'association Française de Normalisation, [...], fondée en 1926, reconnue d'utilité publique a pour vocation de rassembler l'ensemble des acteurs économiques et sociaux de droit privé ou public intéressés par la promotion, le développement et la diffusion de la normalisation en tant qu'outil favorisant le soutien au développement économique, au progrès social, à l'amélioration de la qualité ainsi qu'à l'innovation, dans le respect des objectifs de développement durable ou venant en appui des politiques publiques. [...] Elle est chargée d'une mission d'intérêt général, pour orienter, animer et coordonner l'ensemble des travaux de normalisation du système français de normalisation composé de l'AFNOR et de bureaux de normalisation sectoriels agréés. » (Statuts de l'association Afnor adoptés par l'Assemblée générale du 10 décembre 2009 et annexés à l'arrêté du 16 avril 2010)

Lettre	Élément chimique	Lettre	Élément chimique
A	Aluminium	Pb	Plomb
C	Chrome	S	Silicium
U	Cuivre	T	Titane
G	Magnésium	W	Tungstène
M	Manganèse	Z	Zinc
N	Nickel	Zr	Zirconium

Tableau 1 : Exemple de symboles abrégés représentant les éléments présents dans un alliage (note 108)

Cette désignation est divisée en deux groupes de symboles séparés par un tiret. Le premier comporte la lettre du métal de base de l'alliage, A dans le cas des alliages d'aluminium. L'indice de pureté chimique est représenté si besoin par un chiffre dont la valeur augmente avec la pureté. A99 représente un aluminium à 99,99% de pureté, A95 (99,95%), A8 (99,8%), A7 (99,7%), A5 (99,5%), A4 (99%). C'est également dans ce premier groupe que l'on distingue la première ou deuxième fusion (produit du recyclage), en faisant précéder pour cette dernière le chiffre 2 devant la lettre représentant le métal de base : un 2A4 est un aluminium de deuxième fusion ayant une pureté au moins égale à 99%¹¹².

Avec cette première partie on peut donc grouper les aluminiums non alliés. Quand il s'agit d'alliage, un second groupe suit, séparé du premier par un tiret. Il représente les principaux éléments d'additions, qui sont généralement placés dans l'ordre de teneur décroissante. Ces teneurs massiques sont indiquées par des chiffres suivant la lettre symbolisant l'élément d'addition. Ils correspondent autant que possible aux pourcentages massiques réels, arrondis à l'unité la plus proche. Ce deuxième groupe est maintenu à un nombre de lettres et de chiffres minimum afin de garder une désignation courte. Cette symbolisation ne donne pas les teneurs limites pour les éléments d'addition et les teneurs maximum d'impuretés. Ces informations se retrouvent plutôt dans les normes et standards dédiés à chaque produit¹¹³. Par exemple :

- 2A-U8 = alliage de deuxième fusion contenant environ 8% massique de cuivre
- A-U4G = alliage de première fusion contenant environ 4% massique de cuivre et moins de 1% massique de magnésium (proche de 0,7%)
- A-U4G1 = alliage de première fusion de la même famille qu'A-U4G mais contenant

112 LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étrangers », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956, pp. 1-3.

113 *Ibid.*

plus de 1% massique de magnésium (proche de 1,5%)

Il est ensuite possible de spécifier les traitements thermiques et mécaniques qu'a subi l'alliage. Il suffit de placer un troisième groupe, séparé des deux précédents par le mot « Etat ». Il est composé d'une lettre : Y pour un métal moulé, X pour un métal corroyé, suivie d'un chiffre précisant le mode de moulage ou de corroyage. Ensuite, un second chiffre indique quel traitement thermique a été utilisé et un troisième décrit le traitement mécanique (Tableau 2). Ces deux derniers chiffres correspondent en principe à l'état de livraison et non à un état intermédiaire¹¹⁴.

Métal corroyé	Mode d'obtention	Symbole	Traitement thermique	Symbole	Traitement mécanique
X 0	Non défini	0	Aucun traitement ou non spécifié	0	Aucun traitement ou non spécifié
X 1	Forgé	1	Recuit	1	Écroui 1/4 dur
X 2	Matricé ou estampé ou embouti	2	Trempé	2	Écroui 1/2 dur
X 3	Filé à la presse	3	Trempé et revenu	3	Écroui 3/4 dur
X 4	Laminé à chaud	4	Trempé et mûri	4	Écroui 4/4 dur
X 5	Laminé à froid	5	Stabilisé	5	Écroui ressort
X 6	Étiré à froid			6	Dressé (pour les barres) ou plané (pour les tôles)
X 7	Tréfilé à froid			7	Non spécifié
X 8	Profilé à froid au banc, au galet ou à la plieuse			8	Écrouité

Tableau 2 : symbolisation du mode d'obtention et de l'état de livraison du métal¹¹⁵

¹¹⁴ *Ibid.*

¹¹⁵ LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étrangers », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956, p. 2.

De l'autre côté de l'Atlantique, la désignation d'Alcoa¹¹⁶, principal producteur d'aluminium, a été généralement utilisée avant la Seconde Guerre mondiale. Elle consiste en un nombre comportant 1 à 3 chiffres, permettant une dénomination courte mais sans rapport avec la composition chimique de l'alliage. La seule information directe est le type de mise en forme à laquelle il a été destiné, le corroyage est suivi de la lettre S : 17S désigne l'A-U4G et le 24S, l'A-U4G1. Il a été ensuite de plus en plus difficile de se retrouver dans les dénominations après la Seconde Guerre. Les nouveaux producteurs ont en effet profité des lacunes de la codification d'Alcoa pour attribuer un code aux nouveaux alliages, ou pour rebaptiser des alliages déjà connus. De plus, divers organismes et corporations avaient leur propre code¹¹⁷, sans oublier ceux des organismes fédéraux tels que l'Air Force ou la Navy (A.N.). L'American Society for Testing Materials (A.S.T.M.) a donc tenté d'établir en 1951 un projet de symbolisation unique pour les États-Unis s'apparentant au système AFNOR français. Chaque élément a effectivement été représenté par une lettre mais différente, peut-être parce que la norme AFNOR A 02-001 de départ est applicable à tous les métaux et alliages, alors que le projet de l'A.S.T.M. a été conçu pour les métaux et alliages légers seulement¹¹⁸. Mais c'est le système de désignation de l'Aluminum Association¹¹⁹ qui s'est finalement imposé en 1954, approuvé par l'American National Standard H35.1. trois ans plus tard¹²⁰.

Cette symbolisation est basée sur un code à quatre chiffres pour désigner l'aluminium non allié et les alliages. En lisant ce code, on peut reconnaître l'aluminium non allié ou le principal élément d'alliage (Tableau 3).

116 Aluminum Compagny of America. Son ancêtre, la Pittsburgh Reduction Compagny, a été créé en 1888 dans le but de fabriquer l'aluminium à échelle industrielle.

(PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°6, été 1990.)

117 Un alliage appelé A-U4G en France, était nommé 17S dans le code Alcoa, 26 dans le code de la Society of Automotive Enginners (S.A.E.) et CM21 dans l'ancien code de l'American Society for Testing Materials (A.S.T.M.).

118 LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étranges », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956, pp.3-5.

119 L'Aluminum Association est une association regroupement les industriels de l'aluminium (production, fabrication et recyclage) dont le premier meeting officiel a été tenu en octobre 1935 à New-York. En accord avec les standards ANSI H35 de l'American National Standards Institute (institut de normalisation américaine), cette association enregistre et publie les compositions, propriétés mécaniques et nomenclature des alliages aux Etats-Unis.

(Mission Statement et Industry Standards du site internet de l'Aluminum Association, consultation le 20/04/2016)

120 Mission Statement et Industry Standards du site internet de l'Aluminum Association, consultation le 20/04/2016

Élément principal de l'alliage	Symbole
Aluminium non allié, à 99% et au-dessus	1***
Cuivre	2***
Manganèse	3***
Silicium	4***
Magnésium	5***
Magnésium et silicium	6***
Zinc	7***
Autre élément	8***
Disponible	9***

Tableau 3 : symbolisation américaine de l'Aluminum Association (Octobre 1954)¹²¹

Le code des aluminiums non alliés commence par 1. Les deux derniers chiffres servent à préciser le degré de pureté garantie du métal. Le 1100 est à 99% de pureté minimum, le 1030 à 99.3% et le 1075 à 99.75%. En ce qui concerne les aluminiums d'une pureté supérieure à 99%, le deuxième chiffre est 0 s'il n'y pas de restriction particulière des impuretés. S'il y a une ou plusieurs restrictions, celles-ci sont signalées par un chiffre signifiant le nombre de conditions. Par exemple, le 1275 est un aluminium non allié à 99.75% avec un contrôle de deux impuretés.

En ce qui concerne les alliages, le premier chiffre indique le principal élément d'alliage et les deux derniers chiffres sont les mêmes que ceux de la notation « Alcoa ». Par exemple le 2017 est un alliage avec le cuivre comme principal élément d'addition, autrefois désigné 17S. De la même façon, le 2024 est aussi un alliage avec le cuivre comme principal élément d'addition, autrefois désigné 24S¹²².

Ici le deuxième chiffre reste disponible. Le zéro correspond aux alliages de base, puis, quand apparaît une variante, il est remplacé par un 1,2,3 etc. selon l'ordre d'apparition des différentes versions. Ce mécanisme existait déjà avec l'ancienne dénomination, mais correspondait à un préfixe A, B ou C. Ainsi, le 6053, autrefois 53S, est un alliage avec le magnésium et le silicium comme principaux éléments d'addition. Et le 6253, autrefois B53S, est un alliage avec le magnésium et le silicium comme principaux éléments d'addition¹²³.

121 LEBOUTEUX H., *op. cit.*, p. 5.

122 LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étranges », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956, pp.3-5.

123 *Ibid.*

Chaque pays s'est ainsi occupé de normaliser la symbolisation à l'intérieur de leurs frontières, donnant des désignations plus ou moins complexes. En Italie, un PI-AC4GM-T50 4N était une tôle ou bande d'alliage d'aluminium du type A-U4G, ayant été trempée à l'eau froide après chauffage de 4 heures à 500°C et mûrie. En Allemagne, un « Band AlCuMgF38 » était une bande en alliage du type A-U4G ayant une charge de rupture minimum de 38 kgf/mm². En Grande-Bretagne, un HC14-T était une tôle ou bande en alliage de type duralumin, trempée et mûrie.

L'uniformisation s'est ensuite étendue à l'international pour faciliter le commerce de l'aluminium et de ses alliages entre les différents pays¹²⁴. C'est finalement le système américain qui a été officiellement adopté par The International Signatories of the Declaration of Accord¹²⁵ en 1970 et qui est devenu le système de désignation international. Depuis, l'enregistrement des alliages est géré par le Technical Committee on Product Standards de l'Aluminum Association¹²⁶. Quand ce système a été développé en 1954, la liste comprenait 75 compositions différentes. Aujourd'hui, il y a plus de 530 compositions actives enregistrées et ce nombre continue d'augmenter¹²⁷.

Cette dénomination des alliages est instaurée en France depuis les années 1970. Cependant, dans ce manuscrit nous utiliserons la nomenclature des normes NF A 02-001 et PN A 02-002, qui est de vigueur à l'époque de construction du Breguet 765 Deux-Ponts.

124 *Ibid.*

125 Dénomination de l'ensemble des pays et organisations ayant signé la déclaration de l'accord pour un système de désignation international pour l'aluminium corroyés et les alliages d'aluminium corroyés. En 2015 les pays signataires sont : Argentine, Australie, Autriche, Allemagne, Afrique du Sud, Belgique, Brésil, Chine, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grande-Bretagne, Italie, Japon, Pays-Bas, Mexique, Norvège, Pologne, Russie, Roumanie, Suède, Suisse, l'Aluminum Association, l'European Aluminium Association, l'European Organisation for Aerospace Standardization.

126 Ce comité technique a été établi en 1954 par l'Aluminum Association pour assurer ces activités techniques. Une de ses premières missions a été de compiler les données concernant les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium couramment utilisés. Ces différents travaux ont abouti à une première édition en juin 1955 par l'Aluminum Association de « Standards for Aluminum Mill Product ». Ce travail est régulièrement édité jusqu'à aujourd'hui sous le titre modifié en 1968 « Aluminum Standards and Data ».

https://global.ihc.com/doc_detail.cfm?&item_s_key=00008418

127 <http://www.aluminum.org/>, Resources, Aluminum Alloys 101, Creating New Alloys, consulté le 20/04/2016.

3. L'évolution de l'aluminium pour les besoins de l'aviation

Les performances aéronautiques n'ont cessé d'augmenter après la Première guerre mondiale grâce notamment à l'intérêt de l'armée pour les avions (cf. Partie 1, §1). Leur rayon d'action s'agrandit ; en 1930 le Breguet XIX (*le Point d'interrogation*) est le premier avion à traverser l'Atlantique d'Est en Ouest. Les vitesses atteignant déjà 350km/h augmentent en 1936 jusque 450km/h avec le Messerschmitt 109 et le Heinkel 112. Il est alors nécessaire pour le domaine de l'aluminium de s'adapter et de fournir des alliages résistants, d'essayer de prévoir leur comportement et des caractéristiques auxquelles les ingénieurs aéronautiques puissent se fier¹²⁸. Par la suite, l'augmentation de la demande de matériaux pour la construction d'avions de guerre durant la Seconde Guerre mondiale a également incité le domaine de l'aluminium à trouver des solutions pour augmenter la cadence de production.

3.1. Amélioration du Duralumin et recherche de nouveaux alliages aéronautiques

3.1.1. En France

La production d'aluminium s'organise en deux secteurs : la production et la transformation. Les usines de productions fournissent l'aluminium obtenu par électrolyse¹²⁹ à des usines spécialisées qui le transforment en demi-produits tel que de la tôle pour les industries consommatrices.

De 1921 à 1971, la Compagnie des Produits Chimiques d'Alais, Froges et Camargue (AFC)¹³⁰ et Ugine ont été les deux seules entreprises à fabriquer du métal primaire en France¹³¹. Et dès leur début, des laboratoires ont été rattachés aux usines de production afin de contrôler la qualité de leurs produits et de mener des études d'améliorations du métal et procédé¹³².

128 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages, p. 212.

129 Sous forme de plaques pour le laminage, de billettes pour le filage ou la forge et de fil machine pour la fabrication de câbles ou de rivets par exemple.

130 Qui deviendra Pechiney en 1950 (LE ROUX M., *op. cit.*, p. 21).

131 LE ROUX M., *op. cit.*, p. 35.

132 Création en 1859 du laboratoire central de Salindres de la Compagnie des Produits Chimiques d'Alais et de la Camargue (PCAC) et création du laboratoire de P. Héroult à côté de l'usine de Froges de la Société Electrometallurgique Française (SEMF)

Au lendemain de la Première Guerre, il a été nécessaire d'écouler la surproduction de métal prévue à l'origine pour la fabrication d'avions militaires¹³³. Les études de ces laboratoires s'ordonnent alors toujours autour de l'amélioration des métaux (composition, structure et propriétés) mais se dirigent également vers l'invention de nouveaux alliages pour créer de nouveaux débouchés. Il est possible que cette situation ait encouragé l'organisation de structures de recherche même si leur action reste encore limitée¹³⁴. Dans ce mouvement, dès sa création¹³⁵ en 1921, AFC décide de multiplier les laboratoires d'usines ayant la recherche appliquée comme mission, la recherche fondamentale étant laissée en France aux universités. Ils dirigent donc leurs recherches en fonction des objectifs de vente des producteurs. Les transformateurs étant les plus importants acheteurs de métal brut¹³⁶, les études s'intéressent aussi à cette étape de la production. En 1943, AFC va même plus loin dans son implication avec ce secteur, et renforce sa participation au capital des multiples entreprises de la transformation tel que Cégédur¹³⁷ ou la Société Centrale des Alliages Légers (SCAL) à Issoire. En participant également au capital du comptoir de vente l'Aluminium Français, AFC maîtrise une bonne partie du processus, de la production du métal à sa transformation ainsi que son utilisation, avec l'objectif de partir à la conquête de nouveaux débouchés et de se protéger de la concurrence¹³⁸. Cette stratégie n'a pas empêché l'entrée du métal américain sur le marché français dès la seconde moitié des années 1950. Mais c'est en s'appuyant sur ces recherches qu'AFC a pu tenir tête au marché outre Atlantique en atteignant une dimension se rapprochant des standards américains¹³⁹.

(LE ROUX-CALAS M., « La recherche : outil stratégique de développement d'un groupe industriel. Le cas de Pechiney », in *Revue de géographie de Lyon*, vol.68, n°1, 1993, Rhône Alpes région industrielle, pp.33-40.)

133 BOCQUENTIN J., « L'impact des deux guerres sur l'industrie française de l'aluminium », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 9, Hiver 1991-1992.

134 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages, p. 214.

135 Par la fusion de la Société Electrométallurgique Française (SEMF) et de la Compagnie des Produits Chimiques d'Alais et de la Camargue (PCAC)

(LE ROUX M., *op. cit.*, « La recherche : outil stratégique de développement d'un groupe industriel. Le cas de Pechiney », p. 21).

136 SAVAY S., "Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium", in *Revue de géographie alpine*, tome 56, n°3-4, 1968, pp. 569-591

137 La Compagnie Générale du Duralumin et du Cuivre (Cégédur) : transforme l'aluminium et ses alliages et le cuivre et ses alliages sous forme de demi-produits.

(PERIERES M., « Une grande Compagnie industrielle française : Pechiney », *Revue de géographie alpine*, tome 43, n°1, 1955, pp. 151-212, p.172)

138 PERIERES M., « Une grande Compagnie industrielle française : Pechiney », *Revue de géographie alpine*, tome 43, n°1, 1955, pp. 151-212.

139 SAVAY S., *op. cit.*, p. 589.

Pour mener à bien leur mission, les laboratoires d'usines ont eu plusieurs fonctions :

- La veille scientifique pour tenir AFC informée des axes de productions et des alliances industrielles en cours
- Améliorer les procédés et les techniques en usage
- Développer et élargir les applications des différents produits
- Mettre au point des procédés ou produits nouveaux. Cette proximité des laboratoires avec les usines permettant une expérimentation à l'échelle industrielle pour valider de nouveaux procédés.

Les clients les plus importants de ces recherches ont été les constructeurs du secteur des transports. Notamment l'industrie automobile et l'aviation qui ont largement fait appel à l'aluminium et surtout au duralumin¹⁴⁰. Ces industriels détenant aussi leurs centres d'études, il a été intéressant pour les deux parties de collaborer et de partager les frais. Ce qui n'a pas été possible avec des secteurs plus petits comme les fabricants de moto. Dans ce domaine, les entreprises ont été trop modestes pour participer aux recherches correspondant à leurs besoins¹⁴¹.

Pour suivre cette stratégie de développement de l'entreprise en s'appuyant sur la recherche industrielle, AFC a donc créé dès 1928 le Service de Recherche et d'Etudes Physiques de Saint-Jean-de-Maurienne (SREPJ)¹⁴². En résolvant les problèmes de ses clients, l'entreprise compte maintenir les ventes d'aluminium et même de les faire progresser en proposant de nouveaux usages. Ce service a donc été dédié à l'étude des alliages et aux questions de la transformation. Il s'est aussi bien penché sur les pièces de fonderies que sur les techniques de transformation tel que le filage (profilé, tube et fil), le laminage (tôle, bande, disque) et le forgeage¹⁴³. Le service devint le Service de Recherche et d'Etudes Physiques de Chambéry (SREPC) en 1936, après son transfert à l'usine de laminage de Chambéry. Jusqu'en 1938 il a également eu un rôle direct de conseil clientèle, jusqu'à ce qu'une école de l'Aluminium Français prenne le relais toujours à Chambéry. Finalement en 1944, cette mission de conseil et de formation de la clientèle a été prise en charge par le Centre Technique

140 SAVAY S., "Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium", in *Revue de géographie alpine*, tome 56, n°3-4, 1968, p. 589.

141 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages, p. 217.

142 LE ROUX M., *op. cit.*, p. 177.

143 BRESSON Y., "Souvenirs d'un ingénieur au Service des recherches et essais physiques de Chambéry- 1940-1948", *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°13, Paris, 1993-1994, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, pp.55-86.

de l'Aluminium à Paris¹⁴⁴.

A la fin de la Seconde Guerre, l'industrie de l'aluminium française a de nouveau échangé avec l'industrie allemande et américaine. C'est à ce moment qu'a été mesuré le retard accumulé en France pendant l'Occupation. Pour tenter de le rattraper, une réorganisation des laboratoires et des usines a été nécessaire. La solution a été dans un premier temps de garder le système des laboratoires jumelés aux usines en plus de ceux destinés aux contrôles routiniers. Ceci pour qu'ils puissent résoudre rapidement les problèmes techniques de la production et être un soutien technique du laboratoire de contrôle¹⁴⁵. Puis à l'apparition de problèmes de coût et de disponibilité de l'énergie pour la production de l'aluminium deux laboratoires liés au secteur de la production ont vu le jour :

- À Grenoble : tout comme les américains, les français étaient convaincus de la proche obsolescence du procédé électrolytique Hall-Héroult de fabrication de l'aluminium. Pendant plus de vingt ans un travail a donc été mené sur la mise au point de nouveaux procédés de fabrication du métal¹⁴⁶, sans succès.
- Argentière : ce laboratoire a travaillé pendant une dizaine d'années sur un procédé permettant de fabriquer de l'aluminium très pur à partir d'alliages de récupération¹⁴⁷.

Ces deux laboratoires ont été les premiers dans ce secteur à être indépendants géographiquement et autonomes hiérarchiquement. Ils représentent le premier pas de l'institutionnalisation de la recherche en laboratoire sans être directement dépendant d'une usine¹⁴⁸. Les laboratoires sont petit à petit devenus des services indépendants avec leur gestions et attributions. Enfin en 1955, un groupement des laboratoires dont la présence à côté des usines ne semblait pas indispensable a été effectué dans un même centre de recherche à Aubervilliers. A partir de là on peut séparer les laboratoires en trois types selon leurs objectifs :

- Les laboratoires restés attachés aux usines comme à Saint-Jean-de-Maurienne pour le perfectionnement des fabrications
- Les laboratoires consacrés à l'optimisation de la transformation et de l'utilisation des produits comme le SREPC

144 *Ibid.*

145 WATTEAU M., « Les débuts de la recherche à la Compagnie générale du Duralumin et du Cuivre histoire du laboratoire de Couzon (1946-1955) », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 17- Hiver 1995-1996.

146 LE ROUX-CALAS M., "La recherche : outil stratégique de développement d'un groupe industriel. Le cas de Pechiney", in *Revue de géographie de Lyon*, vol.68, n°1, 1993, Rhône Alpes région industrielle, pp.33-40.

147 *Ibid.*

148 *Ibid.*

- Les laboratoires comme celui nouvellement implanté à Aubervilliers destinés aux recherches de nouveaux produits et procédés

Comme nous le verrons, la recherche ne s'est pas arrêtée avec l'arrivée de la Seconde Guerre mondiale et l'Occupation. Au contraire ce contexte de guerre a incité beaucoup d'études notamment sur les tôles en duralumin, les rivets et de nouveaux alliages plus résistants. Au SREPC deux objectifs de la recherche ont été identifiés¹⁴⁹ :

- La recherche de substitution qui consiste à chercher à remplacer certains métaux traditionnels qui devenaient rares et rationnés comme le cuivre, l'étain, le zinc et même l'acier. C'est une recherche à court terme pour dépanner les industriels privés mais aussi une occasion d'élargir le marché.
- La recherche de base qui a pour objectif de poursuivre les études d'avant-guerre d'amélioration des alliages connus et leurs procédés de fabrication afin de préparer le développement d'après-guerre. Cet axe mène à l'étude de nouveaux alliages et de nouvelles techniques de transformation et d'utilisation.

Dans la pratique, ces deux axes se sont souvent confondus dans un objectif commun d'augmentation de la production d'avions militaires. Ces recherches ont ensuite été poursuivies après la fin de la guerre, comme le montre le cas de l'amélioration des rivets de la famille des duralumins.

3.1.2. Les rivets en duralumin : un exemple de l'adaptation d'un alliage pour l'aéronautique

Les rivets sont des pièces clefs qui ont besoin d'alliages et de traitements particuliers afin d'atteindre les propriétés mécaniques exigées et assurer ainsi l'intégrité de la structure de l'avion. L'A-U4G est la nuance utilisée pour leur fabrication jusqu'en 1943¹⁵⁰ pour plusieurs raisons. Durant la pose, ils doivent être assez malléables pour être facilement écrasés et créer la tête de fermeture sans fissure. Puis, ils doivent pouvoir durcir à température ambiante jusqu'à atteindre les propriétés mécaniques voulues. Les assemblages ne sont prévus que pour exercer les efforts sur le rivet dans le plan des éléments unis et non en traction. La propriété mécanique à surveiller est donc la résistance au cisaillement R_c .

149 BRESSON Y., "Souvenirs d'un ingénieur au Service des recherches et essais physiques de Chambéry- 1940-1948", *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°13, Paris, 1993-1994, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, p.75.

150 BRESSON Y., *op. cit.*, p.77.

De plus, les rivets utilisés doivent en principe se rapprocher au maximum de l'alliage composant les éléments à assembler et ce, pour plusieurs raisons :

- Tout d'abord parce que les divers alliages d'aluminium présentent des caractéristiques mécaniques différentes, ce qui fait que pour la pose d'un rivet dur sur des éléments de faible résistance, les tôles se déforment et le rivet tend à se coucher. Inversement, si les rivets sont moins résistants que les tôles, ils peuvent céder. Et l'augmentation du nombre ou du diamètre des rivets ne peut donner à l'assemblage une résistance élevée.
- Aussi parce que l'assemblage de deux métaux à potentiel d'oxydoréduction différent engendre la création d'une pile de corrosion galvanique. Cette action peut se manifester entre deux alliages d'aluminium contenant des teneurs différentes en éléments d'alliage. Il faut donc utiliser les alliages d'aluminium les plus proches possibles, les éléments de structure et le fuselage étant en duralumin pour la plupart des avions des années 1950, les rivets doivent être de cette nature¹⁵¹.

Le rivetage a longtemps été le seul procédé d'assemblage utilisé et reste encore aujourd'hui largement employé. Il est considéré comme simple à mettre en œuvre face au soudage qui a besoin d'une préparation de surface du métal et de machines spécifiques coûteuses. De plus l'apport de chaleur lors d'une soudure risque de modifier les propriétés mécaniques obtenues justement initialement par des traitements thermiques de l'alliage¹⁵².

Une attention particulière est portée à la fabrication des rivets afin qu'ils puissent résister aux fortes contraintes imposées. Ainsi le règlement AIR 9150/A définit les caractéristiques et les conditions de réception des tiges destinées à la fabrication des rivets pour l'industrie aéronautique. Ces derniers fabriqués par refoulement à froid d'une tige dans une matrice de forme appropriée doivent être livrés au fabricant de rivet à l'état écroui sur recuit, c'est à dire que la dernière étape a été une déformation à froid. Ceci afin que les traitements de trempe ou de chauffage des rivets fabriqués ne provoquent pas de changement de structure du métal qui abaisserait ses propriétés et pourrait également empêcher un écrasement correct lors de la pose^{153,154,155}. Les rivets à traitement thermique doivent être livrés à l'avionneur à l'état trempé, c'est à dire que la dernière opération subie par le rivet est une trempe à l'eau. Ceci afin qu'ils soient trop dur à poser sans que le dernier traitement thermique nécessaire ait été

151 PENEL P., « fiche G81-novembre 1958 : Le rivetage. Première partie » in Encyclopédie du travail de l'aluminium, Paris, 1958, pp.1125-1135, p.1126.

152 PENEL P., « fiche G81-novembre 1958 : Le rivetage. Première partie » in Encyclopédie du travail de l'aluminium, Paris, 1958, pp.1125-1135, p.1125.

153 *Ibid.*

154 BRESSON Y., « Un Duralumin amélioré. A maturation lente pour rivets », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°128, Paris, 1946, pp. 384-390.

155 TOURNAIRE M., RENOUEAU M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46.

effectué et éviter que leur client ne pose des rivets dont la dureté finale ne serait pas suffisante.

Donc pour être posés, les rivets en Duralumin doivent subir une dernière trempe comportant deux opérations :

- Chauffage de mise en solution : 15 à 30 minutes de maintien à 495°C
- Refroidissement rapide par immersion dans l'eau froide

La température de chauffage doit être assurée avec une précision de $\pm 5^{\circ}\text{C}$; si elle est trop basse les rivets présenteront des caractéristiques mécaniques insuffisantes ; si elle est trop élevée les rivets seront dit brûlés¹⁵⁶ et inutilisables¹⁵⁷.

Ce dernier traitement impose des contraintes en ateliers : le temps de durcissement, pendant lequel la pose est réalisable sans fissuration du rivet lors de la formation de la tête, est court. Pour un rivet en A-U4G, cette durée va de 2 à 8 heures après traitement selon la température ambiante de l'atelier. Ceci demande alors une organisation spécifique pouvant poser des problèmes de stockage. Ne sont trempés que de petits lots de rivets à la fois, et ceci pas plus de deux ou trois fois car cette opération augmente la vitesse de maturation et donc le durcissement du rivet. De plus, malgré les précautions des erreurs sont commises. Ce qui entraîne la dépose et repose de rivets convenables suite aux contrôles des têtes de rivets posés. Cette opération coûte cher mais est indispensable pour minimiser le nombre des rivets présentant des têtes fissurées¹⁵⁸. Une grande quantité de rivets est nécessaire pour la construction d'un avion. Un avion de chasse Heinkel de la fin des années 1930 nécessitait environ 200 000 rivets¹⁵⁹ et un Airbus A320 en compte près d'un million¹⁶⁰. L'assemblage et le montage représentent 60% du temps de construction¹⁶¹. C'est donc en travaillant sur la facilité d'utilisation des rivets et l'efficacité de cette étape d'assemblage que l'avionneur peut accélérer son rythme de production. En plus de l'apparition des machines et de l'automatisation du rivetage dès les années 1930 pour les pièces à géométrie simple¹⁶², ces contraintes ont mené à l'étude et l'amélioration de la composition et du traitement des duralumins utilisés afin de ralentir le durcissement du métal tout en gardant une résistance

156 Le métal est dit brûlé quand la fusion a démarré aux joints de grains. Ce qui affaiblit par la suite les caractéristiques mécaniques même si, à première vue, le métal n'a pas changé d'aspect.

157 PENEL P., *op. cit.*, pp.1125-1134.

158 BRESSON Y., « Souvenirs d'un ingénieur au Service des recherches et essais physiques de Chambéry 1940-1948 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°13, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 1993-1994, pp. 55-86.

159 PORTIER H., « Le rivetage des tôles minces en construction aéronautique », *Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air*, Bulletin des services techniques n°87, Paris, 1939, 192 pages, p. 64.

160 <http://france3-regions.francetvinfo.fr/midi-pyrenees/haute-garonne/100-ans-de-rivets-pour-l-aeronautique-aux-ateliers-de-haute-garonne-balma-739101.html>

161 PORTIER H., *op. cit.*, p.27.

162 PORTIER H., *op. cit.*, p.98 et pp.27-46.

finale acceptable du rivet¹⁶³.

C'est en 1943 que les avionneurs demandent la mise au point d'un alliage pour rivet de la famille des duralumins qui n'impose pas un temps limite de pose¹⁶⁴. Cette étude est confiée à Yves Bresson chef de la section transformation du SREPC. Suite à ses recherches, il publia l'article *Un duralumin amélioré à maturation lente pour rivets* en 1946¹⁶⁵ dans la *Revue de l'Aluminium*¹⁶⁶. Yves Bresson y précise que ce type de recherche d'un alliage durcissant lentement n'est pas nouveau sans pour autant préciser le ou les autres laboratoires concernés. Pour ses recherches, il joue à la fois sur la composition - pourcentage de cuivre, magnésium, et silicium - mais aussi sur le traitement thermique et mécanique des fils à rivet pour influencer la vitesse de durcissement du rivet et son aptitude à l'écrasement. Il atteint trois objectifs : augmenter l'aptitude de l'écrasement à froid des rivets en A-U4G classique par un traitement thermomécanique non détaillé, déterminer la composition d'un duralumin qui ne nécessite pas d'opération de mise en solution et trempe pour être posé, l'A-U2G, et enfin proposer une méthode d'essai d'écrasement comme méthode simplifiée de contrôle de qualité des fils à rivets. L'auteur fait également un parallèle entre son duralumin mis au point et un alliage similaire existant aux États-Unis, l'A.17ST mis au point au moins dix ans auparavant¹⁶⁷ et ayant la même résistance au cisaillement¹⁶⁸. Il précise que ce dernier est de plus en plus utilisé aux États-Unis principalement en aviation pour des applications pour lesquelles une résistance au cisaillement élevée n'est pas nécessaire pour supprimer une partie des traitements thermiques en atelier. Cette observation et comparaison avec les États-Unis est classique juste après la Seconde Guerre¹⁶⁹ mondiale et il s'en sert peut-être pour convaincre de

163 BRESSON Y., « Un Duralumin amélioré. A maturation lente pour rivets », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°128, Paris, 1946, p. 384.

164 BRESSON Y., « Un Duralumin amélioré. A maturation lente pour rivets », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°128, Paris, 1946, p. 384.

165 *Ibid.*

166 *Revue mensuelle* créée par J. BALLY en 1924 et publiée jusqu'en 1983. Son objectif est de faire l'état des lieux de la recherche et de l'innovation industrielle. Elle rassemble les innovations et applications de l'aluminium dans le secteur de l'industrie à propos de mécanique, automobile, cycle, chemin de fer, marine, aéronautique, électricité, industrie chimique et alimentaire, industrie agricole, industrie textile, bâtiment et travaux publics, architecture et décoration. Ceci par des articles, analyses de *Revue*, liste des brevets, petites annonces et publicité en lien avec la vente d'aluminium et son utilisation.

167 Le document le plus ancien retrouvé jusqu'ici citant cet alliage pour les rivets aéronautique date de 1933 (Brochure ALCOA, *The riveting of aluminum*, 1933, coll. IHA.)

168 Alliage français : 2% Cu - 0,15% Si - 0,60% Mg - Fe 0,35% - Mn 0,45% avec une résistance au cisaillement de 21,0 kgf/mm².

Alliage américain A.17ST : 2,5% Cu - 0,30% Si - 0,30% Mg et une résistance au cisaillement de 21,0 kgf/mm² également.

(BRESSON Y., *op.cit.*, p. 389).

169 WATTEAU M., « Les débuts de la recherche à la Compagnie générale du Duralumin et du Cuivre. Histoire du laboratoire de Couzon (1946-1955) », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°17, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 1995-1996, pp. 74-84, p.74.

l'utilité de cet alliage, ceci même si la résistance au cisaillement des rivets fabriqués dans cet alliage est trop faible pour être utilisés partout. Les rivets A-U4G restent utilisés pour les assemblages exigeant une résistance supérieure.

Dans *Alliages pour rivets de la famille du duralumin*¹⁷⁰ du numéro 228 de 1956¹⁷¹ de la même revue, Marcel Tournaire¹⁷² et Martial Renouard¹⁷³ attestent de l'utilisation de cet alliage mis au point par Yves Bresson dix ans auparavant. Ils expriment dans cet article le besoin de mettre au point un alliage de la famille des duralumins pour rivet qui puisse combiner les avantages des deux alliages existants, A-U4G et A-U2G, pour qu'une même nuance puisse convenir à toutes les applications. Un alliage répondant dans une certaine mesure à ce besoin apparaît dès novembre 1943 dans une brochure de l'Aluminium Français¹⁷⁴ mais en temps qu'« alliage temporaire » qui « remplacerait l'alliage A-U4G ». Nommé A-U3G, il semble encore à l'état de projet. Il réapparaît en 1956¹⁷⁵ dans cet article suite à une étude menée en 1954. Cet alliage subit des traitements thermiques et mécaniques analogues à l'A-U4G dont la fabrication est bien maîtrisée, et se pose sans limitation de temps après la trempe. Il présente cependant une résistance au cisaillement garantie de 24 kgf/mm² alors que la valeur minimum requise pour remplacer l'A-U4G est de 26 kgf/mm². Mais contrairement aux deux autres alliages utilisés, la maturation n'est pas encore stabilisée après trois mois à 25°C, les auteurs espèrent donc qu'il atteigne les 26 kgf/mm² après une maturation prolongée. Cependant il est difficile d'imposer ce type de délais entre la trempe et la pose et les auteurs ne sont pas sûrs de l'effet d'une attente si longue sur la pose des rivets. Malgré cela l'alliage A-U3G est, à la date de l'article, agréé par l'Aéronautique Française. Ils espèrent donc une amélioration après quelques modifications de la composition ou après perfectionnement des procédés de fabrication grâce à l'expérience acquise lors de sa fabrication industrielle.

Bien qu'il n'ait pas encore atteint la résistance au cisaillement optimum désirée, l'A-U3G semble avoir remplacé l'A-U2G au côté des rivets en A-U4G jusqu'au milieu des années 1960^{176,177}. Nous perdons cependant sa trace au passage à la nomenclature numérique

170 Publication en accord avec la Société Française de Métallurgie d'une communication présentée au Congrès de Paris des Ingénieurs Métallurgistes américains.

171 TOURNAIRE M., RENOUEAU M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46.

172 Chef des Recherches et des Laboratoires de la Compagnie Générale du Duralumin et du Cuivre. (TOURNAIRE M., RENOUEAU M., *op. cit.*, p. 41).

173 Chef des Recherches de l'Usine d'Issoire. (TOURNAIRE M., RENOUEAU M., *op. cit.*, p. 41).

174 L'Aluminium Français, brochure *Symbolisation des alliages d'aluminium*, Paris, Novembre 1943, 20 p., p. 5.

175 L'A-U3G contient 3,30% Cu – 0,35% Mg – ≤ 0,10% Mn – 0,50% Si. Il s'apparente par l'absence de manganèse à l'alliage américain A17S. (TOURNAIRE M., RENOUEAU M., *op. cit.*, p. 43).

176 L'Aluminium Français, brochure *Le rivetage de l'aluminium et de ses alliages*, Paris, 1960, 60 p., p. 7.

177 BARRAND P. et GADEAU R. (dirs.), « Chapitre rivetage : fabrication des rivets » in *L'Aluminium*, Tome 2 :

internationale des années 1970. De son côté l'A-U2G n'a pas été abandonné pour autant, il a ensuite été utilisé dans le domaine de l'automobile pour sa légèreté et sa bonne capacité de mise en forme après maturation. Il été utilisé en particulier sous forme de tôle emboutie pour la fabrication des grands capots des Citroën DS. Ceci pour remplacer l'acier dont le poids aurait nécessité l'utilisation d'un contrepoids encombrant au niveau du coffre pour faciliter la maniabilité de la voiture. Il possède un équivalent actuel, le 2117-T4, qui d'après la norme NF EN 2117 de juin 2009 est toujours utilisé pour les fils à rivets dans le domaine de l'aérospatiale. Aucun document indiquant la raison de cet abandon de l'A-U3G et de la « reprise » de l'A-U2G n'a été retrouvé pour le moment.

3.1.3. Aux États-Unis

Comme nous avons pu le voir, les recherches en France ont été efficaces pour adapter et améliorer les alliages connus. Mais même si le SREPC a également entrepris des recherches sur de nouveaux alliages, cette structure n'a jamais pu effectuer le type d'études systématiques qu'imposait la connaissance des sciences des matériaux de l'époque¹⁷⁸.

Aux États-Unis, Alcoa¹⁷⁹ a de son côté investi de grandes sommes pour la recherche fondamentale. Ceci dans l'espoir de se libérer de ces méthodes de recherches empiriques. Cette entreprise a possédé pendant plus d'un demi-siècle le monopole de la production de métal primaire aux États-Unis, et par l'absence de programmes de recherches gouvernementaux ou universitaires importants, a très tôt financé des études scientifiques sur les alliages d'aluminium¹⁸⁰. La firme a structuré ses activités de recherche et de développement durant la Première Guerre mondiale sous la forme d'un organisme centralisé pour notamment répondre aux progrès de l'aviation naissante¹⁸¹. Et elle devient plus rapidement que AFC en France, une entreprise de dimension nationale intégrée verticalement : elle exploite la bauxite, extrait l'alumine, fabrique l'aluminium par électrolyse et le transforme en produits destinés à une quantité de marchés et de clients, générés en grande partie par la société elle-même¹⁸².

Mise en œuvre et utilisation de l'aluminium et de ses alliages, Eyrolles, 1964, p. 413.

178 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages, p. 212.

179 Entreprise de production d'aluminium créée en 1888 en tant que Pittsburgh Reduction.

(PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 6, été 1990).

180 *Ibid.*

181 *Ibid.*

182 *Ibid.*

Durant la Première Guerre mondiale, en l'absence de brevet¹⁸³, Alcoa a essayé de mettre au point un alliage se rapprochant du Duralumin. Mais malgré ces recherches fondamentales, la demande pressante de la Marine et la disponibilité d'échantillons d'avions allemands abattus de la Première Guerre, ces études ont été sans grands résultats. Mais quand Alcoa eut finalement accès au brevet, c'est au niveau de la production de masse que le développement s'est révélé difficile¹⁸⁴. La firme réussit finalement en 1916 à produire un alliage de type Duralumin qu'elle commercialisa sous le nom 17S¹⁸⁵. Suite à ces difficultés, Alcoa décida de réorganiser la société avec la création de deux services spécialisés, et donc plus efficaces, pour la mise au point de nouveaux alliages et leur production industrielle. Le « Technical Departement » a donc été composé d'un « Research bureau »¹⁸⁶ associé à un « Technical Direction Bureau ». La mission de ce dernier ressemblait à celle des laboratoires d'usines français : amélioration du process et contrôle de la qualité. Des modes de fabrications et des procédés de contrôle ont été mis au point par cette structure et homologués pour leur standardisation. Grâce à cela, le Research Bureau a été libéré de ce type de travaux pour se concentrer sur une recherche plus fondamentale sur les matériaux et la mise au point de nouveaux alliages¹⁸⁷.

La première grande innovation d'Alcoa en matière aéronautique a été la tôle « Alclad »¹⁸⁸ commercialisée en 1928¹⁸⁹, appelée ensuite Vedal en France. Elle est composée d'une tôle de 17S revêtue de chaque côté d'une mince couche d'aluminium pur par laminage à chaud¹⁹⁰. En 1931 c'est le 24S plus résistant que le 17S qui est mis au point¹⁹¹. Nommé duralumin F.R. ou A-U4G1, il apparaît en France en 1935¹⁹². Contrairement au Duralumin à proprement dit, le 24S ne contient pas d'ajout de silicium mais une teneur plus élevée en magnésium pour améliorer sa résistance. Comme on peut le voir dans l'enregistrement de leur composition par l'Aluminium Association, l'amélioration tient aussi au contrôle de la teneur

183 C'est l'Electric Boat Compagny of Connecticut qui détient la licence jusqu'à la Première Guerre mondiale. Elle ne fit pas preuve d'un grand intérêt pour le fabriquer.

(PRUITT B. H., SMITH G. D., *op.cit.*)

184 *Ibid.*

185 STALEY J.T., "History of wrought-aluminum-alloy development", in Aluminum alloys- contemporary research and applications, Treatise on Materials science and technology, vol.31, Part I, Ed. A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Academic Press Inc., USA, 1989, p. 6.

186 *Ibid.*

187 PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 6, été 1990.

188 DIX E.H., « Alclad a new corrosion resistant aluminium product », National advisory Comitee for Aeronautics, Technical Note n°259, August 1927.

189 STALEY J.T., *op.cit.*, p. 6.

190 PRUITT B. H., SMITH G. D., *op. cit.*

191 https://www.alcoa.com/mill_products/north_america/en/product.asp?prod_id=595

192 TOURNAIRE M., « Un nouvel Alliage léger à très haute résistance. Le Zicral (A-Z8GU) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°126, Paris, 1946, p. 304.

en impureté comme le fer et le silicium, effort qui n'a pas été réalisé pour le Duralumin classique. Cette minimisation des teneurs en ces éléments continue d'ailleurs jusque aujourd'hui avec l'enregistrement par les États-Unis en 2014 du 2824 (Tableaux 4 et 5). Grâce à ce nouveau duralumin A-U4G1, la réduction du poids des avions a permis de transporter plus d'essence, les transports intercontinentaux réguliers ont pu alors être envisagés et réalisés dès 1934.

Duralumin / A-U4G / 2017	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Ti
Duralumin_1921 ¹⁹³ Conférence	Base	3 5	0,5	0,5	nc*	nc*	nc*
A-U4G_1943 ¹⁹⁴ Brochure de l'Aluminium Français	Base	3,7 4,7	0,4 1,1	0,3 0,8	0,1 0,7	0,5 max	nc*
2017_1954 ¹⁹⁵ Enregistrement par l'Aluminium Association Inc. (USA)	Base	3,5 4,5	0,4 0,8	0,40 1	0,20 0,8	0,7	0,15
A-U4G_1957 ¹⁹⁶ Norme AIR 3350/C	Base	4	0,7	0,5	0,5	0,5 max	0,2 max
2017A_1972 ¹⁹⁷ Enregistrement par l'European Aluminium Association	Base	3,5 4,5	0,4 1	0,40 1	0,20 0,8	0,7	0,15

Tableau 4 : Évolution des moyennes ou valeurs limites de composition de l'A-U4G de 1921 à 1972

***nc : valeur non communiquée**

193 GUERIN R., « conférence faite le 6 mars 1921 sur l'aluminium (Emplois industriels du Métal et de ses principaux Alliages) », Conservatoire national des arts et métiers. Deuxième série ; 9, Eyrolles, Paris, 1921, 87 pages, pp. 35-39.

194 L'Aluminium Français, *Symbolisation des alliages d'aluminium*, Paris, Novembre 1943, 20 pages, p.5.

195 *International Alloy Designation and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*, Registration Record Series, Teal Sheets, The Aluminum Association, January 2015, 38 pages, p. 2.

196 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p., p. 3.

197 *International Alloy Designation and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*, op. cit., p. 2.

A-U4G1 / 2024		Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Ti
A-U4G1_1943 ¹⁹⁸								
Brochure de l'Aluminium Français	Base		3,5	0,9	0,9	0,2	0,5 max	nc*
			4,5	1,7	1,5	0,9		
2024_1954 ¹⁹⁹								
Enregistrement par l'Aluminium Association Inc.(USA)	Base		3,8	1,2	0,3	0,50	0,50	0,15
			4,9	1,8	0,9			
A-U4G1_1957 ²⁰⁰								
Norme AIR 3350/C	Base		4,25	1,5	0,7	0,4 max	0,5 max	0,2 max
2124_1970 ²⁰¹								
Enregistrement par l'Aluminium Association Inc. (USA)	Base		3,8	1,2	0,3	0,2	0,3	0,15
			4,9	1,8	0,9			
2024A_1996 ²⁰²								
Enregistrement par	Base		3,7	1,2	0,15	0,15	0,20	0,15
L'Association Française de l'Aluminium (AFA) (France)			4,5	1,5	0,8			
2824A_2014 ²⁰³								
Enregistrement par l'Aluminium Association Inc. (USA)	Base		3,7	1,1	0,5	0,08	0,11	0,15
			4,3	1,6	0,9			

Tableau 5 : Évolution des moyennes ou valeurs limites de composition de l'A-U4G1 de 1943 à 1972

***nc : valeur non communiquée**

198 L'Aluminium Français, *Symbolisation des alliages d'aluminium*, Paris, Novembre 1943, 20 pages, p.5.

199 *International Alloy Designation and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*, op. cit., p. 3.

200 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, op. cit., p. 3.

201 *International Alloy Designation and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*, op. cit., p. 3.

202 *Ibid.*

203 *Ibid.*

Le 17S et plus particulièrement le 24S, ont été considérés comme les deux principaux alliages aéronautiques à haute résistance jusqu'à l'apparition de l'aluminium-zinc-magnésium-cuivre devenu aujourd'hui un matériau de base²⁰⁴. La recherche menée sur la forme A-Z8GU de cet alliage a débuté dès les années 1920 dans plusieurs pays tel que les États-Unis, la France, l'Allemagne, l'Angleterre²⁰⁵ et le Japon²⁰⁶. Cependant suite à des problèmes de corrosions sous tension il n'a pu être utilisé qu'après la Seconde Guerre mondiale. C'est le chercheur J.A. Nock d'Alcoa qui découvrit en 1943 la solution au problème par une addition de 0,2% à 0,5% de chrome. Un nouvel alliage a alors été mis au point, nommé 7075-T6 par Alcoa et A-Z5GU en France. Ce dernier présente une résistance à la traction intéressante de l'ordre de 60 kgf/mm² contre 45 kgf/mm² pour le duralumin. Il a donc été utilisé en France malgré qu'il soit plus difficile à mettre en forme. Le 7075-T6 a fini par s'imposer et reste encore aujourd'hui l'alliage d'aluminium majoritairement utilisé en aéronautique. Par la suite durant les années 1950, l'entreprise a déplacé son objectif : Alcoa ne chercha plus à mettre au point de nouveaux alliages mais leur meilleure utilisation par leur conception et méthode d'assemblage²⁰⁷.

3.2. Les progrès de la production, de la mise en forme et des traitements thermiques

Pendant la Seconde Guerre mondiale, d'importantes améliorations de production et de mise en forme de l'aluminium et de ses alliages ont été mis au point dont la coulée et le laminage continu sur laminoir à quatre cylindres. Ces avancées sont principalement dues à une recherche d'automatisation des usines afin de réduire la main-d'œuvre et d'accélérer le rythme de production²⁰⁸. Mais elles ont également permis d'obtenir un métal avec une texture plus régulière et une composition plus homogène.

L'alliage est tout d'abord élaboré directement dans un four de fusion par mélange d'aluminium primaire et d'éléments d'addition. Le métal, avant transformation, est ensuite coulé sous deux formes : en plaque pour le laminage ou en billette²⁰⁹ pour le filage. Les

204 PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 6, été 1990.

205 TOURNAIRE M., «Un nouvel Alliage léger à très haute résistance. Le Zical (A-Z8GU) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°126, Paris, 1946, p. 304.

