

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures

Thèse Doctorat en Science en Métallurgie

## Étude du comportement de l'alliage 6061 modifié

Présentée par : Mme Amane SAHLI

Sous la direction de :

Directeur de thèse Mabrouk BOUABDALLAH Professeur, ENP

Co-directeur de thèse Djaffar SAIDI Directeur de Recherche, CRND

Présentée et soutenue publiquement : le 08 /06/2023

### Composition du jury :

Président Merzak LARIBI Professeur, ENP

Examineur Mohamed CHITROUB Professeur, ENP

Examineur Ramdane KOUBA Professeur, USTHB

Examineur Bachir ZAID Directeur de Recherche, CRND

ENP 2023



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie  
Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures

Thèse Doctorat en Science en Métallurgie

## Étude du comportement de l'alliage 6061 modifié

Présentée par : Mme Amane SAHLI

Sous la direction de :

Directeur de thèse	Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur, ENP
Co-directeur de thèse	Djaffar SAIDI	Directeur de Recherche, CRND

Présentée et soutenue publiquement : le 08 /06/2023

### Composition du jury :

Président	Merzak LARIBI	Professeur, ENP
Examineur	Mohamed CHITROUB	Professeur, ENP
Examineur	Ramdane KOUBA	Professeur, USTHB
Examineur	Bachir ZAID	Directeur de Recherche, CRND

ENP 2023

## ملخص:

هذه الأطروحة تهدف الى دراسة السلوك الميكانيكي و علاقته مع البنية المجهرية لسبائك الألمنيوم من نوع A6061 التي تم تغيير تركيبته الكيميائية بإضافة معدلات منخفضة من عنصر الفناديوم ثم تمت معالجته ميكانيكيا عن طريق احدى تقنيات التشوه البلاستيكي الحاد (SPD) و هي التصفيح التراكمي (ARB) في اطار هذه الدراسة قمنا بتقسيم العمل الى ثلاثة أجزاء حيث يركز أول جزء على تأثير الفناديوم على البنية المجهرية و السلوك الميكانيكي للألمنيوم A6061 بعد الصب الخام و المعالجة الحرارية بدون تشوه بلاستيكي. نتائج التحاليل أظهرت فعالية الفناديوم في تقليص حجم الحبوب المجهرية و الذي ترجم من خلال زيادة الصلابة، حد المرونة و مقاومة الشد حيث عمل الفناديوم على تسريع حركية الترسيب للرواسب  $\beta'$  و  $\beta''$  مقارنة بالسبيكة بدون فناديوم. الجزء الثاني خصص لدراسة تأثير درجة و مدة المعالجة الحرارية، خشونة الأسطح و سماكة السبائك على قوة الالتصاق أثناء التصفيح التراكمي (ARB). في هذه المرحلة أكدت التحاليل أنه كلما كان السطح نظيفا و خشنا كلما زادت قوة الالتصاق بين الصفائح. آخر جزء من هذا العمل جمع بين التأثير المزدوج للتشوه الحاد بال (ARB) و تأثير الفناديوم. نتائج التحاليل أظهرت أن الجمع بين التقنيتين معا قلص بشكل كبير حجم الحبيبات حيث أدى الى تقليل عرضها و زاد من استطالتها باتجاه التشوه كما أظهرت التحاليل بحيود الاشعة السينية (DRX) الى وجود تشعب في كثافة الخلع لان اضافة الفناديوم قلل بشكل كبير طاقة خطأ التراص (SFE) مما أدى الى خلق اضطرابات جديدة. أظهرت التحاليل أيضا تحسين في الخصائص الميكانيكية خاصة بالنسبة للسبائك التي تحتوي على 0.2 % بالوزن من الفناديوم مقارنة بالسبائك الاخرى و يرجع ذلك الي تقوية المحلول الصلب (SS) بذرات الفناديوم و تشكيل جسيمات جديدة تعيق حركة الاضطرابات و أيضا صقل الحبوب الناتج عن التشوه.

**الكلمات المفتاحية:** الألمنيوم A6061، الفناديوم (V)، التشوه البلاستيكي الحاد، التصفيح التراكمي ARB، البنية المجهرية، السلوك الميكانيكي، كثافة الخلع.

## Abstract:

The aim of this thesis is the study of the mechanical behavior and its relationship with the microstructure of the aluminum alloy A6061 modified by the addition of low levels of vanadium (V), and severely deformed (SPD) by accumulative roll bonding (ARB). The work consists of three sections. The first section concerns the effect of vanadium on the microstructure and the mechanical behavior of the alloy produced and heat-treated without plastic deformation by ARB. The results showed that vanadium was effective in reducing grain size, resulting in an improvement in hardness, yield strength and tensile strength. This improvement is due to the acceleration of the precipitation kinetics of the  $\beta''$  and  $\beta'$  phases relative to the basic alloy. The second section is devoted to the study of the effect of ARB parameters: temperature, holding time, rolling speed, initial thickness of the sheets and roughness of surfaces on the adhesion force between the blades of A6061 containing V. The peel test results confirmed that the cohesive strength is greater when the surfaces are cleaner and rougher. The last section of this work deals with the combined effect of severe plastic

deformation by ARB and the addition of vanadium on the mechanical and microstructural behavior of the parts produced. The combination of the two techniques generated significant grain refinement; the grains become considerably elongated along the rolling direction and their width has largely decreased. X-ray diffraction analysis (XRD) revealed a tendency towards dislocation density saturation. This is because the addition of vanadium decreased significantly the stacking fault energy (SFE) of aluminum, which leads to the generation of higher dislocation density. Mechanical characterization showed