206 STALEY J.T., "History of wrought-aluminum-alloy development", in *Aluminum alloys- contemporary research and applications*, Treatise on Materials science and technology, vol.31, Part I, Ed. A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Academic Press Inc., USA, 1989, p. 18.

207 PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 6, été 1990.

208 GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°127, Paris, 1946, pp.340-342.

209 Les billettes se présentent sous la forme de longs cylindres pleins, de différents diamètres, qu'il faut découper en lopins de longueurs spécifiées par le client.

lingotières limitant la taille des lingots disponibles pour le forgeage des hélices, une réflexion sur un procédé ne limitant plus la taille de ces blocs démarre dans les années 1930²¹⁰ et mène à la mise au point de la coulée continue. Au sortir de la guerre, ce procédé a constitué un net progrès en Europe et aux États-Unis²¹¹. Par cette technique, l'aluminium en fusion est coulé dans une coquille fortement refroidie. De sections variables, son fond est remplacé par un piston hydraulique mobile. Partiellement solidifié dans la coquille, le métal descend alors par gravité en prenant appui sur ce piston de façon à maintenir constant le niveau de métal liquide dans la lingotière. C'est la course de ce dernier qui limite en pratique la longueur du lingot²¹². En effet la coulée réellement continue n'est possible que par l'utilisation d'une scie volante découpant le lingot sans arrêter l'écoulement du métal. En 1946, seules quelques usines américaines et anglaises sont allées jusqu'au poste continu. La coulée est donc le plus souvent en réalité semi-continue, l'opération reprenant à l'origine lorsque le piston est en fin de course²¹³ (figure 5).

(BRAHIMI N., « optimisation de l'utilisation du métal pour les opérations de filage d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M3148, 2012, p.3, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.)

210 TSCHUDNOWSKY J.-R., « La transformation et les demi-produits », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p.182.

211 DUMAS A., « Fabrication et transformation de l'aluminium », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°121, Paris, 1946, p.119.

212 GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°127, Paris, 1946, p.340.

213 TSCHUDNOWSKY J.-R., « La transformation et les demi-produits », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p.182.

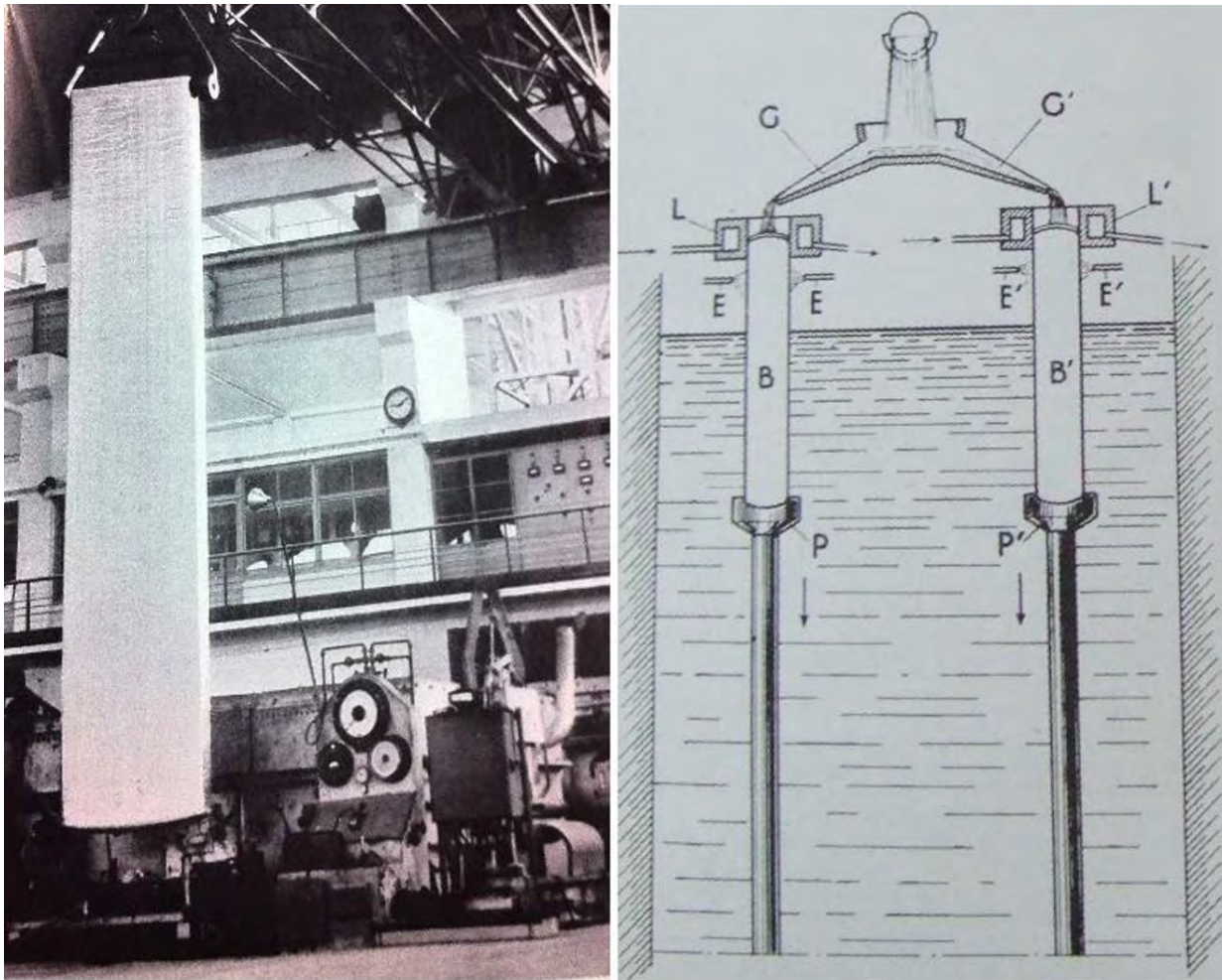


Figure 5 :

(Gauche) Exemple de plaque de laminage issue de la technique de la coulée continue à Issoire.

(Revue de L'Aluminium, n°211, Paris, juin 1954, p.183 – Coll. Institut pour l'Histoire de l'Aluminium)

(Droite) Procédé de coulée continue. Les goulottes G alimentent les lingotières L fortement refroidies par une circulation d'eau. Les billettes B soutenues par les pistons hydrauliques P sont également refroidies à leur sortie des lingotières par des jets d'eau E au fur et à mesure de leur descente.

(Revue de L'Aluminium, n°127, Paris, novembre 1946, p.340 – Coll. Institut pour l'Histoire de l'Aluminium)

Cette technique de coulée permet une production plus simple et donc plus fluide en éliminant le nourrissage de lingotières. Elle permet ainsi une économie de main-d'œuvre mais aussi une amélioration de la qualité des plaques et billettes. Elle permet en effet une solidification par tranches minces et donne aux alliages une texture beaucoup plus fine que celle obtenue par la solidification d'une grande quantité en un seul bloc²¹⁴. Le refroidissement étant plus homogène dans le métal liquide avec la coulée continue, la texture du métal est plus régulière et sa composition plus homogène, ce qui améliore nettement les caractéristiques

214 TSCHUDNOWSKY J.-R., « La transformation et les demi-produits », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p.182.

après corroyage²¹⁵. Dans les années 1950 le métal destiné au laminage et au filage est presque toujours coulé par ce procédé de coulée semi-continue²¹⁶. L'augmentation de la vitesse de refroidissement du métal a toutefois un inconvénient : le risque de tapure²¹⁷ limite les épaisseurs et diamètres des demi-produits. En 1954, pour un alliage de type duralumin, l'épaisseur maximum des plaques à laminier est voisine de 300mm²¹⁸. Les billettes dépassent difficilement 500mm de diamètre^{219, 220}.

Par la relative facilité avec laquelle une petite usine de transformation peut être équipée et la protection douanière que la plupart des pays ont établie dans les années 1950 pour favoriser leurs usines nationales, la transformation de ces lingots est ensuite généralement exécutée dans les pays consommateurs. Le marché mondial d'exportation de demi-produits ou de produits finis ne concerne d'ailleurs pas plus de 5% de la production mondiale de métal brut²²¹.

Le laminage de l'aluminium est un procédé de transformation par passage du métal entre deux cylindres lisses ou à motifs tournant en sens inverse, ce qui provoque une réduction en continu par déformation plastique de l'épaisseur de la plaque de coulée initiale (Figure 6). En 1946, afin d'éviter l'apparition de cristallisation grossière lors des opérations suivantes tel que l'emboutissage ou le pliage de la tôle, l'homogénéisation du lingot ou de la plaque, le contrôle des températures de laminage et l'attention aux limites d'écrouissage entre deux opérations de recuit sont déjà introduites dans les ateliers. Ces étapes ont aussi permis d'obtenir des duralumins plus malléables pour notamment faciliter son emboutissage, chaudronnage et la pose des rivets²²².

Les laminoirs duo destinés au laminage du cuivre ont été les premiers à être utilisés. Puis les types trio et quarto les ont progressivement remplacés²²³. Les laminoirs trios ont été mis au point entre 1927 et 1930, lors de la construction des premiers ateliers de laminage lourd en France à Faremoutiers et à Rive-de-Gier. Les cages y ont été élargies jusqu'à deux mètres et

215 DUMAS A., « Fabrication et transformation de l'aluminium », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°121, Paris, 1946, pp. 116-117.

216 MATTER J., « Conséquences industrielles de l'œuvre de Sainte-Claire Deville », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, pp.103-116, p.110.

217 Fissure provoquée dans le métal provoquée par un refroidissement rapide. (<http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/tapure/76677>)

218 Les lingots de laminage font aujourd'hui jusque 1219mm d'épaisseur, avec une épaisseur classique allant de 250 à 600mm. (Patrick Deneuille, *Mise en forme de l'aluminium – Laminage*, 2010, 23 pages, p.2).

219 Les billettes peuvent faire un diamètre de 152mm à 457mm. (http://www.cgrda.ca/wpcontent/uploads/2013/07/Feuillard30_Extrusion.pdf)

220 TSCHUDNOWSKY J.-R., *op. cit.*, p.182.

221 TSCHUDNOWSKY J.-R., *op. cit.*, pp. 181-191.

222 DUMAS A., « Fabrication et transformation de l'aluminium », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°121, Paris, 1946, pp. 115-119, p.118

223 *Ibid.*

les laminoirs de dégrossissage renforcés pour pouvoir admettre les plaques passées de 100 à 400kg grâce au progrès de la fonderie. Les premiers laminoirs quarto ont été mis en service en France en 1935. Grâce à leur efficacité, la fabrication de tôle individuelle est passé à celle de débitage de bande pour aboutir à la conception du laminage continu (figure 7). A parti de cette étape, la longueur n'a plus été une préoccupation. Le format des bandes laminées n'a été limité que par la largeur des rouleaux de laminage²²⁴.

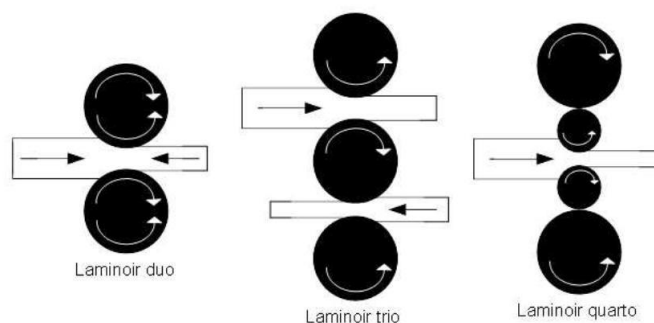


Figure 6 : Principe de fonctionnement des laminoirs duo, trio et quarto

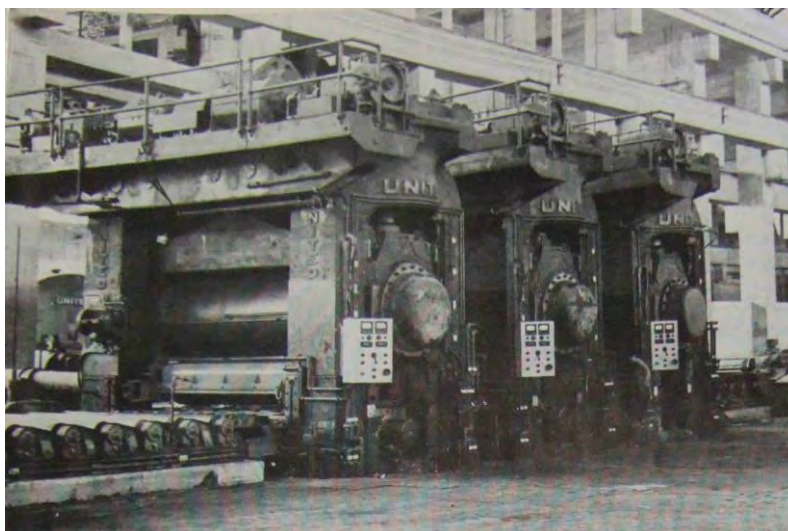


Figure 7 : Train continu à trois cages à chaud, *L'usine de la Société Centrale des Alliages Légers*, Rio Tinto France, Archives Pechiney. Collection historique, Direction Générale, cote 001-16-20502

C'est avec la production intensive de tôles de la Seconde Guerre pour la construction d'avions qu'il a fallu augmenter le rythme de production des produits laminés. Le train continu a donc été introduit dans les nouvelles installations de laminages des alliages légers. Cette technique consiste à disposer en série un nombre suffisant de cages à quatre cylindres pour passer directement du plateau coulé aux produits laminés de grande longueur²²⁵. L'intérêt des

224 TSCHUDNOWSKY J.-R., « La transformation et les demi-produits », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p.186.

225 GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de*

laminoirs à quatre cylindres est d'utiliser deux cylindres de travail de petit diamètre dont l'effet de laminage est meilleur et qui permettent des passes plus importantes sur de plus grandes largeurs. Les deux autres cylindres n'interviennent que pour servir d'appuis aux précédents : leur grand diamètre évite toute déformation des cylindres de travail, augmente l'endurance de l'ensemble et assure une régularité remarquable des épaisseurs laminées²²⁶.

Cette évolution est à mettre en relation avec la construction de l'usine de transformation d'Issoire destinée à fabriquer des tôles très larges pour l'aéronautique. Ce type de tôle a été réclamé dès 1929 par les avionneurs français, pour arrêter de se fournir en Suisse produisant des formats introuvables en France²²⁷. Cette idée a donc été étudiée aux usines de Faremoutiers de la Société du Duralumin dès 1938, par l'adaptation des récents trains continus des aciéries américaines pour le laminage des alliages légers²²⁸. Cette étude a finalement abouti par une commande aux américains du premier train où se succèdent trois cages de quatre cylindres, tel que celui de la figure 7, destiné à une nouvelle usine de laminage. Cette nouvelle usine commandée en 1939 par l'Ingénieur général Dautry du Ministère de l'Armement, afin de faire face aux besoins de guerre pour la construction d'avions militaires grâce à des bandes d'alliages d'aluminium pouvant atteindre une largeur de 2m80. Cette dimension inhabituelle pour l'époque, a été prévue afin d'éviter au maximum les zones fragiles que représentent les parties rivetées²²⁹. L'équipement prêt à être expédié en juin 1940, est finalement restée sur place suite à la défaite française et à l'Occupation. Elle a été montée en 1941 dans la nouvelle usine de Listerhill (Alabama) de la Reynolds Co. Peu après, Alcoa a poussé plus loin encore cette adaptation et s'en est servi non seulement pour le laminage à froid mais aussi à chaud²³⁰.

Au lendemain de la Seconde Guerre mondiale, ce projet de nouvelle usine de laminage en France n'a pas été abandonné mais transposé à l'usine d'Issoire de la Société Central des Alliages Légers²³¹. Cette dernière a été construite à l'échelle des grandes américaines afin d'obtenir des prix de revient comparables et de rester concurrentielle.

ses applications, n°127, Paris, 1946, p.341.

226 *Ibid.*

227 LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages, note 581, p. 482.

228 GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°127, Paris, 1946, p341.

229 HORNUS J.-C., « Dix ans d'innovation technique et commerciale à l'usine d'Issoire, 1955-1965 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°10, été 1992.

230 DUMAS A., « Fabrication et transformation de l'aluminium », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°121, Paris, 1946, p.117.

231 GUILLEMIN J., *op.cit.*, p.341.

À cette époque, une usine procédant au laminage continu est constituée de ²³²:

- Un dégrossisseur à chaud, réversible et à quatre cylindres, capable d'abaisser l'épaisseur des plaques jusqu'à 20mm,
- Un train de trois à cinq cages successives à chaud à quatre cylindres disposés en tandem et faisant varier l'épaisseur de 20mm à 3 ou 4mm, la bande passant de façon continue d'un laminoir au suivant,
- Un train de deux cages successives à froid à quatre cylindres, également en tandem, abaissant l'épaisseur de 3 ou 4mm à 1mm et même 0.5mm si besoin,
- La bande est ensuite enroulée sur de grosses bobines pour être ensuite planée et débitée à la demande ou laminée de nouveau pour atteindre de plus faibles épaisseurs.
-

Pour la mise en forme de ces tôles, la tendance a également été à l'automatisation et à la rationalisation de la fabrication par la mécanisation. Le travail des chaudronniers a alors été en partie remplacé par des procédés d'avant-guerre repris et améliorés²³³ :

- Le travail de matriçage²³⁴ à la presse hydraulique ou mécanique avec poinçon et matrice en acier ou même en fonte,
- Le travail de forge au mouton²³⁵ à corde ou au mouton pneumatique avec un outillage en Kirksite²³⁶,
- L'emboutissage²³⁷ sur caoutchouc par presse hydraulique. Il s'est largement diffusé utilisant des presses de 1500 à 5500 tonnes avec des plateaux allant jusqu'à 1m de large sur 3m de long et même d'avantage. Les outillages en Masonite (bois stratifiés et imprégnés) ont eu la préférence. Pour éviter toute perte de temps les presses sont desservies d'une façon continue par des plateaux coulissant préparés à l'avance.

Les deux derniers moyens s'appliquent particulièrement aux tôles de capotage²³⁸ et de

232 *Ibid.*

233 GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°127, Paris, 1946, p341.

234 Technique consistant à forger à chaud l'aluminium à l'aide d'une matrice qui sert à reproduire une empreinte. (<http://www.universalis.fr/dictionnaire/matricage/> consulté le 26/06/2016)

235 Machine à forger dans laquelle la masse frappante, munie d'un poinçon, agit par simple gravité, la remontée de la masse après chaque opération de frappe s'effectuant par un mouvement mécanique. (<http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/mouton/53006> consulté le 30 mai 2016)

236 Alliage de zinc contenant une faible proportion d'aluminium, de cuivre et de magnésium. (<http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/Kirksite/45581> consulté le 31 mai 2016)

237 Opération de formage à froid d'une plaque de métal mince, ou flan, par serrage dans une forme en acier ou en fonte, donnant des produits de forme non développable. (<http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/emboutissage/28642?q=emboutissage#28512> consulté le 30 mai 2016)

238 Recouvrement d'un moteur, d'une machine par un capot en tôle ou en alliage léger. (<http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/capotage/12949?q=capotage#12789> consulté le 30 mai 2016)

revêtement.

Dans les années 1950, on obtient donc couramment des plaques de 300mm d'épaisseur ébauchées à chaud sur des laminoirs quarts réversibles²³⁹ puis passées directement sous un train continu de trois à sept cages allant jusque trois mètres de large. Ces ébauches sont ensuite reprises à froid, parfois après recuit, sous des trains à froid à cage unique ou à train continu jusqu'à l'épaisseur désirée. Ceci avec éventuellement des recuits intermédiaires. Le format le plus classique des tôles finales est de 2 mètres sur 1, mais il existe de grands formats destinés aux revêtements pouvant aller jusqu'à 10m de long mais dépassant rarement 2m50 de large^{240, 241}. Un dispositif spécial permet, sur certains laminoirs, d'obtenir des tôles à épaisseur variable dans les longueurs applicables en aéronautique. Pour cela, l'écartement des cylindres du laminoir varie pendant le laminage en synchronisation avec les vitesses de serrage et de laminage. Le profil est obtenu en plusieurs passes d'approximation de plus en plus approchées avec des recuits intermédiaires éventuels. Ce qui permet de rigidifier les revêtements aéronautiques sans pour autant réussir à éviter totalement les nervures de raidissements rivetées ou soudées par points aux tôles²⁴².

Les tôles ne sont pas le seul produit que le laminage est capable de produire. Cette technique pratiquée entre des cylindres cannelés permet également de produire des profilés simples, des fils ou des barres de différentes sections. Mais cette technique de laminage à chaud nécessite de dix à vingt étapes à partir d'une billette et exige du matériel lourd. Seuls les américains ont un tonnage assez important à produire pour utiliser le laminage à chaud pour ces produits de façon courante²⁴³.

En Europe dans les années 1950, tous les profilés de petites séries sont donc filés à la presse. Ce procédé de déformation, bien qu'utilisé pour le plomb depuis 1797 puis développé pour les métaux cuivreux durant le 19^e siècle, n'a été réellement appliqué industriellement pour l'aluminium qu'au début des années 1920. Depuis il a connu une utilisation croissante avec un saut sensible à partir des années 1960 avec l'utilisation importante des profilés en alliage d'aluminium dans le domaine de menuiserie métallique. Le filage direct consiste à pousser la billette réchauffée²⁴⁴ dans un conteneur creux, lui-même chauffé, par l'intermédiaire d'un

239 Capable de faire passer la plaque dans un sens puis dans un autre pour l'amincir. Elles sont en général utilisées parce que la longueur des plaques n'est pas suffisante pour s'engager dans plusieurs cages successives. (TSCHUDNOWSKY J.-R. , « *La transformation et les demi-produits* », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, pp. 186.)

240 TSCHUDNOWSKY J.-R., *op.cit.*, p. 188.

241 BESNARD M., « fiche D1 – septembre 1951 : les formats des tôles d'aluminium et d'alliages d'aluminium », *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, Paris, 1955, pp.345-346.

242 TSCHUDNOWSKY J.-R. , « *La transformation et les demi-produits* », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, pp. 188.

243 *Ibid.*

244 De 350°C à 500°C aujourd'hui selon la complexité de la pièce désirée.

piston. La billette finie par passer à travers une ouverture et poursuit son chemin à travers une filière qui lui donne la forme voulue²⁴⁵. Cette technique, comme pour le laminage, provoque un allongement des grains du métal. Les caractéristiques mécaniques suivant cette structure, sont plus élevées dans le sens long de la fibre que pour un autre mode de fabrication. Mais l'inconvénient de cette technique réside dans les anomalies de structure qu'elle provoque. A cause de la forte déformation que subit le métal, des variations de vitesse d'écoulement apparaissent. Par cette différence de vitesse, les zones d'écoulement retardée ont un grain plus grossier que dans les zones d'écoulement à vitesse normal. Et les zones intermédiaires, appelées zones de remous, sont soumises à une friction et un échauffement. Elles recristallisent alors en gros grains qui se retrouvent dans les produits finis. Elles peuvent être à l'origine de décollement intergranulaire lors de déformations ultérieures. Ces faiblesses ne peuvent être tolérées en construction aéronautique, qui demande fréquemment des pièces de grandes dimensions. Le problème a donc été étudié, et la zone d'amorçage de ce retard d'écoulement repéré. Les zones à risque ont pu être éliminée en découpant et en mettant au rebut les portions correspondantes du profilé²⁴⁶.

Une fois les pièces mises en forme, elles subissent un traitement thermique de durcissement structural, comme décrite dans le thème 3, afin d'atteindre les propriétés mécaniques souhaitées.

La mise en solution doit permettre la diffusion à l'état solide des éléments à l'intérieur de grains, donc plus ils sont petits, plus c'est rapide. Les produits corroyés ont des grains relativement petits et allongés ; un chauffage prolongé n'est donc pas nécessaire. Il est généralement admis dans les années 1950, qu'il suffit de 15 à 30 minutes à la température de mise en solution pour les petites sections très corroyées et d'environ 1 heure pour les plus grosses pièces tel que les barres²⁴⁷.

A la température de mise en solution la plupart des alliages recristallisent, ce qui peut amener à un grossissement des grains, notamment quand il y a eu déformation menant à un écrouissage du métal de l'ordre de 5 à 20% après un recuit ou une trempe précédente. Ce grossissement n'est pas toujours un inconvénient mais plus les grains du métal sont gros, moins il y a de joints de grains qui gênent le mouvement des dislocations. Donc afin d'éviter ce phénomène et avoir les meilleures propriétés mécaniques possibles, il est conseillé de ne

(DELEVAY R., « *Mise en forme de l'aluminium – filage ou extrusion* », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M651 V1, 1997, p.3, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>).

245 DELEVAY R., *op.cit.*, p.3.

246 J.-R. TSCHUDNOWSKY, « *La transformation et les demi-produits* », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p. 186.

247 PENEL P., « *fiche H – octobre 1950 : Le traitement thermique des alliages légers. Première Partie : trempe et revenu* », *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de L'Aluminium* n°170, 173 et 175, Paris, 1950, p. 3.

traiter que les produits n'ayant subis aucun écrouissage depuis le dernier traitement thermique ou au contraire ayant subi un écrouissage suffisant, supérieur à 20%, pour éviter ce phénomène²⁴⁸.

Au cours des années 1950, deux types de fours sont classiquement utilisés : le four électrique à ventilation forcée et les fours à bain de sel. Dans un four électrique sans circulation d'air, les pièces proches des résistances pouvant atteindre 800-900°C risquent de brûler. Au contraire les pièces situées au centre sont moins exposées au rayonnement et mouvement d'air chaud et risquent de ne pas être suffisamment chauffées. Les fours à ventilation forcée évitent ce risque de brûlure en remplaçant les résistances des fours électriques classiques à l'intérieur du four par une circulation à grand débit (2m³/minute par kW de puissance du four utilisé) et vitesse (10 m/seconde – 36km/heure) d'air à 500°C.

Les fours à bain de sels, le plus souvent à chauffage électrique, sont constitués d'un ou de plusieurs sels en fusion dans lesquels la pièce est plongée. Le mélange de sel peut être choisi selon sa température de fusion²⁴⁹ ou selon son agressivité vis à vis des produits chauffés ou des cuves²⁵⁰. Ce mode de chauffage permet une mise à température des pièces massives en 30 minutes contre trois heures nécessaires pour le four à air forcé. Il permet ainsi d'obtenir un grain plus fin qu'avec le chauffage au four sur les produits corroyés. Il a également l'avantage de chauffer d'une façon homogène et d'avoir une grande capacité de production. Mais certains désavantages en limitent l'utilisation : les bains exigent un soin continu, l'introduction de pièces froides dans un bain à haute température peut provoquer des déformations voir des tapures et il provoque des risques de corrosion à cause des nitrites si les produits ne sont pas parfaitement rincés à l'eau courante. De plus, l'introduction d'une trop grande quantité de magnésium, l'addition accidentelle de cyanure ou une température atteignant 570°C peuvent provoquer son explosion²⁵¹.

À l'origine, le traitement de mise en solution est réalisé sur des tôles déjà débitée qui sont chargés à hauteur de quelques centaines de kilogrammes à quelques tonnes dans les fours à air ou à bain de sel. Au vu de la quantité de matière, le métal met des heures à atteindre la température de mise en solution. Et une fois la température atteinte, il faut encore la maintenir

248 *Ibid.*

249 Le mélange 60% NO₃K + 40% NO₂Na fond à 146°-148° et peut être utilisé pour les revenus à partir de 160°C. Ce qui n'est pas le cas du nitrate de sodium NO₃Na qui fond à 310°-315°C. (PENEL P., *op. cit.*, p. 10.)

250 On peut citer le mélange 45% NO₃K + 45% NO₃Na + 9,5% NO₂Na + 0,5% CrO₄K₂. Le nitrate de sodium utilisé comme engrais contient trop de chlorure et sulfate alcalins pour ces bains. Afin de ne pas attaquer la cuve et les alliages légers il est recommandé d'utiliser un nitrate de sodium avec une teneur correspondant à moins de 0,5% de NaCl et une teneur en soufre correspondant à moins de 0,25% de SO₄Na₂. (PENEL P., *op. cit.*, p. 10.)

251 PENEL P., « fiche H – janvier 1951 : Le traitement thermique des alliages légers. Deuxième Partie : équipement et matériel », Encyclopédie du travail de l'aluminium, extrait de la Revue de l'Aluminium n°170, 173 et 175, Paris, 1950, p. 13.

une à deux heures pour une mise en solution complète et obtenir les caractéristiques mécaniques conformes aux normes. Il ne doit ensuite pas se passer plus de 20 secondes entre la sortie du four et la trempe. Il est facile de vider un four électrique même au vertical du bac de trempe mais la situation se complique avec les fours à bain de sel où le déplacement se fait en trois étapes minimums : sortir du bain, amener au bac de trempe et lâcher les pièces dans le bac²⁵².

La société Centrale des Alliages Légers (SCAL) lance alors en 1945 une réflexion sur la faisabilité d'une mise en solution et trempe des tôles en continu des alliages A-U4G, A-U4G1 et A-SG pour l'usine de transformation d'Issoire. Pour savoir si ce projet de fabrication de tôle totalement en continu est réalisable, il a été tout d'abord nécessaire de connaître la durée minimum de mise en solution. Selon les études antérieures une demi-heure de maintien en température était un minimum même pour les petits échantillons tels que les éprouvettes d'essais de traction. Toutefois des recherches au SREPC ont démontré que pour les alliages A-U4G et A-U4G1, 7 à 10 mn étaient suffisantes selon l'épaisseur de la tôle. Le problème de la trempe a ensuite été abordé. Les bandes ne peuvent pas être directement trempées dans un bac d'eau sans présenter d'importantes déformations. Une chambre de trempe par pulvérisation d'eau sous forme de brouillard a donc été mise au point. Avec ce système, la vitesse minimale de défilement en sortie de four a été fixée entre 3 et 5 mètres par minute pour les épaisseurs inférieures à 2mm, et entre 0,8 et 1,5m par minute pour les épaisseurs allant de 2 à 5mm. Cependant, même si le projet est jugé réalisable à l'époque, la mise au point d'un nouveau four a été jugé trop onéreux.

En 1954, SCAL céda la place à Cégédur qui mis en route un nouveau four de la marque Stordy en avril de la même année pour le recuit des tôles en continu. Ce four présentant d'excellentes qualités que ce soit pour la vitesse de montée en température ou sa constance dans la température de maintien, il a été décidé de reprendre le projet et de commander une chambre de trempe par brouillard mise en place en décembre 1954. Des essais ont alors été réalisés sur les duralumins destinés à l'aviation en 1955. Suite aux bons résultats, ce four a été utilisé pour des tonnages important et cette technique est rapidement devenue courante. Suite à ces observations, en 1959, un nouveau four a été cette fois-ci spécialement commandé pour ce traitement et mis en place à Issoire dès la fin de 1960.

Suite à leur mise en solution et trempe, les produits en A-U4G atteignent les propriétés mécaniques souhaitées par maturation. Même si dans ce cas, l'alliage évolue encore après plusieurs années, il est considéré que les caractéristiques définitives sont atteintes au bout de 4

252 PENEL P., « fiche H – octobre 1950 : Le traitement thermique des alliages légers. Première Partie : trempe et revenu », *Encyclopédie du travail de l'aluminium, extrait de la Revue de l'Aluminium n°170, 173 et 175, Paris, 1950*, p. 5.

jours pour une température ambiante voisine de 20°C. Certaines nuances d'A-U4G riche en silicium et magnésium peuvent être soumises à un revenu de 6 à 8h à 175°C pour augmenter leur limite élastique mais aux dépend de l'allongement. Les produits en A-U4G1 sont aussi généralement utilisés après maturation. Mais si la pièce laminée a été soumise à un écrouissage de 3 à 6% après la trempe, le revenu peut lui donner de meilleures propriétés mécaniques. Il faut tout de même faire attention dans les cas des tôles plaquées d'aluminium pur de type Alclad. Ces plaquages sont fins et représente 5% de l'épaisseur de la tôle sur chaque face. Il suffit donc pour les tôles minces d'un chauffage de 40 à 60 minutes pour que le cuivre de l'alliage se diffuse dans le placage et annule son effet protecteur. Dans ce cas les recuits sont donc à éviter et la mise en forme se fait sur trempe fraîche.

4. Le Breguet 765 « Sahara » n°504 64-PH dans ce contexte

Les documents utilisés pour replacer le Breguet 765 « Sahara » n°504 64-PH ne proviennent pas d'un fond unique. Pour le moment nos principales sources sont l'Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, le centre d'archives de Châtelleraut du Service Historique de la Défense, le centre de documentation du Bourget, la bibliothèque des sciences et techniques de la cité de sciences et l'association des Ailes Anciennes Toulouse.

De façon générale, les différents alliages de type duralumin utilisés ainsi que leurs normes et propriétés mécaniques pour l'aéronautique peuvent être retrouvés dans les catalogues de vente d'usine de production tel que la société Duralumin²⁵³, mais également dans les documents techniques spécialisés dédiés au consommateur produit par l'Aluminium Français ou la Revue de l'Aluminium. Les techniques de fabrication et d'assemblage sont également décrites dans des documents techniques spécialisé produits par l'Aluminium Français ou la Revue de l'Aluminium. Les documents scientifiques et techniques de cette dernière permettent de leur côté de connaître les problèmes rencontrés avec ces alliages et les solutions proposées.

En ce qui concerne le Breguet 765 Sahara n°504 64-PH, son carnet de vol n'ayant pas été retrouvé, l'histoire de l'avion lors de son utilisation est assez vague jusqu'à sa récupération par les Ailes Anciennes Toulouse documentée par les bénévoles²⁵⁴.

253 Entreprise de transformation de l'aluminium pour la production et la vente de demi-produits en duralumin et cuivre. Elle est à l'origine de la Compagnie Générale du Duralumin et du Cuivre (Cégedur) apparue en 1943 suite à une fusion avec la Compagnie Générale d'Électrochimie.

254 HARTMANN D., *Sauver Brigitte ou le sauvetage et la récupération du Breguet 765 « SAHARA » d'Evreux à Toulouse*, Association des Ailes Anciennes Toulouse, disponible sur Calaméo : <http://fr.calameo.com/read/00005696120f715bd48ac>, Consulté en février 2013.

Différents types de documents le concernant viennent directement du constructeur. Certains apportent des informations à propos du contexte, des conditions de production et d'entretien de l'avion :

- Le marché et ses avenants pour la construction de la série 765 et quelques rapports de présentation de ces dernières.

- Procès-verbaux de réunion :

 - De la Commission locale des modifications des avions Breguet 765

 - Pour l'organisation du mode de production des Breguet 765

D'autres comme les standards décrivent les matériaux et pièces utilisées par la société Breguet :

- a) Le standard 38 de l'usine de Vélizy :

Ce standard, sûrement incomplet, a été déposé par André Boutet²⁵⁵, aux Ailes Anciennes Toulouse. Il contient des fiches identifiées par un titre et un numéro précédé des lettres « Br. ». L'édition des fiches s'étend pour cette version de 1946 à décembre 1954 (figure 8).

- b) Le Standard d'Anglet dont le numéro est inconnu :

Ce standard est plus tardif et comprend des fiches allant de 1951 à 1959. Il y est spécifié que ce document concerne exclusivement les Breguet 761 à 765, Breguet 960 et 1050, ainsi que les planeurs. Pour les autres modèles, il est indiqué qu'il faut se référer au standard 55 (figure 9).

255 Bénévole des Ailes Anciennes Toulouse ayant participé au sauvetage de l'avion et travaillé en tant qu'ingénieur pour Latécoère, Dewoitine et Breguet.

ALLIAGES LÉGERS D'ALUMINIUM.																
Designation commerciale	Designation Normes AFNOR A02001	Traitements	forme	Caractéristiques Mécaniques Mini (1)											Observations	
				R	R ₅	R ₁₀	R ₁₅	R ₂₀	R ₂₅	R ₃₀	R ₃₅	R ₄₀	R ₄₅	R ₅₀		R ₅₅
ALLIAGES CORROYÉS																
ALU-99,5% (1)	A5	Recuit		7,5	6	11,25	8,5	4	38	5,2				6700	2,7	On peut attendre 20 ^h par écrouissage
RIVALURAL 335	A-U3G	E-500 ^h -Vieilli 1 mois Recuit - Ecroui		35	27			18	28	25						Spécial pour Rivets.
DURALUMIN	A-U4G	E-495 ^h -Vieilli 4 jours	Tôles Barres Tubes Profils	40 42		60 63	45 47,5	27 28	15 13	28 29	100 100	12 12	7000 7000	2,8	Revêtements Structures	
VEDAL (4)	A-U4G plaqué	E-495 ^h -Vieilli 4 jours	Tôles	40 42		60 63	45 47,5	27 28	15 13	28 29	100 100	12 12	7000 7000	2,8	Même emploi que l'A-U4G. Résiste à la corrosion.	
DURAL FR. (1)	A-U4G1	E-500 ^h -Vieilli 4 jours	Tôles	45		67,5	50,5	32	14	31	110	14	7000	2,8	Revêtements - Étirés	
DURAL FR. (4)	A-U4G1 plaqué	E-500 ^h -Vieilli 4 jours	Barr. Prof.	48		72	54	34	12	33	110	14	7000	2,8	Profils à haute résistance	
ZICRAL LEGEDUR T60 (TLH) (1)	A-Z8GU	E-465 ^h -R135 ^h 8 ^h	Tôles plaq. Barr. Prof.	52 60		68 90	58,5 67,5	44 55	8 5	36 42	160 160	16	7000 7000	2,8	Plaquage Alliage Zn (1)	
ALUMAG ou DURALINOX	35 A-G3 50 A-G5 65 A-G7	Recuit (2) Recuit (2) Recuit (2)	Tôles Tubes Petits prod.	20 30 32	15 21 24	30 45 48	22,5 33,75 36	14 19 16	18 21 20	44 49 22	45 65 70	12 14	7000 7000 7000	2,67 2,67 2,67	Soudure facile. R écrouissage ≤ 34 ^{kg} Soudure normale R " ≤ 40 ^{kg} Soudure très délicate R " ≤ 40 ^{kg}	
ALLIAGES DE FONDERIE																
ALU 99,5% (1)	A-5	Non traité	Sable	7,5	6	11,25	8,5	4	19	5,2			6700	2,7	Très ductile, peu oxydable, bon allongement.	
ALLIAGE Y	A-U4N	E-500 ^h -R200 ^h 8 ^h Non traité (2)	Sable Coquille Sable Coquille	17 20 16 18		25,5 30 24	18,25 22,5 18	12 12	0,5 0,5 0,5	12 14 11	80 85 70		7000 7000 7000	2,7 2,7 2,7	Pièces résistant à la chaleur.	
W.41-AP	A-U5GT	E-515 ^h -Vieilli 5 jours	Sable Coquille	28 30		42 45	31,5 33,5	18 20	3 5	19,5 21	78 85	9	7000 7000	2,8 2,8	Élaboration délicate. À réserver pour les pièces de fatigue.	
ALPAX β	A-513	Non traité (2)	Sable Coquille	17 18	12	25,5 27	18,25 20,25	8 8	4 3	12 12,5	55 60		7000 7000	2,65 2,65	Coulage facile et bonne tenue à la corrosion.	
ALPAX AMELIORE	A-513G	traité	Sable Coquille	20 23	19,5	30 34,5	22,5 26	13 15	1 1	14 16	75 80		7000 7000	2,65 2,65	Coulage facile. R amélioré	
ALPAX AMELIORE	A-510G	E-540 ^h R150 ^h 20 ^h	Sable Coquille	20 23	19,5	30 34,5	22,5 26	13 15	4 1	14 16	75 80		7000 7000	2,65 2,65	Coulage facile. R amélioré	
R-R-50	A-52U-N	Traité	Sable Coquille	15 17		22,5 25,5	17 18,25	12 14	0,5 0,5	10,5 12	55 65		7000 7000	2,65 2,65	Carters, pièces mécaniques sans grande fatigue.	
ALLIAGES ULTRA-LÉGERS DE MAGNÉSIUM.																
ALLIAGES CORROYÉS																
ALLIAGE T	G-M2	Recuit (2)	Tôles, Barr.	19	15	28,5	21,5	10	5	42	40	7	4.200	1,75	Aménagements	
" M1	G-A6Z1	Recuit (2)	Barr. Filés	28		42	31,5	20	10	15	55	10	4.500	1,8	" "	
" M3	G-A7Z1	3 ^h 150 ^h 4 à 6 ^h	P ^h matric	32		48	36	23	8	15	60	12	4.500	1,8	Structures	
ALLIAGES DE FONDERIE																
ALLIAGE F1	G-A6Z3	Non traité	Sable	14	12,75	21	15,75	8,5	2,5	10	53		4.300	1,8	Carters, Supports, Aménagements	
ALLIAGE FT	G-A9	Homog. 400 ^h 24 ^h	Sable	18	13,5	27	19	9	4	12,5	50		4.400	1,8	" " "	
<p>NOTA: (1) Les caractéristiques mécaniques s'entendent en traction sur éprouvettes conformes à la norme 3350/3</p> <p>(2) Les caractéristiques des alliages non traités, écrouis ou non, doivent figurer sur le dessin de la pièce.</p> <p>(3) Les caractéristiques des pièces massives de formes non simples sont fixées dans les conditions particulières de réception (Voir notamment les instructions relatives aux pièces de fonderie Air 3380). Les chiffres donnés sont des minima de dissection lorsque la dissection est exigée, ils sont toujours inférieurs comme caractéristique aux éprouvettes coulées séparément (Voir à ce sujet les feuilles 17 et 22 de la Norme Air 3380).</p> <p>(4) Au-dessus de 8/10, tenir compte de l'affaiblissement dû au plaquage.</p> <p>(5) Certaines valeurs de R ne peuvent dépasser 3/4 RE pour être conformes à la Norme 2.004 C.</p>																

ATELIER D'AVIATION
L. BREGUET
UMH DE VELEZ

ÉDITION : Décembre 1954.

Br. 121

ALLIAGES D'ALUMINIUM ET DE MAGNÉSIUM.

EXTRAIT DE:
AIR-3.350-3.380

Figure 8 : Standard Breguet, fiche Br.121, Alliages d'aluminium et de magnésium
André Boutet, fonds Ailes Anciennes Toulouse

STANDARD		ALLIAGES D'ALUMINIUM ALLIAGES CORROYÉS										Br. 201 Feuille 1	
Designation Commerciale	Designation Normes AFNOR Accro	Traitements	Forme	CARACTERISTIQUES (1) MECANIKES - MINI					Module E	Dmale d	Observations		
				R	R _{0.2}	R _{0.01}	A%	Hb				f	
ALU 99,5%	A 5	Recuit Ecroi dur	Tôles Barres Tubes Profils	75 15	6 15	11,25 8,5 4 13 4	38 5,2		6.700	2,7	On peut atteindre 20% par écrouissage.		
RIVADURAL 335	AU.3 G	E 500 ^h vieilli 1 mois Recuit - Ecroi	Tôles	40		60 45 27 15	28 100	12	7.000	2,8	Spécial pour Rivets. Revêtements.		
DURALUMIN	AU.4 G	E 495 ^h vieilli 4 jours	Barres Tubes Profils	42		63 47,25 28 13	29 100	12	7.000	2,8	Structures		
VEDAL	AU.4 G PLAQUE	E 495 ^h vieilli 4 jours	Tôles	40 42		60 63 47,25 28 13 29	28 100	12	7.000	2,8	Même emploi que l'AU.4 G. Résiste à la corrosion		
DURAL FR	AU.4 G1 PLAQUE	E 500 ^h vieilli 4 jours	Tôles Barres Profils	42 45 48		64 67,5 50,5 32 14 31 110 72 54 34 12 33 110 14 7.000	29 110	13	7.000	2,8	Lamine forgé. Air 3385. Revêtements. Etrés Profils à haute résistance Revêtements. Etrés		
ZICRAL	AZ.5 G U	E 465 ^h R 135 ^h 8h	Tôles Barres Profils	56		84 63 51 7 39	150	15	7.000	2,8	Non plaqués (1)		
ALUMAG OU DURALINOX	(35) A G 3 (50) A G 5 (65) A G 7	Recuit (2) Dressé Recuit (2) Dressé Recuit (2) Ecroi	Tôles Tubes Barres Petits Profils	20 20 30 30 19 32		75 56 42 10 35	35		7.000	2,8	Plaquage Alliage Zn Soudure facile Soudure à l'argon Soudure très délicate		

NOTA (1) Les caractéristiques mécaniques s'entendent en traction sur éprouvettes conformes à la norme 3350
(2) Les caractéristiques des alliages non traités, écrouis ou non, doivent figurer sur le dessin de la pièce.
(4) Au delà de 6% tenir compte de l'affaiblissement dû au plaquage qui sur chaque face est de 5% de l'épaisseur totale.
(5) Certaines valeurs de R ne peuvent dépasser 3/2 E pour être conformes à la norme 2004 C

Extrait de
AIR 3350.3380

Br. 201
Feuille

ATELIERS D'AVIATION
L. BREGUET
ANOLET

Edition Février 1956 - Janvier 1957

Figure 9 : Standard Breguet, fiche Br201 feuille1, Alliages d'aluminium-Alliages corroyés
MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 416 2C5 188, Fiche Standard Br.201, feuille 1, Usine d'Anglet, édition Février 1956 et janvier 1957
(Reproduction interdite)

En ce qui concerne précisément le Breguet 765, trois types de documents traitant entre autres des matériaux sont disponibles :

- Les clauses techniques²⁵⁶ de janvier 1956 qui sont rédigées par l'acheteur. Elles détaillent les dispositions techniques du marché, les normes suivies etc.
- Les plans de construction où sont indiqués les matériaux utilisés.
- Les fiches d'essais de pièces fondues, forgées ou matricée de l'usine Breguet d'Anglet concernant des pièces du Breguet 765. Ces fiches indiquent les essais à réaliser par le transformateur et les résultats attendus. Elles sont réalisées et signées d'un commun accord entre le constructeur et les fournisseurs. En ce qui concerne les pièces en alliage d'aluminium, un de ces derniers semble être les Forges de Bar-sur-Aube (figure 10 et 11).

ATELIERS D'AVIATION L. BREGUET ANGLLET		FICHE D'ESSAI N° 0.0.837		TYPE DE L'APPAREIL : 765	
NORME AIR 3385		EBAUCHE 0.0.837 ET BIS		ATELIERS D'AVIATION L. BREGUET ANGLLET	
- Croquis de la pièce -			Désignation : SUPPORT Pièce n° : 765-234-719 ET BIS Matière : AL4G1 Contrôle matière : NORME AIR 9050 Traitement : E 500° VIEILL: 4h. Catégorie : B n₂ 75 + 75 Sym.		
			ESSAIS (4 - Lot et 1 à 20 2 - Lot 20 à 100 2% Lot > 100) <ul style="list-style-type: none"> 1° Dureté ± 100% 2° Essai dissection 3° Contrôle criques : 100% FLUORESCENCE 4° Radioscopie : NEANT 5° Radiographie : NEANT 6° Examen fibrage pièces disséquées 7° Essai traction (2 sur pièces disséquées) 8° Contrôle dimensions : PLAN 0.0.837 ET BIS - cotes importantes : - cotes générales :		
			Dimensions éprouvettes de traction : φ 4 Résilience UF Caractéristiques imposées : $R = 42$ $E = 27$ $A\% = 12$ $R = 38$ $E = 24$ $A\% = 8$ $K(UF) =$		
Observations : PROFOND 765-0.0.837. POUR NEUR JEUN BELLIN 00.837 EN RELIEF 765-0.0.837 BIS POUR PIÈCE SYMÉTRIQUE BIS.			LEGENDE 		
Signature : <i>[Signature]</i>		Accord du Fournisseur : <i>[Signature]</i> 15.5.57		Date : 24 Avril 1957 ET DU 20.6.57 MODIFIÉ JEUN LITRAE NA/ANC DE, F. DE BARSA. 285-37	
			FORGES DE BAR-SUR-AUBE 72 AV. DE LA LIBÉRATION 52000 BAR-SUR-AUBE		
			TYPE DE L'APPAREIL 765		

Figure 10 : Fiche d'essai de support pour le Breguet 765 _MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 416 2C5 188, Fiche d'essai n°0.0.837, Usine d'Anglet, édition du 24/04/1957 au 20/06/1957 (Reproduction interdite)

256 Service Technique de l'Aéronautique – section Avions, Clauses Techniques Breguet 765, édition n°2 bis, janvier 1956, Centre de Documentation du Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget.

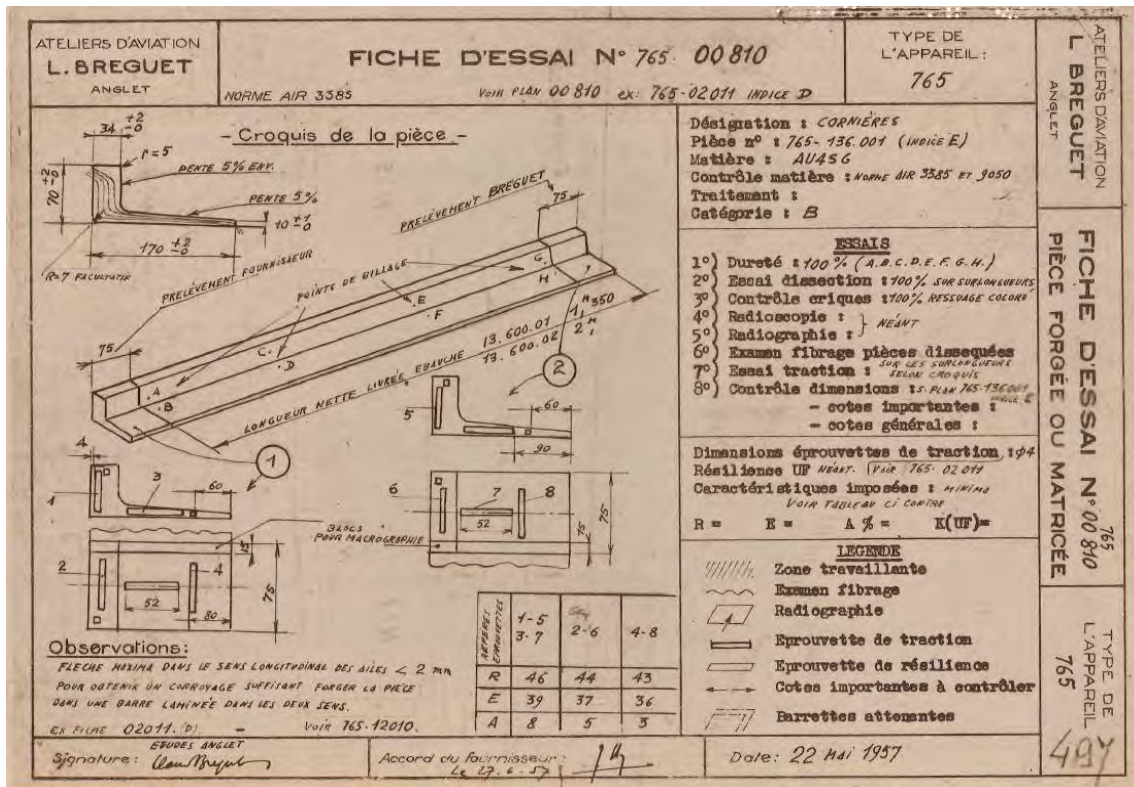


Figure 11 : Fiche d'essai de support pour le Breguet 765_MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 416 2C5 188, Fiche d'essai n°0.0.810, Usine d'Anglet, édition du 22/05/1957 au 27/06/1957 (Reproduction interdite)

Pour chaque pièce est indiqué :

- Son numéro de pièce
- La matière utilisée
- La norme en vigueur pour le contrôle de la matière (AIR 9050)
- Le traitement thermique appliqué

Mais aussi les essais à réaliser, la localisation des échantillons à prélever pour cela et la fréquence des tests :

- Durété
- Contrôle des criques
- Radioscopie
- Radiographie
- Examen du fibrage des pièces disséquées
- Essai de traction avec les caractéristiques attendues
- Contrôle des dimensions

Le manuel d'équipage et la notice descriptive et de fonctionnement – partie planches – décrivent l'avion mais aucune information à propos des matériaux utilisés n'a été retrouvée.

Pour le moment nous n'avons pas rencontré de rapports de test d'usine, ou de rapport scientifique du SREPC sur une question qu'aurait pu lui soumettre Breguet. Nous ne sommes pas non plus en possession de correspondance interne ou de procès-verbaux de réunion concernant le choix des matériaux.

Il est tout de même possible de replacer en partie l'avion dans son contexte historique, politique et technico-scientifique.

4.1. La série des Breguet Deux-Ponts

Dans le contexte d'élan de construction aéronautique d'après-guerre, l'État commande en 1947²⁵⁷ une série d'avions cargo de type « Deux-Ponts » à la Société anonyme des Ateliers d'Aviation Louis Breguet. L'originalité de cet avion, proposé dès la deuxième moitié des années 1930²⁵⁸ par l'ingénieur Georges Ricard²⁵⁹, est son aménagement intérieur à deux niveaux. Après la version 760 d'avant-guerre, le Breguet 761 est développé en 1947 dans le but de fournir un avion militaire français de transport mixte capable d'effectuer des étapes de 2.000km avec des charges importantes. Mais il s'est révélé rapidement sous-motorisé. Les bureaux d'études ont donc modifié la motorisation et l'empennage arrière. Les appareils mis au point par la suite ont été baptisés Breguet 761 S et 763^{260 261}.

257 HAMER A., *Chapitre 5 : La coopération bilatérale : le cargo d'assaut Transall*, in *Un demi-siècle d'aéronautique en France. Les avions militaires*, (coord.) BONNET J., Comité Pour l'Histoire de l'Aéronautique (COMAERO), édité par le Centre des haute études de l'armement, division Histoire de l'armement, Paris, 2007.

258 « Civil types in Paris », *Flight*, 19 novembre 1936, p.552.

Disponible sur <https://www.flightglobal.com/pdfarchive/>, consulté le 30 mai 2016.

259 Ingénieur Civil de l'Aéronautique de l'ENSAé en 1930, G.s Ricard (21/03/1906 – 23/01/1981) entre chez Breguet en 1932 à Paris. Il est Ingénieur en Chef des Etudes en 1938 et le Directeur de l'usine de Toulouse de 1944 à 1947. Il revient ensuite à Villacoublay comme Directeur des Etudes et termine sa carrière en tant que Directeur Technique de 1957 à 1971.

(CUNY J., LEYVASTRE P., *Les avions Breguet (1940-1971)*, collection Docavia, volume 6, Larivière, Paris, 1973-1977, 360 pages, pp. 59-60)

260 CUNY J., LEYVASTRE P., *op.cit.*, pp.75-79.

261 BREGUET E., *Breguet, un siècle d'aviation*, Privat, Toulouse, 2012, 143 pages, pp. 90-95.

Les 761 S sont trois avions de présérie dont le n°1 a effectué son premier vol le 17 février 1950. Pour tester l'intérêt d'une production militaire en plus grande série, les n°1 et n°3 (figure 12) ont servi à des essais d'emport et de largage de charges militaires lourdes²⁶², comme un char AMX 13 avec tourelle. Alors que le n°2 a été principalement exploité pour le transport de fret pour les compagnies « Air Algérie » et « Silver City Airways ». Ils ont tous les trois fini leur carrière à l'Escadron de Transport II/64 « Maine » sous les immatriculations allant de 64-PA à PC²⁶³.



Figure 12 : Breguet 761S n°3 exposé au Salon de l'Air (Paris, 1957) par RuthAS sur wikipedia.org

La série Breguet 763 « Provence » (figure 13) est une commande civile d'Air France de douze avions, passée à plusieurs conditions : l'obtention de subventions de fonctionnement de l'État, d'importantes modifications du moteur, du type d'hélice et un renforcement de la cellule. Après confirmation gouvernementale de cette subvention en juillet 1950, le marché officiel défini par les Services de l'État a été signé le 31 juillet 1951. Mis en service en mars 1953, cette série a été principalement utilisée sur la ligne Paris – Lyon – Marseille – Alger, qui a perdu de son importance à la reconnaissance de l'indépendance de l'Algérie en 1962. Les avions ayant déjà 10 ans de service à cette époque, six d'entre eux ont été cédés à l'Armée de l'Air en 1964-1965, et affectés jusqu'en 1972 au Groupe Aérien Mixte 00/082 (G.A.M. 82) opérant dans le Pacifique pour faire la liaison entre les îles et le champ de tir nucléaire. Ceux restés à Air France ont été aménagés en avions cargos dits « Universels », c'est-à-dire

262 Ingénieur Général BONTE, directeur du Centre d'Essais en Vol de Bretigny à M. le Directeur du Service Technique Aéronautique, *Rapport sur les essais de parachutage effectués sur Bréguet Deux Ponts – 761 (Septembre – Octobre 1954)*, n° C.E.V. : 15.980/SE/A. Objet : version parachutage du Breguet type 761 S. Référence : Lettre 13062 CEV/SE/A du 9.11.54., fonds Ailes Anciennes Toulouse.

263 CUNY J., LEYVASTRE P., *Les avions Breguet (1940-1971)*, collection Docavia, volume 6, Larivière, Paris, 1973-1977, 360 pages, pp.75-79.

capables d'accueillir du fret lourd avec 20 à 29 passagers²⁶⁴.



Figure 13 : Breguet 763 Provence Air France (Berlin aéroport Tempelhof, 1965), collection Ralf Manteufel, <http://www.airliners.net>

Devant les résultats satisfaisants des essais de parachutage du Breguet 761S et la performance en service des Breguet 763, le Ministère de la Défense a pris la décision de commander au constructeur une série d'avions cargo militaires pour constituer une unité de transports lourds française avec les Noratlas 2501²⁶⁵ (figure 14). Les Breguet 765 « Sahara » (figure 4), inspirés du modèle 763 dont même certains plans sont réutilisés²⁶⁶, sont mis en service pour répondre aux missions suivantes²⁶⁷ :

- Parcourir 4500 km sans escale (distance Paris-Dakar)
- Transport de passagers
- Transport de matériel (véhicules et chargements divers tel qu'un véhicule blindé de 14 tonnes char AMX 13 à tourelle ou auto-blindé EBR-)
- Parachutage de matériel lourd
- Parachutage de troupes
- Transport sanitaire

264 CUNY J., LEYVASTRE P., *op. cit.*, pp.75-79.

265 BONNET J. et WITT Bernard, *Chapitre 4 : Avions de transport militaires du Nord 2500 au Transall C 160*, in *Un demi-siècle d'aéronautique en France. Les avions militaires*, (coord.) BONNET J., Comité Pour l'Histoire de l'Aéronautique (COMAERO), édité par le Centre des haute études de l'armement, division Histoire de l'armement, Paris, 2007, p.59.

266 MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 711 094 174, Ateliers d'Aviation Louis Breguet, lettre n°1204, *Répartition des plans entre la D.E. Vélizy, D.E. Toulouse et D.E. Anglet*, 23/07/1956.

267 Service Technique de l'Aéronautique – section Avions, *Clauses Techniques Breguet 765*, édition n°2 bis, janvier 1956, Centre de Documentation du Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget.

Cette fonction militaire a entraîné des modifications extérieures par rapport au modèle 763. De nouvelles antennes radio militaires ont été installées, les hublots apportant de la lumière à l'escalier arrière ont disparu et des réservoirs en bout d'ailes ont été posés pour augmenter son autonomie. Mais les changements sont surtout visibles dans l'espace intérieur qui a été repensé pour améliorer les possibilités de transport de charges encombrantes : la partie du plancher supérieure en arrière du caisson d'aile a été rendue amovible pour obtenir 92m³ d'espace libre. Cette même portion de plancher est également utilisable comme rampe d'accès au pont supérieur pour faire monter des véhicules à roues. Enfin, les banquettes sont repliables et amovibles pour permettre le transport de fantassins ou de blessés dans le cas d'un transport sanitaire²⁶⁸.



Figure 14 : Nord N-2501 Noratlas Rwanda Air Force (aéroport international Moi, 1986), collection Rolf Wallner, wikimedia.org

Le 15 octobre 1955, cette version a été commandée en 23 exemplaires par le Secrétaire d'État à la Défense et aux Forces Armées²⁶⁹. Mais suite à plusieurs réunions, il a été décidé de limiter cette commande à un nombre d'appareils compatible avec les crédits budgétaires disponibles²⁷⁰. Le 27 mars 1956, le marché 5135/56 a donc été signé entre l'État Français²⁷¹ et la Société Anonyme des Ateliers d'Aviation Louis Breguet pour 15 appareils²⁷². Le document fixe le prix et les délais de livraison des appareils mais aussi de ses lots de rechanges, outillages d'entretien et matériels de manutention correspondants.

Pour cette commande, une réorganisation industrielle a été nécessaire pour une fabrication rationnelle et efficace de la série. Tout d'abord, la direction de la Société Breguet a

268 CUNY J., LEYVASTRE P., *Les avions Breguet (1940-1971)*, collection Docavia, volume 6, Larivière, Paris, 1973-1977, 360 pages, pp.75-79.

269 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtelleraut*, AA 633 094 463, I.C. Duvochel et Mr Patin, *Feuille de renseignements commune relative aux Lettres de commande valant marché n°s 5130/56, 5131/56 et 5132/56 adressées à la Société des Ateliers d'Aviation Louis Breguet*, le 9/01/1956.

270 *Ibid.*

271 Représenté par le Secrétaire d'État à la Défense et des Forcés Armées

272 Représenté par son Président Directeur Général Mr Floirat

décidé de confier la fabrication des voilures centrales et des fuseaux moteurs, représentant 20% du temps complet de fabrication, à la Société Nationale de Construction Aéronautique du Nord alors désignée comme principal sous-traitant²⁷³. Puis, le reste de la fabrication a été réparti dans les usines Breguet de Toulouse-Montaudran, Anglet et Sartrouville. Mais en 1956, suite à l'échec du rachat de l'usine de Sartrouville à REV-RI, la société Breguet a dû revenir sur sa décision et choisir l'usine de Vélizy, pourtant destinée à la fermeture, pour y fabriquer la partie avant et centrale du fuselage représentant 35% du temps de fabrication. Pour ce marché, Breguet a estimé à 443 000 heures le temps de travail nécessaire à la fabrication des 15 avions, dont une quinzaine d'heure en moyenne d'essais en vol pour chacun²⁷⁴. En conséquence les livraisons ont été fixées allant du 15 juin 1958 pour le n°1 jusqu'à fin janvier 1960 pour le n°15, avec la cadence d'un avion par mois à partir du 5^{ème} appareil. La livraison des appareils en état de vol au Comptable Matière de l'Entrepôt de l'Armée de l'Air n°601 de Châteaudun, a été initialement prévue à l'aérodrome Toulouse-Blagnac. Mais là aussi le lieu de livraison des appareils a été modifié pour l'aérodrome de Biarritz-Parme²⁷⁵, probablement pour être à proximité de la nouvelle usine Breguet de Biarritz-Parme construite pour le montage^{276,277}. En ce qui concerne l'outillage, une remise en état et une réimplantation de celui utilisé pour les Breguet 761S et 763 a été prévu. Cependant, ces outils étant simplement ceux conçus pour la présérie et améliorés pour le 763, du matériel spécialisé au Breguet 765 a aussi été conçu pour s'adapter notamment au rythme de production envisagé.

En 1957, l'État s'est retrouvé dans une impasse budgétaire avec l'intensification du conflit en Algérie, qui a demandé plus d'hommes que prévu et a donc dépassé ses prévisions budgétaires. S'ensuivent des restrictions draconiennes dans l'aéronautique à la fin de l'année ; les stocks de carburant ainsi que les vols d'entraînement ont été limités et les commandes de matériels neufs ont été amputées, y compris celles concernant les unités de transports lourds dont la construction du Breguet 765^{278,279}. Une première lettre²⁸⁰ a alors été envoyée à la

273 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtelleraut*, AA 633 094 463, I.C. Duvochel et Mr Patin, *Feuille de renseignements commune relative aux Lettres de commande valant marché n°s 5130/56, 5131/56 et 5132/56 adressées à la Société des Ateliers d'Aviation Louis Breguet*, le 9/01/1956.

274 *Ibid.*

275 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtelleraut*, AA 633 094 463, avenant n°4 au marché n°5132/56 passé avec la Société des Ateliers d'Aviation Louis BREGUET, pour la fourniture d'avions BREGUET 765, des lots de rechanges, outillages d'entretien et matériels de manutention correspondants, 11 février 1959, Paris. SHD.

276 CUNY J., LEYVASTRE P., *Les avions Breguet (1940-1971)*, collection Docavia, volume 6, Larivière, Paris, 1973-1977, 360 pages, pp.75-79.

277 HARTMANN D., *Sauver Brigitte ou le sauvetage et la récupération du Breguet 765 « SAHARA » d'Evreux à Toulouse*, Association des Ailes Anciennes Toulouse, disponible sur Calaméo : <http://fr.calameo.com/read/00005696120f715bd48ac> [Consulté en février 2013]

278 CARLIER C., *L'aéronautique française : 1945 – 1975*, collection histoire-documents, Lavauzelle, Panazol,

société Breguet le 12 décembre 1957 pour suspendre les commandes en approvisionnement de matière première et tous ses travaux au-delà du quatrième avion. Puis une seconde²⁸¹ a été expédiée le 27 février 1958 pour résilier la commande des onze derniers appareils²⁸², cela malgré le besoin de l'Armée de l'Air qui en avait prévu une utilisation intensive²⁸³ et les soucis budgétaires de Breguet²⁸⁴ qui avait estimé à quinze le nombre d'appareils minimum indispensables à la réorganisation du potentiel technique et industriel de la société et à huit pour le maintien du potentiel de leur usines de série²⁸⁵. L'avenant n°4 du 13 avril 1959 a ramené la commande de 15 à 4 appareils, fixé les nouvelles conditions de livraison des 4 avions restants, les indemnités dues à Breguet et les nouvelles conditions de paiement. Malgré ces aménagements la perte a été d'environ 5,8 milliards de Francs pour le constructeur. C'est l'avenant n°9 du 4 octobre 1962 qui a finalement liquidé le marché avec ses avenants et fixé le montant total dû à la société Breguet.

Le premier vol du Breguet 765 n°1 a été effectué le 30 août 1958, suivi par les trois autres en 1959 : le n°2 le 30 janvier 1959, le n°3 le 02 avril 1959 et le n°4, étudié ici, le 02 juillet 1959²⁸⁶. Numérotés de 501 à 504 et codés de 64-PE à PH, ils sont entrés en service à la 64e escadre de transport II/64 « Maine », basée au Bourget avec les trois Breguet 761 S. Remplacés par les Transall C-160 franco-allemands, ils sont réformés en août et décembre 1969 à Évreux, où l'unité est basée à cette période^{287,288}.

1983, 645 pages, p.206.

279 CUNY J., LEYVASTRE P., *op. cit.*, pp.75-79.

280 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerault*, AA 633 094 464, Lettre du Directeur Général de Breguet au Directeur du Service des Marchés et de la Production aéronautique, lettre n°29308, 27 août 1957.

281 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerault*, AA 633 094 464, Mr Patin, *Rapport de présentation du projet d'avenant n°4 au marché n°5132/56 passé avec la Société des Ateliers d'Aviation Louis BREGUET, pour la fourniture d'avions BREGUET 765, des lots de rechanges, outillages d'entretien et matériels de manutention correspondants*, 11 février 1959, Paris.

282 *Ibid.*

283 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerault*, AA 633 094 464, Mlle Courrent, Rapport de présentation relatif au projet d'avenant n°5 du 11 août 1959.

284 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerault*, AA 711 1K1 337, MM. Tavernier et Patin, Feuille de renseignement relative au marché n°5638/55, Fourniture d'éléments de rechange Breguet 763, 6 juillet 1955.

285 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerault*, AA 633 094 464, Lettre n°29308 du Directeur Général de la Société anonyme des Ateliers d'Aviation Louis Breguet aux Services des Marchés et de la Production Aéronautique, Paris, le 27 août 1957.

286 S.A.L.B. *Statistiques réalisations avions, fonds Ailes Anciennes Toulouse*.

287 BREGUET E., *Breguet, un siècle d'aviation, Privat, Toulouse, 2012, 143 pages, pp. 90-95*.

288 *Ibid.*

Aujourd'hui, seulement trois Breguet Deux-Ponts sont encore conservés²⁸⁹ :

- Un 763 (c/n 6) 82-PP ex F-BASS d'Air France puis Armée de l'Air, utilisé comme restaurant à Fontenay-Trésigny, en Seine-et-Marne. (Figure 15)
- Un 765, (c/n 501) 64-PE, exposé sur la base aérienne n°105 Evreux-Fauville. (Figure 16)
- Un 765 (c/n 504) 64-PH, en cours de rénovation aux Ailes Anciennes Toulouse. (Figure 17)



**Figure 15 : Breguet 763 F-BASS (Fontenay-Trésigny, 2010)
par Adry1991 sur wikimedia.org**



**Figure 16 : Breguet 765 Sahara n°501 (base aérienne 105 Evreux-Fauville, 1977)
par RuthAS sur wikimedia.org**



**Figure 17 : Breguet 765 Sahara n°504 (Ailes Anciennes Toulouse, 2015)
Magali Brunet**

289 HARTMANN D., *op. Cit.*, p.2.

C'est sur l'avion conservé par les Ailes Anciennes Toulouse que nous travaillons. Cette association a été créée le 13 février 1980, suite à la rencontre de passionnés d'aviation Frédéric et Daniel Hartmann, Jean-François Bruna Rosso et Gérard Boyé. Inspirés par l'association des Ailes Anciennes Paris dont le projet est de restaurer des avions pour les proposer au Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget, l'association a fixé trois objectifs : la préservation du patrimoine aéronautique, la présentation de la collection statique au grand public et la création d'un musée aéronautique à Toulouse-Blagnac. Dès la première année, ils ont acquis un Nord 1100 Ramier n°81 au Centre d'Essai en Vol de Cazaux et un North-American T-6 Texan au club de la Ferté-Alais²⁹⁰. Aujourd'hui, l'association compte une cinquantaine d'appareils dont la plupart date d'après la Deuxième Guerre mondiale.

Le Breguet 765 n°504, abandonné à la base aérienne d'Évreux (Base. Aérienne. -105), a été sauvé d'un exercice incendie prévu par les pompiers en 1984 par l'association (Figure 18). Ce dernier a été annulé et le sauvetage s'est déroulé entre 1985 et 1987 avec la collaboration des pompiers et du colonel de la base, le commandant Cyssau. Durant ces deux années, les ailes et l'empennage ont été démontés. Les roues, les capots moteurs, les bâtis, les bidons de bout d'ailes, les ailerons et les volets des deux voilures externes ont été déposés. Les trains ont été rentrés. Le plan central a été séparé du fuselage. Et enfin, certaines pièces ont été transportées jusqu'à Toulouse par les airs grâce à un avion de transport militaire C-160 Transall. Le reste, dont le fuselage, a dû être transporté par route²⁹¹ (figure 19).



Figure 18 : Breguet 765 n°504 64-PH à la base aérienne n°105 d'Évreux en 1984 (Daniel Hartmann, Ailes Anciennes Toulouse)

290 MELIET P., *L'aventure des Ailes Anciennes Toulouse. Du rêve aux portes du musée*, Cépaduès, Toulouse, 2015, 115 pages, pp.8-11.

291 HARTMANN D., *Sauver Brigitte ou le sauvetage et la récupération du Breguet 765 « SAHARA » d'Évreux à Toulouse*, Association des Ailes Anciennes Toulouse, disponible sur Calaméo : <http://fr.calameo.com/read/00005696120f715bd48ac> [Consulté en février 2013]



**Figure 19 : Transport du fuselage du Breguet 765 n°504 64-PH d'Evreux à Toulouse par la route
(Daniel Hartmann, Ailes Anciennes Toulouse)**

4.2. Le choix des matériaux

D'après les Clauses Techniques de janvier 1956²⁹² et les plans consultés jusqu'ici datant de 1956 et 1957²⁹³, les duralumins A-U4G et A-U4G1, plaqués d'aluminium pur ou non, ont été les principaux matériaux choisis pour la construction de l'avion comme pour le Breguet 763. Le fuselage a été conçu avec une coque à revêtement métallique en A-U4G raidi par des lisses et des cadres en A-U4G. Les panneaux de chargement ont également été prévus avec un revêtement en A-U4G plaqué raidi par une armature en A-U4G. Mais le Breguet 765 devant transporter des charges plus lourdes que le Breguet 763, la structure et le revêtement des ailes en A-U4G ont été remplacés par de l'A-U4G1.

Les fiches Br.121²⁹⁴ éditée en décembre 1954 à l'usine de Vélizy (figure 8) et Br.201²⁹⁵ éditée en février 1956 et janvier 1957 à l'usine d'Anglet (figure 9), concernant plus particulièrement les Breguet Deux-Ponts, indiquent les alliages d'aluminium corroyés utilisés par l'entreprise Breguet, leur nom commercial, les pièces réalisées, les traitements thermiques utilisés et les caractéristiques mécaniques minima exigées. Ces documents suivant

292 Service Technique de l'Aéronautique – section Avions, Clauses Techniques Breguet 765, édition n°2 bis, janvier 1956, Centre de Documentation du Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget.

293 Plans consultés à l'association des Ailes Anciennes Toulouse et au Service Historique de la Défense, centre de Châtelleraut.

294 Standard Breguet, fiche Br.121, Alliages d'aluminium et de magnésium, usine de Vélizy, décembre 1954, A. Boutet, fonds Ailes Anciennes Toulouse.

295 MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 416 2C5 188, Fiche Standard Br.201, feuille 1, Usine d'Anglet, édition Février 1956 et janvier 1957 (Reproduction interdite).

les normes aéronautique AIR²⁹⁶ 3.350 et 3.380, la composition élémentaire moyenne de ces alliages est également connue. Les valeurs des caractéristiques mécaniques sont énoncées pour des éprouvettes conformes à la norme AIR 3350/3 et sont celles dont ont tenu compte les bureaux d'études pour le calcul de résistance des pièces. Selon la 4^{ème} édition de cette norme, pour les alliages corroyés, elles doivent être prélevées dans des barres de 25mm pour les alliages filés, forgés ou matricés et dans des tôles de 1mm d'épaisseur pour les produits laminés. Les essais sont effectués sur éprouvettes cylindrique de diamètre $d=13.8$ mm ou sur éprouvette plate de largeur $b=12$ mm²⁹⁷.

L'A-U4G est donc prévu pour les lisses, cadres et revêtements du fuselage et des panneaux de chargement et l'A-U4G1 pour la structure et le revêtement des ailes des Breguet 765. Grâce à la norme AIR 3350/C nous connaissons la composition moyenne de ces alliages, et les fiches Br.121 et Br.201 indiquent les traitements thermiques et les propriétés mécaniques minima exigées par la société Breguet.

Les standards permettent également de suivre l'évolution des matériaux utilisés chez Breguet de 1954 à 1957 entre les usines de Vélizy et d'Anglet. Dès décembre 1954, on peut voir apparaître dans le sommaire du standard de Vélizy, les nouveaux rivets en A-U3G récemment mis au point. Il est indiqué que cet alliage remplace l'A-U4G pour les rivets, tout comme l'acier 35 NC 6f remplace l'acier 30 NC 11. La fiche standard Br.411, qui en avril 1953 concernait les rivets en A-U4G et 30 NC 11, a d'ailleurs été modifiée pour ces deux alliages. D'après la fiche Br.01-001²⁹⁸ d'Anglet de 1956 les alliages utilisés pour les rivets des Breguet 761, 763 et 765 sont : AG5 – Alu – AU4G – XC 185 – 35 NC 6f – Cu R – AU3G. Le 30 NC 11 a donc bien été définitivement remplacé par le 35 NC 6f mais même si l'A-U3G est utilisé, l'A-U4G n'a pas disparu. Il semble d'ailleurs que l'utilisation de l'A-U3G n'est pas encore parfaitement au point. Dans la fiche Br.411/416 dont l'édition va de juin 1955 à juin 1957, il est indiqué que « après épuisement des stocks, les rivets en A-U3G devront être limités aux $\emptyset \leq 4$. Pour les $\emptyset \geq 5$ ils seront en A-U4G. Sauf impératif de diamètre, éviter l'emploi de rivets en A-U3G et en A-U4G dans un même sous-ensemble, voire même dans un

296 « Les normes AIR avaient été élaborées pour fixer les conditions que l'Etat impose dans les contrats passés avec les industriels, quant à l'étude, la conception, la fourniture et l'emploi des aéronefs, éléments d'aéronefs, matériels montés sur aéronefs et matériels permettant la mise en œuvre et l'entretien des aéronefs. La collection des normes AIR est aujourd'hui fermée ; une majorité de ces normes sont déclassées (valables pour les matériels en service seulement) et remplacées par des normes européennes ou OTAN. » (Catalogue NORMES Défense 2016 disponible sur www.defense.gouv.fr)

297 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p., p. 2.

298 MINDEF - *Service historique de la défense, Châtelleraut*, AA 416 2C5 188, *Fiche Standard 01-001, feuille 1*, Usine d'Anglet, édition janvier 1956 et décembre 1956.

même ensemble. ». On voit bien apparaître ces deux alliages pour les rivets dans les plans consultés.

Des changements sont également visibles pour d'autres alliages d'aluminium tel que le *Zicral* qui passe de la nuance A-Z8GU à A-Z5GU entre la fiche Br. 121 décembre 1954 et la fiche Br. 201 de 1956. Mais tous les alliages utilisés pour le Breguet 765 ne semblent cependant pas être présents dans ces deux standards. Un autre duralumin riche en silicium apparaît sur des fiches d'essais de pièces forgées ou matricées, prévues pour le modèle 765 et datant de 1957/1958 : l'A-U4SG. Cet alliage a été inséré dans la norme AIR 3350/C du 15 juin 1957 présentant les alliages d'aluminium et de magnésium aéronautique. Il n'apparaît pas dans les fiches d'Anglet pourtant dédié spécifiquement en outre à cette série 765. Ceci probablement parce que la dernière édition de la fiche la fiche Br.201 présentant les alliages est ultérieure à la nouvelle édition de norme AIR 3350/C.

Ces documents nous permettent donc de replacer les matériaux choisis pour la construction du Breguet 765 dans le contexte technologique de l'époque et leurs caractéristiques. Malgré la connaissance et l'utilisation du *Zicral* par Breguet, ce dernier choisit d'utiliser les duralumins A-U4G et A-U4G1. Ceci probablement parce que ces matériaux, bien connus, maîtrisés et sûrs, sont les plus appropriés pour un grand avion-cargo quadrimoteur à hélice dont le palier de croisière se situe à 3000m avec une vitesse ne dépassant pas les 450km/heures. Ce qui ne veut pas dire que de nouveaux matériaux n'ont pas été utilisés tel que l'A-U4SG et l'A-U3G pour les rivets.

Mais comme nous l'avons vu, ces documents de constructions lacunaires ne suffisent pas toujours pour avoir une vue d'ensemble des matériaux utilisés. Tel que les rivets A-U3G, l'adoption d'un nouvel alliage demande parfois un temps d'adaptation. Et comme avec l'A-U4SG, le constructeur peut décider d'utiliser un nouvel alliage introduit dans les normes aéronautiques sans qu'il le soit encore dans les siennes. Une différence peut donc exister entre ce qui a été prévu et ce qui a été réellement réalisé.

Partie II : Etudes physico-chimiques

D'après la fiche Br. 201 du standard Breguet de l'atelier d'Anglet que nous avons pu retrouver (Partie 1-§4), quatre types d'alliages d'aluminium dont deux duralumins (A-U4G et A-U4G1), un zical (A-Z8GU) et trois alumag ou duralinox (A-G3, A-G5 et A-G7) auraient été utilisés. Il est également fait mention du remplacement de certains rivets en A-U4G par des rivets en A-U3G (après épuisement des stocks). Nous nous sommes focalisés sur les duralumins qui constituent l'essentiel des matériaux disponibles. Ce n'est que très récemment que nous avons pu obtenir une pièce en zical auprès des bénévoles des Ailes Anciennes. Les alumags auraient été utilisés principalement sous forme de tuyaux (circuit hydraulique et d'huile) situés dans des zones auxquelles nous n'avons pas pu avoir accès. De l'aluminium non allié (A5) est également cité dans la fiche Br. 201 mais sans mention nous permettant de savoir où il aurait pu être utilisé. Nous n'avons jusqu'à présent retrouvé aucune pièce de cette composition.

La microstructure des duralumins et les propriétés mécaniques qui y sont liées sont fortement dépendantes de leur composition et de leur traitement thermomécanique^{299,300}. Les standards (fiche Br. 201, Anglet) nous renseignent sur ces traitements thermomécaniques et nous donnent des indications sur leur composition élémentaire. Ces informations sont sous forme de valeur moyenne avec pour certaines impuretés des valeurs maximales, comme par exemple pour le fer et le titane qui ne doivent pas dépasser respectivement 0,5% et 0,2 % (en masse) dans l'A-U4G (partie 1, §3, tableau 4). Ces informations sont toutefois loin d'être suffisantes pour pouvoir en déduire leurs microstructures d'autant plus que nous manquons d'éléments de comparaisons directs : nous n'avons pas trouvé d'études modernes sur des A-U4G, ni même sur des 2017 de composition proche, et les études modernes sur les 2024 (que l'on peut rapprocher des A-U4G1) ne portent pas sur des alliages ayant subi rigoureusement le même type de traitement thermique. L'A-U3G, comme indiqué précédemment, disparaît au changement de nomenclature, n'a pas d'équivalent moderne, et sa microstructure n'a fait l'objet que d'études optiques. Devant ce manque d'information, nous avons décidé de réaliser une étude physico-chimique d'un certain nombre de pièces de ces trois types d'alliages en nous servant de celles retirées du Breguet par les bénévoles des Ailes Anciennes lors de la

299 MONDOLFO L.F., *Aluminium Alloys, Structure et properties*, Butterworths, Londres ; Boston, 1976, 971 pages.

300 WANG S.C., STARING M.J., « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys », *International Materials Reviews*, vol.50, n° 4, pp. 193-215, Aug, 2005.

rénovation de l'avion. Ces pièces étant jetées, il nous a également paru important d'en tirer un maximum d'informations avant qu'elles ne soient détruites.

La sous-partie 1 est dédiée à la description et à la localisation des pièces étudiées tandis que la sous-partie 2 décrit les techniques et les conditions expérimentales utilisées. Ensuite, après avoir déterminé la composition élémentaire par MEB-EDX et vérifié la précision des résultats par ICP-OES (§3), nous nous sommes intéressés à leur macro (§3) et microstructure à différentes échelles (§4). Les propriétés mécaniques de certaines pièces (une en A-U4G et une en A-U4G1) ont pu être mesurées au CIRIMAT (stage de K. ZHU). Les résultats sont présentés et comparés à la fois aux propriétés d'alliages modernes « équivalents » et aux caractéristiques mécaniques minimales données dans la fiche Br. 201 du standard Breguet de Vélizy (§5).

1. Pièces étudiées : localisation et description

L'alliage A-U3G ayant été uniquement utilisé pour des rivets, le choix de pièces rivetées a été privilégié pour maximiser nos chances d'en obtenir.

Ayant accès uniquement aux pièces déposées et n'ayant découvert des plans partiels de l'avion que très tardivement, nous n'avons pas pu les utiliser dans cette phase de sélection. Encore actuellement aucun de ces plans (ailes, nacelle moteur) ne correspond aux éléments accessibles à des études destructives. Le fuselage n'étant pas en rénovation, nous nous sommes tournés vers des pièces d'éléments de structure intérieure beaucoup plus sujet à la corrosion et actuellement en rénovation. Une aile et les deux nacelles moteurs associées étant aussi en travaux nous nous sommes également intéressés à ces parties en sélectionnant des pièces susceptibles d'avoir vu des températures un peu plus élevées.

Après un premier tri, basé sur leur état de corrosion et en choisissant des pièces ayant des fonctions différentes afin de maximiser nos chances de récolter des alliages différents, nous avons sélectionné :

- un fragment de deux pièces de section rectangulaire rivetées ensemble et assurant la rigidité du fuselage (assemblage L1)
- un morceau de tôle avec un fragment de cornière et une cale rivetée ensemble, participant à la rigidité du plancher du pont inférieur (assemblage L2)
- un morceau de tôle faisant partie du pare-feu d'une nacelle moteur (tôle L8)

1.1. Lisse L1a

L'assemblage L1 est un morceau de lisse. Ces pièces assurent, avec les cadres, la forme et la rigidité du fuselage (Figure 1.1). Récupérée au pont inférieur de la partie avant gauche de l'avion, elle est constituée de deux éléments assemblés par des rivets. L'un des deux éléments nommé L1b étant trop corrodé, nous n'avons étudié que le deuxième noté lisse L1a et les rivets encore en bon état (notés rivets L1).

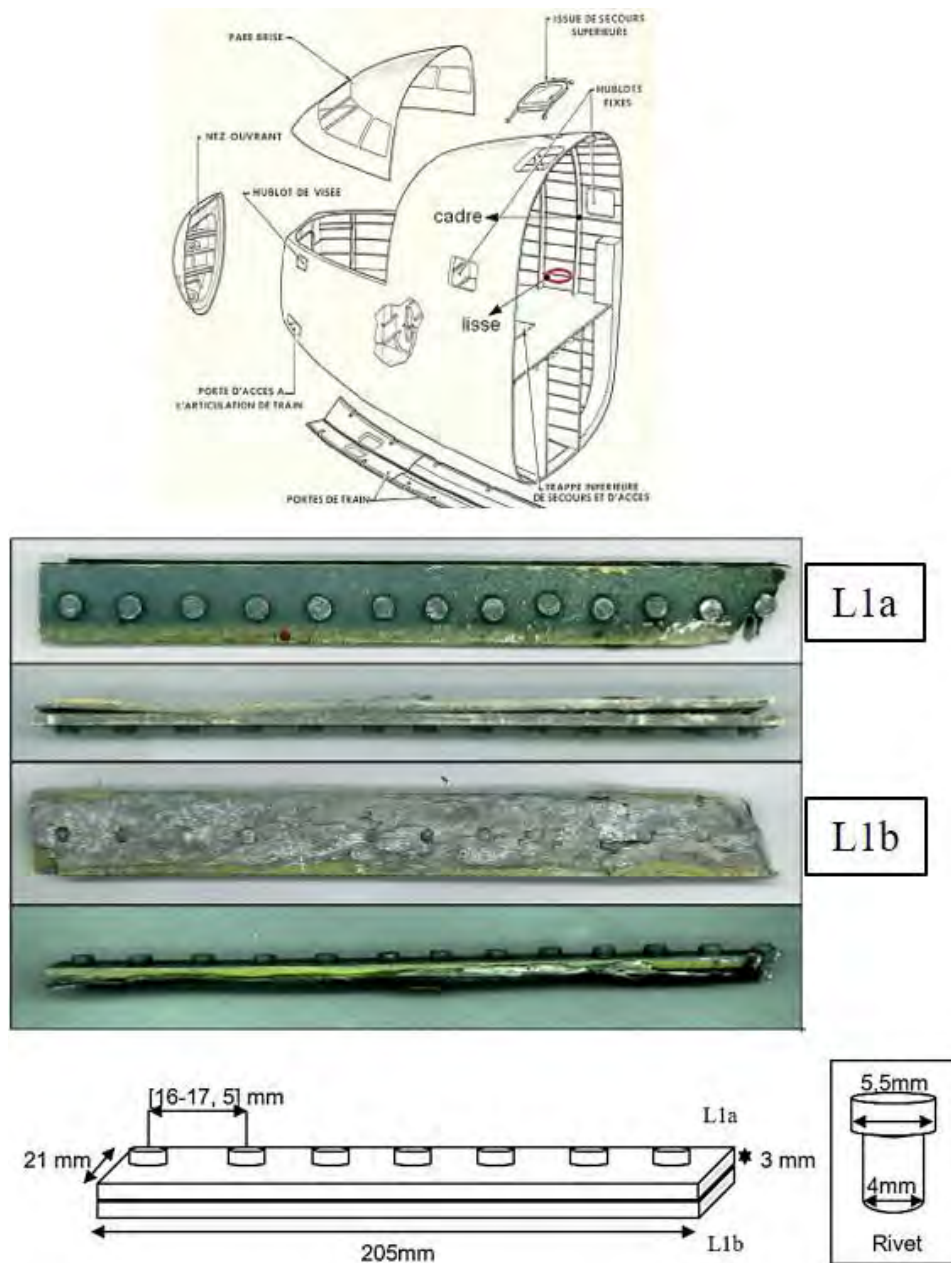


Figure 1.1 : **(Haut)** Schéma indiquant la position des lisses et cadres (Notice descriptive et de fonctionnement de l'avion Breguet 765 – Partie Planche- Fonds Ailes Anciennes Toulouse) **(Bas)** Photos et mesures de l'assemblage L1

1.2. Tôle et cale C de l'assemblage L2

L'assemblage L2, récupéré au niveau du cadre 38, est l'assemblage par rivetage d'une tôle et d'une cornière ayant pour but de raidir le plancher inférieur. Une « cale » nommée C a été retrouvée entre la cornière et la tôle. La cale C et la tôle L2 sont présentées figures 1.2 et 1.3.

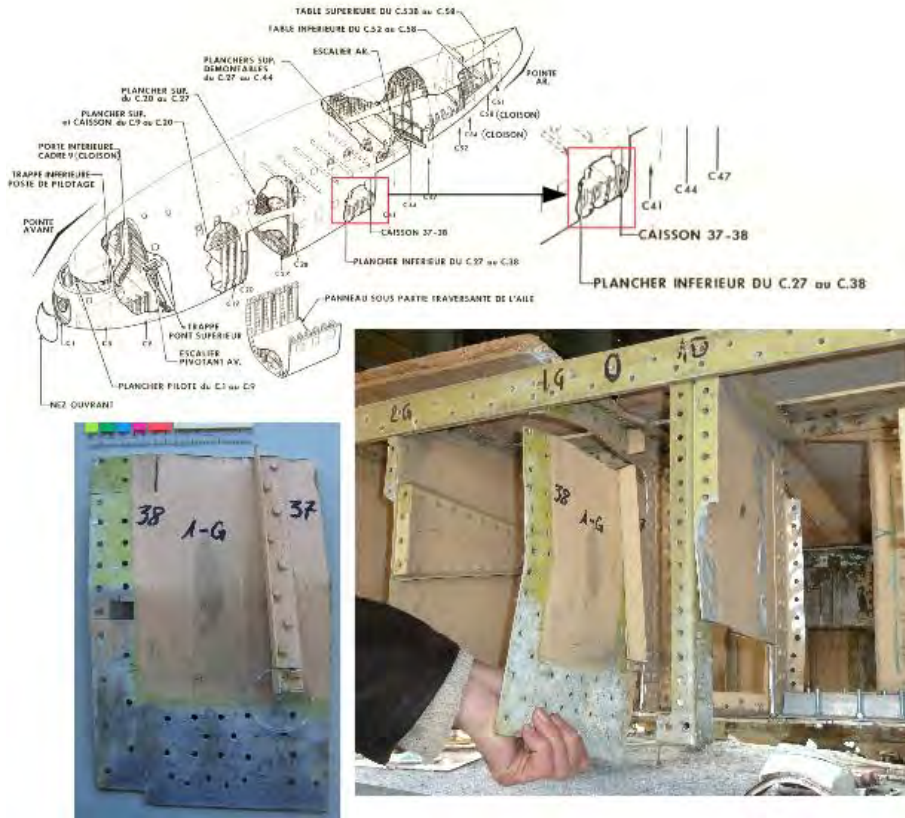


Figure 1.2 : schéma situant la zone de prélèvement et photo de l'assemblage L2 (Notice descriptive et de fonctionnement de l'avion Breguet 765 – Partie Planche – Fonds Ailes Anciennes Toulouse)

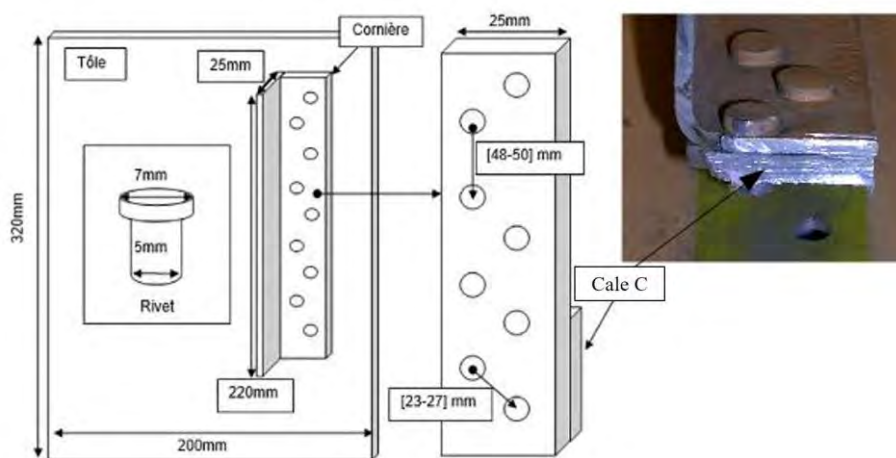


Figure 1.3 : Schéma situant la zone de prélèvement et photo de la cale C de l'assemblage L2

1.3. Tôle L8

L8 est une large tôle d'environ 1mm d'épaisseur en forme de « donut ». Placée à l'intérieur de la nacelle moteur entre une plaque d'amiante et une plaque d'acier inox extérieure, ces trois couches constituent le pare-feu moteur (Figure 1.4 et 1.5).



Figure 1.4 : Schéma situant la zone de prélèvement de la tôle L8 (Notice descriptive et de fonctionnement de l'avion Breguet 765 – Partie Planche – Fonds Ailes Anciennes Toulouse)

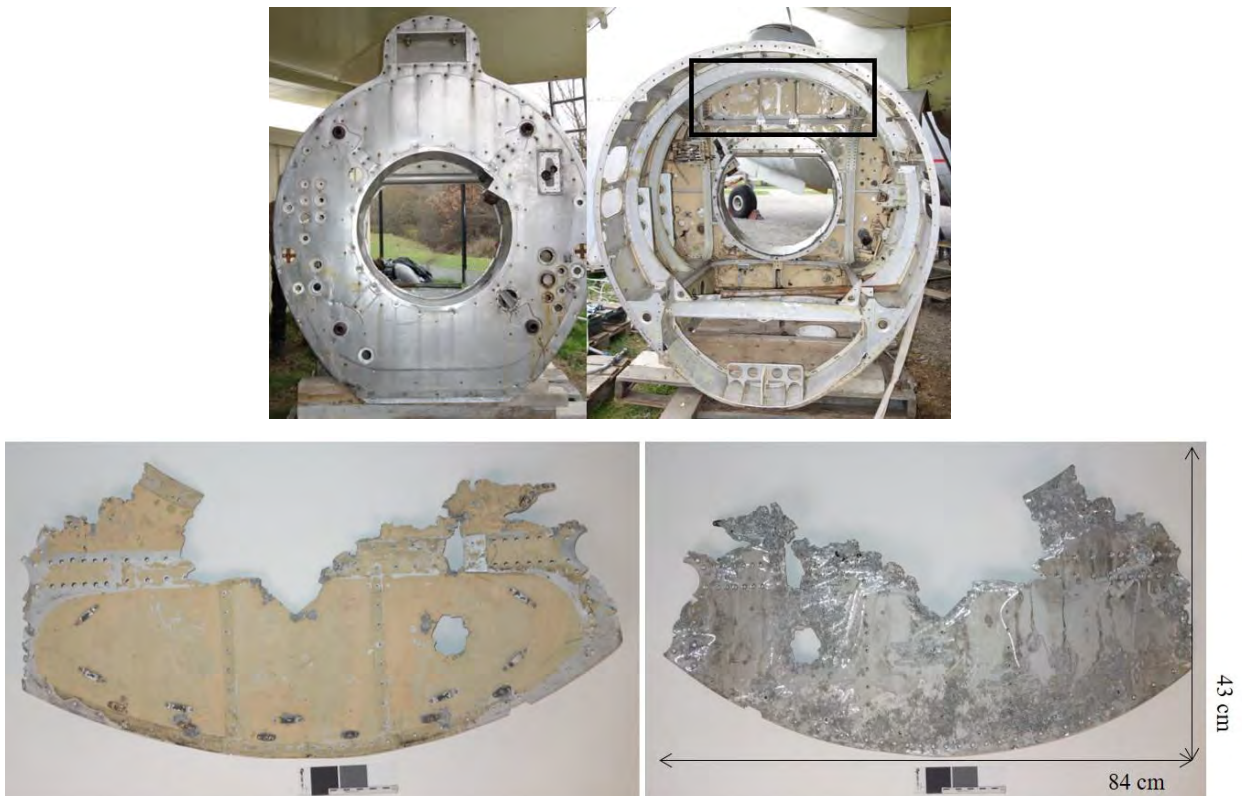


Figure 1.5 : Photo de la zone de prélèvement et de la tôle L8

2. Techniques d'analyses

Les pièces prélevées ont été étudiées suivant une démarche classique d'étude métallurgique actuelle. Chaque pièce a été analysée par ICP-OES ou MEB-EDX, selon la quantité de matière disponible, afin d'identifier l'alliage utilisé en comparant la composition élémentaire obtenue avec les « tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium » de la norme militaire aéronautique AIR 3350/C de juin 1957³⁰¹.

Une fois les alliages identifiés, leur structure a été étudiée à différentes échelles du micromètre à la centaine de nanomètre. Ceci afin d'identifier les différences entre les alliages qui peuvent avoir des répercussions sur les propriétés mécaniques. Différences de structures qui peuvent être dues à leur différence de composition mais aussi de mise en forme ou des conditions thermiques auxquelles ont été exposées les pièces durant le fonctionnement.

Des essais de dureté et de traction ont également été réalisés afin de comparer les valeurs obtenues avec les minima exigés par les standards Breguet en vigueur à l'époque de construction du Breguet 765 étudié.

2.1. ICP-OES et GDMS

Ces deux techniques d'analyse élémentaire ont été réalisées par l'entreprise Evans Analytical Group habitué aux alliages d'aluminium aéronautiques et certifié ISO 9001 et 17025.

Les concentrations en masse de l'aluminium, du cuivre, du magnésium, du manganèse, du silicium, du fer et du titane ont été mesurées par ICP-OES (spectrométrie de masse à plasma induit – à émission optique) pour les tôles L2 et L8 (cf. annexes). Les échantillons solides sont dissous dans une solution aqueuse acide. La solution obtenue est ensuite vaporisée dans le cœur d'un plasma d'argon induit pouvant atteindre environ 8000°C. La spectrométrie à émission optique mesure ensuite la lumière à longueur d'onde caractéristique émise par chaque élément atomisé à partir de leurs ions ayant subi une excitation thermique. Le spectromètre mesure l'intensité de la lumière et la convertie en concentration élémentaire par comparaison avec des normes de calibrage.

Cette technique nécessitant près de 3 grammes de métal, nous n'avions pas assez de matière pour les rivets, le morceau de lisse L1a et la cale C de l'assemblage L2.

Les éléments traces ont également été mesurés par GDMS (spectrométrie de masse à décharge

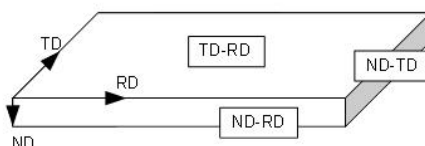
301 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p., p. 3.

luminescente) pour les tôles L2 et L8. Les échantillons sont exposés à une atomisation par plasma en présence d'argon puis les ions extraits sont identifiés par spectrométrie de masse. Les résultats sont présentés en annexe.

2.2. Microscopie optique

Les échantillons ont été enrobés à froid dans une résine époxy et mécaniquement polis d'abord sur papier abrasif de carbure de silicium (du SiC P2400 au SiC 4000) puis jusqu'au poli miroir avec de la pâte diamantée jusqu'au 1/4 de μm sur disque tissé ou de feutre.

Les observations ont été réalisées sur un microscope inversé Nikon MA200. Pour faire ressortir les joints de grains nous avons utilisé la solution d'attaque Keller (HF 1 mL, HNO_3 2.5mL, HCl 1.5 mL dans 95 mL de H_2O déminéralisé). Les observations ont été réalisées suivant les trois plans définis par rapport à la direction de laminage (RD) et des directions perpendiculaires (TD) et (ND), comme indiqué sur la figure ci-dessous.



2.3. Microscopie électronique à balayage couplée à un spectromètre à dispersion d'énergie X

Les investigations ont été réalisées en utilisant un microscope électronique à balayage (JEOL JSM 6460 LV) opérant à 20 kV et équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie des rayons X (Oxford INCA PentaFETx3) sur les échantillons préalablement préparés pour l'optique. Les quantifications ont été réalisées en utilisant les standards internes. Les analyses globales ont été réalisées en scannant quatre zones d'environ 1mm^2 et en optimisant la quantification avec un standard externe de cobalt (35000coups). Pour les analyses ponctuelles (particules de $\geq 2\mu\text{m}^2$) l'optimisation a été faite sur une base de 10000 coups.

2.4. Microscopie électronique en transmission

Les échantillons ont été préparé de façon classique dans les trois directions définies par le sens de laminage. Après un polissage mécanique réalisé jusqu'au grade SiC 2400 afin d'obtenir des plaquettes d'approximativement 25 μ m d'épaisseur, les échantillons ont été amincis par électrochimie (Tenupol-5 Struers) dans une solution de 900mL de méthanol et 300mL d'acide nitrique. Quel que soit l'alliage, les conditions standards utilisées pour les 2024 n'ont pas permis d'obtenir des échantillons de bonne qualité sans attaque préférentielle (Figure 2.1). Après plusieurs essais nous avons pu obtenir des échantillons de qualité raisonnable en augmentant fortement la tension (60V au lieu de 20V habituellement) et en opérant à -15°C. Nos échantillons sont donc moins conducteurs que les 2024 actuels, ce qui pourrait être le signe d'un début de corrosion qui n'est pas encore visible en microscopie. Les observations ont été réalisée en utilisant un microscope Jeol 2010 opérant à 200kV et un microscope CM20 STEM FEG opérant lui aussi à 200kV et équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie des rayons X (EDX – silicon drift detector, system Quantax de Brucker).

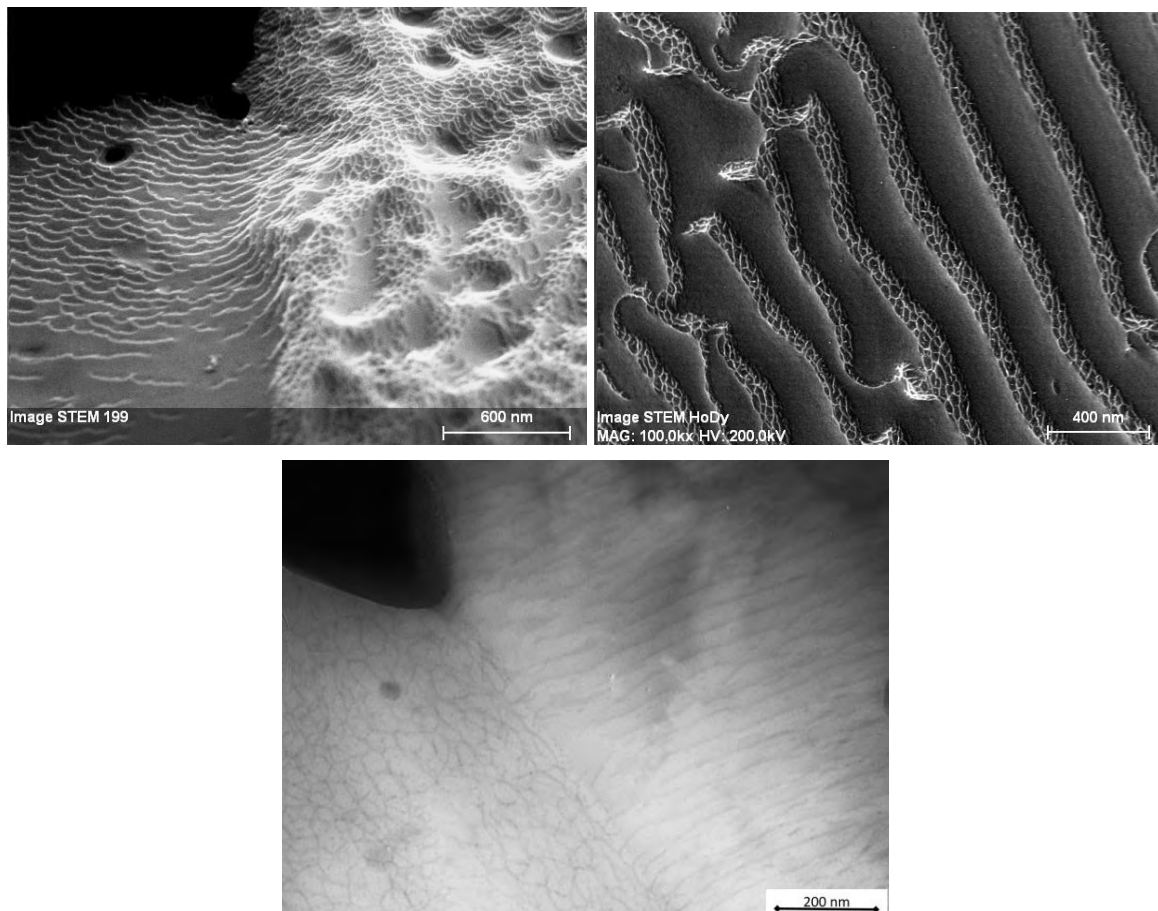


Figure 2.1 : Image STEM (Philips CM20-FEG) et MET (JEOL 2010) mettant en évidence l'attaque préférentielle dues à l'amincissement des échantillons MET par électrochimie.

2.5. *Diffraction des rayons X*

Les diagrammes de diffraction des rayons X ont été enregistrés sur la ligne DIFFABS dans le cadre d'un proposal (cf. annexe) déposé à Soleil et au laboratoire en utilisant un diffractomètre D8 Discover (Brucker). Dans les deux cas nous avons utilisé un détecteur 2D. Les expériences sur Diffabs ont été réalisées en transmission sur des lame minces de 60 μ m d'épaisseur avec un faisceau de diamètre de 300 μ m et aux énergies de 18keV et de 8,8keV. Les enregistrements faits au CEMES l'ont été avec un faisceau d'un diamètre de 1mm en mode réflexion et une micro-source Co.

L'intégration des images 2D enregistrées sur la ligne Diffabs de Soleil a été effectuée en utilisant le logiciel XRDUa et celles enregistrées au CEMES en utilisant la suite EVA. Les recherches de phases et les indexations ont été réalisées grâce à la suite EVA et aux bases de données associées.

Les expériences menées sur la ligne DIFFABS avaient pour objectif d'identifier les précipités présents dans les différents alliages : leur composition, structure, taille, la quantité présente et leur distribution, mais aussi de rechercher des contraintes résiduelles. Des expériences de diffusion aux petits angles ont été tentés pour repérer et identifier les clusters et précipités mesurant moins de 100nm. La ligne n'étant pas adaptées, ces essais n'ont pas donné de résultats. Ce type d'analyse pourra être prochainement réalisable au Laboratoire de Génie Chimique à Toulouse, qui dans le cadre de la création de la plateforme nanoX, va être équipé d'un diffractomètre équipé pour les analyses SAXS.

Des analyses de texture et de contraintes résiduelles par diffraction des neutrons ont également été menées au laboratoire Léon Brillouin pour compléter les analyses de diffraction des rayons X par l'exploration d'une plus grande quantité de matière. Cependant les pièces disponibles à cette période et analysées n'étaient pas assez grandes et ne permettaient pas d'obtenir de raies d'une intensité suffisante pour être exploitées. De la diffusion de neutrons aux petits angles a également été réalisée dont les résultats n'ont pas encore été exploités.

2.6. *Sonde atomique tomographiques*

Le morceau de lisse L1a et la tôle L2 ont été analysées par sonde atomique tomographique (CAMECA LEAP-4000 HR) à Rouen dans le cadre d'une demande METSA (cf. annexe). Les pointes ont été réalisées par électrochimie (méthode des doubles couches) sur place par William Lefebvre. Les analyses ont été effectuées par William Lefebvre et Ivan Blum ainsi que le traitement des données.

2.7. Essais de dureté

Les essais de microdureté ont été effectués au CIRIMAT par K. ZHU pour les tôles L8 et L2, et par moi-même pour les autres pièces (lisse L1a et rivets des assemblages L1 et L2). Ces essais ont été réalisés grâce au Microduromètre Buechler Omnimet série 2100 contenant une référence interne d'étalonnage et le logiciel Omnimet MHTSA. Comme pour les autres méthodes l'indenteur est normalisé. Il s'agit d'une pointe pyramidale en diamant de base carrée, présentant un angle de 136° entre deux faces opposées. Elle est appliquée sur le métal avec une charge F de 0,3kg durant 10 secondes, et laisse une empreinte carrée (Figure 2.2) dont on mesure la longueur des diagonales d à 0,002 mm près, et dont on peut faire une moyenne. A cause de la déformation provoquée par l'indentation, la distance entre deux empreintes doit être supérieure à 2,5 fois la diagonale mesurée.

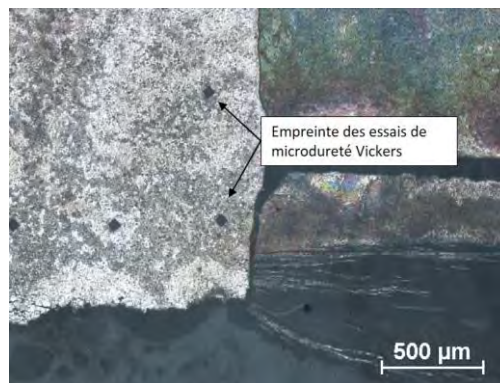


Figure 2.2 : Empreintes laissées par l'indenteur des essais de microdureté Vickers

La dureté est calculée selon la formule suivante :

$$HV = 1,854 \times 0,102 \frac{F}{d^2}$$

Avec :

- F : force appliquée (N)
- d : moyenne des 2 diagonales mesurées sur l'empreinte (mm)

Les échantillons doivent être parfaitement plans. Ils ont été polis jusqu'au papier SiC P4000 (grains de 5µm en moyenne) de manière similaire au procédé décrit précédemment.

Pour pouvoir être comparée aux valeurs de dureté données dans les standards Breguet (fiche Br. 201, Partie 1- §4), la dureté Vickers (HV) mesurée a été convertie en dureté Brinell (HB) en utilisant le standard ASTM E140 de 2002 qui donne la formule $HB = 3,76211 + 0,825368(HV)$ pour les alliages d'aluminium corroyés. Les conversions de dureté sont dépendantes des tests employés. Dans notre cas, on compare des valeurs obtenues par microdureté à des tests Brinell (charge de 500kg et bille de 10mm). Il faudra donc prendre des précautions avec ses chiffres.

2.8. Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés au CIRIMAT à l'occasion du stage de K. ZHU. Douze éprouvettes de tractions ont été prélevées pour chaque tôle testée (tôle L2 et tôle L8). Afin de comparer les comportements mécaniques dans deux directions de sollicitation, six éprouvettes ont été prélevées selon la direction de laminage (RD) et six autres dans la direction perpendiculaire (TD). Les dimensions des éprouvettes sont données dans la figure 2.3.

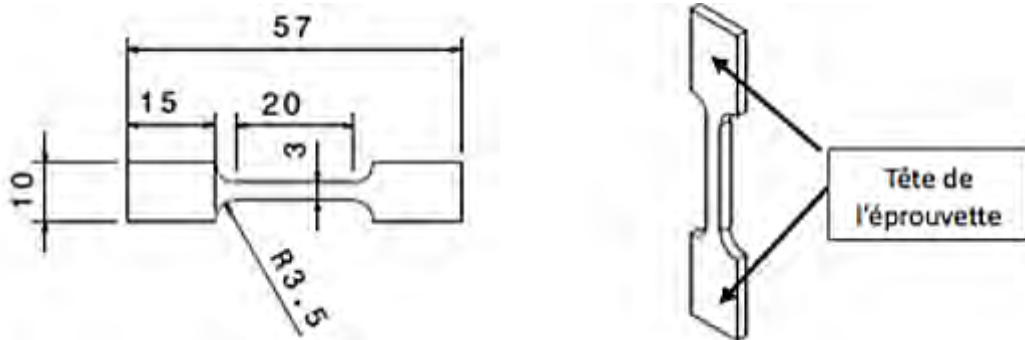


Figure 2.3 : Dimension des éprouvettes de tractions

Les tôles étant peintes et corrodées, un polissage des éprouvettes a été nécessaire pour obtenir une surface plane.

Les essais ont été réalisés sur une machine de traction SYNERGIE 1000 avec un extensomètre MTS. Afin d'obtenir une courbe nette, les éprouvettes ont subi une pré-charge (80 kN pour L8 et 150 kN pour L2) avant chaque test. L'épaisseur, la largeur et la longueur utiles de chaque éprouvette ont été enregistrées avant le lancement de l'essai.

Pour convertir les valeurs mesurées du mégapascal au kilogramme-force par millimètre carré et les comparer avec les valeurs données dans les standards Breguet (fiche Br. 201), j'ai utilisé la formule donnée par l'American Society for Metals³⁰² : $1 \text{ kgf/mm}^2 = 9.807 \text{ MPa}$.

302 ASM International, *ASM Ready Reference : Properties and Units for Engineering Alloys*, 1999, 169 pages, p.74.

3. Composition élémentaire et macrostructure

3.1. Composition élémentaire

La composition élémentaire de toutes les pièces étudiées a été déterminé par MEB-EDX mais afin de valider les résultats d'analyse, les tôles L2 et L8 ont également été analysées par ICP-OES. La quantité de matière nécessaire pour l'ICP-OES (2 à 3g demandé) n'a pas permis d'analyser les rivets. Les éléments traces mesurés par GDMS sont donnés en annexe.

Le tableau 3.1 présente les écarts et l'erreur relative des analyses MEB-EDX par rapport à l'ICP-OES pour les éléments communs. Ces écarts ont plusieurs origines. Tout d'abord, les volumes analysés ne sont pas les mêmes. L'ICP-OES est une technique d'analyse plus globale que le MEB-EDX. Alors que les compositions moyennes et écarts types sont calculés à partir de 4 prises d'essais de 0.15g pour l'ICP, 4 fenêtres de 1mm² sur une épaisseur de l'ordre du micron sont analysées par MEB-EDX pour chaque pièce étudiée. De plus la majorité des éléments sont présent à une concentration inférieure à 1%, ce qui n'est pas un problème pour l'ICP-OES dont le seuil de détection est de l'ordre du ppb alors que celui du MEB-EDX se situe à environ 0,1%.

Tôle L8	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
ICP-OES	3,88	0,83	0,522	0,60	0,53
% (masse)	± 0,05	± 0,01	± 0,007	± 0,01	± 0,04
MEB-EDX	4,33	0,78	0,58	0,68	0,46
% (masse)	±0,05	±0,01	±0	±0,03	±0,03
Ecart δ	0,45	-0,05	0,06	0,08	-0,07
Erreur %	11,6%	6,0%	11,1%	13,3%	13,2%
Tôle L2	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
ICP-OES	4,36	1,53	0,501	0,167	0,25
% (masse)	±0,03	± 0,02	± 0,006	± 0,001	±0,01
MEB-EDX	4,72	1,33	0,54	0,21	0,22
% (masse)	± 0,31	± 0,06	±0,05	±0,06	±0,04
Ecart δ	0,36	-0,2	0,04	0,04	-0,03
Erreur %	8,3%	13%	8%	23,5%	12%

Tableau 3.1 : écart entre les mesures de composition élémentaire (% massique) réalisées par ICP-OES (EAG) et par MEB-EDX (Cemes) des tôles L2 et L8

L'erreur est d'environ 10% ce qui est acceptable d'autant plus que ces écarts sont proches des écarts types obtenus par MEB-EDX. Seule l'erreur (24%) sur la teneur en silicium (0,17 %) de la tôle L2 est significativement plus élevée, mais cette teneur est proche de la limite de détection de l'EDX (0.1%) et difficilement précisément quantifiable par cette technique. On peut toutefois remarquer que le cuivre et le silicium semblent surdosés. Le magnésium, élément léger qui n'offre pas beaucoup de contraste dans la matrice d'aluminium également légère, pourrait être sous-dosé. Les rapports Cu/Mg et Mg/Si étant pris en compte dans la formation des précipités, il faudra en tenir compte. La précision est toutefois suffisante pour identifier les alliages utilisés. Pour cela nous avons comparé les résultats obtenus par MEB-EDX avec ceux de la norme aéronautique AIR 3350/C³⁰³ contemporaine de la construction de l'avion et sur lesquels s'appuient les standards Breguet (partie 1, §4). Pour les rivets, la norme AIR 3350/C ne mentionne pas l'A-U3G et nous n'avons pas trouvé de référence aux normes aéronautiques le concernant dans les standards Breguet. Nous nous sommes donc appuyés sur les compositions données dans l'article de Tournaire et Renouard de 1956, décrivant la mise au point d'un alliage spécifique pour rivets³⁰⁴. Dans cet article, il est également fait mention de rivets en A-U4G dont la composition diffère légèrement de celle indiquée dans la norme AIR 3350/C et reproduite également dans le tableau 3.2.

Comme le montre le tableau 3.2, L1a et la tôle L2 ont des compositions de type A-U4G1 tandis que la cale C, la tôle L8 et les rivets L2 sont de type A-U4G. La composition des rivets de l'assemblage L1 correspondent parfaitement à celle de l'alliage A-U3G donnée dans l'article de Tournaire et Renouard. On peut noter que la composition des rivets L2 est plus proche de la composition de l'A-U4G donnée dans cet article que de celle de la norme AIR 3350/C en ce qui concerne le cuivre et le manganèse.

303 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p., p. 3.

304 TOURNAIRE M., RENOARD M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46, p.43.

% (masse)	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
Tôle L2	92,97	4,72	1,33	0,54	0,21	0,22
	± 0,28	± 0,31	± 0,06	± 0,05	± 0,06	± 0,04
Lisse L1a	92,29	4,88	1,53	0,85	0,10	0,23
	± 0,2	± 0,15	± 0,03	± 0,02	± 0,01	± 0,02
Cale C	93,18	4,37	0,63	0,78	0,57	0,37
	± 0,2	± 0,16	± 0,02	± 0,02	± 0,03	± 0,03
Tôle L8	93,17	4,33	0,78	0,58	0,68	0,46
	± 0,04	± 0,05	± 0,01	± 0,01	± 0,03	± 0,03
Rivets L2	93,79	4,23	0,51	0,64	0,51	0,24
	± 0,18	± 0,07	± 0,06	± 0,04	± 0,05	± 0,03
Rivets L1	95,08	3,65	0,30	≤ 0,10	0,57	0,34
	± 0,11	± 0,08	± 0,07	X*	± 0,02	± 0,04
A-U4G1 ³⁰⁵	Base	4,25	1,5	0,7	0,4 max	0,5 max
A-U4G ³⁰⁶	Base	4	0,7	0,5	0,5	0,5 max
A-U4G rivet ³⁰⁷	Base	4,10	0,70	0,65	0,55	nc*
A-U3G rivet ³⁰⁸	Base	3,30	0,35	≤ 0,10	0,50	nc*

Tableau 3.2 : composition élémentaire analysée par MEB-EDX en pourcentage massique des différents éléments étudiés. 3 rivets L1 et 3 rivets L2 ont été analysés. –*nc : non communiqué - X* : non calculé.

Les principales différences entre l'A-U4G1 et l'A-U4G concernent les taux de magnésium et de silicium. Dans un article paru en 1954 dans la *Revue de l'Aluminium*³⁰⁹, il est précisé que du silicium est ajouté lors de la fabrication de l'A-U4G alors que plus de magnésium est ajouté à l'alliage A-U4G1. L'ajout de silicium est vérifiable en calculant le rapport Fe/Si ; si celui-ci est voisin de 2, il n'y a pas d'ajout volontaire de silicium³¹⁰. Les rapports Fe/Si des pièces de composition A-U4G1 sont bien plus proches de 2 que celles en A-U4G (Tableau 3.3), confirmant ainsi que du silicium a été ajouté intentionnellement dans le

305 Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p., p. 3.

306 *Ibid.*

307 TOURNAIRE M., RENOARD M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46.

308 *Ibid.*

309 CHEVIGNY R., « L'aluminium et ses alliages », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, p. 178.

310 VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, p.4, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

cas de l'A-U4G. La composition des rivets L1 diffère notablement des A-U4G et A-U4G1 par les taux plus faibles de cuivre, en accord avec leur nomenclature A-U3G, de magnésium et une quasi absence de manganèse.

Pièce	Alliage	Rapport Fe/Si
Tôle L2	A-U4G1	1.5
Lisse L1a	A-U4G1	2.3
Tôle L8	A-U4G	0.9
Cale C	A-U4G	0.6
Rivets L2	A-U4G	0.5

Tableau 3.3 : rapport Fe/Si indiquant la présence ou non d'un ajout de silicium, calculés à partir des compositions élémentaires (tableau 3.2)

3.2. Macrostructure

La caractérisation de la taille, de l'orientation et de la forme des grains a été menée par microscopie optique sur les rivets et les éléments laminés. Pour ces derniers, la caractérisation a été réalisée sur des échantillons prélevés dans les plans d'observation ND-RD et ND-TD qui ont été établis par rapport à un sens de laminage RD présumé.



La cale C (assemblage L2) n'a été observée que suivant la direction perpendiculaire au laminage (plan ND-TD) en raison de sa petite taille et du fait que l'on voulait en conserver pour d'autres types d'analyse.

Comme le montre la figure 3.1, les micrographies mettent en évidence une forme et une taille de grain différentes entre les pièces laminées et les rivets. Un allongement des grains dans les éléments laminés est observé alors que les grains des rivets sont de forme polygonale. On peut noter que pour la tôle L2, le sens de la direction réelle de laminage n'est pas celle présumée d'après la forme de la plaque mais la direction perpendiculaire indiquée par TD. Les tailles moyennes établies à partir de ces micrographies sont reportées dans le tableau 3.4.

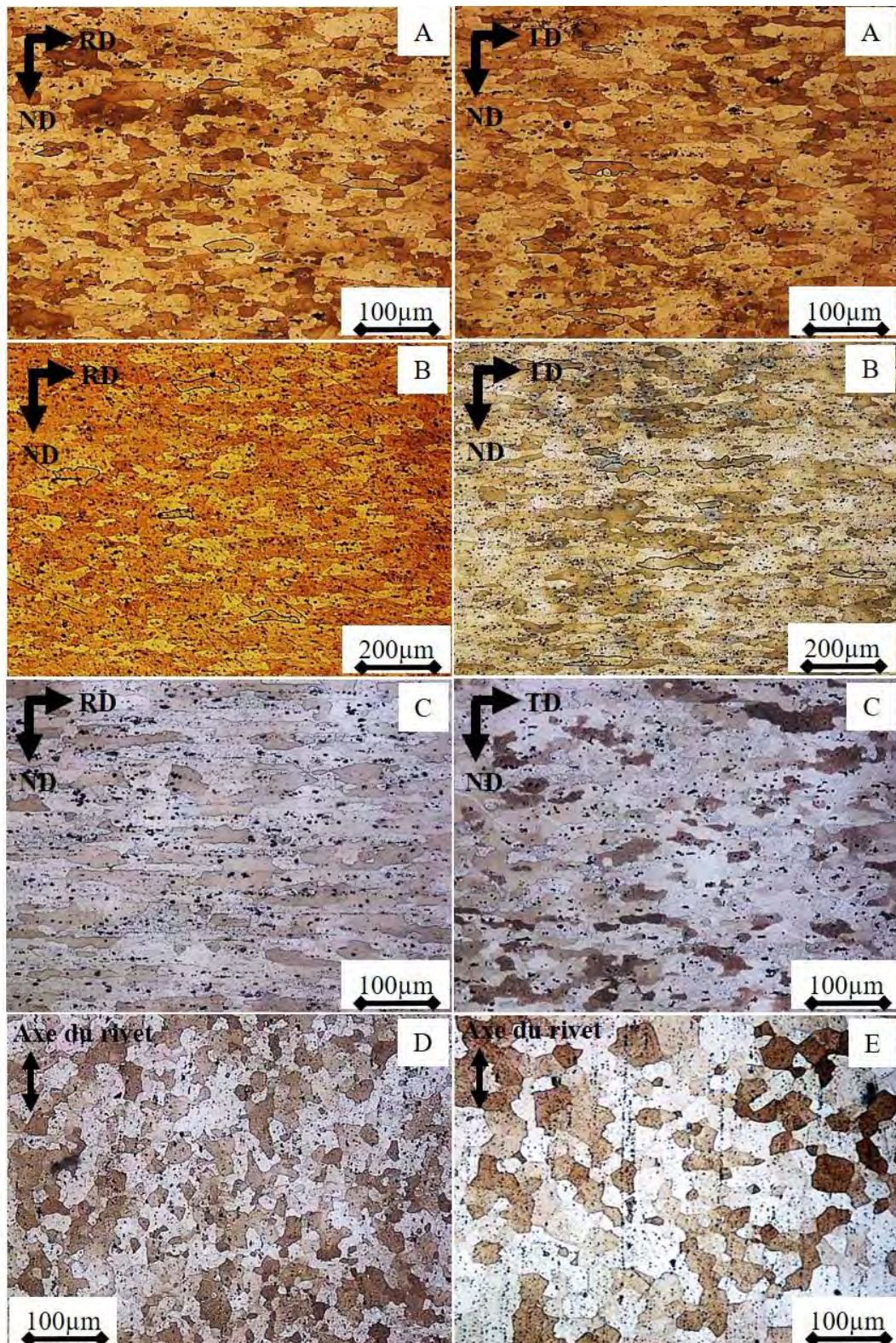


Figure 3.1 : Micrographies optiques des plans ND-RD et ND-TD des pièces laminées Tôle L8 (A) et Tôle L2 (B) (échelle différente de la Tôle L8) ainsi que de la Lisse L1a (C), des rivets de l'assemblage L2 (D) et de l'assemblage L1 (E). Les rivets présentant des grains isotropes, seules les observations transverses (axe du rivet vertical) sont montrées.

Echantillon	Plan	Longueur des grains (L en μm)	Largeur des grains (l en μm)	Rapport L / l
tôle L2	ND-RD	69 ± 35 (40 mesures)	23 ± 8 (40 mesures)	3
A-U4G1	ND-TD	114 ± 53 (40 mesures)	29 ± 12 (40 mesures)	3,9
L1a	ND-RD	111 ± 61 (28 mesures)	27 ± 17 (50 mesures)	4,1
A-U4G1	ND-TD	73 ± 45 (34 mesures)	25 ± 12 (47 mesures)	2,9
tôle L8	ND-RD	46 ± 15 (50 mesures)	15 ± 5 (50 mesures)	3,1
A-U4G	ND-TD	44 ± 24 (57 mesures)	19 ± 8 (57 mesures)	2,3
Cale C	ND-TD	112 ± 54 (33 mesures)	19 ± 9 (77 mesures)	6
A-U4G				

Tableau 3.4 : Tailles moyennes des différents grains des pièces étudiées déduite des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

La cale C présente une forte anisotropie des grains comme les trois autres pièces laminées et bien que les observations ne fassent pas apparaître la direction de laminage, il est clair que cette pièce a également été laminée (Figure 3.2). L'anisotropie des grains est même beaucoup plus prononcée ($L/l = 6$) que pour les autres pièces laminées pour lesquelles les rapports L/l sont compris entre 2 et 4 (Tableau 3.4)

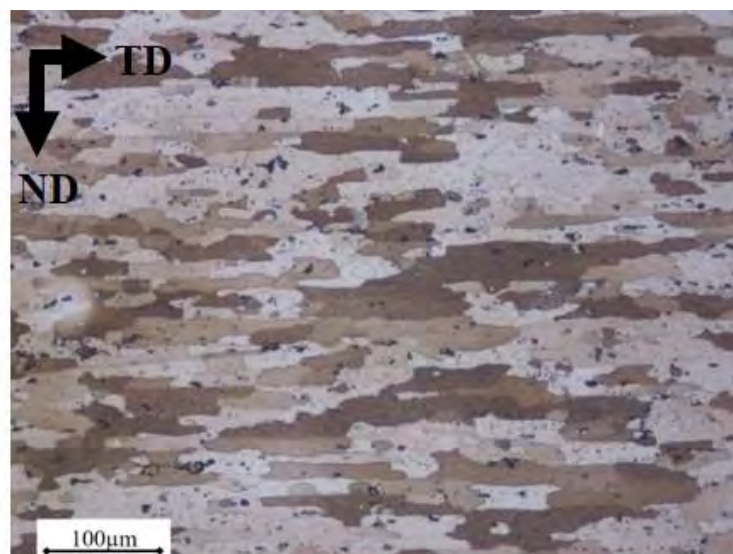


Figure 3.2 : Micrographie optique du plan ND-TD de la cale C de l'assemblage L2 (A-U4G)

La forme des grains observés est indépendante de la nature de l'alliage mais dépend principalement de la mise en forme et s'il y a eu ou non un recuit.

La dernière étape de fabrication des rivets consiste en la formation de la tête par refoulement à froid dans une matrice de forme appropriée³¹¹. Afin d'éviter qu'au cours de cette étape certaines zones de la tige atteignent l'écroutissage critique³¹² et provoque un grossissement localisé de certains grains lors de la mise en solution, la tige subit un recuit et un écroutissage³¹³ avant la formation de la tête. Ce traitement permet que l'écroutissage critique soit dépassé en tout point de la tige et que tous les grains aient avant la mise en solution une taille uniforme, qu'ils conservent durant cette dernière étape et empêche la formation de zones de fragilités. Ce recuit entraîne une recristallisation des grains qui perdent leur orientation préférentielle due au filage et tréfilage. C'est ce que l'on observe ici et qui explique pourquoi les deux types de rivets présentent des grains plus isotropes que ceux des pièces laminées qui n'ont pas subi de recuit.

Comme le montrent la figure 3.1 et le tableau 3.5, les deux types de rivets présentent une macrostructure différente. Les grains du rivet en A-U4G sont plus petits que ceux du rivet en A-U3G. Cette différence est également mentionnée dans l'article de 1956 sur les duralumins pour rivets, où il est dit que malgré des conditions de fabrication comparables, les grains de l'alliage A-U3G sont plus gros que celui de l'alliage A-U4G mais restent acceptables pour la fabrication de rivets³¹⁴. Malgré l'absence d'échelle dans les images de l'article reproduites figure 3.3, les tailles moyennes des grains données dans les légendes des figures permettent de les comparer aux nôtres. Ces tailles moyennes sont comparables à nos mesures comme le montre le tableau 3.5 (27 pour 29 μm et 55 pour 47 μm). La forme des grains et la dispersion en taille sont également comparables entre les deux séries de photos faites à 60 ans d'écart. Donc d'après à la fois les informations de 1956 et nos observations, la différence de morphologie entre les rivets de l'assemblage L1 et de l'assemblage L2 est vraisemblablement due à la nature de leur alliage et leur fabrication a très certainement été similaire. Cette information n'a pas été retrouvée sur les standards Breguet (fiche Br.201) qui précisent certaines conditions d'élaboration des pièces laminées. Concernant les rivets, seul le

311 PENEL P., « fiche G81-novembre 1958 : Le rivetage. Première partie » in Encyclopédie du travail de l'aluminium, Paris, 1958, p.1125.

312 L'écroutissage critique est le plus petit taux d'écroutissage qui permet d'obtenir une recristallisation avec les traitements thermiques postérieurs mais qui fournit le plus gros grain.

313 Actuellement, l'écroutissage minimal avant une recristallisation entre 340°C et 400°C est de l'ordre de 15% pour les alliages à haute résistance du type 2017A et 2024.

314 TOURNAIRE M., RENOARD M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, p.45 : « Dans des conditions de fabrication comparables, le grain des alliages A-U2G et A-U3G est plus gros que celui de l'alliage A-U4G, mais il reste acceptable pour la fabrication des rivets. Les figures 5, 6 et 7 représentent des micrographies de fils de rivets en A-U4G, A-U2G et A-U3G, dans des sections longitudinales (polissage électrolytique Jacquet, attaque au réactif de Keller). »

type d'alliage est mentionné.

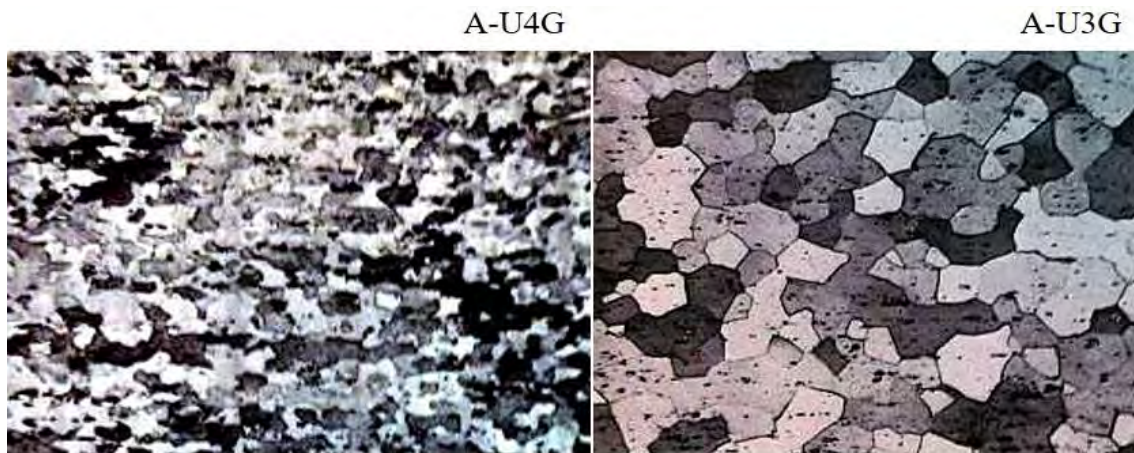


Figure 3.3 : Reproduction des micrographies optiques de l'article de 1956 (note 313).

Légende d'origine pour la micrographie optique du rivet en A-U4G :

« Micrographie de fil de rivet en A-U4G ; grain AFNOR 8 ; diamètre moyen 27μ »,

Légende d'origine pour la micrographie optique du rivet en A-U3G :

« Micrographie de fil de rivet en A-U3G ; grain AFNOR 6 ; diamètre moyen 55μ »

Echantillon	Diamètre des grains (en μm)
Rivet de l'assemblage L2	
(A-U4G)	29 ± 15 (48 mesures)
Rivet de l'assemblage L1	
(A-U3G)	47 ± 25 (50 mesures)

Tableau 3.5 : Valeurs moyennes des tailles de grains déduites des micrographies optiques de la figure 3.5.

Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

4. Microstructure

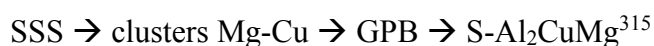
La première partie de ce chapitre est dédiée à l'étude de l'influence de la composition élémentaire des alliages A-U4G1, A-U4G et A-U3G sur la formation des phases présentes dans leur microstructure. La seconde partie est consacrée à l'influence des traitements thermomécaniques appliqués aux alliages lors de la fabrication des pièces. La troisième partie est destinée à l'observation des indices d'exposition à la chaleur présents dans la microstructure de la tôle L8.

4.1. Influence de la composition élémentaire et identification des phases

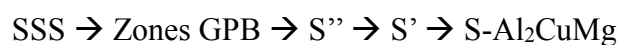
Avant de présenter mes résultats je vais rapidement exposer les principales données de la littérature. Les phases présentes dans la microstructure des duralumins sont habituellement classées en 3 types :

- Les phases issues de la précipitation :

La précipitation dans les duralumins, encore sujet à débat aujourd'hui, dépend principalement des rapports Cu/Mg et Mg/Si. D'après les dernières hypothèses, elle se décompose en deux séquences : $SSS \rightarrow \text{zones GP} \rightarrow \Theta'' \rightarrow \Theta' \rightarrow \Theta\text{-Al}_2\text{Cu}$



Qui remplacent les séquences classiques :



Une fois l'alliage trempé et à température ambiante, la solution solide sursaturée en atomes de solutés (SSS) se décompose spontanément et progressivement pour donner naissance à de petits amas d'atomes de solutés dont les zones Guinier-Preston (GP) ou Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB). Ces amas cohérents avec la matrice d'aluminium durcissent le métal en ralentissant la progression des dislocations par la déformation locale du réseau cristallin. Un chauffage entre 100°C et 200°C durant un temps déterminé accentue encore cette décomposition jusqu'à atteindre un durcissement maximum. Ce pic de durcissement est dû à la présence de phases métastables semi-cohérentes avec la matrice d'aluminium appelés Θ'

315 SHA G., MARCEAU R.K.W., GAO X., MUDDLE B.C. et RINGER S.P., « Nanostructure of aluminium alloy 2024 : Segregation, clustering and precipitation processes », *Acta Materialia*, vol. 59, n°4, pp. 1659-1670, 2011.

et/ou S', non formés lors d'une maturation. Nous garderons donc le terme de S' pour différencier ces précipités aux phases d'équilibres S et Θ incohérentes avec la matrice et ne participant pas au durcissement de l'alliage.

Le cuivre étant en excès par rapport au magnésium, la séquence est mixte : une fois qu'il n'y a plus de magnésium libre pour former le précipité durcissant de type Al_2CuMg , le cuivre forme la phase Al_2Cu avec l'aluminium³¹⁶. La présence de silicium est également importante. S'il en est ajouté à un alliage contenant moins de 1% de magnésium, comme c'est le cas pour A-U4G, les phases Mg_2Si et Al-Cu-Mg-Si participent également au durcissement^{317, 318}.

– Les dispersoïdes :

Ces phases de type $Al_{20}Cu_2Mn_3$ pour les alliages 2024, sont formés durant les longs traitements thermiques tel que l'homogénéisation des lingots. Par la faible solubilité du manganèse dans l'aluminium à l'état solide, les dispersoïdes sont peu sensibles aux traitements thermiques ultérieurs à leur formation³¹⁹. Sans être un agent durcissant comme les précipités, leur rôle est également d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage. Par leur faible solubilité, ils épinglent les joints de grains lors des traitements thermiques et limite ainsi leur taille. Les grains étant plus petits, plus de joints de grains sont présents pour ralentir le mouvement des dislocations. Suivant le même principe, ces particules permettent d'élever la température de recristallisation et la formation d'une structure fibreuse.

– Les phases intermétalliques grossières :

Les particules intermétalliques grossières sont formées durant la solidification du lingot et ne participent pas au durcissement de l'alliage. Leur taille dépend principalement de trois facteurs : la vitesse de solidification du lingot, le taux de fer et silicium et de déformation que la pièce a subi. Plus la vitesse de solidification est rapide et moins il y a de silicium et/ou de fer, plus leur taille diminue par manque de matière et de temps. La déformation que subit l'alliage pour former les pièces a également tendance à réduire leur taille en les fractionnant. Moins solubles que les précipités d'équilibres par leur teneur en fer, silicium et

316 DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, p.18, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

317 *Ibid.*

318 DUBOST B., SAINFORT P., « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr> .

319 WANG S.C., STARING M.J., « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys », *international Materials Reviews*, vol.50, n° 4, pp. 193-215, Aug, 2005.

manganèse, ces phases peuvent tout de même se transformer durant les traitements à haute température comme les traitements d'homogénéisation.

Dans les alliages de type 2024, les principales phases intermétalliques observées sont de type α -Al(MnFe)Si et Al_7Cu_2Fe ^{320,321}.

Nous allons maintenant présenter les différentes phases identifiées dans nos alliages en suivant cette classification. On peut séparer les phases de précipitation en phases d'équilibre, présentes sous forme de cristaux micrométriques et submicrométriques non cohérents avec la matrice et en phases de taille nanométrique voir de quelques dizaines de nanomètres cohérentes ou partiellement cohérentes avec la matrice. Les premières ont été étudiées par MEB tandis que pour les deuxièmes la MET et la sonde atomique ont été utilisées.

4.1.1. Alliages identifiés comme A-U4G1 (L1a, tôle L2)

- Précipitation (phases d'équilibre)

La phase d'équilibre Al_2CuMg a été identifiée dans les deux pièces par MEB-EDX et diffraction des rayons X. Dans les deux cas on a observé par MEB des particules globulaires à côté de phases intermétalliques grossières facilement reconnaissables par leur fragmentation dues au laminage, comme montré figure 4.1 pour le L1a. Les mesures EDX ont révélé que ces particules contenaient en plus de l'aluminium, du cuivre et du magnésium en proportion similaire.

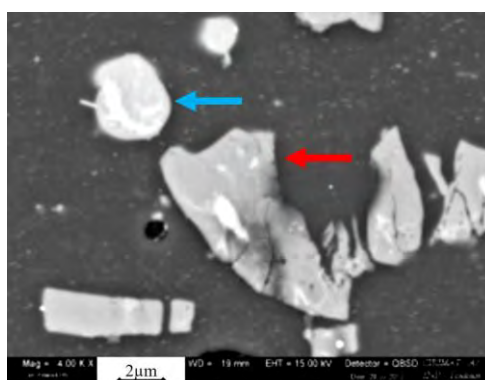


Figure 4.1 : Micrographie MEB de particules globulaires contenant du Al, Cu et Mg (Cu/Mg 1.2) (flèche bleue) et d'une phase intermétallique (fragmentée lors du laminage) (flèche rouge) observée dans le L1a (A-U4G1).

Dans la tôle L2, les mesures EDX ont montré que certaines particules ne contenaient

320 *Ibid.*

321 SPERRY P.R., "The Intermetallic Phases in 2024 Aluminum Alloys", *Trans. Am. Soc. Met.*, 48, 904-918, 1956.

pas de Mg et seulement Al et Cu dans des proportions proches de Al_2Cu tandis que d'autres contenaient du Si et semblaient être du type Al-Mg-Si.

Les diagrammes de diffraction des rayons X enregistrés à Soleil sur la ligne Diffabs ont permis d'identifier certaines de ces phases et confirmer les différences entre les deux pièces (Figure 4.2). Les pics de diffraction de phase Al_2CuMg sont bien visible sur les diagrammes. Pour la tôle L2 les pics de diffraction de la phase Al_2Cu ont été identifiés. En revanche aucune phase de type Al-Mg-Si n'a été trouvée.

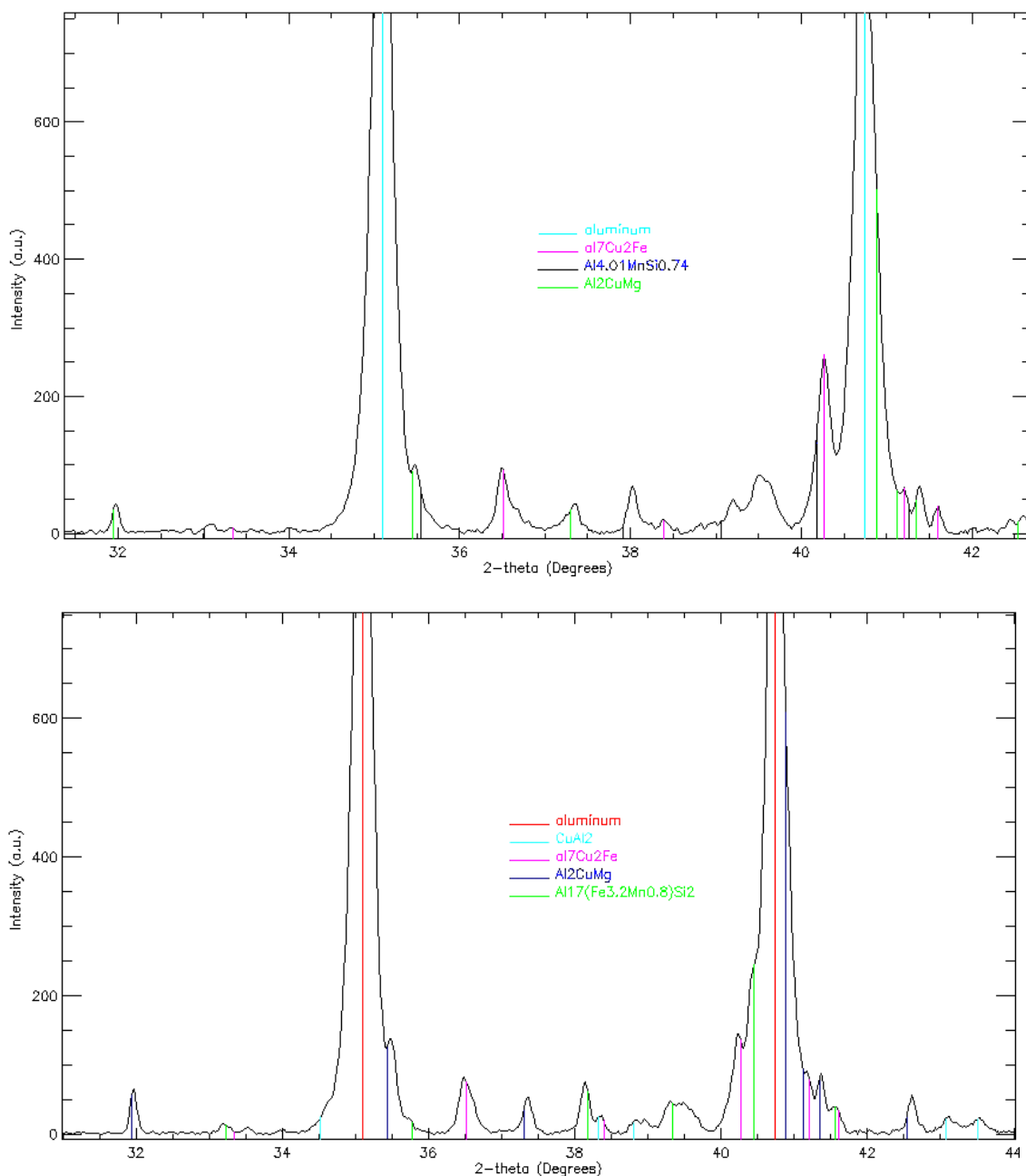


Figure 4.2 : Diagrammes de diffraction de L1a (haut) et de la tôle L2 (bas) enregistrés sur Diffabs (Synchrotron SOLEIL). Les phases identifiées, en plus de l'aluminium, sont respectivement pour L1a (A-U4G1) et la tôle L2 (A-U4G1) : Al_2CuMg , $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\alpha\text{-Al}_{4.01}\text{MnSi}_{0.74}$ et Al_2Cu , Al_2CuMg , $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3.2}\text{Mn}_{0.8})\text{Si}_2$.

- Précipitation (phases nanométriques)

Les observations MET ont révélé la présence de nanoparticules sphériques de taille comprise entre 10 et 20 nm dans les deux pièces. Difficiles à détecter, elles apparaissent avec les dislocations qu'elles épinglent (Figure 4.3). Comme le montre la cartographie MET-EDX, ces phases sont principalement constituées de cuivre et ne semblent pas être réparties de façon très homogène. D'après l'article de Y.C. Lin et *al.*³²² (Figure 4.3bis), ces précipités participant au durcissement sont également visibles dans le 2024 – T3 actuel (trempe, écrouissage, maturation). Il pourrait s'agir de phases de type Θ'' -Al₂Cu mais cette hypothèse reste à confirmer.

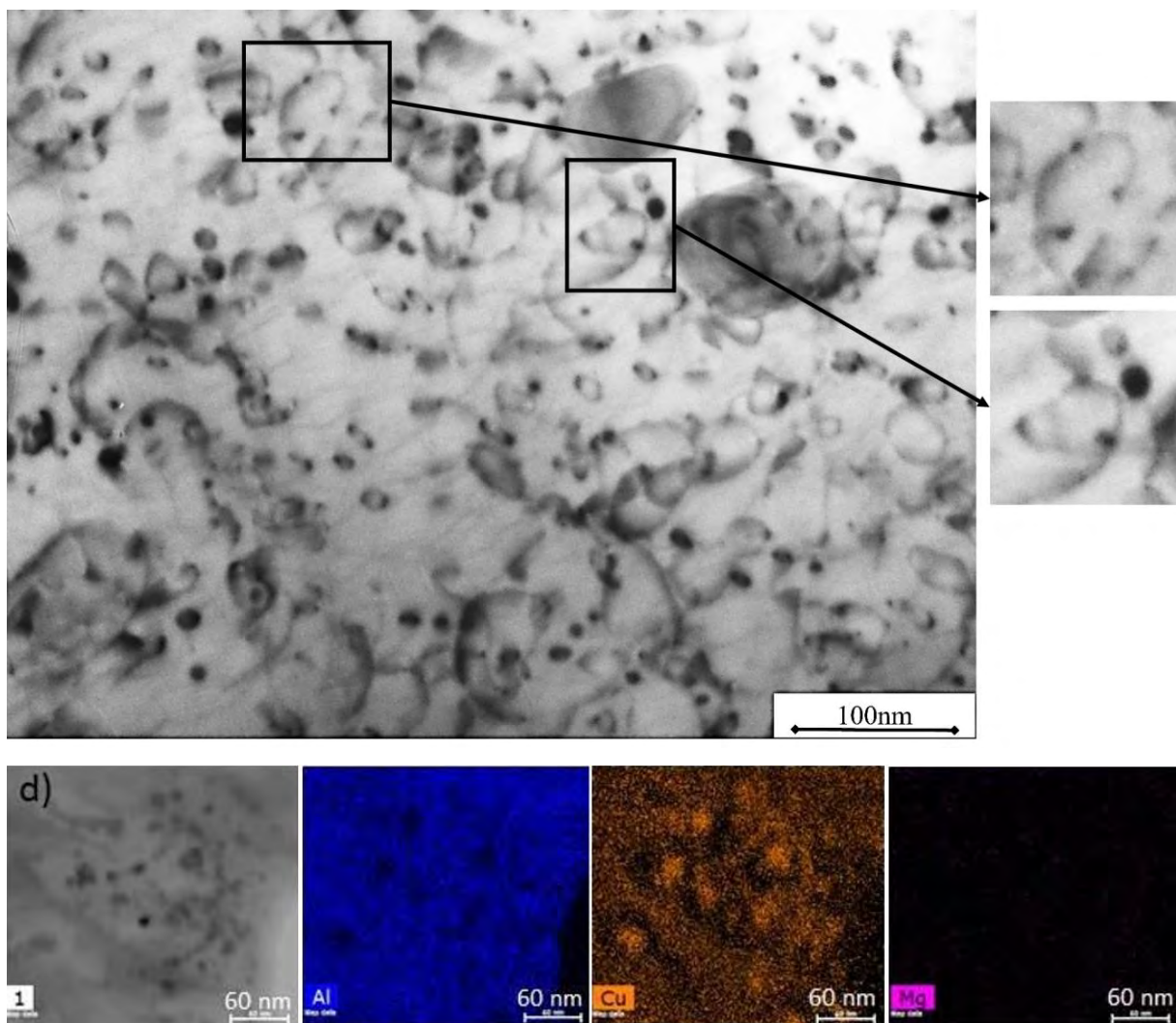
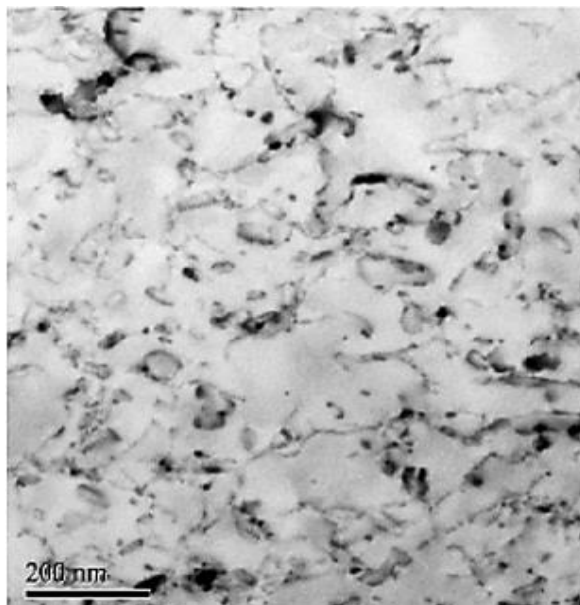


Figure 4.3 : Images en champ clair et cartographies EDX (Philips CM20-FEG) des nanoparticules sphériques de taille comprise entre 10 et 20 nm participant au durcissement de L1a (A-U4G1) par l'épinglage de dislocations.

322 LIN Y.C., XIA Y.-C., JIANG Y.-Q., ZHOU H.-M., LI L.-T., « Precipitation hardening of 2024-T3 aluminum alloy during creep aging », *Materials Science and Engineering A* : 565 (2013), pp. 420-429.



**Figure 4.3bis : Image MET en champ clair de nanoparticules sphériques d'un 2024-T3 actuel, similaires à celles visibles dans les alliages A-U4G1 (tôle L2 et L1a).
Reproduction de de l'article de Y.C. LIN et *al.* (note 321) dont la légende originale est : Fig. 7. TEM micrographs of dislocations of the as-received specimen.**

L'observation du même alliage (A-U4G1 de L1a) à la sonde atomique tomographique montre une matrice particulièrement homogène sans qu'aucune zone de type Guinier-Preston ne soit détectée (Figure 4.4). Les nanoprécipités observés par MET sont relativement loin les uns des autres et il n'est pas surprenant qu'il n'en ait pas dans le volume analysé à la sonde atomique. De grandes régions (plusieurs centaines de nanomètres) en semblent dépourvues.

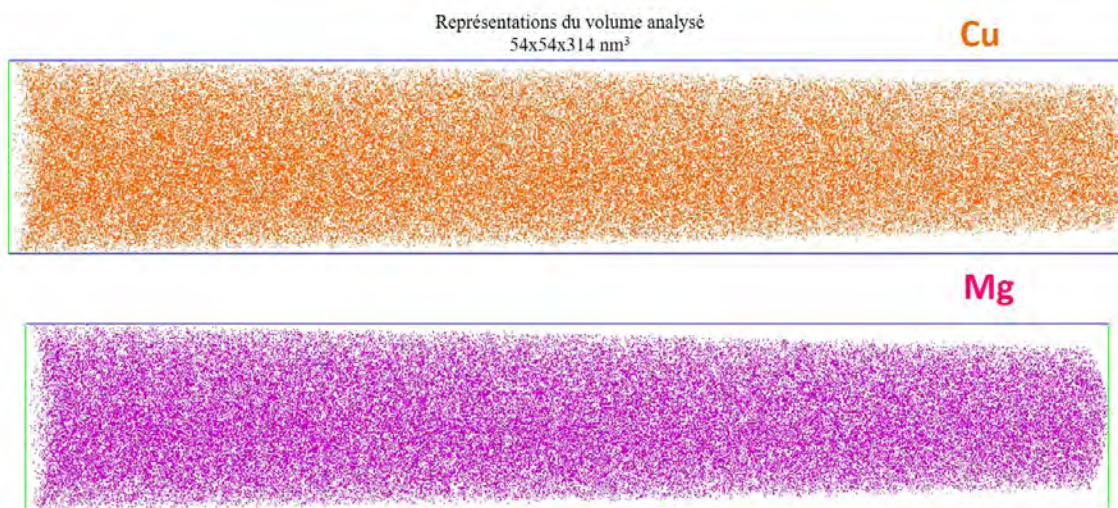


Figure 4.4 : Distribution du Cu et du Mg dans le volume ($54 \times 54 \times 314 \text{ nm}^3$) analysé par sonde atomique tomographique, W. Lefebvre et I. Blum, Groupe de Physique des Matériaux, Rouen.

Composition moyenne atomique du volume du L1a (A-U4G1) :

Al 97,13 \pm 0,01%at – Cu 1,22 \pm 0,01%at – Mg 1,65 \pm 0,01%at

Qui donne approximativement une composition moyenne massique : Al 95,70% - Cu 2.83% - Mg 1.46%

D'après l'article de Philip R. Sperry³²³ et Delevay³²⁴, les précipités d'équilibres présents dans les alliages 2024 sont Al₂CuMg, Al₂Cu et Mg₂Si. Mais d'après Mondolfo, avec un ratio Cu/Mg compris entre 1,5 et 4 et un ratio Mg/Si élevé, le principal précipité d'équilibre serait Al₂CuMg. C'est bien celui que l'on retrouve pour L1a qui présente un ratio Mg/Si très élevé et où seul ce type de précipité d'équilibre a été identifié. En revanche, pour la tôle L2 qui présente un rapport Mg/Si plus faible, des précipités de type Al₂Cu ont aussi été identifiés (Tableau 4.1). Des précipités contenant à la fois du Si et Mg ont été observés. L'aluminium mesuré dans ces précipités pourrait provenir de la matrice. On ne peut donc pas exclure que des précipités du type Mg₂Si soient également présents dans l'alliage de cette pièce.

A-U4G1	Cu/Mg	Mg/Si
L1a (MEB-EDX)	3,2	15,3
Tôle L2 (MEB-EDX)	3,5	6,3
Tôle L2 (ICP-OES)	2,8	9

Tableau 4.1 : rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3)

- Phases intermétalliques grossières

Des phases intermétalliques grossières contenant (Al, Cu, Fe) et (Al, Mn, Fe, Si) ont été détectées dans les deux pièces par MEB-EDX, sous formes de particules irrégulières et souvent fractionnées (figure 4.1). La phase Al₇Cu₂Fe identifiée par diffraction des rayons X dans les deux pièces correspond certainement au premier type de particules (Figure 4.2). Les particules du deuxième type de la tôle L2 pourraient correspondre à une phase alpha de composition proche de α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si₂ dont les pics de diffraction sont bien indexés (Figure 4.2). C'est un peu moins clair pour L1a. Une phase alpha de composition α -Al₄MnSi_{0,74} est bien identifiée sur le diagramme de diffraction mais cette phase ne contient pas de fer tandis que les particules détectées au MEB auraient des taux de manganèse, de fer et de silicium similaires d'après les mesures EDX (de l'ordre de 76 %at d'aluminium, 4 %at de manganèse, 8 %at de fer et 5 %at de silicium). Les phases alpha sont différentes dans les deux pièces mais il est difficile d'en définir précisément la composition notamment pour le L1a.

323 SPERRY P.R., "The Intermetallic Phases in 2024 Aluminum Alloys", *Trans. Am. Soc. Met.*, 48, 904-918, 1956.

324 DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>

Comme indiqué dans la partie expérimentale (§2), les diagrammes de diffraction ont été enregistrés en utilisant une caméra 2D et cette configuration peut être utilisée pour comparer la taille des particules des différentes phases. Au regard de la taille du faisceau de rayon X (300 μm de diamètre), les cristaux de la phase $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ sont relativement gros pour former des anneaux discontinus alors que ceux de la phase $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$ sont suffisamment petits, c'est-à-dire inférieur à quelques microns, pour former des anneaux continus (Figure 4.5). Comme seules les grosses particules ont pu être analysées par MEB-EDX le désaccord apparent entre les deux techniques pourrait provenir de cette différence de taille. Dans le cas de la tôle L2, ce sont les mêmes particules (grosses) qui ont été analysées par les deux techniques. En revanche pour le L1a ce n'est pas le cas. Les cristaux de la phase alpha sont plus petits et n'ont pas été analysés par EDX. Il est fort probable que les gros cristaux analysés par EDX soient trop peu nombreux pour avoir été détectés par diffraction des rayons X.

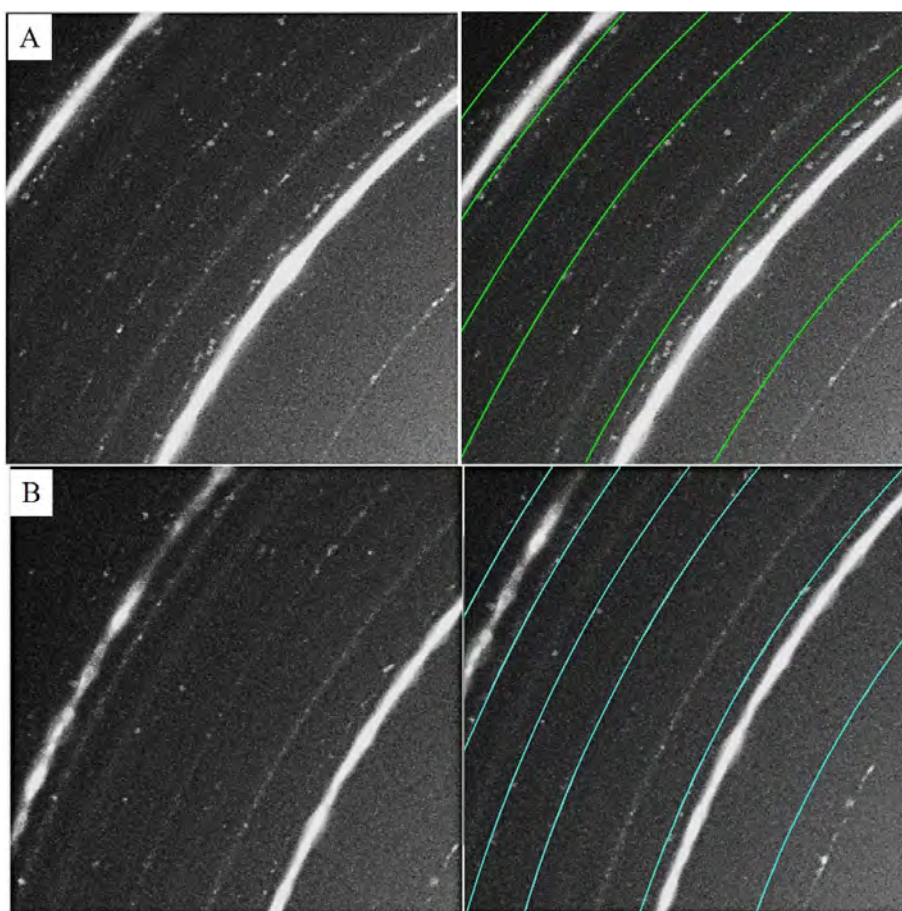


Figure 4.5 : Images 2D de diffraction de rayons X de la tôle L2 (a) et de L1a (b) en A-U4G1 enregistrés sur Diffabs (synchrotron SOLEIL). La phase $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_{0,74}$ (tôle L2, anneaux vert) forme des anneaux discontinus tandis que la phase $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$ (L1a, anneaux bleus) forme des anneaux continus.

Dans l'ensemble, les phases identifiées sont en bon accord avec les phases intermétalliques grossières attendues dans les alliages 2024.

- Dispersoïdes

La majorité des particules submicroniques observées par microscopie électronique en transmission est sous la forme de bâtonnets de tailles comparables pour les deux pièces. La longueur moyenne est de l'ordre de 250 nm avec des valeurs allant de 110 à 520 nm. Le diamètre moyen est de l'ordre de 80 nm avec des valeurs extrêmes comprises entre 40 à 140 nm. (Figure 4.6). Ces particules sont alignées dans le sens de laminage, leur observation par le plan (ND-TD) perpendiculaire au laminage confirme bien qu'il s'agit de bâtonnets et non de lentilles (Figure 4.7). Les cartographies EDX montrent qu'ils sont essentiellement composés de cuivre et de manganèse (Figure 4.8). Nous n'avons pas observé de différence entre les deux pièces.

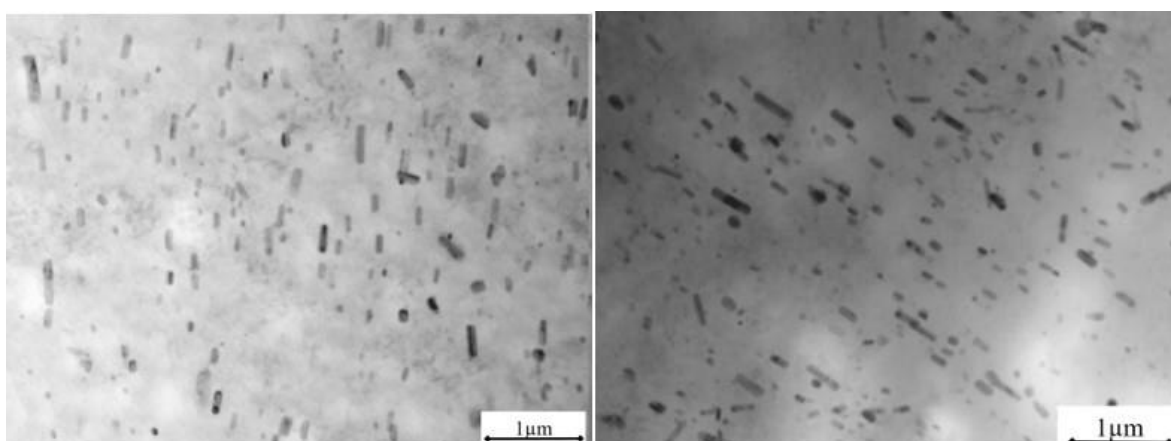


Figure 4.6 : Images MET en champ clair des dispersoïdes de L1a (gauche) et de la tôle L2 (droite) selon le plan TD-RD

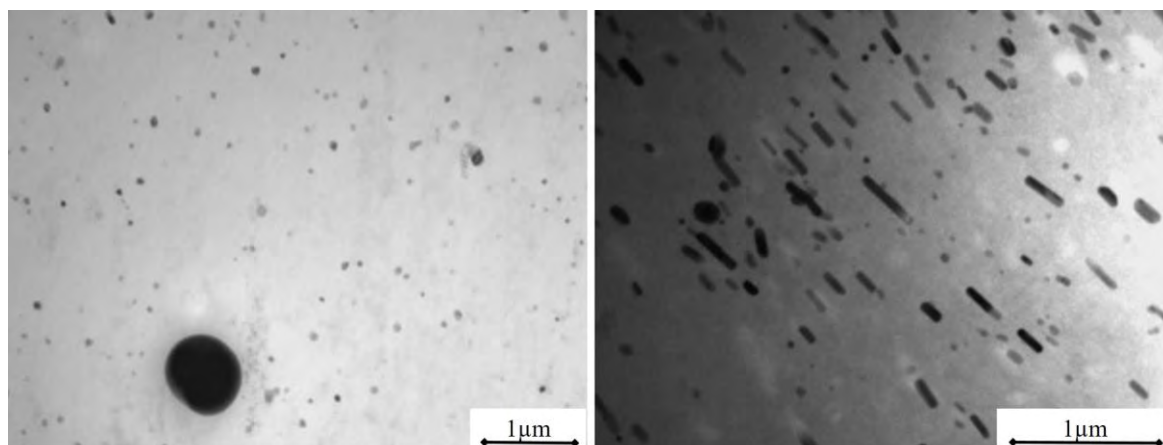


Figure 4.7 : Images MET en champ clair des dispersoïdes de la tôle L2 selon le plans ND-TD (gauche) et ND-RD (droite)

Ces dispersoïdes sont habituellement observés dans les 2024 et souvent associés à des phases de type $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ (phase T) ^{325,326}. Un de ces dispersoïdes a été intercepté par la sonde atomique (figure 4.9) et la quantification amène à une stœchiométrie de Al_6CuMn_2 soit en ramenant au même nombre de Mn à $\text{Al}_9\text{Cu}_{1,5}\text{Mn}_3$. Même si leur fonction principale est d'épingler les joints de grains et non les dislocations, ces dispersoïdes peuvent entrer en interaction avec ces dernières comme le montre la figure 4.10.

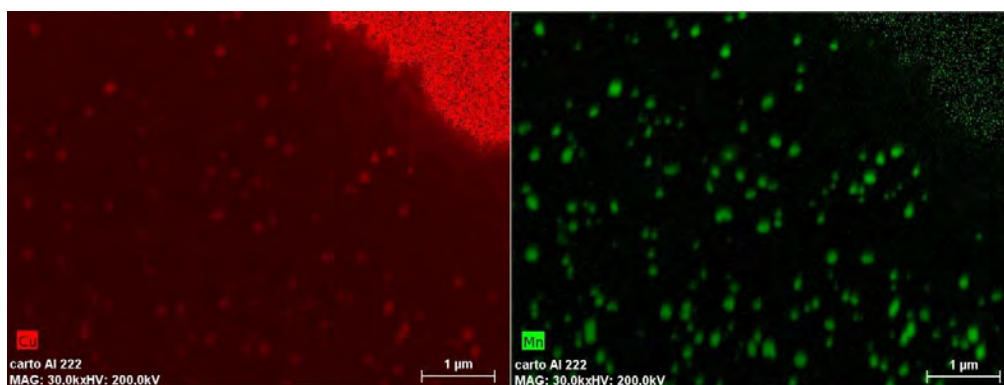


Figure 4.8 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) des dispersoïdes de L1a (A-U4G1)

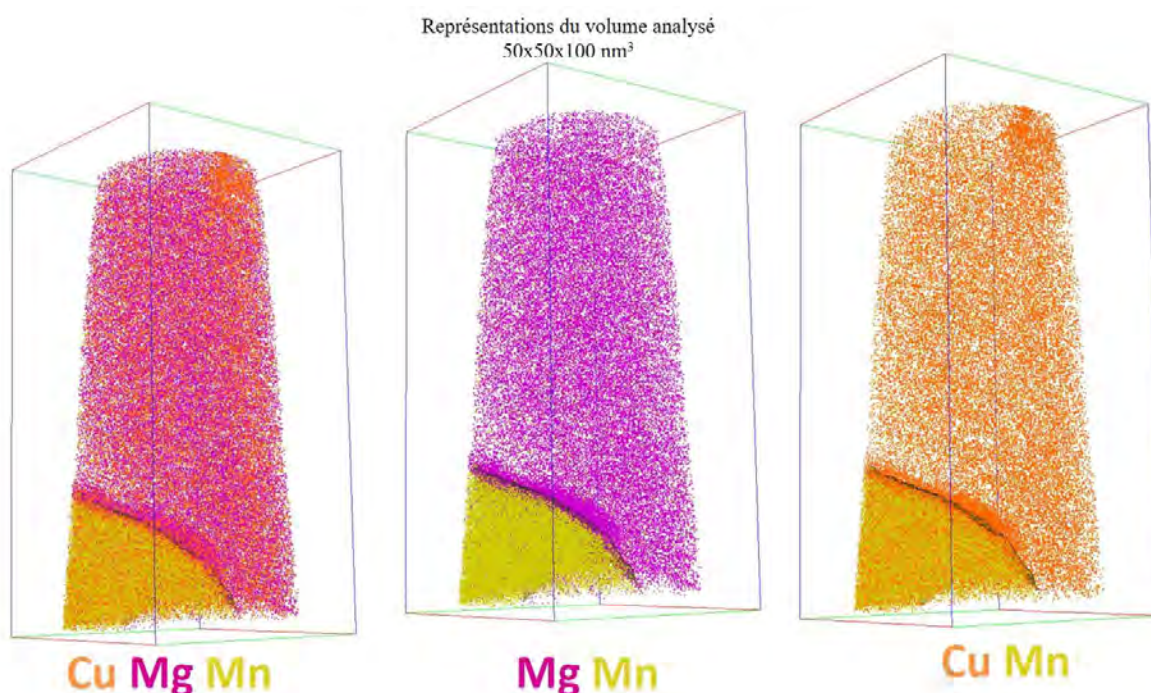


Figure 4.9 : Dispersoïde de type Al_6CuMn_2 partiellement intercepté par sonde atomique tomographique (L1a, A-U4G1)

325 WANG S.C., STARING M.J., « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys », *international Materials Reviews*, vol.50, n° 4, pp. 193-215, Aug, 2005.

326 SHEN Z., LIU C., DING Q., WANG S., WEI X., CHEN L., LI J. et ZHANG Z., « The structure determination of $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ by near atomic resolution chemical mapping », *Journal of Alloys and Compounds*, vol.601, pp.25-30, 7/15, 2014

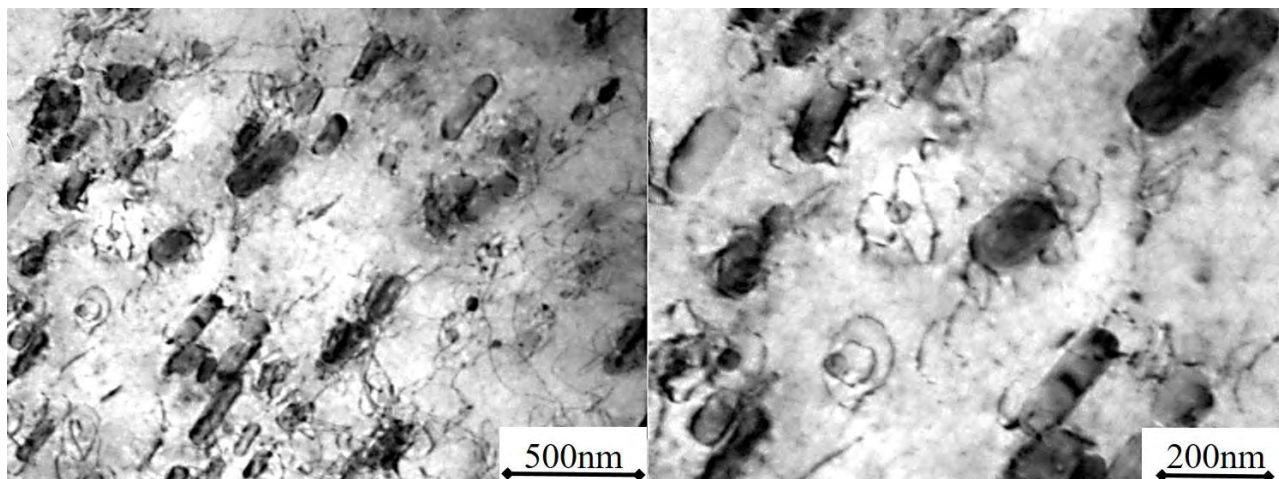


Figure 4.10 : Image MET en champ clair de l'interaction entre les dislocations et les dispersoïdes dans la tôle L2 (A-U4G1)

Les différentes phases identifiées dans les deux pièces sont résumées dans le tableau 4.2.

Phases observées	MEB-EDX	DRX	MET- EDX	Sonde atomique
L1a	Al-Cu-Mg	Al_2CuMg		
	Al-Mn-Fe-Si	$\alpha-Al_{4,01}MnSi_{0,74}$		
	Al-Cu-Fe	Al_7Cu_2Fe		
			Al-Cu-Mn	Al-Cu-Mn
tôle L2	Al-Cu	Al_2Cu		Na*
	Al-Cu-Mg	Al_2CuMg		Na*
	Al-Mg-Si			Na*
	Al-Mn-Fe-Si	$\alpha-Al_{17}(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si_2$		Na*
	Al-Cu-Fe	Al_7Cu_2Fe		Na*
				Al-Cu-Mn

Tableau 4.2 : Les différentes phases identifiées dans les deux pièces en A-U4G1 (L1a et tôle L2) selon les techniques expérimentales utilisés. Na* : non analysé.

4.1.2. Alliages identifiés comme A-U4G (tôle L8, cale C de l'assemblage L2)

- Précipitation (phases d'équilibre)

La phase d'équilibre Al_2Cu a été identifiée dans la cale C et la tôle L8 par diffraction des rayons X (Figure 4.12). Des particules globulaires de quelques microns comme celles montrées dans la figure 4.11 ont été observées par MEB dans les deux pièces. D'après l'EDX ces particules contiennent uniquement du cuivre et de l'aluminium avec un rapport Cu/Al (atomique) variant de 1/3 à 1/4. Le volume de ces particules est proche du volume minimal analysable sur le MEB utilisé et dans ces conditions il n'est pas déraisonnable de supposer que l'analyse ne concerne pas uniquement la particule mais inclue également une partie de matrice plus riche en aluminium. Ce qui pourrait expliquer le taux élevé d'aluminium mesuré. Dans la tôle L8 un deuxième type de phase a été identifié par diffraction des rayons X. Il s'agit de la phase Mg_2Si . Des particules de quelques microns contenant du magnésium et du silicium (pas de Fe, Cu et Mn) ont également été observées par MEB dans cette pièce.

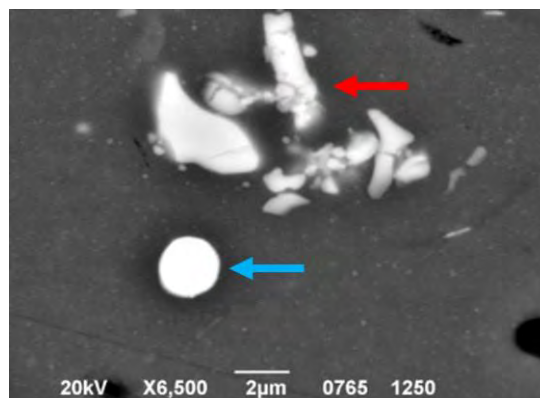


Figure 4.11 : Observation MEB d'un précipité d'équilibre (Al_2Cu) quasi sphérique (flèche bleue) et de particules intermétalliques fragmentées (flèche rouge) dans la tôle L8 (A-U4G).

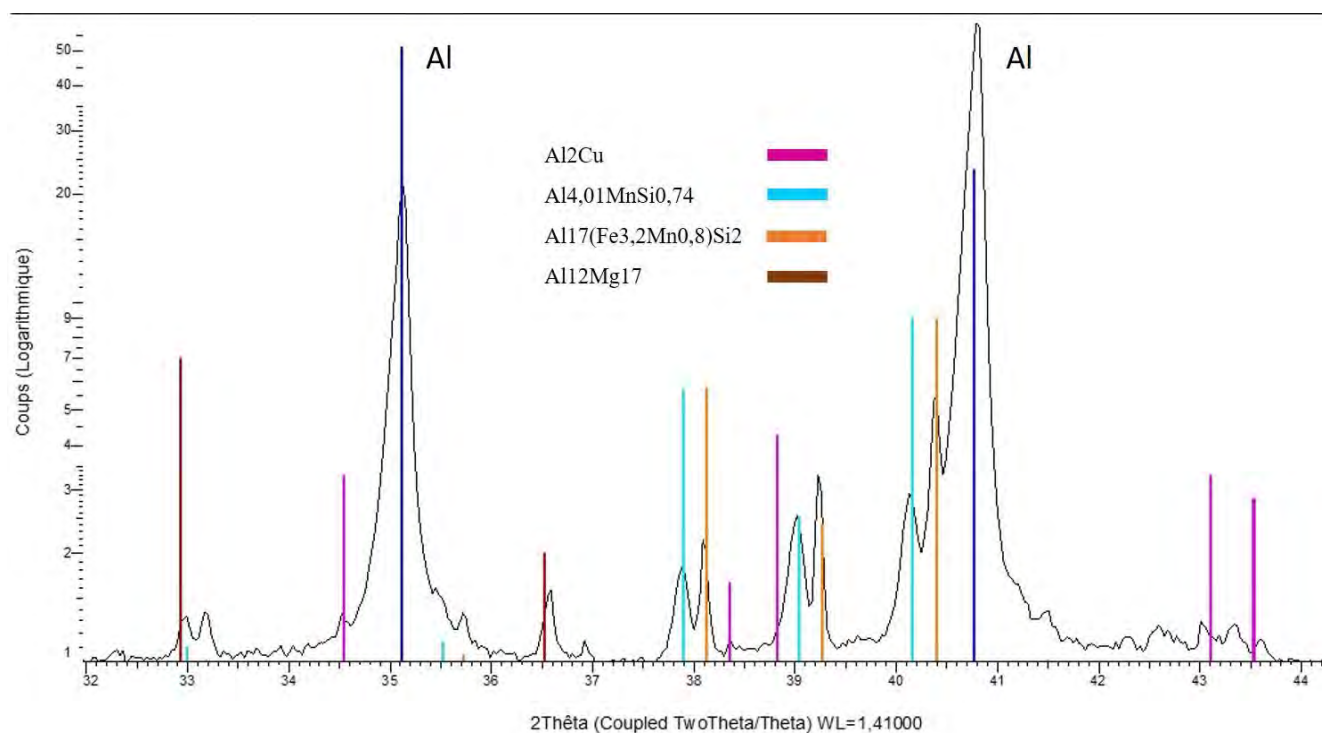
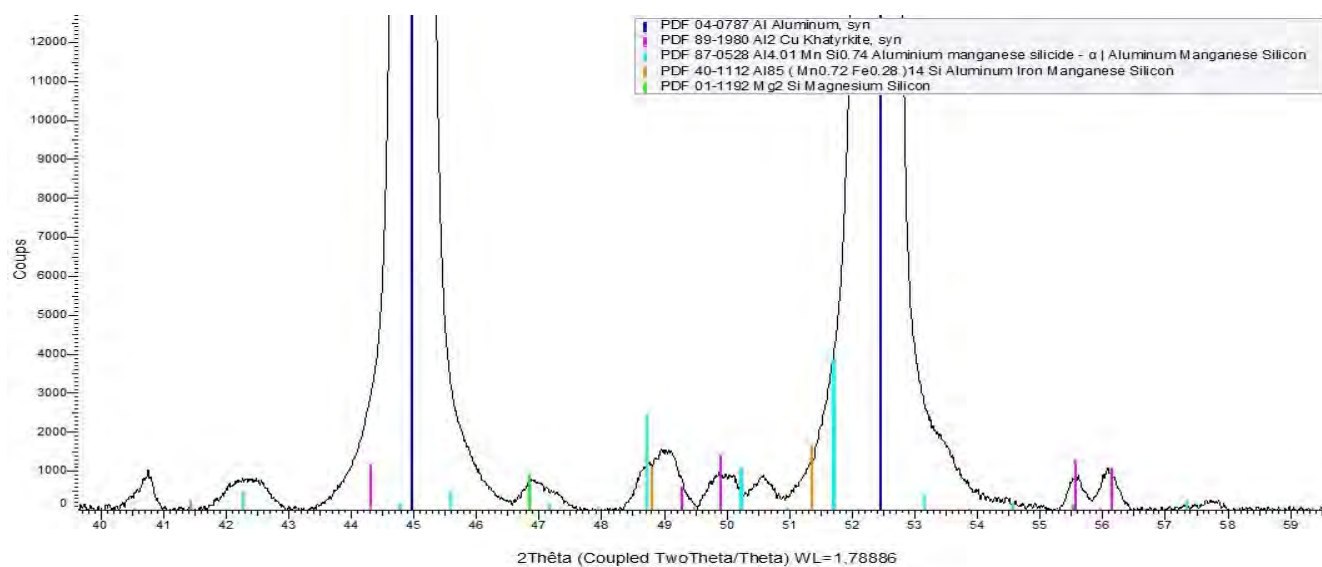


Figure 4.12 : Diagrammes de diffraction de la tôle L8 enregistré au CEMES et de la cale C enregistrée à SOLEIL. Les phases identifiées, en plus de l'aluminium, sont respectivement pour la tôle L8 (haut) et la cale C (bas) : Al_2Cu , $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$, $\text{Al}_{85}(\text{Mn}_{0,72}\text{Fe}_{0,28})_{14}\text{Si}$, Mg_2Si et Al_2Cu , $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$, $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_{0,74}$, $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$.

Les cartographies MET-EDX ont permis de mettre en évidence une autre phase d'équilibre dans la tôle L8. Les cristaux de cette phase (cristaux entourés de la figure 4.13) apparaissent sur les cartographies du Cu, Mg et Si. Il pourrait s'agir d'une phase d'équilibre de type Al-Cu-Mg-Si.

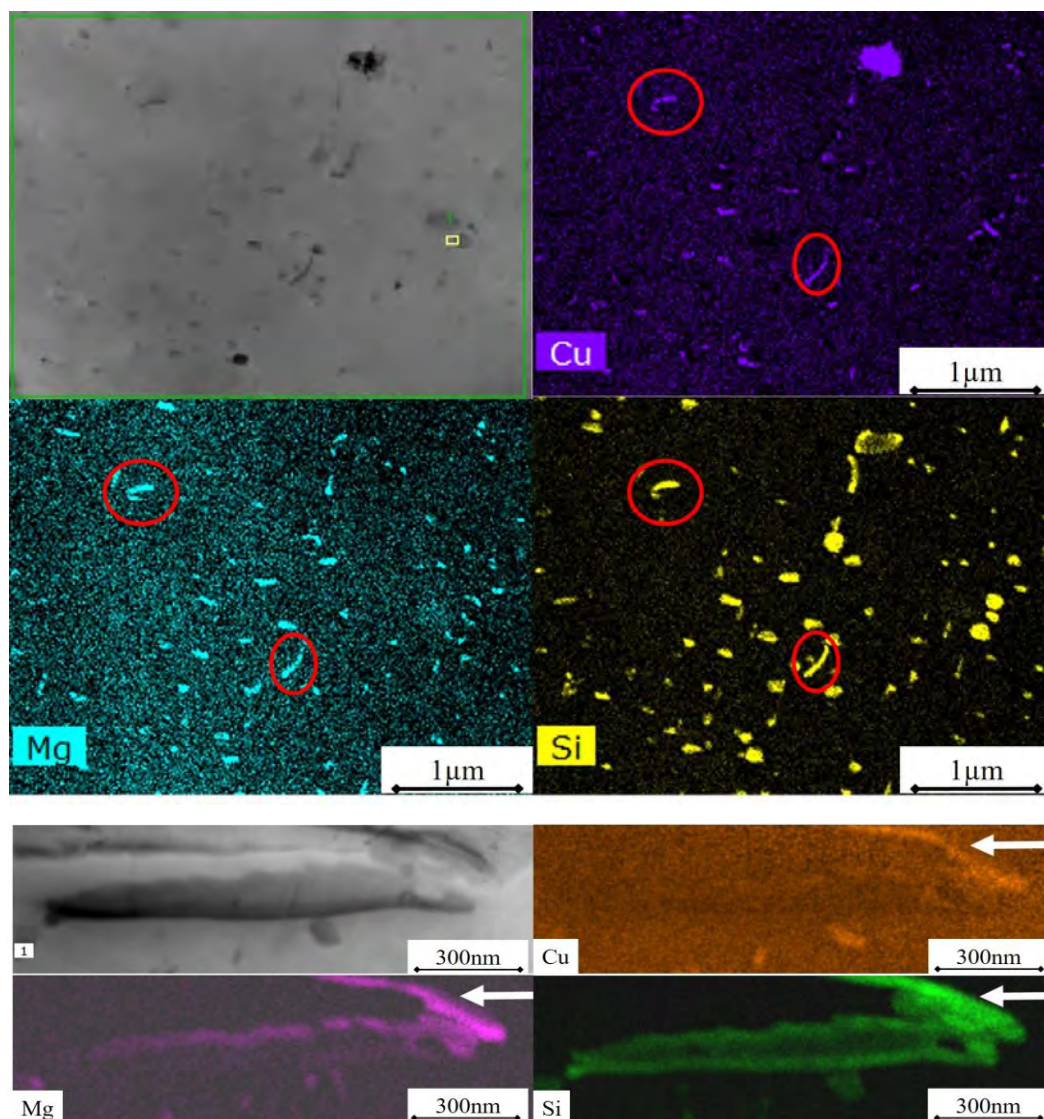


Figure 4.113 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) de la tôle L8 (A-U4G) où peuvent être identifié des phases d'équilibre de type Al-Cu-Mg-Si.

- Précipités (phase nanométrique)

Les observations MET ont également mis en évidence la présence de nanoprecipités de 10-20 nm qui épinglent des dislocations comme le montre la figure 4.14. Nous n'avons pas pu cartographier par EDX ces précipités comme nous l'avons fait pour l'A-U4G1 mais il pourrait également s'agir de la phase Θ'' -Al₂Cu.

D'après Mondolfo, avec un ratio Cu/Mg compris entre 4 et 8, deux phases d'équilibre Al₂Cu et Al₂CuMg peuvent être responsables du durcissement de l'alliage. Toutefois quand le rapport Mg/Si est inférieur à 1.7, la phase Al₅Cu₂Mg₈Si₆ serait favorisée par rapport à Al₂CuMg (Tableau 4.3), ce qui pourrait expliquer que l'on n'est pas trouvé, dans aucune des deux pièces, la phase Al₂CuMg. La phase de type Al-Cu-Mg-Si trouvée dans la tôle L8 pourrait correspondre à la phase Al₅Cu₂Mg₈Si₆. En ce qui concerne la phase Mg₂Si détectée par DRX dans L8, sa présence a déjà été reportée dans les alliages 2024.

A-U4G	Cu/Mg	Mg/Si
Cale C (MEB-EDX)	6,9	1,1
L8 tôle (MEB-EDX)	5,5	1,1
L8 tôle (ICP-OES)	4,7	1,4

Tableau 4.3 : rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3)

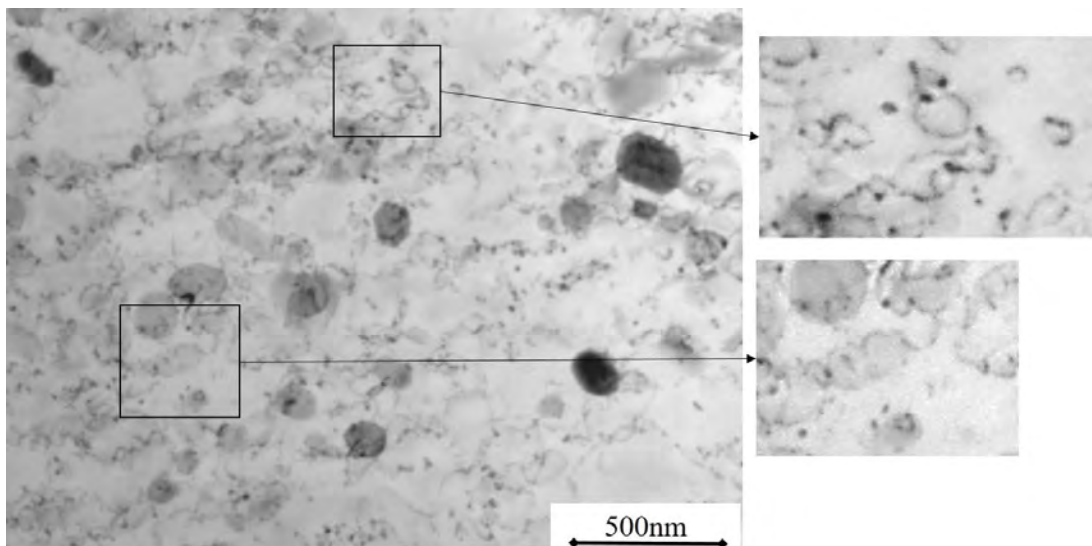


Figure 4.14 : Images MET en champ clair de nanoparticules sphériques de taille comprise entre 10 et 20 nm participant au durcissement de la cale C (A-U4G) par l'épinglage de dislocations.

- Phases intermétalliques

Deux phases intermétalliques de type α -Al(MnFe)Si ont été détectées par diffraction des rayons X dans les deux pièces en A-U4G : α -Al_{4,01}MnSi_{0,74} et Al₈₅(Mn_{0,72}Fe_{0,28})₁₄Si pour la tôle L8 et α -Al_{4,01}MnSi_{0,74} et α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si₂ pour la cale C (Figure 4.12). La forme contenant du fer est la seule qui a été observé par MEB-EDX. Elle pourrait aussi correspondre aux particules submicrométriques Al-Fe-Mn-Si détecté par TEM-EDX (Figure 4.15).

En plus des phases connues dans les 2024, des particules facettées de taille micrométrique ont été détecté dans les deux pièces (Figure 4.16). Ces particules ne diffractent pas les électrons et semblent amorphes. L'analyse EDX a montré qu'elles étaient essentiellement constituées de silicium et d'oxygène. La présence de ces particules est probablement due à l'ajout de silicium et une oxydation de ce dernier avant la solidification de l'alliage. Ce type de particules a déjà été observé dans un duralumin provenant d'un bombardier américain de la Seconde Guerre mondiale A26 Invader (Figure 4.16bis).

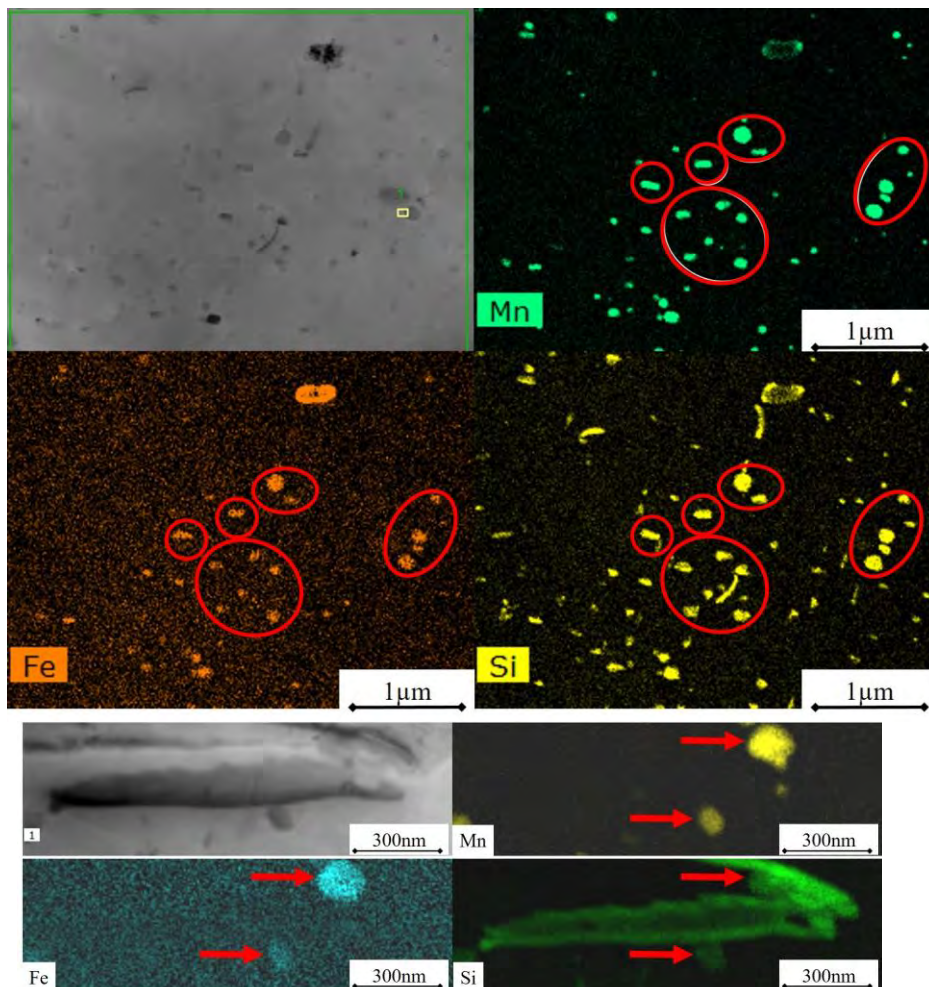


Figure 4.15 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) de la tôle L8 (A-U4G) où peuvent être identifié des phases de type Al-Fe-Mn-Si

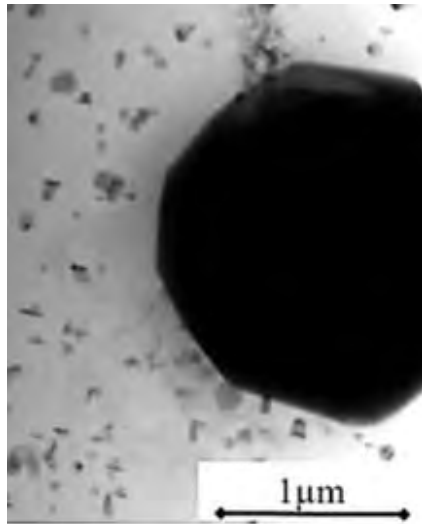


Figure 4.126 : Images MET en champ clair d'une particule facettées constituée de silicium et d'oxygène de la tôle L8 (A-U4G)

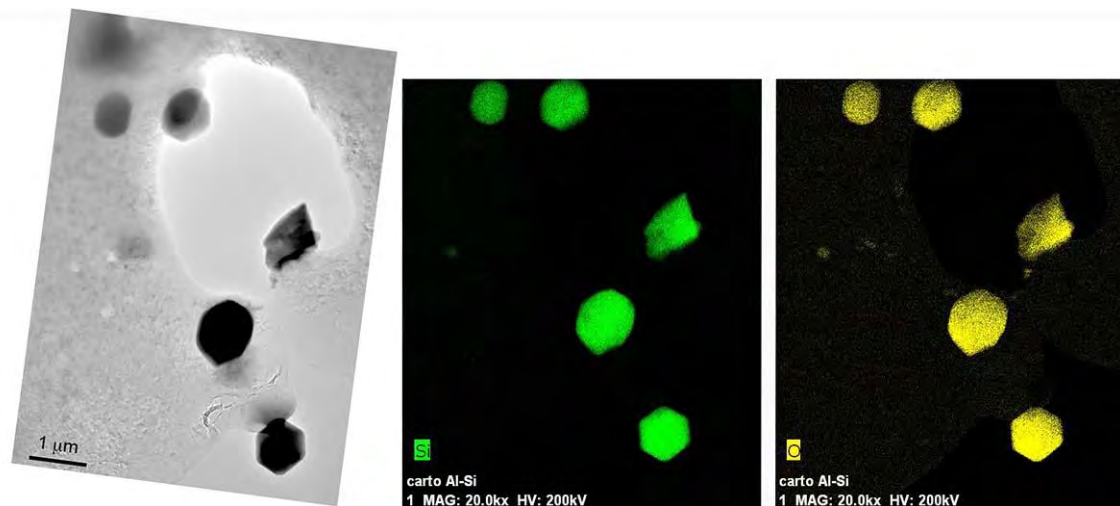


Figure 4.16bis : cartographies EDX (Philips CM20-FEG) d'un échantillon du A26 Invader contenant des particules facettées constituées de silicium et d'oxygène (Joël Douin et al.³²⁷)

- Dispersoïdes

Comme ont pu le montrer les cartographies MET-EDX précédentes, et contrairement aux alliages A-U4G1, les particules submicrométriques visibles au MET ne sont pas majoritairement des dispersoïdes de type $Al_{20}Cu_2Mn_3$. A cette échelle des précipités d'équilibres de type Al-Cu-Mg-Si et des phases intermétalliques de type Al-Fe-Mn-Si sont visibles sous forme ovoïdes et de courts bâtonnets. Ces particules mesurent en moyenne 120 nm sur 70 nm avec des valeurs allant de 40 à 300 nm pour les longueurs et des diamètres variant de 30 à 140 nm. Les dispersoïdes étant des particules insolubles permettant d'épingler les joints lors de traitements thermiques, il est possible que ces phases constituées

327 DOUIN J. et al., « TEM investigation of the fine scale microstructure of an Al-alloy from a WW2 USA bomber (A26 Invader airplane) », EMC 2012_0574, www.emc2012.org.uk//documents/Abstracts/Abstracts/EMC2012_0574.pdf

d'aluminium et de manganèse peu soluble dans l'aluminium à l'état solide répartie dans l'alliage joue ce rôle dans nos A-U4G. La Figure 4.17 montre une image en champ clair de ces particules dans la cale C.

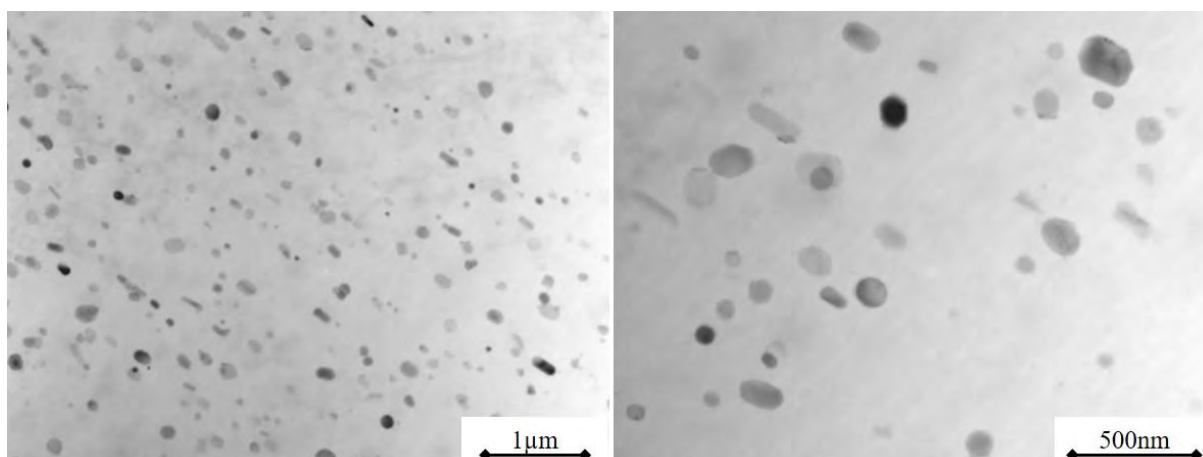


Figure 4.17 : Images MET en champ clair de la cale C (A-U4G).

Les différentes phases identifiées dans les deux pièces en A-U4G sont résumées dans le tableau 4.4.

Phases observée	MEB-EDX	DRX	MET- EDX
Cale C	Al-Cu	Al_2Cu	Na*
	Al-Mn-Fe-Si	$\alpha-Al_{4,01}MnSi_{0,74}$	Na*
		$\alpha-Al_{17}(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si_2$	Na*
tôle L8	Al-Cu	Al_2Cu	
	Al-Mg-Si	Mg_2Si	
			Al-Cu-Mg-Si
	Al-Mn-Fe-Si	$\alpha-Al_{4,01}MnSi_{0,74}$	Al-Mn-Fe-Si
		$Al_{85}(Mn_{0,72}Fe_{0,28})_{14}Si$	

Tableau 4.4 : Les différentes phases identifiées dans les deux pièces en A-U4G (Cale C et tôle L8) selon les techniques expérimentales utilisés. Na* : non analysé.

4.1.3. Duralumins pour rivet

- A-U4G

On retrouve les mêmes phases d'équilibre que pour la cale C qui présente les mêmes ratio Cu/Mg et Mg/Si (tableau 4.5), à savoir Al_2Cu (Figure 4.18) et une phase de type Al-Cu-Mg-Si qui pourrait correspondre à $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ (Figure 4.19).

Rivets	Cu/Mg	Mg/Si
A-U4G (assemblage L2)	6,7	1,1
Cale C (assemblage L2)	6,9	1,1

Tableau 4.5 : rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3)

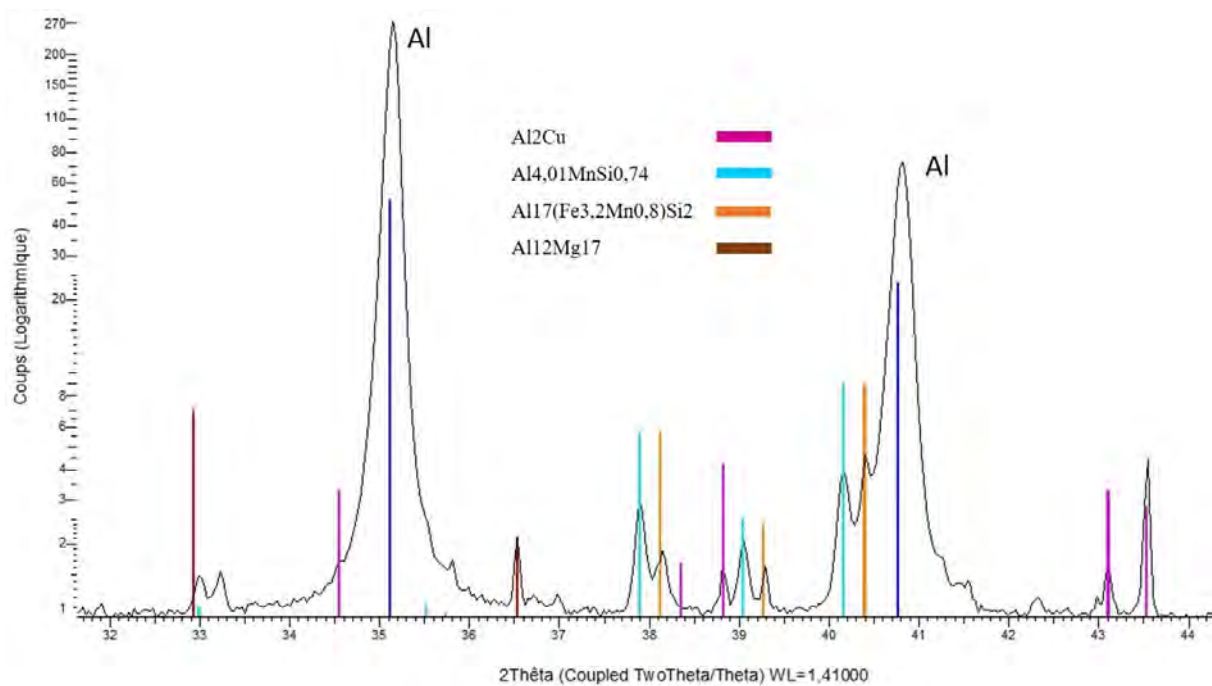


Figure 4.138 : Diagrammes de diffraction d'un rivet en A-U4G de l'assemblage L2 enregistrée sur Diffabs (Synchrotron SOLEIL). Les phases identifiées, en plus de l'aluminium, sont : Al_2Cu , $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$, $\text{Al}_{85}(\text{Mn}_{0,72}\text{Fe}_{0,28})_{14}\text{Si}$, $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$.

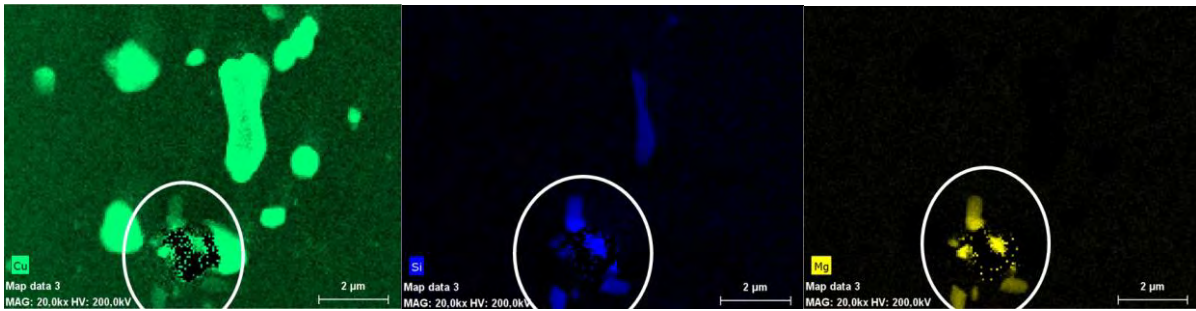


Figure 4.19 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) d'un rivet en A-U4G de l'assemblage L2 où peuvent être identifiés des phases de type Al-Cu-Mg-Si.

De même, comme les alliages en A-U4G laminés, les deux phases intermétalliques de type α -Al(MnFe)Si sont identifiables sur le diagramme de diffraction des rayons X à savoir : α -Al_{4,01}MnSi_{0,74} et α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si₂ (Figure 4.18). Les anneaux de la phase sans fer sont continus tandis que ceux de la phase avec fer sont discontinus avec des points très intenses attestant de la présence de cristaux plus gros (Figure 4.20).

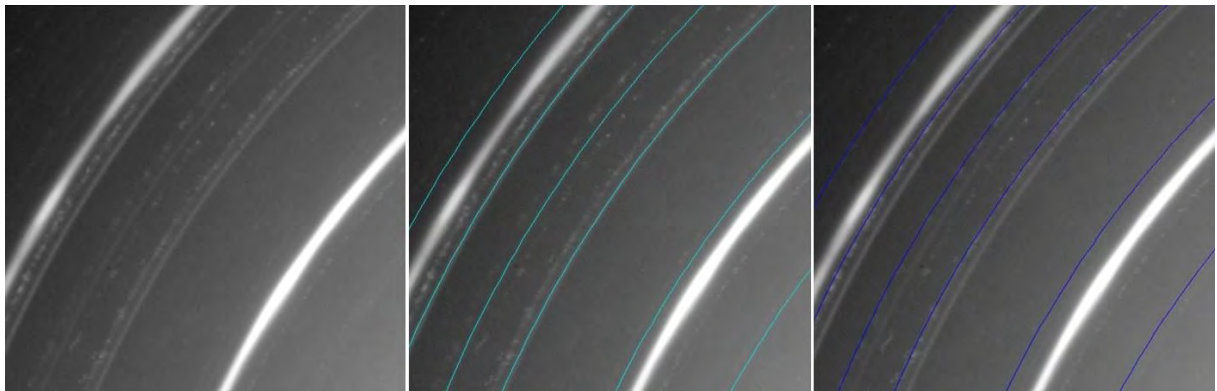


Figure 4.20 : Images 2D de diffraction de rayons X d'un rivet en A-U4G enregistré sur Diffabs (synchrotron SOLEIL). La phase α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si_{0,74} (à droite, bleu foncé) forme des anneaux discontinus tandis que la phase α -Al_{4,01}MnSi_{0,74} (au centre, bleu clair) forme des anneaux continus.

Les observations MET-EDX ont également révélé la présence d'une autre phase intermétallique de type Al-Cu-Fe (Figure 4.21) contenant parfois du silicium (Figure 4.22) qui pourrait correspondre à la phase Al₇Cu₂Fe. D'après Davis³²⁸, Al₇Cu₂Fe est formé par un déficit de silicium par rapport au fer. Une fois que tout le silicium a été consommé pour former les phases de type α -Al(MnFe)Si, le fer restant participe à la formation de la phase Al₇Cu₂Fe ce qui malheureusement abaisse la quantité de cuivre disponible pour le

328 DAVIS J.R., Aluminium and aluminium alloys, (dir.) ASM International Handbook Committee, coll. Materials Park, Ohio : ASM International, 1993.

durcissement. D'après Philip R. Sperry³²⁹ pour les alliages 2024, hormis le taux de silicium présent, la quantité de cette phase diminue dans l'alliage avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement des lingots. Alors qu'elle est majoritaire par rapport aux α -Al(FeMn)Si avec une vitesse de refroidissement de 3,3°C par minute pour descendre de 649 à 482°C, la quantité d' $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ décroît lorsque la vitesse de refroidissement passe à 28°C par minute. A 56°C par minute, cette phase a pratiquement disparu, cédant la place aux α -Al(FeMn)Si. La présence des deux formes α -Al(FeMn)Si et la faible présence d' $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ peut donc être lié non seulement aux plus fort taux de silicium de l'A-U4G par rapport à l'A-U4G1 mais aussi être un indice de la vitesse de solidification des lingots d'alliages avant leur mise en forme. Dans ce cas cette vitesse a été supérieure à 28°C par minute.

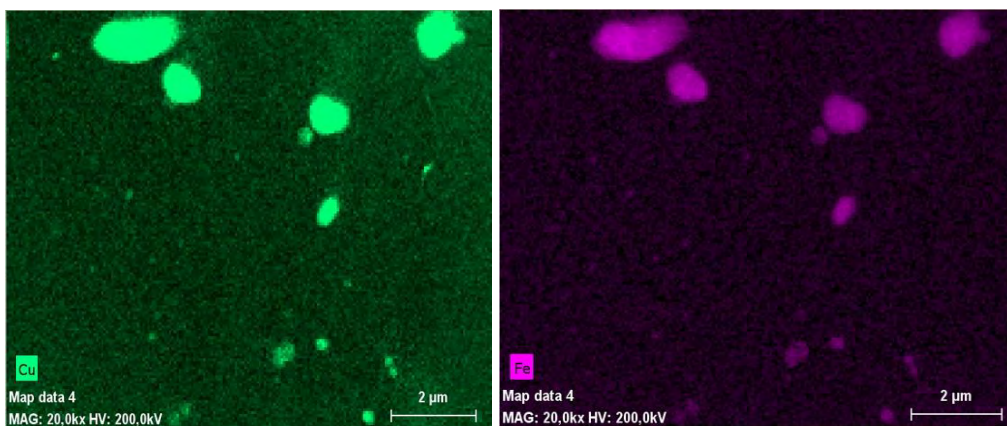


Figure 4.21 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) d'un rivet en A-U4G de l'assemblage L2 où peuvent être identifié des phases de type Al-Cu-Fe

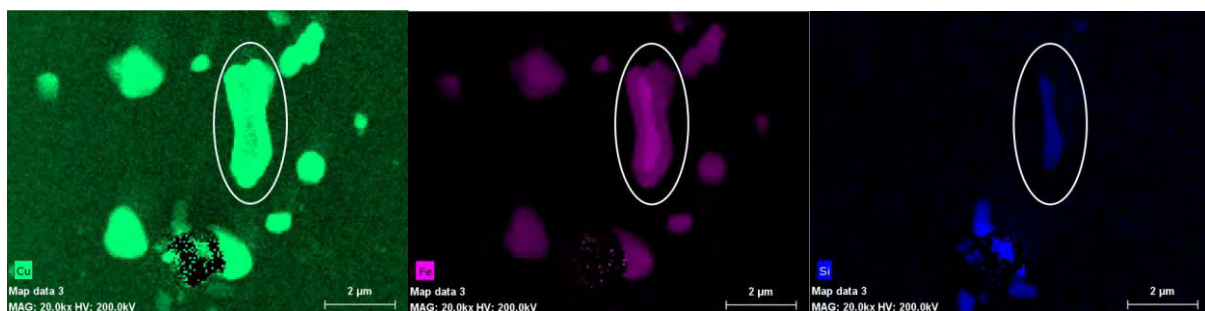


Figure 4.22 : Cartographies EDX (Philips CM20-FEG) d'un rivet en A-U4G de l'assemblage L2 où peuvent être identifié des phases de type Al-Cu-Fe-Si

Les différentes phases identifiées dans les rivets A-U4G de l'assemblage L2 sont résumées dans le tableau 4.6.

329 SPERRY, P.R., « The Intermetallic Phases in 2024 Aluminum Alloys », *Trans. Am. Soc. Met.*, 48, 904-918, 1956.

Phases observée	MEB-EDX	DRX	MET- EDX
A-U4G	Al-Cu	Al ₂ Cu	
			Al-Cu-Mg-Si
	Al-Mn-Fe-Si	α -Al _{4,01} MnSi _{0,74}	
		α -Al ₁₇ (Fe _{3,2} Mn _{0,8})Si ₂	
			Al-Cu-Fe(Si)

Tableau 4.6 : Les différentes phases identifiées dans les rivets en A-U4G selon les techniques expérimentales utilisés. Na* : non analysé.

- A-U3G

La seule phase identifiée par diffraction des rayons est la phase intermétallique Al₇Cu₂Fe (Figure 4.23). C'est aussi la seule que nous avons détecté pour le moment par MEB-EDX.

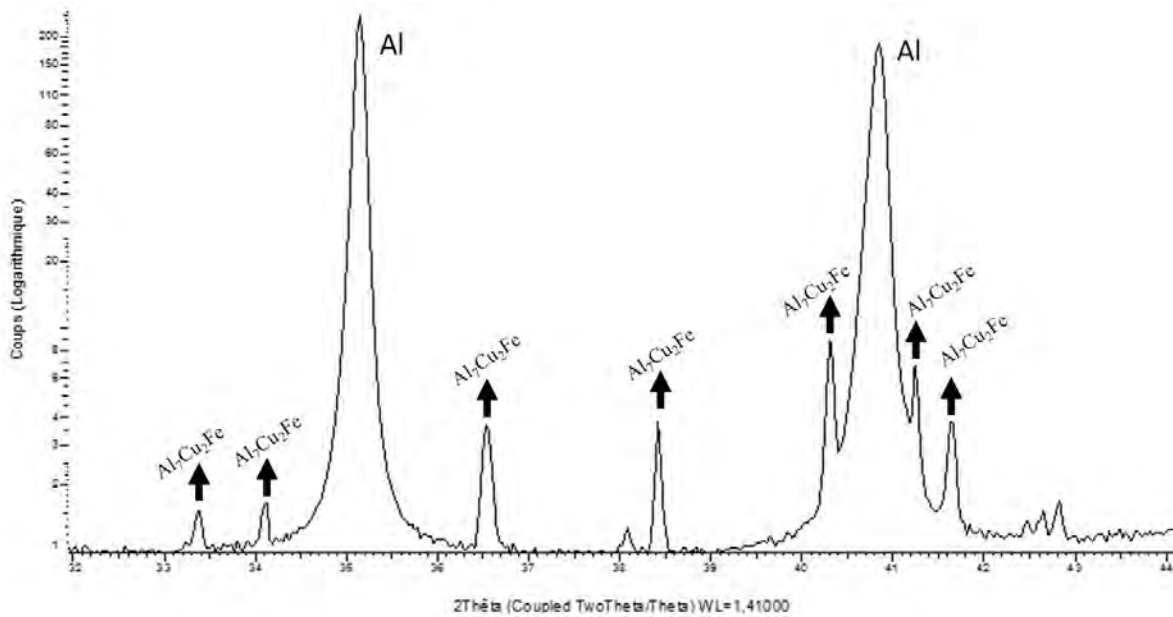


Figure 4.23 : Diagrammes de diffraction d'un rivet en A-U3G de l'assemblage L1 enregistrée sur Diffabs (Synchrotron SOLEIL). La phase identifiée, en plus de l'aluminium, est : Al₇Cu₂Fe.

Très peu de particules sont observées au MET comme on peut le voir sur la figure 4.24. Elles peuvent être regroupées en deux types : des circulaires mesurant environ 40 nm de diamètre et de forme ovoïde mesurant environ 165 nm de long pour 135 nm de large.

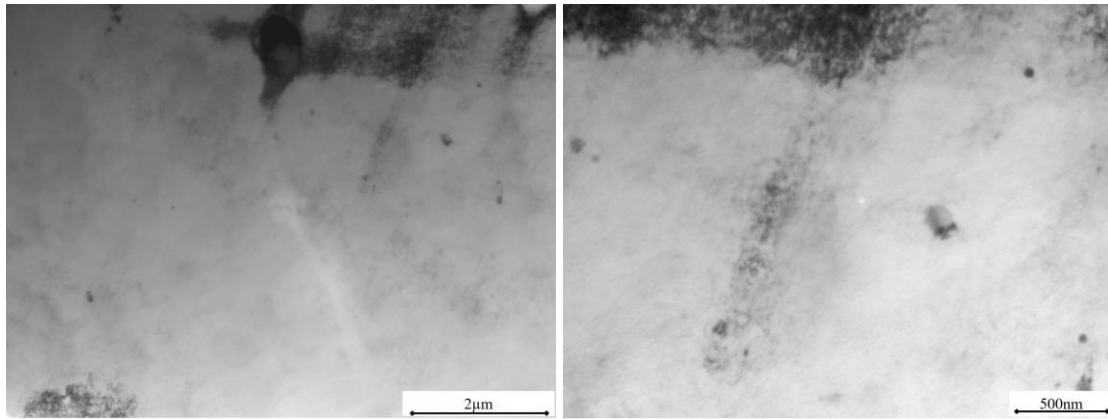


Figure 4.24 : Images MET en champ clair d'un rivet en A-U3G de l'assemblage L1

D'après Mondolfo, un alliage possédant un ratio Cu/Mg supérieur à 8 et ratio Mg/Si bas, devrait être durci par les précipités Al_2Cu (tableau 4.7). Nous n'avons pas pu, faute de temps, vérifier ce point par cartographie MET-EDX comme nous l'avons fait pour les A-U4G1 et A-U4G.

Rivets	Cu/Mg	Mg/Si
A-U3G (assemblage L1)	12,08	0,5

Tableau 4.7 : rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3)

Les différentes phases identifiées dans les rivets A-U3G de l'assemblage L1 sont résumées dans le tableau 4.8.

Phases observée	MEB-EDX	DRX	MET- EDX
A-U3G	Al-Cu-Fe(Si)	Al_7Cu_2Fe	Na*

Tableau 4.8 : Les différentes phases identifiées dans les rivets en A-U3G selon les techniques expérimentales utilisés. Na* : non analysé.

4.2. Influence des traitements thermomécaniques

La différence de mise en forme des pièces laminées et des rivets filés et tréfilés est bien visible sur les micrographies MEB (Figure 4.25). Les phases visibles à cette échelle sont des particules plus petites dans les rivets que dans les pièces laminées. Cela peut être expliqué par la technique du filage qui cause une déformation plus importante que le laminage en forçant la matière à passer à travers la filière. Cette forte déformation brise les phases intermétalliques et insolubles dans l'aluminium à l'état solide.

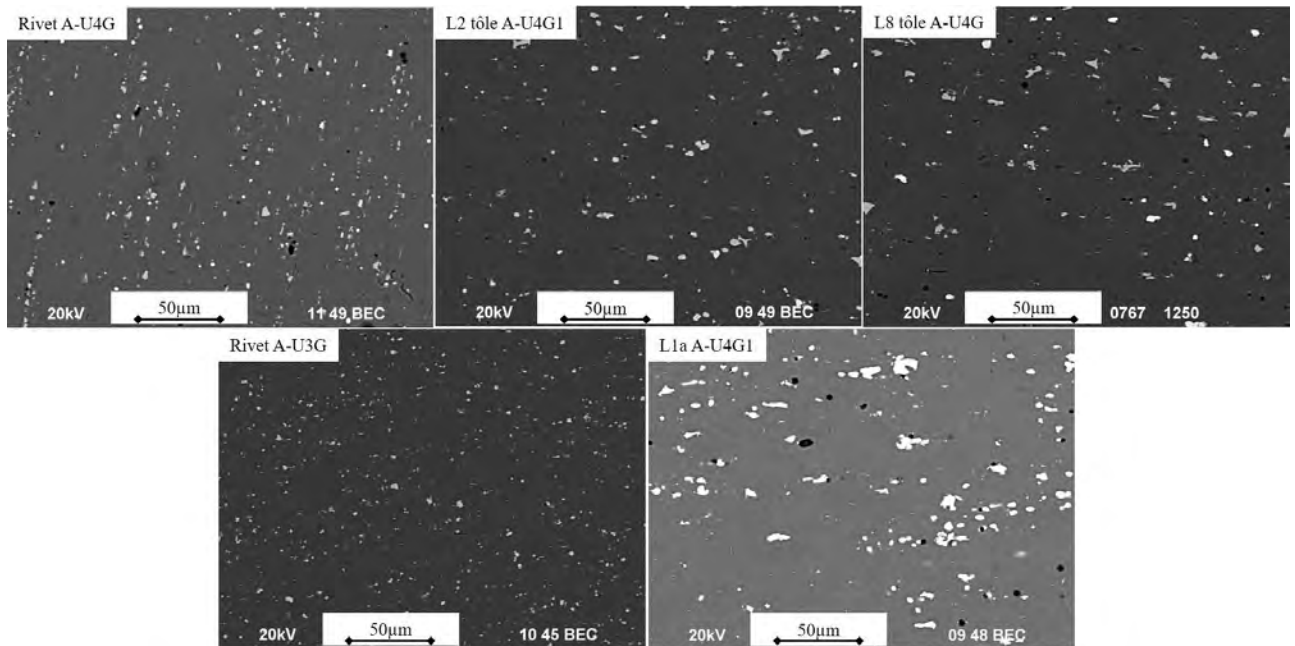


Figure 4.25 : Observation au MEB des particules intermétalliques des pièces laminées tôle L8, tôle L2 et L1a, et des rivets de l'assemblage L2 en A-U4G et de l'assemblage L1 en A-U3G.

La différence de traitement thermique entre les pièces laminées et les rivets en A-U4G est aussi observable au MET (Figure 4.26). Les particules observées sont plus grosses dans l'A-U4G des rivets que dans l'A-U4G de la cale C. Les phases d'équilibre présentes à cette échelle ont pu coalescer durant l'étape de recuit subi par la tige avant la formation de la tête du rivet.

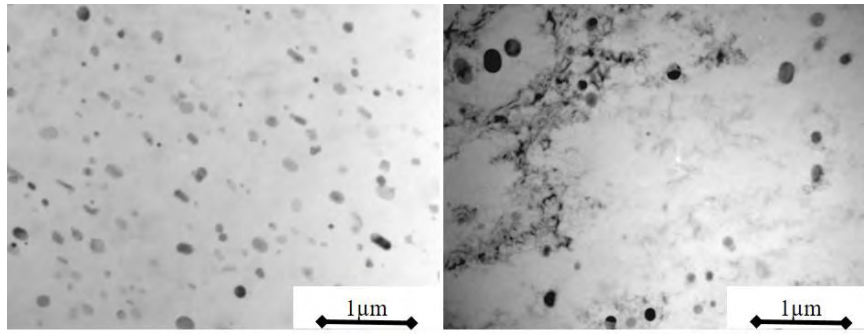


Figure 4.26 : Images MET en champ clair de la cale C et d'un rivet en A-U4G de l'assemblage L2.

4.3. Exposition à la chaleur d'un alliage A-U4G (tôle L8)

La tôle L8 provenant du pare-feu de la nacelle moteur, a été exposée à des températures supérieures à celles des autres pièces étudiées, qui elles proviennent toutes de l'intérieur de l'avion. Nous avons cherché à savoir si cette exposition avait pu modifier la microstructure de l'alliage de cette pièce.

La première chose que l'on remarque sur les images MET (Figure 4.16 et 4.27), si on les regarde plus attentivement, c'est que la majorité des particules sont en fait composées de plusieurs particules de morphologie et contraste différents. Ces particules n'ont pas la même composition comme le montre les cartographies EDX (Figure 4.28). Trois types de compositions ont été détectées : Al-Cu, Mg-Si et Mn-Si.

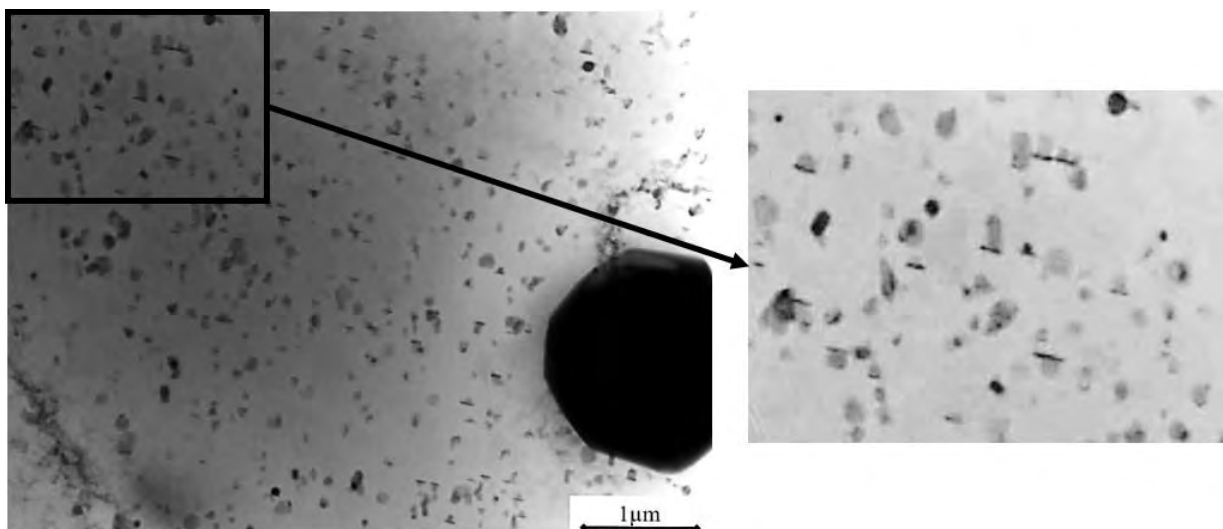


Figure 4.27 : Images MET en champ clair de la tôle L8

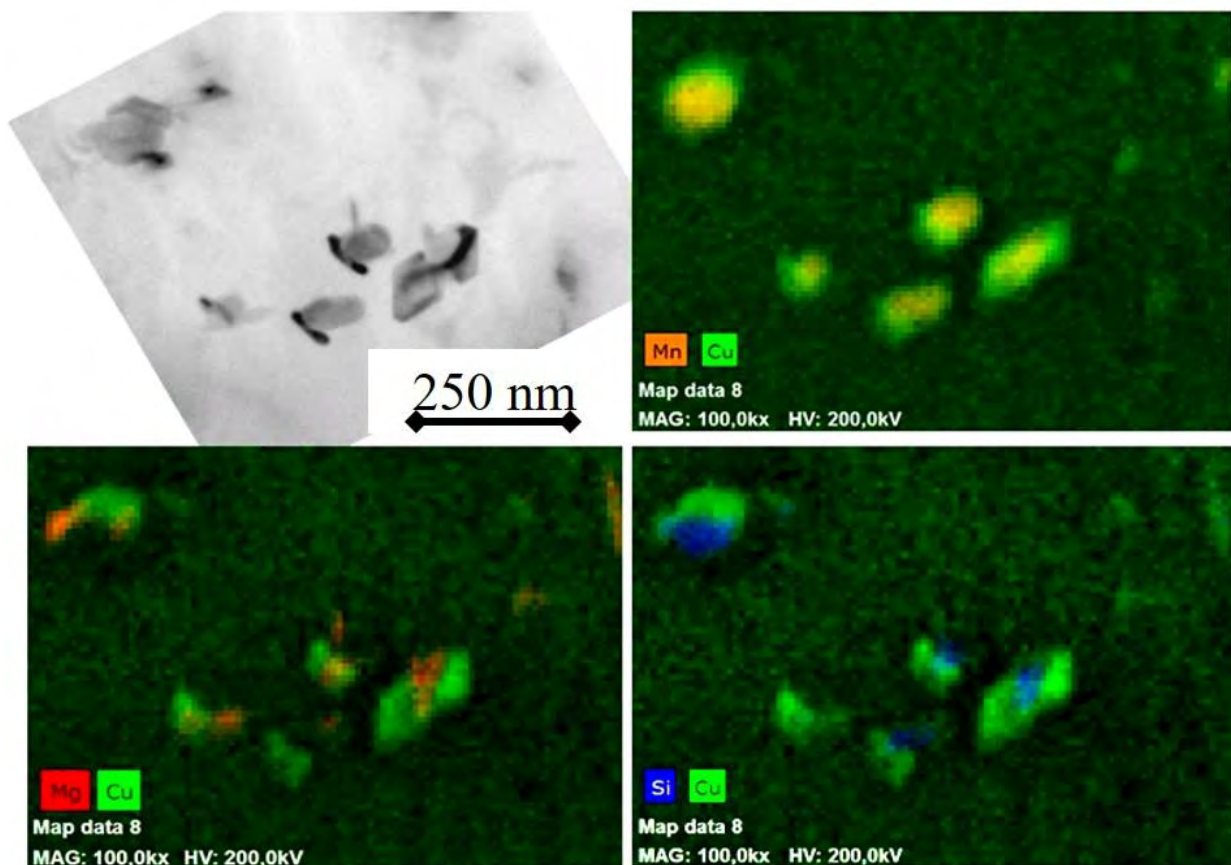


Figure 4.28 : Image MET et cartographies EDX (Philips CM20-FEG) correspondantes de la tôle L8 (A-U4G) où peuvent être identifié des phases de type Al-Cu, Mg-Si et Mn-Si.

R. Alani et M. Pan³³⁰ ont suivi, via des expériences in-situ, les modifications de la microstructure lors de la chauffe et du refroidissement d'un alliage 2024 T351. Les phases intermétalliques, peu solubles dans l'aluminium à l'état solide, servent de site de nucléation pour la croissance de nouvelles phases d'équilibre durant le chauffage. La figure 4.29 (figure de l'article d'Alani et Pan) montre la nucléation de plusieurs particules de phase d'équilibre autour d'une particule d'une phase intermétallique. Les particules Mn-Si pourraient correspondre à la phase intermétallique $\alpha\text{-Al}_{4,01}\text{MnSi}_{0,74}$ identifiée précédemment (Tableau 4.4) et avoir servi, durant les expositions de la tôle L8 à la chaleur lors du fonctionnement des moteurs, à la nucléation des particules des phases d'équilibre Mg_2Si (Mg-Si) et Al_2Cu (Cu) également détectées dans cette pièce. La présence de phases d'équilibre accolées à des particules de phase intermétallique est une indication que la microstructure de cette pièce a bien été modifiée par les cycles thermiques du moteur.

330 ALANI R., PAN M., « *In situ* transmission electron microscopy studies and real-time digital imaging », *Journal of Microscopy*, Vol. 203, Pt 1, July 2001, pp.128-133.

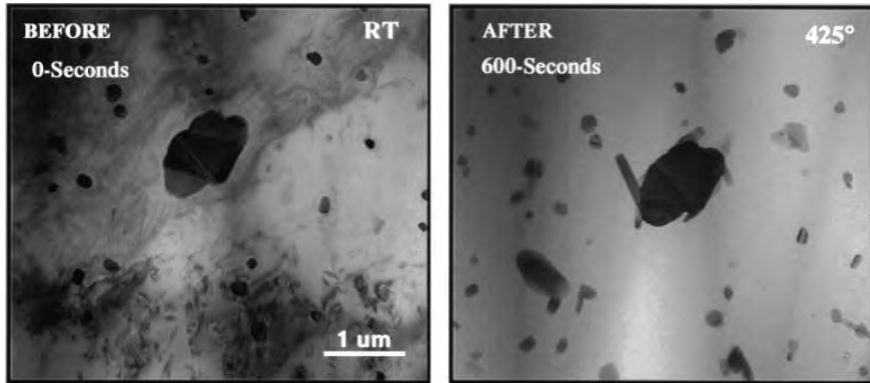


Figure 4.29 : Reproduction des images MET en champ clair de l'article de R. Alani et M. Pan (note 329) dont la légende originale est : Fig. 7. Before/after 'static' digital images showing the formation of the equilibrium S'-phase on a constituent particle. The specimen was heated for 10 min from room temperature (RT) to 425°C.

Un deuxième marqueur d'une exposition de cette pièce à la chaleur est visible aux joints de grains. Comme le montre les figures 4.30 et 4.31 d'alliages 2024 ayant été chauffés, un chauffage, qu'il soit de 510°C pendant 12 minutes ou de 150°C durant 177h³³¹, provoque une croissance de précipités intergranulaire aux joints de grains qui deviennent plus nombreux et allongés.

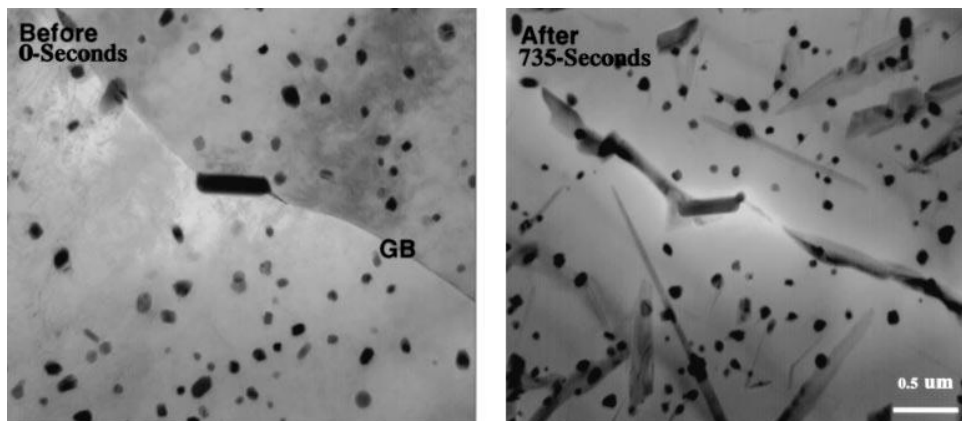


Figure 4.30 : Reproduction des images MET en champ clair de l'article de R. Alani et M. Pan (note 329) dont la légende originale est : Fig. 6. Before/after 'static' digital images of the same area in a 2024 Al alloy as Fig. 5, but at higher magnifications and under different specimen tilting conditions.

331 LARIGNON C., « Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliage d'aluminium 2024-T351 », Thèse de doctorat en Science et Génie des matériaux, sous la direction Christine Blanc et Joël A., Toulouse, doctorat de l'université de Toulouse délivré par l'Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, 2011, 226pages.

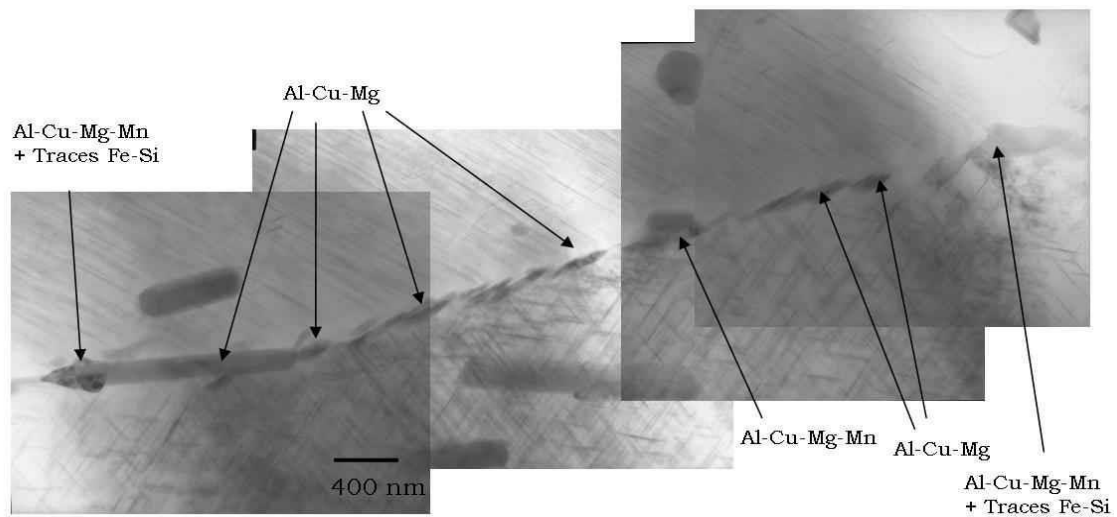


Figure 4.31 : Reproduction des images MET en champ clair de la thèse de Céline Larignon (note 330)

Figure V-11 : Caractérisation de la précipitation intergranulaire de l'alliage 2024-T351 traité pendant 177 h à 150 °C.

Si l'on compare les joints de grains de la cale C (A-UG4) non exposé à la chaleur et ceux de la tôle L8 (A-U4G), on observe cette différence de précipitation. Les précipités de la tôle L8 sont plus nombreux et plus allongés que ceux de la cale C qui sont plus sphériques (Figure 4.32).

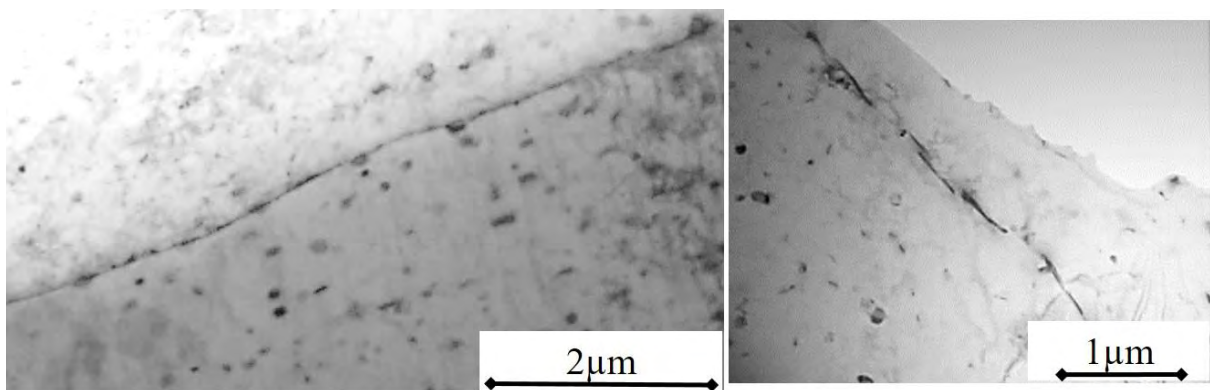


Figure 4.32 : Images MET en champ clair d'un joint de grain de morphologie différente entre la cale C (à gauche) et de la tôle L8 (à droite) toutes deux en A-U4G

Enfin, comme le montre le figure 4.33, la présence de nombreuses dislocations en forme d'hélice, qui ne sont pas enroulées autour des dispersoïdes (comme c'était le cas dans la tôle L2) constitue un troisième marqueur de l'exposition de la tôle L8 à la chaleur.

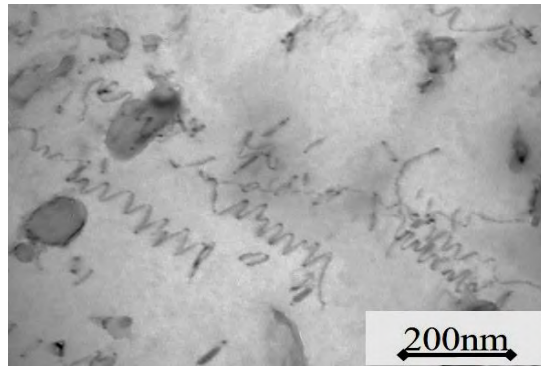


Figure 4.33 : Images MET en champ clair de dislocations en forme d'hélice de la tôle L8 (A-U4G)

5. Propriétés mécaniques

5.1. Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés au CIRIMAT (stage de K. ZHU) sur la tôle L2 (A-U4G1) et la tôle L8 (A-U4G). La quantité de matière nécessaire à ces essais étant importante ils n'ont pas pu être réalisés sur les rivets, la cale C et L1a.

- Tôle L2

Comme nous pouvons le voir sur la figure 5.1, les tests sont reproductibles. Les courbes de tractions sont superposables. Toutes les éprouvettes ont le même comportement mécanique qu'elles soient sollicitées dans la direction de laminage (RD) ou dans la direction perpendiculaire (TD) (§2 : partie X). Les caractéristiques mécaniques déduites de ces courbes sont données dans le tableau 5.1 et comparées au standard Breguet (fiche Br. 201, Partie 1-§4). La limite élastique (L.E.), la résistance à la rupture (R_m) et le module de Young (E) ont été converties dans les unités standards de l'époque et que l'on retrouve dans les standards Breguet (Fiche Br.201, Partie I - §4).

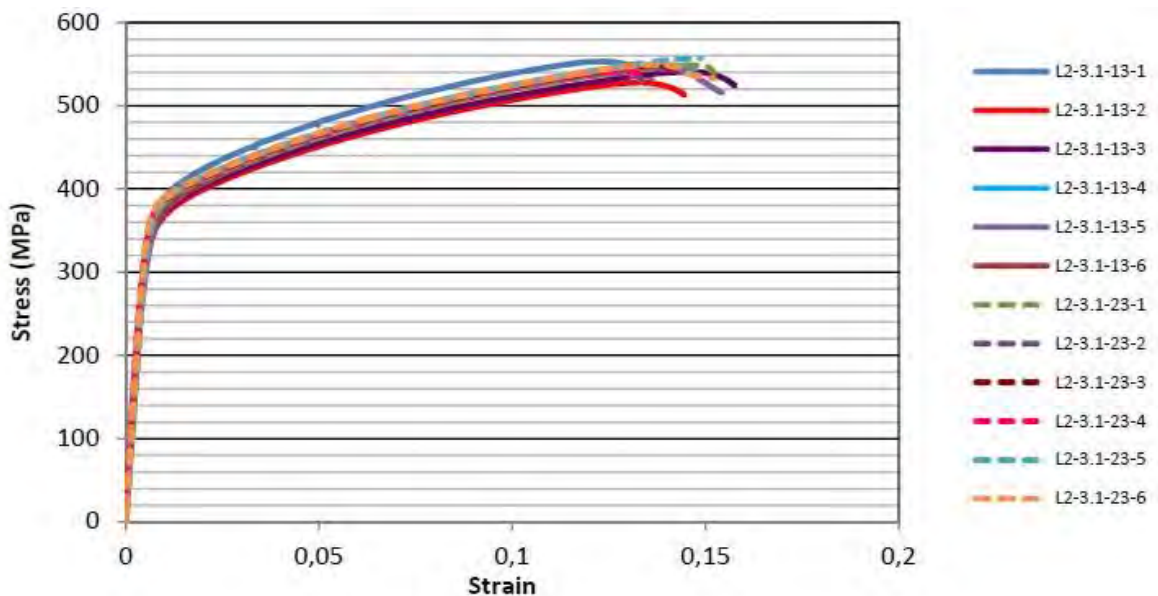


Figure 5.1 : Courbes de traction des éprouvettes extraites de la tôle L2 (en trait plein direction perpendiculaire et en pointillé suivant la direction de laminage)

	E		Rm		LE		A
	Kgf/mm ²	GPa	Kgf/mm ²	MPa	Kgf/mm ²	MPa	%
tôle L2 (A-U4G1)	6730	<u>66</u>	49	<u>477</u>	35	<u>348</u>	15
Standard Breguet caractéristiques mécaniques minimales des A-U4G1 tôles	<i>7000</i>		<i>45</i>		<i>32</i>		<i>15</i>
2024-T4 (Kaufmann Book)		<i>73</i>		<i>470</i>		<i>325</i>	<i>19</i> <i>20</i>

Tableau 5.1 : Les valeurs des caractéristiques mécaniques de la tôle L2, déduites des tests de traction, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (fiche Br. 201, Partie 1, §4). Les caractéristiques mécaniques des 2024-T4 actuels publiées dans le Handbook de 2008³³² sont également rappelées.

Les valeurs soulignées sont les valeurs déduites des tests de traction, en italique celles tirées de la littérature et les valeurs en gras sont les conversions en kgf/mm² des résultats en GPa et MPa obtenues par les tests de traction.

On peut remarquer que la résistance à la rupture et de limite élastique sont encore supérieures aux minimums exigés par Breguet. Seule le module d'élasticité est légèrement dessous des exigences. Ces caractéristiques mécaniques sont proches de celles d'un 2024-T4 actuel. Sa limite d'élasticité et sa résistance à la rupture sont légèrement supérieures mais son module de Young et son allongement un peu plus faible.

- Tôle L8

Les courbes de traction de la tôle L8 sont présentées figure 5.2. Hormis deux éprouvettes qui ont cassées plus tôt, toutes les autres présentent des courbes superposables et ceci quel que soit la direction de sollicitation. La zone où a été extraite ces éprouvettes était corrodée. La corrosion a été éliminée par polissage mais ceci n'a pas permis d'obtenir une planéité suffisante pour les éprouvettes. Ce manque de planéité est peut-être la cause de leur rupture prématurée. Ces deux courbes n'ont pas été prises en compte pour les caractéristiques mécaniques de cette pièce données dans le tableau 5.2. Comme précédemment les valeurs ont été traduites dans les unités de l'époque pour mieux les comparer aux standards Breguet (fiche Br.201).

332 KAUFMAN J.G., *Properties of Aluminum alloys, Fatigue Data and the Effects of Temperature, Product Form, and Processing*, ASM International, 2008, 559 pages, p.10.

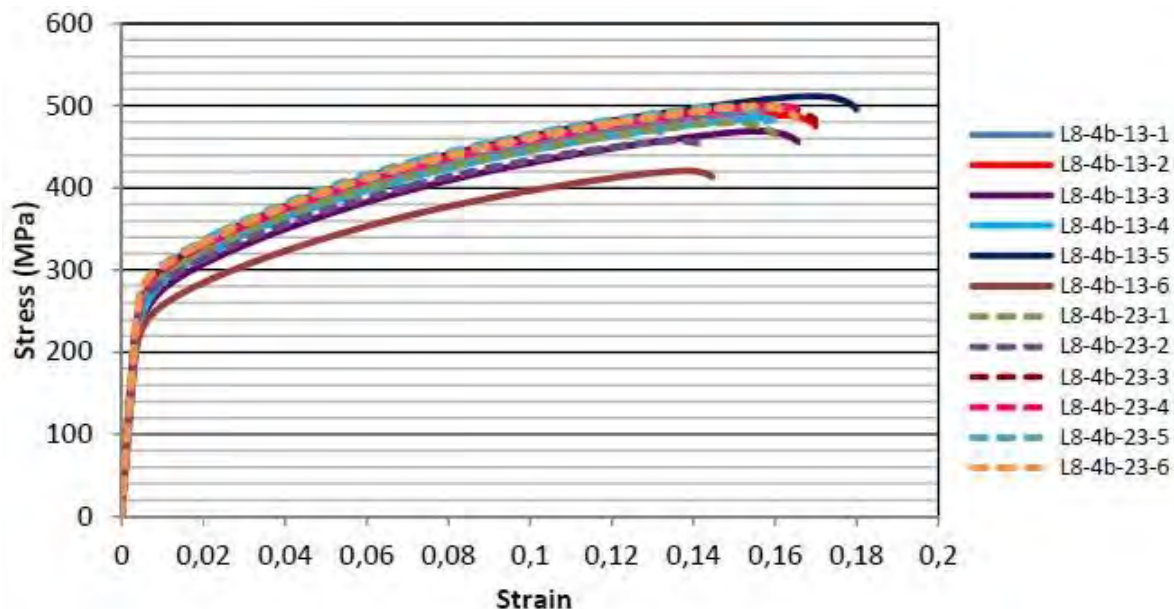


Figure 5.2 : Courbes de traction des éprouvettes extraites de la tôle L8 (en trait plein direction perpendiculaire et en pointillé suivant la direction de laminage)

	E		R		LE		A
	Kgf/mm ²	GPa	Kgf/mm ²	MPa	Kgf/mm ²	MPa	%
tôle L8 (A-U4G)	6830	<u>67</u>	43	<u>421</u>	27	<u>264</u>	17
Fiche Br.201 caractéristiques mécaniques minimales des A-U4G tôles	<i>7000</i>		<i>40</i>		<i>27</i>		<i>15</i>
2017-T4 (Kaufmann Book)		<i>72</i>		<i>425</i>		<i>275</i>	<i>22</i>

Tableau 5.2 : Les valeurs des caractéristiques mécaniques de la tôle L8, déduites des tests de traction, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4). Les caractéristiques mécaniques des 2017-T4 publiées dans le Handbook de 2008 sont également rappelées.

Les valeurs soulignées sont les valeurs déduites des tests de traction, en italique celles tirées de la littérature et les valeurs en gras sont les conversions en kgf/mm² des résultats en GPa et MPa obtenues par les tests de traction.

On peut remarquer que, comme précédemment, les caractéristiques mécaniques respectent les exigences du standard Breguet (fiche Br.201) sauf pour le module de Young.

Ces caractéristiques mécaniques sont proches mais légèrement plus faibles de celles d'un 2017-T4 actuel.

5.2. Essai de dureté

Les essais de microdureté ont été réalisés sur toutes les pièces étudiées. Les valeurs obtenues en duretés Vickers ont été ensuite transformées en duretés Brinell en utilisant la formule : $HB = 3,76211 + 0,825368(HV)$ du standard ASTM E140 de 2002 pour les alliages d'aluminium corroyés. Comme cela a été dit dans la description des techniques d'analyses (§2, p.10), les conversions de dureté sont dépendantes des tests employés. Dans notre cas, on compare des valeurs obtenues par microdureté à des tests Brinell (charge de 500kg et bille de 10mm). Il faudra donc prendre des précautions avec ses chiffres.

Comme précédemment pour chaque type d'alliages nous avons reporté dans les tableaux 5.3 à 5.5, les valeurs mesurées, celles du standard Breguet (Fiche Br.201, Partie 1-§4) et les valeurs d'alliages modernes équivalents.

- A-U4G1

	Brinell	Vickers
Mesure de L1a	125	147 ± 4 (57 mesures)
Mesure de la tôle L2	127	150 ± 7 (75 mesures)
2024 T4 (Solution-trempe-maturation)	≥100	
2024 T6 (Solution-trempe-revenu)	≥118	
2024 T4 (Kaufmann book)	120	
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G1	≥ 110	

Tableau 5.3 : Les valeurs de dureté, déduites des mesures de microdureté effectués au CIRIMAT, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4). Les valeurs de dureté typiques à respecter pour l'utilisation d'un 2024 T4 et un 2024 T6 publiées dans les techniques de l'ingénieur³³³. La dureté typique d'un 2024 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée.

333 DELEVAY, R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

On remarque que, la dureté mesurée du L1a et la tôle L2 est supérieure d'environ 30 unités au minimum exigé par Breguet. Elle est également supérieure à la valeur minimale exigée pour le 2024 T4 actuel, alliage du même type que l'A-U4G1 et ayant subi le même traitement thermique. En fait la dureté de L1a et de la tôle L2 est relativement élevée même par rapport à un alliage (2024 T6) ayant subi un revenu après la trempe qui a pour objectif d'en augmenter la dureté.

- A-U4G

	Brinell	Vickers
Mesure de la tôle L8	113	132 ± 7 (75 mesures)
Mesure de la cale C	113	132 ± 4 (26 mesures)
2017 T4 (Kaufmann book)	105	
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G	≥100	

Tableau 5.4 : Les valeurs de dureté, déduites des mesures de microdureté effectués au CIRIMAT, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4). La dureté typique d'un 2017 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée.

Même remarque que précédemment, les valeurs mesurées sont relativement élevées.

- Rivets des assemblages L1 et L2

	Brinell	Vickers
Mesure des rivets de l'assemblage L2 (A-U4G)	138	163 ± 3 (6 mesures)
Mesure des rivets de l'assemblage L1 (A-U3G)	113	133 ± 14 (42 mesures)
2017 T4	105	
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour les barres, tubes et profilés en A-U4G	100	

Tableau 5.5 : Les valeurs de dureté, déduites des mesures de microdureté effectués au CIRIMAT, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4). La dureté typique d'un 2017 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée.

Comme attendu les rivets en A-U4G ont une dureté plus élevée que celle des rivets en A-U3G qui contiennent moins de cuivre. Là aussi on constate que la dureté mesurée de l'A-U4G est relativement élevée comparé à un 2017. Pour les rivets en A-UG3, aucune référence de comparaison n'a encore été retrouvée, y compris dans le standard Breguet (Fiche Br. 201). Seules la résistance à la rupture, la limite élastique, l'allongement et la résistance au cisaillement y sont mentionnés. Cet alliage n'ayant pas eu d'équivalent dans la nomenclature actuelle, ces caractéristiques mécaniques ne sont pas indiquées dans les Handbooks.

En conclusion les duretés de toutes les pièces mesurées sont nettement supérieures aux minimums exigés par Breguet et aux alliages équivalents actuels. La résistance à la rupture et la limite élastique des pièces mesurées sont légèrement supérieures aux valeurs minimales exigées. En revanche les modules de Young sont légèrement inférieurs aux valeurs exigées. N'ayant pas pu obtenir de précision sur la précision de mesure de ces valeurs il m'est difficile de les discuter. Je peux simplement émettre l'hypothèse qu'il faudra vérifier, que le vieillissement (10 ans de fonctionnement et 47 ans en statique sur un tarmac) pourrait être à l'origine de l'augmentation de la dureté et d'une diminution de l'élasticité.

Discussion

Il n'a pas été facile de trouver des documents d'époque concernant directement les matériaux métalliques utilisés pour la construction du Breguet Deux-Ponts n°504, ni même concernant les autres avions du programme Deux-Ponts. Ceci, bien que la construction de cet avion soit relativement récente (fin des années 1950) et qu'elle ait été accompagnée d'une production d'une grande quantité de documents. En effet, à chaque type de pièce était associé au moins un plan décrivant ses cotes et la nature de son alliage. Des fiches d'essais décrivaient également les tests que devaient réaliser les fournisseurs pour garantir la conformité des différents éléments (cf partie I - §4). Devant la difficulté à retrouver ces documents, nous avons longtemps cru qu'ils avaient été perdus ou détruits lors de la fusion Dassault-Breguet. D'autant plus que les historiens et archivistes contactés doutaient de leur conservation. Ce n'est qu'au cours de ma deuxième année de thèse que j'ai pu accéder à des documents détenus par l'association des Ailes Anciennes, lors de leur rangement par les bénévoles dans une nouvelle salle dédiée. Certains d'entre eux étant des copies de documents conservés au Service historique de la défense de Châtelleraut, j'ai compris qu'une partie des archives Breguet y était stockée. Leur collection n'étant pas accessible par internet, il m'a fallu trois mois pour sélectionner les cartons intéressants et obtenir l'autorisation de les consulter sur place. Cette recherche m'a permis de trouver enfin quelques fiches du standard Breguet des ateliers d'Anglet et de Vélizy, notamment les fiches Br. 201 et Br. 411/416 (Anglet)³³⁴ et la fiche d'adjonctions et modifications au standard Breguet (Vélizy)³³⁵ sur lesquelles je me suis appuyée. Il reste encore des cartons que je n'ai pas eu le temps de consulter au centre de Châtelleraut, où pourraient notamment se trouver des tests de conformités qui pourraient nous renseigner sur les caractéristiques réelles des matériaux utilisés lors de la construction. Lors de ce rangement aux Ailes Anciennes, des pièces de rechange ont également été découvertes par la nouvelle équipe rénovant le Breguet. Ces pièces, encore dans leur emballage d'origine, dont une est présentée dans la figure 6.1, proviennent de l'ancienne usine Breguet de Toulouse. D'après Patrick Goutoule (actuel responsable de la rénovation du Breguet) elles auraient été données à l'Association des Ailes Anciennes lors de la fermeture des usines de Biarritz, Toulouse ou Villacoublay (devenue entre-temps Dassault). Malheureusement ces pièces en A-U4G1, me sont parvenues trop tard pour être intégrées à mon étude.

334 Ces fiches concernent la série Breguet Deux-Ponts (761 à 765).

335 Cette fiche de décembre 1954 fait référence au standard 38 Breguet, sans que je puisse, dans l'état de mes recherches, affirmer qu'il soit spécifique à la série Deux-Ponts.

Dans la fiche du standard 38 de 1954 (Vélizy), il est mentionné à la main que les rivets en A-U4G et 30NC11 (acier) sont respectivement remplacés par des rivets en A-U3G et 35NC6f (acier). Dans le standard plus récent des ateliers d'Anglet et spécifique au Deux-Ponts (fiche Br 411/416), il est indiqué que les rivets devront être en A-U4G pour les diamètres supérieurs ou égal à 5 mm après épuisements des stocks d'A-U3G. Nos résultats d'analyses sont conformes à cette recommandation. Les rivets de l'assemblage L2 de 5 mm de diamètre sont bien en A-U4G et ceux de l'assemblage L1 de 4 mm de diamètre en A-U3G. Mais pour répondre à la question de savoir s'ils avaient ou non épuisé leur stock, il faudrait pour cela analyser d'autres rivets ($d \geq 5\text{mm}$) prélevés statistiquement à différent endroit de l'avion.



Figure 6.1 : Exemple de pièce de rechange d'origine étiquetée dans son emballage d'origine

Nous pouvons tenter d'expliquer cette modération de confiance de Breguet vis-à-vis des rivets en A-U3G grâce à l'article de 1956 de la Revue de l'Aluminium décrivant la mise au point de cet alliage en 1954³³⁶. En effet, l'ajout de la fiche d'adjonction et de modification

336 TOURNAIRE M., RENOARD M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46.

au standard 38 de Breguet a été réalisé en octobre et décembre 1954, année de la mise au point du nouveau duralumin pour rivet par les ingénieurs du laboratoire de recherches de l'usine d'Issoire, de la Compagnie Générale du Duralumin et du Cuivre (Cégédur)³³⁷. Dans cet article, les auteurs reconnaissent que la résistance au cisaillement garantie de l'A-U3G (24 kgf/mm²) est légèrement inférieure à celle de l'A-U4G (26 kgf/mm²). L'A-U3G était toutefois un gage de facilité pour l'assemblage des avions en atelier et fut donc agréé par l'Aéronautique Française. Sachant que la résistance au cisaillement en pratique est supérieure de 2 à 4 kgf/mm² à celle garantie, les concepteurs espéraient encore en 1956 que l'expérience acquise lors de sa fabrication industrielle permettrait de régler ce problème de résistance. Cet optimisme pourrait donc avoir encouragé Breguet à intégrer ce nouvel alliage pour faciliter les opérations d'assemblage dans ses ateliers. Toutefois, la recommandation de la fiche Br. 411/416 de 1957 semble indiquer que cette amélioration si elle a eu lieu n'a pas été suffisante³³⁸. Le constructeur a décidé de limiter l'utilisation de l'A-U3G aux rivets de diamètre inférieur à 5 mm en précisant toutefois que leur résistance au cisaillement devait au moins être égale à 25 kgf/mm². Si ce minimum exigé correspond bien à la valeur garantie et non celle mesurée en pratique, elle est légèrement supérieure à celle donnée par ses concepteurs. Ce qui pourrait laisser supposer qu'une amélioration avait été obtenue mais qu'elle n'était pas encore suffisante pour Breguet. De la même façon, si le minimum exigé correspond bien à la valeur garantie il fait apparaître une exigence plus élevée pour les A-U4G (29 kgf/mm²).

Maintenant que nous savons mieux quoi chercher, il serait intéressant d'étudier les rivets des deux autres Breguet Deux-Ponts encore conservés (un 763 mis en service en 1953 et le premier des quatre 765 construits). D'autres avions dont deux cités dans le standard de 1957 (Breguet 960 et Breguet 1050), ont été construits par Breguet à la même période et jusqu'à son rachat par Dassault. Certains exemplaires existent encore et pourraient être intégrés dans l'étude. Nous pourrions ainsi savoir si des rivets en A-U3G de diamètre égal ou supérieur à 5 mm ont également été utilisés après 1957 (épuisement des stocks). Cette étude permettrait peut-être aussi de suivre en parallèle les évolutions/améliorations de la résistance au cisaillement des deux types d'alliages en lien avec leur microstructure. L'A-U3G rivets

337 La Compagnie Générale du Duralumin et du Cuivre (Cégédur) : transforme l'aluminium et ses alliages et le cuivre et ses alliages sous forme de demi-produits.

(PERIERES M., « Une grande Compagnie industrielle française : Pechiney », in *Revue de géographie alpine*, tome 43, n°1, 1955, p.172)

338 « Après épuisement des stocks, les rivets en A-U3G devront être limités aux $\varnothing \leq 4$. Pour les $\varnothing \geq 5$ ils seront en A-U4G. »

(Standard 38 Breguet, Fiche Adjonction et Modifications au standard Breguet, A. Boutet, Ailes Anciennes Toulouse).

n'ayant à ma connaissance encore jamais fait l'objet d'une étude détaillée de sa microstructure, nous manquons actuellement d'élément de comparaison. Ayant retrouvé fortuitement des pièces d'origine non utilisées (Figure 6.1) et maintenant que nous avons de bonnes relations avec l'Association des Ailes Anciennes, elle-même en relations avec d'autres associations de ce type, il n'est pas exclu de mettre la main sur des rivets d'origines en A-U3G non utilisés. Ce qui permettrait de mieux définir leurs microstructures et les propriétés mécaniques (notamment cisaillement et dureté) d'« origine » en s'affranchissant des effets des sollicitations et contraintes subis lors du fonctionnement de l'avion.

Il serait intéressant d'élargir cette étude au cas américain où, à la même époque, un alliage de substitution, le 2117, contenant moins de cuivre, a été mis au point pour trouver une solution à cette problématique de pause et de tenue mécanique des rivets³³⁹.

Du point de vue matériaux, nous avons montré qu'en observant la microstructure à diverses échelles, il est possible de retrouver les conditions de fabrication des alliages comme par exemple, le traitement mécanique subit par les pièces en observant au microscope optique la taille et l'orientation des grains. C'est surtout à l'échelle submicrométrique que les informations sont les plus riches : les dispersoïdes nous renseignent sur la composition de l'alliage (A-U4G versus A-U4G1) ; la présence ou non de précipités durcissant de type S' ou Θ' nous renseignent sur le traitement thermique subit par l'alliage. Cette dernière information est à prendre avec précaution étant donné que le vieillissement naturel a aussi pu modifier la microstructure.

L'étude de la microstructure de la tôle L8 en A-U4G a révélé différentes caractéristiques (précipitation aux joints de grain, nucléation autour des précipités intermétalliques, dislocations non enroulées autour des dispersoïdes) que nous n'avons pas retrouvées pour les autres pièces et qui sont identiques à celles observées dans des 2024 chauffés puis refroidis³⁴⁰. Cette plaque fait partie d'un pare-feu situé dans une nacelle moteur, et bien qu'elle soit protégée du moteur par une plaque d'amiante, elle a certainement été exposée à la chaleur de ce dernier. Je n'ai pas retrouvé dans les documents d'indication sur la température de cette tôle lors du fonctionnement du moteur. Il serait peut-être possible de retrouver cette température grâce, soit à des simulations par éléments finis connaissant les caractéristiques du moteur, soit à partir de documents techniques d'études thermomécaniques

339 STALEY J.T., "History of wrought-aluminum-alloy development", in Aluminum alloys- contemporary research and applications, Treatise on Materials science and technology, vol.31, Part I, Ed. A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Academic Press Inc., USA, 1989, pp. 4-29.

340 ALANI R., PAN M., « *In situ* transmission electron microscopy studies and real-time digital imaging », *Journal of Microscopy*, Vol. 203, Pt 1, July 2001, pp.128-133.

de moteurs à hélice.

Nous pouvons néanmoins formuler quelques hypothèses. En nous rapportant au diagramme d'équilibre des phases stables et métastables du système Al-Cu³⁴¹ ou aux travaux de Moy et al³⁴² relatifs à l'influence de la température sur l'apparition des phases S-Al₂CuMg dans les alliages 2024, nous savons que notre alliage n'a pas subi une température de plus de 150°C, température à laquelle apparaissent les phases durcissantes θ' -Al₂Cu ou S'-Al₂CuMg. En effet, aucune de ces phases (semi-cohérentes avec la matrice et en forme d'aiguilles) n'a été détectée dans la tôle L8.

La température n'étant pas le seul paramètre, il faudrait aussi pouvoir estimer la durée d'exposition et pour ceci, nous aurions besoin du carnet de vol. Ce carnet n'a pas pour l'instant été retrouvé. Nous pouvons néanmoins estimer une valeur maximale du temps d'exposition à la chaleur en nous basant sur la durée du service de cet avion, c'est-à-dire 10 ans de 1959 à 1969. En considérant 10 heures de vol par jour, l'avion pourrait avoir volé 36 500 heures au maximum.

Dans la thèse de Céline Larignon³⁴³, des équivalences temps/températures basées sur le coefficient de diffusion du cuivre dans les alliages d'aluminium 2024 ont été calculées et ont servi de base pour effectuer des vieillissements accélérés. Il s'avère qu'aucun changement de microstructure n'a été décelé pour 55h à 150°C, qui correspondrait à 100 000 heures à 80°C. Pour la tôle L8, comme le temps de vol maximum estimé serait de 36 500 heures et que des changements de microstructures ont été décelés, seul le facteur température peut avoir participé à ce changement : la tôle a sûrement subi une température supérieure à 80°C.

Pour les autres pièces (L1a, tôle L2 et cale C), étant donné que nous ne constatons aucun changement de microstructure telles que celles repérées dans la tôle L8, elles n'ont sûrement pas dû être exposées à une température supérieure à 80°C.

Du point de vue des propriétés mécaniques, en particulier la limite d'élasticité, la charge à la rupture et l'élongation, on ne peut pas mettre en évidence un vieillissement avéré des alliages collectés sur le Breguet Deux-Ponts. Les valeurs mesurées étant conformes aux standards de l'entreprise Breguet, nous pouvons seulement faire l'hypothèse qu'il y a eu peu

341 DUBOST B., SAINFORT P., « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

342 MOY C. K. S., WEISS M., XIA J., SHA G., RINGER S. P., and RANZI G., "Influence of heat treatment on the microstructure, texture and formability of 2024 aluminium alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 552, pp. 48-60, 8/30/, 2012.

343 LARIGNON C., « Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliage d'aluminium 2024-T351 », Thèse de doctorat en Science et Génie des matériaux, sous la direction Christine Blanc et Joël A., Toulouse, doctorat de l'université de Toulouse délivré par l'Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, 2011, 226pages.

d'évolution entre aujourd'hui et l'état d'origine. Ces propriétés mécaniques macroscopiques concordent avec les observations de microstructure discutées précédemment.

Des différences sont cependant notables au niveau de la dureté. En observant la microstructure, aucun signe ne permet d'expliquer l'augmentation de la dureté (pas d'apparition de phases durcissantes). L'augmentation de la concentration des dislocations pourrait être le signe d'un écrouissage rendant le matériau plus dur. Cette hypothèse devra être confirmée par des mesures de densités de dislocations au MET.

La valeur élevée de la dureté doit en outre être interprétée avec précaution. En effet, les conversions entre la microdureté Vickers, appliquée en laboratoire et la dureté Brinell utilisée par les industriels ne sont pas évidentes. Différentes normes comportant des tableaux de conversion existent³⁴⁴ : la dureté est le fruit de plusieurs contributions dont la charge employée, la tête servant à l'indentation, qui influent sur les résultats. De plus, les équipements sur lesquels ont été mesurée la dureté ont pu évoluer entre les standards de 1954 et aujourd'hui. Il serait intéressant de mener des tests de dureté sur les pièces de rechange et effectuer plutôt des comparaisons relatives. Ces pièces de rechange ont un état proche de l'état d'origine si on se réfère aux équivalences température/temps calculées dans la thèse de Céline Larignon.

Nos observations sur les mesures mécaniques sont en bonne corrélation avec les études de vieillissement naturel d'alliages 2024-T4 collectés sur des avions Tupolev TU-154 en fin de vie : 11, 15 et 20 ans de service. En effet, les auteurs reportent qu'il n'y a aucun changement de limite d'élasticité, de charge à la rupture ou d'élongation sur les alliages sains³⁴⁵. Nos données pourraient ainsi renforcer les études actuelles visant à évaluer le vieillissement à long terme des alliages aéronautiques par la comparaison entre vieillissement accéléré et vieillissement naturel.

Dans la perspective de rassembler toutes les données acquises qui concernent ces alliages (résultats d'analyses, données d'archives, description des pièces et plans de l'avion...), nous avons entrepris l'établissement d'une base de données dont la structure est réalisée par Jean-Pierre Dedieu, directeur de recherche émérite à FRAMESPA. Cette base de données serait consultable et alimentée par toute personne s'intéressant à ces thématiques. Le croisement de ces informations permettrait d'étudier l'évolution des matériaux mais

344 Standard hardness conversion tables for metals, relationship among Brinell hardness, Vickers hardness, Rockwell hardness, superficial hardness, Knoop hardness and Scleroscope hardness, Designation: E 140-02, ASTM International

345 SALIMON S. R., SALIMON A. I., and K. A.M., "The evolution of electrochemical, microstructural, and mechanical properties of aluminium alloy 2024-T4 (D16AT) during fatigue cycling," in Proceedings of IMechE, 2008, pp. 339-353.

également celle de la recherche en suivant :

- Les différents acteurs de la recherche et leurs interactions à travers les articles rédigés et leur carrière
- Les relations internationales dans la recherche par l'utilisation de l'anglais, la présence de résumés multilingues ou les citations d'articles d'auteurs étrangers
- L'évolution d'une propriété d'un alliage dans le temps ainsi que l'évolution de son utilisation en partant de sa mise au point à aujourd'hui (date et localisation de mise au point, problèmes et améliorations apportées par la suite, mesures des propriétés mécaniques et observation de la microstructure actuelle d'anciens alliages conservés jusqu'à aujourd'hui), les différentes utilisations qui en a été faites pour finir par son abandon, matérialisé par exemple par sa disparition dans les normes et manuels. Avec si possible les raisons qui y ont mené (comme l'apparition d'un nouvel alliage ayant des performances et une facilité de production équivalentes ou supérieur, et un coût équivalent ou inférieur).

Conclusion

En croisant les données d'archives et les analyses physico-chimiques, ce travail a permis de caractériser un certain nombre d'alliages de type duralumin utilisés dans les années cinquante pour la construction du Breguet 765 n°504.

Une partie importante du travail a été consacrée à la recherche en archives. Ceci afin de retrouver les documents de la société Breguet relatifs à la conception de cet avion, et plus généralement aux matériaux utilisés, mais aussi de situer la construction de l'avion dans le contexte aéronautique de l'après-guerre. En raison de la fusion entre la Société des Avions Marcel Dassault et Breguet Aviation de la société Breguet en 1971, la principale difficulté fut de déterminer si ces archives avaient bien été conservées et où ; la société Dassault ne les ayant pas continuellement gardées. J'ai longtemps cru qu'elles avaient été détruites et ce n'est que grâce à la découverte de documents (copies de fiches de standards Breguet) détenus par les Ailes Anciennes Toulouse, que j'ai appris qu'au moins une partie d'entre-elles était conservée au Service Historique de la Défense de Châtelleraut. Je n'ai malheureusement pas eu le temps de consulter tous les cartons, mais mes investigations m'ont permis de retrouver une partie des documents techniques. J'ai ainsi pu avoir accès aux exigences de la société Breguet vis-à-vis des matériaux pour la construction des Breguet Deux-Ponts. Les deux standards sont toutefois lacunaires et nous ne sommes pas encore en possession de toutes les recommandations. La découverte d'une partie des fiches de ces standards a tout de même permis de découvrir la liste des différents matériaux à base d'aluminium utilisés par la société Breguet : Alu 99,5%, RIVADURAL 335, DURALUMIN, VEDAL, DURAL FR, ZICRAL, ALUMAG ou DURALINOX. L'étude des documents d'époque³⁴⁶ relatifs aux techniques de production et de mise en forme des alliages, m'a permis de déterminer qu'à l'exception du RIVADURAL 335 (A-U3G), récemment mis au point (1954), les autres étaient des matériaux bien maîtrisés et classiques pour l'époque. Il reste encore des cartons à consulter dans lesquels nous pouvons espérer retrouver, par exemple, des rapports de tests de conformité, tel que ceux décrits dans les fiches d'essais établies entre la société Breguet et ses fournisseurs de pièces forgées ou matricées (Partie I - §4), qui pourraient nous renseigner sur les caractéristiques réelles des matériaux utilisés et notamment sur leurs propriétés mécaniques initiales (avant le premier vol).

³⁴⁶ Provenant principalement de la *Revue de l'Aluminium* et de témoignages d'ingénieurs retranscrit dans le *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*.

Les études physico-chimiques, décrites dans la deuxième partie, ont porté sur un fragment de tôle et un morceau de lisse en DURAL FR (A-U4G1), un fragment de tôle, une cale et des rivets en DURALUMIN (A-U4G) et des rivets en RIVADURAL 335 (A-U3G). C'est la première fois que ces anciens alliages industriels ont été caractérisés par des techniques d'analyses modernes tel que la microscopie électronique en transmission. Ces analyses ont permis de déterminer précisément la composition élémentaire, la microstructure et certaines des propriétés mécaniques de ces alliages.

Les résultats obtenus pour les A-U4G1 sont comparables à ceux de son équivalent actuel le 2024. Les précipités identifiés sont de même nature et l'absence de précipités durcissant en forme d'aiguille de type Al-Cu-Mg est en bon accord avec les traitements thermomécaniques qui, d'après les documents techniques, leur furent appliqués et qui aujourd'hui correspond au traitement T4 (mise en solution, trempe et maturation). Les phases trouvées dans les pièces en A-U4G1 sont les mêmes que celles d'un 2024 moderne ayant subi une maturation. On peut noter que la matrice est apparue particulièrement homogène à la sonde atomique sans qu'aucune zone de type Guinier-Preston ne soit détectée. Toutefois, les trois zones analysées sont petites et peut-être pas suffisamment significatives. D'un autre côté, les nombreux passages de dislocations peuvent les avoir suffisamment cisailées pour les rendre difficilement observables.

Cette étude nous a aussi permis de déterminer certaines des phases présentes dans trois A-U4G, dont l'équivalent actuel 2017 est aujourd'hui très peu étudié, et un A-U3G qui n'a pas d'équivalent moderne. Pour l'A-U4G, l'identification des différentes phases a été délicate et malgré l'utilisation de diverses techniques (diffraction des rayons X, MEB et MET), il n'a pas été possible de toutes les identifier. La concordance entre techniques est difficile à faire à cause du grand nombre de phases, de leur distribution et de leur taille. Nous constatons que l'arrêt d'ajout de silicium et l'augmentation du taux de magnésium (caractéristiques de l'A-U4G1) ont fortement modifié la microstructure ; celle de l'A-U4G est beaucoup plus complexe que celle de l'A-U4G1. En revanche, la microstructure des rivets en A-U3G est relativement simple. Les images MET montrent une très faible densité de particules à l'intérieur des grains et la diffraction des rayons X n'a détectée que la seule phase intermétallique (Al_7Cu_2Fe).

Comme l'ont montrées les études actuelles, les phases présentes aux joints de grains et dans les grains jouent un rôle important dans les processus de corrosion des alliages d'aluminium.

Il est donc important de les identifier pour pouvoir développer une stratégie adéquate de conservation. Cette étude a montré que la microstructure des divers duralumins utilisés dans la construction de cet avion était différente et cette donnée doit être prise en compte pour en assurer sa pérennité, notamment durant la phase de rénovation qui s'étale sur plusieurs années et amène à mettre à nu le métal. Les pièces étudiées étant celles déposées car trop corrodées, elles pourraient également servir à faire des études de corrosion de ces anciens alliages. Nous pourrions par exemple nous intéresser aux corrélations entre le type et l'avancé de la corrosion, la microstructure et la localisation de la pièce dans l'avion. La rapidité à laquelle le métal se corrode est un paramètre important pour les bénévoles participant à la rénovation du Breguet. La mise à nu du métal pourrait donc également être utilisée pour observer la sensibilité à la corrosion de duralumin de composition, de traitements thermomécaniques et de mise en forme différents.

Ce travail a aussi permis de se rendre compte de la dispersion, voire de la perte, des documents concernant des matériaux industriels de fabrication relativement récente. L'état lacunaire des archives rendent difficiles l'analyse des documents techniques qui pourraient servir à alimenter l'histoire des matériaux, en suivant par exemple leur évolution de leur conception à leur obsolescence. Malgré les difficultés de conversion, la corrélation entre les documents techniques d'époque et des mesures actuelles peut apporter des informations pertinentes sur l'évolution dans le temps des propriétés mécaniques des alliages de la série 2000. Les valeurs de la limite d'élasticité, de la charge à la rupture et de l'élongation des alliages étudiés sont toujours au-dessus des minimums exigés dans la fiche Br.201 du standard Breguet. Ce qui peut laisser supposer, en accord avec l'étude du vieillissement naturel d'alliages 2024-T4 provenant de Tupolev TU-154347, qu'il n'y a pas eu de forte évolution des propriétés mécaniques de ces duralumins.

347 SALIMON S. R., SALIMON A. I., and K. A.M., "The evolution of electrochemical, microstructural, and mechanical properties of aluminium alloy 2024-T4 (D16AT) during fatigue cycling," in Proceedings of IMechE, 2008, pp. 339-353.

Références Bibliographiques

AFNOR, Statuts de l'association Afnor adoptés par l'Assemblée générale du 10 décembre 2009 et annexés à l'arrêté du 16 avril 2010.

ALANI R., PAN M., « *In situ* transmission electron microscopy studies and real-time digital imaging », *Journal of Microscopy*, Vol. 203, Pt 1, July 2001, pp.128-133.

ALCOA, Brochure *The riveting of aluminum*, 1933, coll. IHA.

ALFF L., GUILLEMIN J., « Après les manifestations du Bourget et de Farnborough. Aviation 1953 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°205, Paris, 1953, pp. 441-475.

ALUMINUM ASSOCIATION, *International Alloy Designation and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*, Registration Record Series, Teal Sheets, January 2015, 38 pages.

ASM International, *ASM Ready Reference : Properties and Units for Engineering Alloys*, 1999, 169 pages.

ASTM International, Standard hardness conversion tables for metals, relationship among Brinell hardness, Vickers hardness, Rockwell hardness, superficial hardness, Knoop hardness and Scleroscope hardness, Designation: E 140-02, ASTM International.

BALLY J., « La Construction en tôle de duralumin dans l'aviation », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°79, Paris, 1936, pp. 105-108.

BALLY J., « Une sensationnelle démonstration de résistance d'un avion métallique », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°61, Paris, 1934, pp. 2418-2420.

BALLY J., « Aviation 1937. Le XVe Salon de l'Aviation (Paris) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°86, Paris, 1936, pp. 455-470.

BARRALIS J., MAEDER G., *élaboration, structures-propriétés, normalisation*, coll. Précis, Edition AFNOR/Nathan, Paris, 1997.

BARRAND P. et GADEAU R. (dirs.), « Chapitre rivetage : fabrication des rivets » in *L'Aluminium*, Tome 2 : *Mise en œuvre et utilisation de l'aluminium et de ses alliages*, Eyrolles, 1964.

BAYER W., « « So geht es ! » L'alumine pure de Karl Bayer et son intégration dans l'industrie de l'aluminium », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, 2/2012 (N° 49), p. 20-45) disponible sur <http://www.cairn.info/>.

BESNARD M., « fiche D1 – septembre 1951 : les formats des tôles d'aluminium et d'alliages d'aluminium », *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, Paris, 1955, pp.345-346.

BOCQUENTIN J., « L'impact des deux guerres sur l'industrie française de l'aluminium », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 9, Hiver 1991-1992.

BONNET J. et WITT Bernard, *Chapitre 4 : Avions de transport militaires du Nord 2500 au Transall C 160*, in *Un demi-siècle d'aéronautique en France. Les avions militaires*, (coord.) BONNET J., Comité Pour l'Histoire de l'Aéronautique (COMAERO), édité par le Centre des hautes études de l'armement, division Histoire de l'armement, Paris, 2007.

Ingénieur Général BONTE, directeur du Centre d'Essais en Vol de Bretigny à M. le Directeur du Service Technique Aéronautique, *Rapport sur les essais de parachutage effectués sur Bréguet Deux Ponts – 761 (Septembre – Octobre 1954)*, n° C.E.V. : 15.980/SE/A. Objet : version parachutage du Breguet type 761 S. Référence : Lettre 13062 CEV/SE/A du 9.11.54., fonds Ailes Anciennes Toulouse.

BOURGARIT D., PLATEAU J., « Quand l'aluminium valait de l'or : peut-on reconnaître un aluminium « chimique » d'un aluminium « électrolytique » ? », *ArchéoSciences* [En ligne], 29 | 2005, mis en ligne le 31 décembre 2007, consulté le 13 octobre 2012. URL : <http://archeosciences.revues.org/560>.

BRAHIMI N., « optimisation de l'utilisation du métal pour les opérations de filage d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M3148, 2012, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

BREGUET E., *Breguet, un siècle d'aviation*, Privat, Toulouse, 2012, 143 pages.

BRESSON Y., « Souvenirs d'un ingénieur au Service des recherches et essais physiques de Chambéry 1940-1948 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°13, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 1993-1994.

BRESSON Y., « Un Duralumin amélioré. A maturation lente pour rivets », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°128, Paris, 1946, pp. 384-390.

BURIGANA D., « Aéronautique et aluminium entre innovation technologique, survivance nationale et leadership, de l'entre-deux-guerres à la concurrence Boeing-Airbus », in *Aluminium : du métal de luxe au métal de masse : XIXe-XXIe siècle*, Créalu : Journées d'étude (2 ; 2012 ; Centre Roland Mousnier, Paris), PUPS.

CARLIER C., *L'aéronautique française : 1945 – 1975*, collection histoire documents, Lavauzelle, Panazol, 1983, 645 pages.

Catalogue NORMES Défense 2016 disponible sur www.defense.gouv.

CHADEAU E., *De Blériot à Dassault. L'industrie aéronautique en France (1900-1950)*, Fayard, Paris, 1987, 552 pages.

CHEVIGNY R., « L'aluminium et ses alliages », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954.

« Civil types in Paris », *Flight*, 19 novembre 1936.

Disponible sur <https://www.flightglobal.com/pdfarchive/>, consulté le 30 mai 2016.

COLOMB R., « fiche E 1-2 – mars 1955 : Les Pièces forgées et matricées en alliages d'aluminium » in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°118, Paris, 1955, pp. 167-171.

CUNY J., LEYVASTRE P., *Les avions Breguet (1940-1971)*, collection Docavia, volume 6, Lariviere, Paris, 1973-1977, 360 pages, pp. 59-60.

D'ABZAC-EPEZY C., « La reconstruction dans l'industrie aéronautique : l'exemple français, 1944- 1946. », in *Histoire, économie et société*, 1999, 18e année, n°2, *La reconstruction économique de l'Europe (1945-1953)*, pp. 435-449. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 08 février 2016].

DAVIS J.R., *Aluminium and aluminium alloys*, (dir.) ASM International Handbook Committee, coll. Materials Park, Ohio : ASM International, 1993.

DEGRIGNY C., *Mise au point d'un traitement cathodique de stabilisation de pièces en alliages d'aluminium dégradées par corrosion en milieu aqueux*, Thèse Spécialité chimie analytique, Université Paris VI, novembre 1990, 169 pages.

DELEVAY R., « Traitements thermiques des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M1290, 1986, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

DELEVAY R., « *Mise en forme de l'aluminium – filage ou extrusion* », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M651 V1, 1997, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

DENEUVILLE P., *Mise en forme de l'aluminium – Laminage*, 2010, 23 pages.

DIX E.H., « Alclad a new corrosion resistant aluminium product », National advisory Comitee for Aeronautics, Technical Note n°259, August 1927.

DOUIN J. et al., « TEM investigation of the fine scale microstructure of an Al-alloy from a WW2 USA bomber (A26 Invader airplane) », EMC 2012_0574, www.emc2012.org.uk//documents/Abstracts/Abstracts/EMC2012_0574.pdf.

DUBOST B., SAINFORT P., « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

- DUMAS A., « Fabrication et transformation de l'aluminium », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°121, Paris, 1946.
- GALLOIS P.M., « Réflexions sur la période 1945-1985. Le plan quinquennal aéronautique, 1951- 1955 », communication présentée au colloque *De l'Aéronautique à l'Espace, 40 années de développement aérospatial français, 1945-1985*, (Sorbonne, 26-27 novembre 1985), Paris, Fondation pour les Etudes de Défense Nationale – Institut d'Histoire des Conflits Contemporains et de l'Université de Paris I Panthéon-Sorbonne/Centre d'Histoire de l'Aéronautique et de l'Espace, 1986, p 29-39.
- GEDEAU R., *L'aluminium*, Armand Colin, Paris, 1958.
- GUILLEMIN J., « L'évolution de la construction aéronautique de 1939 à 1946 », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°127, Paris, 1946, pp.340-342.
- GUIMMINOT E., TISSIER Y., « Étude des alliages aluminium pour la mise au point des traitements de conservation des avions », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 54, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2015, pp.83-93.
- GUINIER A., « Un nouveau type de diagramme de rayons X », *CR Acad. Sci.* 226, 1938, p. 1641-3.
- GUERIN R., conférence réalisée le 6 mars 1921 sur l'aluminium : « Emplois industriels du Métal et de ses principaux Alliages », Conservatoire national des arts et métiers, Deuxième série ; 9, Eyrolles, Paris, 1921, 87 pages.
- HAMER A., *Chapitre 5 : La coopération bilatérale : le cargo d'assaut Transall*, in *Un demi-siècle d'aéronautique en France. Les avions militaires*, (coord.) BONNET J., Comité Pour l'Histoire de l'Aéronautique (COMAERO), édité par le Centre des haute études de l'armement, division Histoire de l'armement, Paris, 2007.
- HARDOUIN DUPARC O., « Alfred Wilm et les débuts du Duralumin », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 34, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 2005, pp.63-77.

HARTMANN D., *Sauver Brigitte ou le sauvetage et la récupération du Breguet 765 « SAHARA » d'Evreux à Toulouse*, Association des Ailes Anciennes Toulouse, disponible sur Calaméo :<http://fr.calameo.com/read/00005696120f715bd48ac>, Consulté en février 2013.

HORNUS J.-C., « Dix ans d'innovation technique et commerciale à l'usine d'Issoire, 1955-1965 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°10, été 1992.

JACOMY B., « HÉROULT P. LOUIS TOUSSAINT - (1863-1914) », *Encyclopædia Universalis* [en ligne], consulté le 26 mai 2016. URL : <http://www.universalis.fr/encyclopedie/P.-louis-toussaint-heroult/>.

JACOMY B., « HALL CHARLES MARTIN - (1863-1914) », *Encyclopædia Universalis* [en ligne], consulté le 26 mai 2016. URL : <http://www.universalis.fr/encyclopedie/charles-martin-hall/>.

KONVITZ Josef W. « Représentations urbaines et bombardements stratégiques, 1914-1945 » In : *Annales. Économies, Sociétés, Civilisations*. 44^e année, N. 4, 1989. pp. 823-847. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 15 juin 2016].

KAUFMAN J.G., *Properties of Aluminum alloys, Fatigue Data and the Effects of Temperature, Product Form, and Processing*, ASM International, 2008, 559 pages.

L'ALUMINIUM FRANÇAIS, brochure *Symbolisation des alliages d'aluminium*, Paris, Novembre 1943, 20 p.

L'ALUMINIUM FRANÇAIS, brochure *Le rivetage de l'aluminium et de ses alliages*, Paris, 1960, 60 p.

LARIGNON C., « Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliage d'aluminium 2024-T351 », Thèse de doctorat en Science et Génie des matériaux, sous la direction Christine Blanc et Joël A., Toulouse, doctorat de l'université de Toulouse délivré par l'Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, 2011, 226pages.

LEBOUTEUX H., « fiche P5-janvier 1956 : Le symbolisation de l'aluminium et de ses alliages en France et dans quelques pays étrangers », in *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°227, Paris, 1956.

LE ROUX M., *L'entreprise et la recherche : un siècle de recherche industrielle à Pechiney*, coll. Histoire industrielle, éd. Rive Droite, Paris, 1998, 499 pages.

LIN Y.C., XIA Y.-C., JIANG Y.-Q., ZHOU H.-M., LI L.-T., « Precipitation hardening of 2024-T3 aluminum alloy during creep aging », *Materials Science and Engineering A* : 565 (2013), pp. 420-429.

MACLEOD I., « Stabilization of corroded aluminum », *Studies in Conservation*, n°28, 1983, pp. 1- 7.

MATTER J., « Conséquences industrielles de l'œuvre de Sainte-Claire Deville », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954, pp.103-116.

MERICA P.D., WATTENBURG R.G. et SCOTT R., *Scientific Papers of the Bureau of Standard No. 347 : Heat treatment of Duralumin*, 15, Department of Commerce, Washington, United States of America, 1919, p.271.

Ministère de la Défense Nationale et des Forces Armées, Secrétariat d'État aux Forces Armées (AIR), Direction Technique et Industrielle, *Tableaux des alliages d'aluminium et des alliages de magnésium*, normes AIR 3350/C, édition n°4 du 15 juin 1957, 5p.

MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 711 094 174, Ateliers d'Aviation Louis Breguet, lettre n°1204, *Répartition des plans entre la D.E. Vélizy, D.E. Toulouse et D.E. Anglet*, 23/07/1956.

MINDEF - Service historique de la défense, Châtelleraut, AA 633 094 463, I.C. Duvochel et Mr Patin, *Feuille de renseignements commune relative aux Lettres de commande valant marché n°s 5130/56, 5131/56 et 5132/56 adressées à la Société des Ateliers d'Aviation Louis Breguet*, le 9/01/1956.

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 633 094 463, avenant n°4 au marché n°5132/56 passé avec la Société des Ateliers d'Aviation Louis BREGUET, pour la fourniture d'avions BREGUET 765, des lots de rechanges, outillages d'entretien et matériels de manutention correspondants, 11 février 1959, Paris. SHD.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 633 094 464, Lettre du Directeur Général de Breguet au Directeur du Service des Marchés et de la Production aéronautique, lettre n°29308, 27 août 1957.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 633 094 464, Mr Patin, Rapport de présentation du projet d'avenant n°4 au marché n°5132/56 passé avec la Société des Ateliers d'Aviation Louis BREGUET, pour la fourniture d'avions BREGUET 765, des lots de rechanges, outillages d'entretien et matériels de manutention correspondants, 11 février 1959, Paris.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 633 094 464, Mlle Courrent, Rapport de présentation relatif au projet d'avenant n°5 du 11 août 1959.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 711 1K1 337, MM. Tavernier et Patin, Feuille de renseignement relative au marché n°5638/55, Fourniture d'éléments de rechange Breguet 763, 6 juillet 1955.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 416 2C5 188, Fiche Standard Br.201, feuille 1, Usine d'Anglet, édition Février 1956 et janvier 1957.*

MINDEF - *Service historique de la défense, Châtellerauld, AA 416 2C5 188, Fiche Standard 01-001, feuille 1, Usine d'Anglet, édition janvier 1956 et décembre 1956.*

MELIET P., *L'aventure des Ailes Anciennes Toulouse. Du rêve aux portes du musée*, Cépaduès, Toulouse, 2015, 115 pages.

MONDOLFO L.F., *Aluminium Alloys, Structure et properties*, Butterworths, Londres ; Boston, 1976, 971 pages.

MOTT N.F. et NABARRO F.R.N., *Proc. Phys. Soc.*, 52, 1940, p. 86.

MOY C. K. S., WEISS M., XIA J., SHA G., RINGER S. P., and RANZI G., "Influence of heat treatment on the microstructure, texture and formability of 2024 aluminium alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 552, pp. 48-60, 8/30/, 2012.

OFFICE NATIONALE DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE, Brevet d'invention n°384.187, classe VIII, groupe 2, déposé par la société Centralstele für Wissenschaftlich Technische Untersuchungen, demande le 20 novembre 1907, publié le 31 mars 1908 en France.

OROWAN E., « Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys-Session III Discussion », Institute of Metals, London, 1948.

OTT F., « Les archives d'entreprise », *Historiens & Géographes. Dossier Patrimoine Industriel*, n°401, Association des Professeurs d'Histoire et de Géographie, Paris, 2008, pp. 215-222.

Patentschrift n°244544, Klasse 48d, Gruppe5 : Verfahren zum Veredeln von Magnesiumhaltigen Aluminiumlegierungen (20 märz 1909).

PENEL P., « fiche H – octobre 1950 : Le traitement thermique des alliages légers. Première Partie : trempe et revenu », *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, extrait de la *Revue de l'Aluminium* n°170, 173 et 175, Paris, 1950.

PENEL P., « fiche G81-novembre 1958 : Le rivetage. Première partie » *in* *Encyclopédie du travail de l'aluminium*, Paris, 1958, pp.1125-1135.

PERIERES M., « Une grande Compagnie industrielle française : Péchiney », *Revue de géographie alpine*, tome 43, n°1, 1955, pp. 151-212.

PORTIER H., « Le rivetage des tôles minces en construction aéronautique », *Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air*, Bulletin des services techniques n°87, Paris, 1939, 192 pages, p. 64.

PRESTON G.D., « The Diffraction of X-Rays by Age-Hardened Al-Cu Alloys », *Proc. Royal Soc.*, A 167, 1938, p. 526-38.

PRUITT B. H., SMITH G. D., « La recherche chez ALCOA, les alliages aéronautiques et le problème de la fissuration par corrosion sous tension », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°6, été 1990.

S.A.L.B. *Statistiques réalisations avions, fonds Ailes Anciennes Toulouse*.

SALIMON S. R., SALIMON A. I., and K. A.M., “The evolution of electrochemical, microstructural, and mechanical properties of aluminium alloy 2024-T4 (D16AT) during fatigue cycling,” in *Proceedings of IMechE*, 2008, pp. 339-353.

SAULNIER A., « La micrographie électronique au Service de recherches et essais physiques de Chambéry de 1945 à 1962 », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n° 22, Institut pour l'histoire de l'aluminium, Paris, 1998.

SAVAY S., "Les transformations récentes de l'industrie française de l'aluminium", in *Revue de géographie alpine*, tome 56, n°3-4, 1968, pp. 569-591.

SCHMIDT C., « Les archives industrielles et commerciales », in *Bibliothèque de l'école des chartes*, 1927, tome 88, pp. 390-392. Disponible sur Persée : <http://www.persee.fr/> [Consulté le 08 septembre 2015].

Service Technique de l'Aéronautique – section Avions, *Clauses Techniques Breguet 765*, édition n°2 bis, janvier 1956, Centre de Documentation du Musée de l'Air et de l'Espace du Bourget.

SHA G., MARCEAU R.K.W., GAO X., MUDDLE B.C. et RINGER S.P., « Nanostructure of aluminium alloy 2024 : Segregation, clustering and precipitation processes », *Acta Materialia*, vol. 59, n°4, pp. 1659-1670, 2//, 2011.

SHEN Z., LIU C., DING Q., WANG S., WEI X., CHEN L., LI J. et ZHANG Z., « The structure determination of Al₂₀Cu₂Mn₃ by near atomic resolution chemical mapping », *Journal of Alloys and Compounds*, vol.601, pp.25-30, 7/15, 2014.

SMITH Kenneth C.A., OLIVER C. Wells, McMULLAN D., « The fiftieth anniversary of the first applications of the scanning electron microscope in materials research », *Proceedings of the Seventh International Conference on Charged Particle Optics, Physics Procedia 1*, pp.3-12, 2008.

Société anonyme des Ateliers d'Aviation Louis Breguet, Standard 38 Breguet, fiche Br.121, Alliages d'aluminium et de magnésium, usine de Vélizy, décembre 1954, A. Boutet, fonds Ailes Anciennes Toulouse.

Société anonyme des Ateliers d'Aviation Louis Breguet, Standard 38 Breguet, Fiche Adjonction et Modifications au standard Breguet, A. Boutet, fonds Ailes Anciennes Toulouse.

SPERRY P.R., "The Intermetallic Phases in 2024 Aluminum Alloys", *Trans. Am. Soc. Met.*, 48, 904-918, 1956.

STALEY J.T., "History of wrought-aluminum-alloy development", in Aluminum alloys-contemporary research and applications, *Treatise on Materials science and technology*, vol.31, Part I, Ed. A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Academic Press Inc., USA, 1989.

TOURNAIRE M., RENOUEAU M., « Alliages pour rivets de la famille du duralumin », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°228, Paris, 1956, pp. 41-46.

TOURNAIRE M., « Un nouvel Alliage léger à très haute résistance. Le Zicral (A-Z8GU) », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°126, Paris, 1946.

TSCHUDNOWSKY J.-R., « La transformation et les demi-produits », *Revue de L'Aluminium et de ses applications*, n°211, Paris, 1954.

VARGEL C., « métallurgie de l'aluminium », Dossier *Techniques de l'ingénieur*, M4663 V1, 2010, disponible sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.

VENESSON P., « La fabrication de l'armée de l'air en France : innovation institutionnelle et compromis socio-techniques », in : *Genèses*, 15, 1994. Innovations institutionnelles, pp.69-83.

WANG S. C., and STARINK M. J., « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys », *International Materials Reviews*, vol. 50, no. 4, pp. 193-215, Aug, 2005.

WATTEAU M., « Les débuts de la recherche à la Compagnie générale du Duralumin et du Cuivre. Histoire du laboratoire de Couzon (1946-1955) », *Les Cahiers d'histoire de l'aluminium*, n°17, Institut pour l'Histoire de l'Aluminium, Paris, 1995-1996, pp. 74-84.

WILM A., « Die Verwendung des Aluminiums und seiner Legierungen für die Kriegstechnik, unter besonderer Berücksichtigung des Duralumins », *Kriegstechnische Zeitschrift*, 16 Jahrgang, 3. Heft, 1913, p.97-106.

WILM A., « Recherches sur la métallurgie physique des alliages aluminium-magnésium », *Métallurgie* 8, 1911, p. 225-7.

Annexes

- 1) Analyses ICP-OES et GDMS de la tôle L2 réalisées par Evans Analytical Group
- 2) Analyses ICP-OES et GDMS de la tôle L8 réalisées par Evans Analytical Group
- 3) Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la lisse L1
- 4) Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la tôle L2
- 5) Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la cale C
- 6) Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la tôle L8
- 7) Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur les rivets
- 8) Standard 38 Breguet, fiche *Adjonctions et modifications au standard Bréguet*, usine de Vélizy, édition d'octobre à décembre 1954
- 9) Standard Breguet, fiche Br.411/416, *Rivets A-U3G et 35 NC 6f*, usine d'Anglet, édition de juin 1955 à juin 1957
- 10) Proposal n° 20140507, ligne Diffabs, Synchrotron Soleil
- 11) Proposal METSA, dépôt novembre 2014, sonde atomique tomographique, Groupe de Physique des Matériaux – UMR CNRS 6634, Rouen

Analyses ICP-OES et GDMS de la tôle L2 réalisées par Evans Analytical Group



ICP-OES
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrette
Tournefeuille, France 31170

Telephone (+33) 5 61 73 15 29
Fax: (+33) 5 61 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: CIRIMAT-ENSIACET
Date: 09-juin-2015

P.O.#
Job # F0FH1467

Customer ID: Al alloy
L2-I.I.d RX

Sample ID: F15060469I - NS

Element	Concentration [% wt]	Element	Concentration [% wt]
Li	-	Ag	-
Be	-	Cd	-
B	-	In	-
O	-	Sn	-
F	-	Sb	-
Na	-	Te	-
Mg	1.53+/-0.02	I	-
Al	94.30+/-0.41	Cs	-
Si	0.167+/-0.001	Ba	-
P	-	La	-
S	-	Ce	-
Cl	-	Pr	-
K	-	Nd	-
Ca	-	Sm	-
Sc	-	Eu	-
Ti	0.0097+/-0.0002	Gd	-
V	-	Tb	-
Cr	-	Dy	-
Mn	0.501+/-0.006	Ho	-
Fe	0.25+/-0.01	Er	-
Co	-	Tm	-
Ni	-	Yb	-
Cu	4.36+/-0.03	Lu	-
Zn	-	Hf	-
Ga	-	Ta	-
Ge	-	W	-
As	-	Re	-
Se	-	Os	-
Br	-	Ir	-
Rb	-	Pt	-
Sr	-	Au	-
Y	-	Hg	-
Zr	-	Tl	-
Nb	-	Pb	-
Mo	-	Bi	-
Ru	-	Th	-
Rh	-	U	-
Pd	-		

Operator: Nicolas SALVADOR

Customer: **CIRIMAT-ENSIACET**

P.O.#

Date: **08-juin-2015**

Job #

F0FH1467

Customer ID: **Al alloy
L2-I.I.d RX**

Sample ID:

F150604067 - TV

Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.005	Pd	< 0.5
Be	1.1	Ag	3.0
B	0.71	Cd	0.68
C	-	In	0.14
N	-	Sn	16
O	-	Sb	0.92
F	< 0.05	Te	< 0.01
Na	6.8	I	< 0.005
Mg	Matrix	Cs	< 0.005
Al	Matrix	Ba	0.39
Si	~ 0.16 wt%	La	0.55
P	6.5	Ce	1.3
S	0.67	Pr	0.13
Cl	0.07	Nd	0.57
K	< 0.05	Sm	0.10
Ca	14	Eu	< 0.005
Sc	0.36	Gd	0.12
Ti	57	Tb	0.02
V	23	Dy	0.11
Cr	29	Ho	0.02
Mn	~ 0.42 wt%	Er	0.05
Fe	~ 0.18 wt%	Tm	< 0.005
Co	2.2	Yb	0.01
Ni	28	Lu	< 0.005
Cu	Matrix	Hf	0.33
Zn	500	Ta	< 10
Ga	49	W	0.50
Ge	0.63	Re	< 0.005
As	0.57	Os	< 0.005
Se	< 0.01	Ir	< 0.005
Br	< 0.05	Pt	< 0.01
Rb	< 0.05	Au	< 0.5
Sr	< 0.05	Hg	< 0.05
Y	0.27	Tl	0.23
Zr	8.1	Pb	87
Nb	0.40	Bi	6.7
Mo	2.9	Th	0.23
Ru	< 0.01	U	0.67
Rh	< 0.5		

Operator: Thomas VILLAIN

H, C, N, O recommended by IGA (internally equipped).

~wt% : recommended by ICP-OES (internally equipped).



Analyses ICP-OES et GDMS de la tôle L8 réalisées par Evans Analytical Group



ICP-OES
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrette
Tournefeuille, France 31170

Telephone (+33) 5 61 73 15 29
Fax: (+33) 5 61 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: CIRIMAT-ENSIACET

Date: 09-juin-2015

P.O.#

Job #

F0FH1467

Customer ID: Al alloy
L8-4CI RX

Sample ID:

F150604681 - NS

Element	Concentration [% wt]	Element	Concentration [% wt]
Li	-	Ag	-
Be	-	Cd	-
B	-	In	-
O	-	Sn	-
F	-	Sb	-
Na	-	Te	-
Mg	0.83+/-0.01	I	-
Al	95.57+/-1.14	Cs	-
Si	0.60+/-0.01	Ba	-
P	-	La	-
S	-	Ce	-
Cl	-	Pr	-
K	-	Nd	-
Ca	-	Sm	-
Sc	-	Eu	-
Ti	0.063+/-0.001	Gd	-
V	-	Tb	-
Cr	-	Dy	-
Mn	0.522+/-0.007	Ho	-
Fe	0.53+/-0.04	Er	-
Co	-	Tm	-
Ni	-	Yb	-
Cu	3.88+/-0.05	Lu	-
Zn	-	Hf	-
Ga	-	Ta	-
Ge	-	W	-
As	-	Re	-
Se	-	Os	-
Br	-	Ir	-
Rb	-	Pt	-
Sr	-	Au	-
Y	-	Hg	-
Zr	-	Tl	-
Nb	-	Pb	-
Mo	-	Bi	-
Ru	-	Th	-
Rh	-	U	-
Pd	-		

Operator: Nicolas SALVADOR

Customer: **CIRIMAT-ENSIACET**

P.O.#

Date: 08-juin-2015

Job #

F0FH1467

Customer ID: **Al alloy**

Sample ID:

F150604066 - TV

L8-4CI RX

Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.005	Pd	< 0.5
Be	0.19	Ag	0.62
B	0.39	Cd	1.0
C	-	In	0.13
N	-	Sn	13
O	-	Sb	5.1
F	< 0.05	Te	< 0.01
Na	0.64	I	< 0.005
Mg	Matrix	Cs	< 0.005
Al	Matrix	Ba	0.04
Si	Matrix	La	0.50
P	6.5	Ce	1.1
S	1.2	Pr	0.10
Cl	0.33	Nd	0.44
K	0.09	Sm	0.04
Ca	3.4	Eu	< 0.005
Sc	0.39	Gd	0.08
Ti	560	Tb	0.01
V	49	Dy	0.06
Cr	230	Ho	0.01
Mn	~ 0.47 wt%	Er	0.03
Fe	~ 0.39 wt%	Tm	< 0.005
Co	5.8	Yb	< 0.005
Ni	170	Lu	< 0.005
Cu	Matrix	Hf	1.4
Zn	450	Ta	< 10
Ga	130	W	0.87
Ge	0.53	Re	< 0.005
As	1.6	Os	< 0.005
Se	< 0.01	Ir	< 0.005
Br	< 0.05	Pt	< 0.01
Rb	< 0.05	Au	< 0.5
Sr	0.11	Hg	< 0.05
Y	0.19	Tl	0.22
Zr	42	Pb	130
Nb	2.1	Bi	0.08
Mo	2.7	Th	0.22
Ru	< 0.01	U	0.70
Rh	< 0.5		

Operator: Thomas VILLAIN

H, C, N, O recommended by IGA (internally equipped).

~wt% : recommended by ICP-OES (internally equipped).



Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la lisse L1

<u>Composition élémentaire</u> <u>L1a</u>	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	92,29 ± 0,2	4,88 ± 0,15	1,53 ± 0,03	0,85 ± 0,02	0,10 ± 0,01	0,23 ± 0,02
Sonde atomique %at Matrice (54x54x314 nm ³)	97,13	1,22	1,65	X	X	X
Sonde atomique %m Matrice	95,70	2,83	1,46	X	X	X
A-U4G1 ¹⁹⁶	Base	4,25	1,5	0,7	0,4 max	0,5 max

Tableau 6 : Composition élémentaire analysée par MEB-EDX et sonde atomique en pourcentage massique et atomique de L1a. X* : absent.

<u>Macrostructure</u> <u>L1a</u>	Longueur des grains (L en µm)	Largeur des grains (l en µm)	Rapport L / l
ND-RD	111 ± 61 (28 mesures)	27 ± 17 (50 mesures)	4,1
ND-TD	73 ± 45 (34 mesures)	25 ± 12 (47 mesures)	2,9

Tableau 7 : Tailles moyennes des grains de L1a selon les plans ND-RD et ND-TD déduites des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

<u>Dureté</u> <u>L1a</u>	Brinell	Vickers
Mesures L1a	125	147 ± 4 (57 mesures)
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G1	≥110	X
2024 T4 (Solution-trempe-maturation)	≥100	X
2024 T6 (Solution-trempe-revenu)	≥118	X
2024 T4 (Kaufmann book)	120	X

Tableau 8 : La dureté de L1a a été mesurée par test de microdureté Vickers au CIRIMAT. La moyenne des mesures est comparée, après conversion en dureté Brinell, avec le minimum exigé du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4) et les valeurs de dureté typiques à respecter pour l'utilisation d'un 2024 T4 et un 2024 T6 publiées dans les techniques de l'ingénieur³³³. La dureté typique d'un 2024 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée³³².

<u>Phases observées</u> <u>L1a</u>	Rapport (MEB-EDX)	Cu/Mg	Mg/Si
MEB-EDX	Al-Cu-Mg	3,2	15,3
DRX	Al ₂ CuMg	α- Al _{4,01} MnSi _{0,74}	Al ₇ Cu ₂ Fe
MET- EDX	Al-Cu-Mn		
Sonde atomique	Al-Cu-Mn (Type Al ₆ CuMn ₂)		
Particules submicroniques	Longueur nm	Diamètre nm	Type
Particules en forme de bâtonnets	Moyenne 250 (110 à 520)	Moyenne 80 (40 à 140)	Al-Cu-Mn (Type Al ₆ CuMn ₂ -sonde atomique)
Particules de forme sphérique		Entre 10 et 20	Cuivre (TEM-EDX)

Tableau 9 : Rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3) et les différentes phases identifiées dans L1a selon les techniques expérimentales utilisés. La forme, taille et nature des différentes particules submicroniques observées au TEM sont décrites.

Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la tôle L2

<u>Composition élémentaire</u> <u>Tôle L2</u>	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	92,97 ± 0,28	4,72 ± 0,31	1,33 ± 0,06	0,54 ± 0,05	0,21 ± 0,06	0,22 ± 0,04
ICP-OES %m	94,30 ±0,41	4,36 ±0,03	1,53 ± 0,02	0,501 ± 0,006	0,167 ± 0,001	0,25 ±0,01
A-U4G1 ¹⁹⁶	Base	4,25	1,5	0,7	0,4 max	0,5 max

Tableau 10 : Composition élémentaire analysée par MEB-EDX et ICP-OES en pourcentage massique de la tôle L2.

<u>Macrostructure</u> <u>Tôle L2</u>	Longueur des grains (L en µm)	Largeur des grains (l en µm)	Rapport L / l
ND-RD	69 ± 35 (40 mesures)	23 ± 8 (40 mesures)	3
ND-TD	114 ± 53 (40 mesures)	29 ± 12 (40 mesures)	3,9

Tableau 11 : Tailles moyennes des grains de la tôle L2 selon les plans ND-RD et ND-TD déduites des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

<u>Dureté</u> <u>Tôle L2</u>	Brinell	Vickers
Mesures de la tôle L2	127	150 ± 7 (75 mesures)
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G1	≥110	X
2024 T4 (Solution-trempe-maturation)	≥100	X
2024 T6 (Solution-trempe-revenu)	≥118	X
2024 T4 (Kaufmann book)	120	X

Tableau 12 : La dureté de la tôle L2 a été mesurée par test de microdureté Vickers au CIRIMAT. La moyenne des mesures est comparée, après conversion en dureté Brinell, avec le minimum exigé du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4) et les valeurs de dureté typiques à respecter pour l'utilisation d'un 2024 T4 et un 2024 T6 publiées dans les techniques de l'ingénieur³³³. La dureté typique d'un 2024 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée³³².

Caractéristiques mécaniques	E		Rm		LE		A
	Tests de traction	Kgf/mm ²	GPa	Kgf/mm ²	MPa	Kgf/mm ²	MPa
tôle L2 (A-U4G1)	6730	<u>66</u>	49	<u>477</u>	35	<u>348</u>	15
Standard Breguet							
caractéristiques mécaniques minimales des A-U4G1 tôles	<i>7000</i>		<i>45</i>		<i>32</i>		<i>15</i>
2024-T4							<i>19</i>
(Kaufmann Book)		<i>73</i>		<i>470</i>		<i>325</i>	<i>20</i>

Tableau 13 : Les valeurs des caractéristiques mécaniques de la tôle L2, déduites des tests de traction, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (fiche Br. 201, Partie 1, §4). Les caractéristiques mécaniques des 2024-T4 actuels publiées dans le Handbook de 2008³³² sont également rappelées.

Les valeurs soulignées sont les valeurs déduites des tests de traction, en italique celles tirées de la littérature et les valeurs en gras sont les conversions en kgf/mm² des résultats en GPa et MPa obtenues par les tests de traction.

Phases observées	Rapport		Cu/Mg	Mg/Si	
	(MEB-EDX)		3,5	6,3	
Tôle L2	(ICP-OES)		2,8	9	
MEB-EDX	Al-Cu	Al-Cu-Mg	Al-Mg-Si	Al-Mn-Fe-Si	Al-Cu-Fe
DRX	Al ₂ Cu	Al ₂ CuMg		α - Al ₁₇ (Fe _{3,2} Mn _{0,8})Si ₂	Al ₇ Cu ₂ Fe
MET- EDX	Al-Cu-Mn				
Particules submicroniques	Longueur nm	Diamètre nm	Type		
Particules en forme de bâtonnets	Moyenne 250 (110 à 520)	Moyenne 80 (40 à 140)	Al-Cu-Mn (Type Al ₆ CuMn ₂ -sonde atomique)		
Particules de forme sphérique		Entre 10 et 20	Cuivre (TEM-EDX)		

Tableau 14 : Rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3) et les différentes phases identifiées dans la tôle L2 selon les techniques expérimentales utilisés. La forme, taille et nature des différentes particules submicroniques observées au TEM sont décrites.

Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la cale C

<u>Composition élémentaire</u> <u>Cale C</u>	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	93,18 ± 0,2	4,37 ± 0,16	0,63 ± 0,02	0,78 ± 0,02	0,57 ± 0,03	0,37 ± 0,03
A-U4G ¹⁹⁶	Base	4	0,7	0,5	0,5	0,5 max

Tableau 15 : Composition élémentaire analysée par MEB-EDX en pourcentage massique de la cale C.

<u>Macrostructure</u> <u>Cale C</u>	Longueur des grains (L en µm)	Largeur des grains (l en µm)	Rapport L / l
ND-TD	112 ± 54 (33 mesures)	19 ± 9 (77 mesures)	6

Tableau 16 : Tailles moyennes des grains de la cale C selon le plan ND-TD déduites des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

<u>Dureté</u> <u>Cale C</u>	Brinell	Vickers
Mesures cale C	113	132 ± 4 (26 mesures)
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G	≥100	X
2017 T4 (Kaufmann book)	105	X

Tableau 17 : La dureté de la cale C a été mesurée par test de microdureté Vickers au CIRIMAT. La moyenne des mesures est comparée, après conversion en dureté Brinell, avec le minimum exigé du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4) et la dureté typique d'un 2017 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée³³².

<u>Phases observées</u> <u>Cale C</u>	Rapport (MEB-EDX)	Cu/Mg	Mg/Si
		6,9	1,1
MEB-EDX	Al-Cu	Al-Mn-Fe-Si	
DRX	Al ₂ Cu	α -Al ₁₇ (Fe _{3,2} Mn _{0,8})Si ₂	α -Al _{4,01} MnSi _{0,74}
Particules submicroniques	Longueur nm	Diamètre nm	
Particules de forme ovoïde	Moyenne 120 (40 à 300)	Moyenne 70 (30 à 140)	
Particules de forme sphérique		Entre 10 et 20	

Tableau 18 : Rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3) et les différentes phases identifiées dans la cale C selon les techniques expérimentales utilisés. La forme, taille des différentes particules submicroniques observées au TEM sont décrites.

Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur la tôle L8

<u>Composition élémentaire</u> <u>Tôle L8</u>	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	93,17 ± 0,04	4,33 ± 0,05	0,78 ± 0,01	0,58 ± 0,01	0,68 ± 0,03	0,46 ± 0,03
ICP-OES %m	95,57 ± 1,14	3,88 ± 0,05	0,83 ± 0,01	0,522 ± 0,007	0,60 ± 0,01	0,53 ± 0,04
A-U4G ¹⁹⁶	Base	4	0,7	0,5	0,5	0,5 max

Tableau 19 : Composition élémentaire analysée par MEB-EDX et ICP-OES en pourcentage massique de la tôle L8.

<u>Macrostructure</u> <u>Tôle L8</u>	Longueur des grains (L en µm)	Largeur des grains (l en µm)	Rapport L / l
ND-RD	46 ± 15 (50 mesures)	15 ± 5 (50 mesures)	3,1
ND-TD	44 ± 24 (57 mesures)	19 ± 8 (57 mesures)	2,3

Tableau 20 : Tailles moyennes des grains de la tôle L8 selon les plans ND-RD et ND-TD déduites des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

<u>Dureté</u> <u>Tôle L8</u>	Brinell	Vickers
Mesures de la tôle L8	113	132 ± 7 (75 mesures)
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour A-U4G	≥ 100	X
2017 T4 (Kaufmann book)	105	X

Tableau 21 : La dureté de la tôle L8 a été mesurée par test de microdureté Vickers au CIRIMAT. La moyenne des mesures est comparée, après conversion en dureté Brinell, avec le minimum exigé du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4) et la dureté typique d'un 2017 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée³³².

Caractéristiques mécaniques	E		Rm		LE		A
	Tests de traction	Kgf/mm ²	GPa	Kgf/mm ²	MPa	Kgf/mm ²	MPa
tôle L8 (A-U4G)	6830	<u>67</u>	43	<u>421</u>	27	<u>264</u>	17
Fiche Br.201							
caractéristiques mécaniques minimales des A-U4G tôles	<i>7000</i>		<i>40</i>		<i>27</i>		<i>15</i>
2017-T4							
(Kaufmann Book)		<i>72</i>		<i>425</i>		<i>275</i>	<i>22</i>

Tableau 22 : Les valeurs des caractéristiques mécaniques de la tôle L8, déduites des tests de traction, sont comparées avec celles du Standard Breguet datant de 1957 (fiche Br. 201, Partie 1, §4). Les caractéristiques mécaniques des 2017-T4 actuels publiées dans le Handbook de 2008³³² sont également rappelées.

Les valeurs soulignées sont les valeurs déduites des tests de traction, en italique celles tirées de la littérature et les valeurs en gras sont les conversions en kgf/mm² des résultats en GPa et MPa obtenues par les tests de traction.

Phases observées	Rapport			Cu/Mg	Mg/Si
	Tôle L8				
		(MEB-EDX)		5,5	1,1
		(ICP-OES)		4,7	1,4
MEB-EDX	Al-Cu	Al-Mg-Si	Al-Mn-Fe-Si		
DRX	Al ₂ Cu	Mg ₂ Si	Al ₈₅ (Mn _{0,72} Fe _{0,28}) ₁₄ Si	α- Al _{4,01} MnSi _{0,74}	
MET- EDX	Al-Cu-Mg-Si		Al-Mn-Fe-Si		Si-O
Particules submicroniques	Longueur nm	Diamètre nm	Type		
Particules de forme ovoïde	Moyenne 120 (40 à 300)	Moyenne 70 (30 à 140)			
Particules de forme sphérique		Entre 10 et 20	Cuivre (TEM-EDX)		

Tableau 23 : Rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3) et les différentes phases identifiées dans la tôle L2 selon les techniques expérimentales utilisés. La forme, taille et nature des différentes particules submicroniques observées au TEM sont décrites.

Synthèse des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur les rivets

<u>Composition élémentaire</u> <u>Rivets</u>	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
Assemblage L1 MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	95,08 ± 0,11	3,65 ± 0,08	0,30 ± 0,07	≤ 0,10 X*	0,57 ± 0,02	0,34 ± 0,04
Assemblage L2 MEB-EDX %m 4 fenêtres de 1mm ²	93,79 ± 0,18	4,23 ± 0,07	0,51 ± 0,06	0,64 ± 0,04	0,51 ± 0,05	0,24 ± 0,03
A-U3G rivet ¹⁹⁶	Base	3,30	0,35	≤ 0,10	0,50	nc*
A-U4G rivet ¹⁹⁶	Base	4,10	0,70	0,65	0,55	nc*

Tableau 24 : Composition élémentaire analysée par MEB-EDX en pourcentage massique des rivets des assemblages L1 et L2. nc* : non communiqué.

<u>Macrostructure</u> <u>Rivets</u>	Diamètre des grains (en µm)
Assemblage L1 (A-U3G)	47 ± 25 (50 mesures)
Assemblage L2 (A-U4G)	29 ± 15 (48 mesures)

Tableau 25 : Tailles moyennes des grains de L1a selon les plans ND-RD et ND-TD déduites des observations optiques. Le nombre des grains mesurés est indiqué entre parenthèses.

<u>Dureté</u> <u>Rivets</u>	Brinell	Vickers
Mesures des rivets de l'assemblage L2 (A-U4G)	138	163 ± 3 (6 mesures)
Mesures des rivets de l'assemblage L1 (A-U3G)	113	133 ± 14 (42 mesures)
Dureté Brinell minimum exigée par Breguet pour les barres, tubes et profilés en A-U4G	100	X
2017 T4 (Kaufmann book)	105	X

Tableau 26 : La dureté des rivets des assemblages L1 et L2 a été mesurée par test de microdureté Vickers au CIRIMAT. La moyenne des mesures est comparée, après conversion en dureté Brinell, avec le minimum exigé du Standard Breguet datant de 1957 (Fiche Br. 201, Partie 1-§4) et la dureté typique d'un 2017 T4 publiée dans le Handbook de 2008 est également rappelée³³².

<u>Phases observées</u> <u>Rivets</u>	Cu/Mg	Mg/Si	
Assemblage L1 (A-U3G) (MEB-EDX)	12,08	0,5	
Assemblage L2 (A-U4G) (MEB-EDX)	6,7	1,1	
Assemblage L1	MEB-EDX	DRX	
	Al-Cu-Fe	Al ₇ Cu ₂ Fe	
Assemblage L2	MEB-EDX	DRX	TEM-EDX
	Al-Cu	Al ₂ Cu	Al-Cu-Mg-Si
	Al-Mn-Fe-Si	α -Al ₁₇ (Fe _{3,2} Mn _{0,8})Si ₂	Al-Cu-Fe(Si)
		α -Al _{4,01} MnSi _{0,74}	

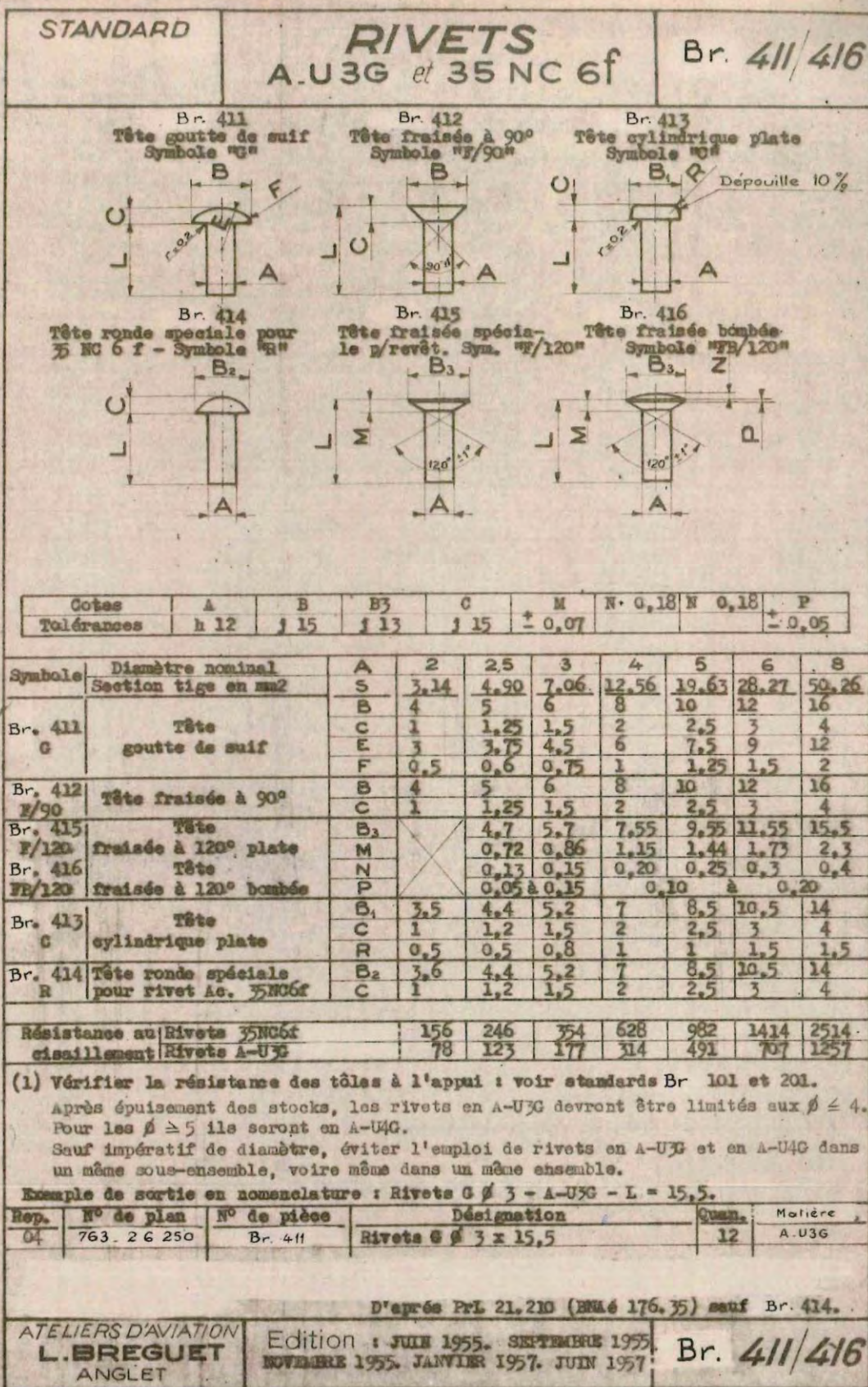
Tableau 27 : Rapports Cu/Mg et Mg/Si calculés à partir des compositions élémentaires (§3) et les différentes phases identifiées dans les rivets des assemblages L1 et L2 selon les techniques expérimentales utilisés.

Standard 38 Breguet, fiche Adjonctions et modifications au standard Bréguet, usine de Vélizy, édition d'octobre à décembre 1954 - André Boutet, fonds Ailes Anciennes Toulouse

STANDARD		ADJONCTIONS ET MODIFICATIONS AU STANDARD BRÉGUET.	Décembre 1954.
N° STANDARD	DÉSIGNATIONS	MODIFICATIONS	
Br. 111	Aciers de construction	Remplacé Ac. 30 NC 11 par 35 NCG F. Mise à jour suivant Norme : AIR 9460 (édition janvier 53).	
Br. 151 152	Éprouvettes de traction et résilience	Nouveau.	
Br. 224.F5	Joints caoutchouc profilés	Nouveau.	
Br. 565 566	Rondelles garde-graisse	Ajouté Rondelle n° Br. 566.40x20	
Br. 751	Tresse de métallisation	Transformé dénomination: "cosse M.T.R en cosse M.T.A."	
Br. 731	Plaquette de contrôle pour réservoir	Nouveau	
Br. 581	Rondelle - Frein	Φ ext. de la rondelle Br. 581-10 passe de 20 à 24 ; celui du n° Br. 581-14 est porté de 27 à 30 ; créé n° 581-12.	
Br. 314	Trous d'allègement	Nouveau.	
Br. 013	Symbolisation des rivets et des trous.	Nouveau.	
Br. 153	Éprouvettes en tôle et feuillard de traction	Nouveau.	
Br. 014	Numérotage des dessins	Nouveau.	
Br. 015	Numérotage des outillages	Nouveau.	
Br. 121 Br. 411	Alliages d'aluminium et de magnésium Rivets en AU3G et 35 NCG F	Ajouté Rivadural 335 (AU3G) Rivets en AU4G et 30 NC 11 sont remplacés par AU3G et 35 NCG F.	

ATELIERS D'AVIATION
L. BRÉGUET
VELIZY

Edition: Octobre 1954.
Décembre 1954.



Proposal n° 20140507, ligne Diffabs, Synchrotron Soleil

Proposal 20140507 - (Standard)

Proposal 20140507 (Standard)

Scientific general part	
Title	the microstructural composition of rivet and flats assemblies from a Breguet Deux-Ponts 765 Sahara
Keywords	aluminium alloy, precipitates, ancient elaboration process
Research Area	Archeology

Proposers description			
	Name	Institute	City
MP	Mrs. Audrey COCHARD	Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales	Toulouse Cedex 4
	Dr. Philippe SCIAU	Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales	Toulouse Cedex 4
	Dr. Nicolas RATEL-RAMOND	Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales	Toulouse Cedex 4
	Dr. Solenn REGUER	Synchrotron SOLEIL	Gif Sur Yvette Cedex

Beamlines/Branches Requirements Choice 1	
Requested Beamline/Branch	DiffAbs-6 circles diffractometer
Beamline/Branch responsible contacted	Dr. Solenn REGUER
Experimental station or type of techniques	A.1-X-Ray Diffraction
Experimental station responsible contacted	Dr. Cristian MOCUTA
Electron beam requirements	No requirement
Photons energy range requested	17 keV
Spot size requested	300 (H x V microns ²)
Number of Shifts (8h) Required	15

Other Experiment Requirements	
Unacceptable dates	xxx
Prefering starting time	xxx
Peer Review Committee	PRC6: Ancient materials / Environment and Earth
Second Peer Review Committee required	n/a
Chemistry lab. 1 required	No
Chemistry lab. 2 (with restricted access) required	No
Surfaces lab. required	No
Biology lab. 1 required	No
Biology lab. 2 (with restricted access) required	No
High pressure lab. required	No
Ancient materials preparation room (with restricted access) required	No

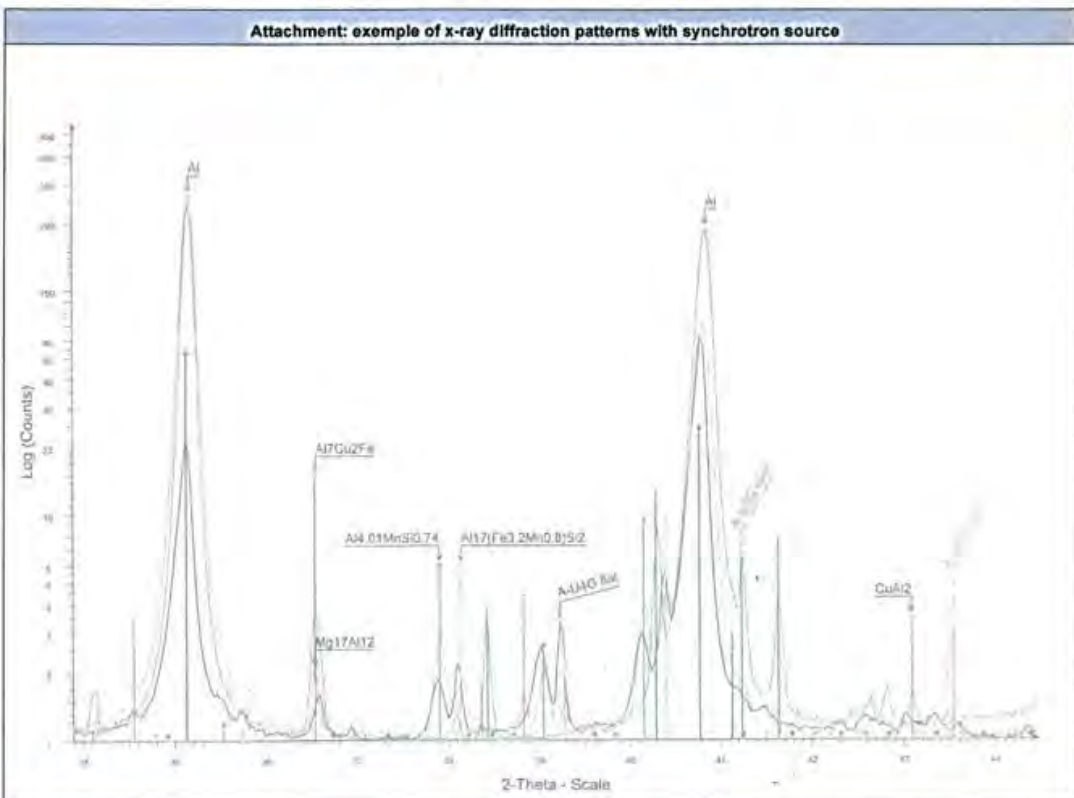
Experiment Context	
Reasons of the need of the Synchrotron Radiation	
In the studied alloys, we can see two types of precipitates after one week of laboratory x-ray diffraction measure. With transmission electron microscopy, according to electron diffraction and electron energy loss spectroscopy, we can say that one of them can be a -Al(Mn,Fe)Si type phase. We detect it with laboratory x-ray diffraction in the form of Al ₄ O ₁ MnSi _{0.74} . Feasibility tests were conducted last September on DiffAbs beamline on 2 samples. With less counting time, these analyzes allowed to see more phases and that Al ₄ O ₁ MnSi _{0.74} (cubic a=12,6588) is not the only Al(Mn,Fe)Si phase type. We can see the Al ₁₇ (Fe _{3,2} Mn _{0,8})Si ₂ (cubic a= 12,5862) that the electron diffraction don't permit to differentiate because of their close lattice parameters.	
Previous Synchrotron Radiation experiment	No
Synchrotron Radiation already used project	Yes
... where?	Soleil
Already submitted proposal	No

Proposal framework	
Is the proposal supported by any contract?	No
Is the proposal in collaboration with an industrial group?	No
Is the proposal a significant part of PhD thesis?	Yes
Do you request European support (TNA program)?	No

Abstract
<p>In the present application, we want study the microstructural composition of rivet and flats assemblies from a Breguet Deux-Ponts 765 Sahara (flew from 1958 till 1972). This pieces in a structural hardening aluminum alloy (2xxx type) contain a number of different precipitates with various compositions and morphologies that play an important role in the mechanical properties of the metal. Because of these precipitate types depend on the alloy elaboration process, to compare them with the microstructure according to archives information permit to understand the process used for the rivet or flat manufacturing of the studied aircraft.</p> <p>These measures can permit to obtain an exhaustive identification of the different precipitates and to observe their repartition according to each different alloys and pieces of the assemblies. They permit also to observe the residual stress in the alloy.</p>

Description
<p>1) Background</p> <p>We are studying aeronautical aluminum alloys (type 2xxx) between 1920 and 1960 using a physicochemical and an historical approach. This because, although these materials were processes less than a century ago in a industrial context, it is not easy to find pertinent chemical and physical data with direct links with airplanes made at the same period. The laboratory studies are used to describe the present metallurgical state of the alloy (microstructure and properties) while the aim of the historical approach is to obtain information concerning the processes of aluminium alloy production and thermomechanical treatment. In order to identify the different microstructures depending on the manufacturing processes and compare with laboratory observation to permit to understand the process used for the rivet or flat manufacturing of the studied aircraft. This to better understanding the relationships between aircraft manufacturers and aluminium manufacturers but also how new alloys was developed without direct observation of hardening precipitates with technical progresses used during the Concorde program.</p> <p>We have started a study microstructural composition of Al-Cu alloys from rivet and flats assemblies from a Breguet Deux-Ponts 765 Sahara (flew from 1958 till 1972) using this double approach. Given that it is in renovation at the association Ailes Anciennes Toulouse, we can easily obtain samples.</p> <p>The double-deck military aircraft are built in the particular context of the post-war years with the boost of the French aeronautical industry. And, after microprobe analysis, we know that a new duralumin alloy for rivets called A-U3G, developed at the same time that the conception of the Breguet 765, is used.</p> <p>Two types of rivet alloys was detected by electron microprobe analysis compared with archives data [c1] : the A-U3G and A-U4G. As mentioned in archives, there is a difference of speed of the aging between the two alloys. These structural hardening aluminum alloys contain respectively about Cu : 3wt%-4wt%, Mg : 0,25wt%-0,60wt%, Mn : less of 0,05wt%-0,60wt%, Fe : 0,20wt%-0,05wt% and Si : 0,47wt%-0,33wt%.</p> <p>Different types of precipitates were observed. With transmission electron microscopy, according to electron diffraction and electron energy loss spectroscopy, one of them can be a -Al(Mn,Fe)Si type phase in a A-U4G flat [c2]. We can detect it with laboratory x-ray diffraction in the form of Al₄,01MnSi₀,74. (cubic a=12,6588). Feasibility tests were conducted last September on DiffAbs beamline, using XRD with 300µm beam size, on 2 samples. These analyzes allowed to see that Al₄,01MnSi₀,74 is not the only Al(Mn,Fe)Si phase type. We can see the Al₁₇(Fe₃,2Mn₀,8)Si₂ (cubic a= 12,5862) in A-U4G alloy from flat and rivet that the electron diffraction don't permit to differentiate because of their close lattice parameters.</p> <p>A-U4G rivet pattern shows the phases Mg₁₇Al₁₂ (cubic a=10,553), Al₄,01MnSi₀,74 (cubic a=12,6588), Al₁₇(Fe₃,2Mn₀,8)Si₂ (cubic a= 12,5862), like as the A-U4G flat pattern, but also a CuAl₂ phase (tetragonal a=6,06540 λ c=4,87320). The A-U3G, containing less of manganese, have a diffraction pattern that don't show these phases but Al₇Cu₂Fe (tetragonal a=6,33 λ c=14,81) like with laboratory x-ray diffraction. Then we can note a difference between the A-U4G and A-U3G diffraction pattern but too between the A-U4G come from rivet or flat (image).</p> <p>2) Objective</p> <p>This pieces in a structural hardening aluminum 2xxx type alloy, after a complex precipitation, contain a number of different precipitates with various compositions and morphologies that play an important role in the mechanical properties of the metal. Because of these precipitate types depend on the alloy elaboration process, to compare them with the microstructure according to archives information permit to understand the process used for the rivet or flat manufacturing of the studied aircraft.</p> <p>The objective is to go further and to identify consistently the different precipitates according to each different alloys and pieces of the assemblies : their composition, morphology (structure and size), the quantity present and their distribution. Together with the residual stress.</p> <p>3) Experimental method</p> <p>There are five samples to study for five assemblies (three samples by assembly, one rivet and two flats).</p> <p>X-ray diffraction measurements will be done in transmission mode using beam size 300µmx300µm on DiffAbs beamline with a maximum of 250µm thickness at 17KeV.</p> <p>XRD measurement will be done with punctual detector to obtain high resolution data to a complete identification of the different precipitates (data treatment with Rietveld method). Together with XRD mapping and lines that will be done with 2D XPAD detector camera. In order to</p>

Description
<p>observe their repartition and the residual stress. This with an angular range goes to 5° till 100°.</p> <p>4) Results expected</p> <p>These measures allow to obtain an exhaustive identification of the different precipitates and to observe their repartition according to each different alloys and pieces of the assemblies. They permit also to observe the residual stress in the alloy.</p> <p>5) Beam time requested justification</p> <p>One sample represent three shifts (one rivet + two flats) with one shift for XRD mapping using 2D XPAD detector and two shifts for XRD measurement using punctual detector. There are five samples to study, then 15 shifts will be needed.</p> <p>6) References</p> <p>c- others:</p> <p>[c1]: Tournaire, M., Renouard, M., 1955. Alliages pour rivets de la famille du Duralumin. Revue de l'Aluminium, 217. [c2]: Y.J. Li, A.M.F. Muggerud, A. Olsen, T. Furu, 2012. Precipitation of partially coherent -Al(Mn,Fe)Si dispersoids and their strengthening effect in AA 3003 alloy. Acta Materialia 60, 1004-1014.</p>



Other sample (gas, chemical, solids) : aluminium alloy	
If no data sheet is available give detailed information about samples and chemical substances to be used in the experiment	
Name	aluminium alloy
Is the sample	a bulk
Mass (in g)	00
Volume (in cm3)	00
Mole [mole]	00

Proposal 20140507 - (Standard)

Other sample (gas, chemical, solids) : aluminium alloy	
Concentration	00 g/cm3
Packaging temperature [°C]	25
Packaging pressure [bar]	1
Safety aspects	
Is the sample toxic?	No
Is the sample explosive?	No
Is the sample inflammable?	No
Is the sample carcinogenic?	No
Is the sample harmful (noxious)?	No
Is the sample irritant?	No
Is the sample pollutant?	No
Is the product corrosive?	No
Does the sample present any risk to human health?	No
Does the sample present any risk to environment?	No
Is there any danger associated with the reception, the use or the disposal of a sample?	No
Is the sample prepared outside SOLEIL?	Yes
Is the sample manipulated at SOLEIL?	Yes
After the experiment the sample will be?	Removed by the user

Final decision: Accepted		
Proposal well received.		
Beamline	Station	Nb Shifts
DiffAbs-6 circles diffractometer	A.1-X-Ray Diffraction	15

Proposal 20140507 - Scheduled Dates				
Beamline	Station	Session	Exp Starting Date	Exp Ending Date
DiffAbs-6 circles diffractometer	A.1-X-Ray Diffraction	1	17/09/2014 08:00	22/09/2014 08:00

TITRE DU PROJET :

Anciens alliages d'aluminium aéronautiques

NOM DU RESPONSABLE :

Cochard

PRÉNOM :

Audrey

LABORATOIRE :

Cemes

ADRESSE :

29 rue Jeanne Marving
31055 Toulouse Cedex 4

TÉLÉPHONE :

05.62.25.78.11

E-MAIL :

audrey.cochard@cemes.fr

THÉMATIQUES SCIENTIFIQUES :

Sciences des matériaux

DESCRIPTION DU PROJET :

Contexte _____ de _____ l'étude :

Cette demande d'expérience s'inscrit dans le cadre de ma thèse "Microstructure et propriétés mécaniques des premiers alliages légers utilisés dans l'aéronautique. Approche historique et sciences des matériaux".

Cette étude d'alliages aéronautiques de type duralumin produits pendant et après la seconde guerre mondiale jusque 1960 comprend deux objectifs :

- Une meilleure connaissance de la nature et de l'utilisation des alliages Aluminium-Cuivre en aéronautique via une approche physico-chimique et historique. En effet peu de données chimiques et/ou physiques pertinentes en lien direct avec les avions produits à la même période sont accessibles en archives. Beaucoup de documents ont été perdus ou détruits bien que ce matériau ai été conçu et produit en contexte industriel il y a seulement un siècle. Cependant ce type d'informations seraient utiles dans le domaine de la conservation-restauration des musées possédant des aéronefs.
- Ces matériaux ayant subi les effets du temps, c'est l'occasion de savoir si des informations sont accessibles à propos du vieillissement sur de longues périodes de ce type d'alliage encore utilisés de nos jours.

But(s) de l'expérience :

Les observations réalisées au Microscope Électronique en Transmission ont permis de repérer une structure quasi périodiques révélées par le polissage électrochimique auquel certaines zones ont été plus résistantes. Un profil EDX montre une variation de concentration en Al et Cu suivant la dureté des zones observées. Et des amas de l'ordre d'une dizaine de nanomètres ont été repérés sur les zones les plus dures. Il est possible que cette structure soit le résultat d'un déplacement d'atomes de solutés entraînés par les dislocations suite à la sollicitation de l'alliage sur le long terme. Ce type de motif a été observé sur des échantillons de métal provenant de différents avions datant de la seconde guerre mondiale ou de la fin des années cinquante. Et ceci sur des pièces différentes comme des rivets (alliages A-U3G et A-U4G) ou des pièces laminées (alliage A-U4G1).

L'utilisation de la sonde atomique tomographique permettrait de connaître la morphologie en trois dimensions et la composition de ces structures. Ceci dans le but de mieux comprendre en quoi les zones plus résistantes au polissage électrochimique sont différentes. Et ainsi de savoir si on peut effectivement dire qu'elles sont dues au vieillissement du matériau et non à un artefact de préparation.

Originalité de la demande :

Cette étude est l'occasion de savoir si des informations sont accessibles sur le vieillissement à long terme d'alliages base aluminium de type Duralumin.

Justification de l'utilisation des appareils « dédiés » :

La sonde atomique tomographique est utile pour l'observation d'hétérogénéités chimiques en trois dimensions à l'échelle de la microstructure étudiée. Les amas, de l'ordre d'une dizaine de nanomètre, se situent sur une structure périodique de 100nm environ de large et avec un espacement de 200nm.

Résultats attendus :

L'observation de la topologie 3D de cette structure et des amas ainsi que les éléments chimiques qui les composent. Une hétérogénéité chimique et/ou topologique est attendue entre les différentes zones réagissant différemment au polissage électrochimique quelle que soit la nuance de l'alliage observée.

NÉCESSITÉ D'UNE CONFIDENTIALITÉ :

- NON

TYPE D'EXPÉRIMENTATION :

Analyses en sonde atomique tomographique en mode électrique

TYPE D'APPAREILLAGE DEMANDÉ :

ECOWATAP (sonde atomique tomographique opérant en mode électrique)

PLATEFORME :

Groupe de Physique des Matériaux - IRMA Caen-Rouen

NÉCESSITÉ D'EXPÉRIMENTATIONS PRÉLIMINAIRES :

- NON

ÉCHANTILLON(S) DÉJÀ PRÉPARÉ(S) POUR LES OBSERVATIONS EN MET OU SA :

- NON

NOMBRE DE JOURNÉES D'EXPÉRIENCE (après en avoir discuté avec un contact local) :

5 jours. Nous avons 3 types d'alliages (A-U3G, A-U4G, A-U4G1) et 1 à 2 jours d'expérience par nuance d'alliage est nécessaire.

NOMBRE DE JOURNÉES D'ANALYSE DES DONNÉES (après en avoir discuté avec un contact local) :

2

PÉRIODE SOUHAITÉE :

NOMBRE DE VISITEURS :

2

NOM DU CONTACT LOCAL POSSIBLE :

Williams Lefebvre

ADRESSE E-MAIL DU CONTACT LOCAL :

williams.lefebvre@univ-rouen.fr

CETTE DEMANDE EST-ELLE FAITE DANS LE CONTEXTE D'UNE RELATION CONTRACTUELLE AVEC UNE SOCIÉTÉ PRIVÉE :

– NON

CETTE DEMANDE A-T-ELLE DÉJÀ FAIT L'OBJET D'UN DÉPÔT SUR LE SITE METSA ?:

Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n°504

Produits industriellement dès 1910, les duralumins (alliages Al-Cu-Mg) sont les premiers alliages d'aluminium à durcissement structural ayant permis le développement de l'aéronautique. Bien que les alliages Al-Zn-Cu de la famille 7xxx et les matériaux composites soient aujourd'hui majoritaires dans la construction des avions, ces alliages Al-Cu-Mg de la famille 2xxx restent un matériau de référence pour les structures aéronautiques. Cependant, même s'il est un produit industriel récent et largement utilisé, avec une grande production de documents écrits, il existe une perte d'informations liée à la politique d'archives appliquée par les industriels. Cette perte d'information touche particulièrement les données physico-chimiques des matériaux utilisés pour la construction des avions mais aussi l'explication des choix techniques des avionneurs.

La rénovation du Breguet 765 Sahara n°504 64-PH aux *Ailes Anciennes Toulouse* est une opportunité d'étudier les duralumins aéronautiques de la fin des années 1950. Il est possible de récupérer les pièces déposées et remplacées avant qu'elles ne soient jetées et définitivement perdues avec les informations qu'elles contiennent. En comparant l'analyse en laboratoire de ces matériaux arrivés jusqu'à nous avec les documents d'archives et la documentation actuelle, il est possible d'entreprendre un retour sur expérience. Nous pouvons envisager de comparer ce qui a été réalisé avec ce qui a été initialement prévu lors de la conception de l'avion et de compléter les données connues de ces matériaux avec les techniques d'analyses métallurgiques actuelles. Ces alliages peuvent également constituer une première référence des duralumins aéronautiques des années 1950 et contribuer à l'étude de l'évolution sur de grandes échelles de temps des propriétés mécaniques par rapport aux valeurs minimum exigées du constructeur.

Mots-clés : Duralumin, aéronautique, Breguet, sciences des matériaux, histoire des sciences et techniques

Microstructures and mechanical properties of Duralumin alloys of the Breguet 765 n°504

Industrially produced since 1910 and used for the construction of Breguet XIV in 1916, the duralumins (Al-Cu-Mg alloys) are the first age-hardening aluminum alloys that were at the origin of the aeronautics development. Although Al-Zn-Cu alloys of the 7xxx family and composite materials are more widely used today, these Al-Cu-Mg alloys of the 2xxx family remain a reference material for aircraft structures. However, although it is an industrial material, with a large production of written documents, the archiving policy applied by manufacturers causes a loss of information. There is thus a difficulty to retrieve pertinent chemical and physical data of material used in aircraft construction, but also to understand the choices made about the material and process used by the manufacturers.

The renovation of the Breguet 765 Sahara n°504 64-PH by the association *Ailes Anciennes Toulouse* is an opportunity to study aeronautical duralumins of the late 1950s. It is possible to recover elements need to be replaced before they are permanently lost, with the information contained therein. By comparing laboratory analysis with archival and current literature, it is possible to give a feedback on these ancient materials. We can compare what was done with what was originally planned in the design of the aircraft and complete the known data of these materials with current metallurgical technical analysis. These alloys can also be a first reference for aeronautical duralumins of the 1950s and contribute to the study of the long-term evolution of mechanical properties compared to minimum values required by the manufacturer.

Keywords : Duralumin, aeronautic, Breguet, materials science, history of science and technology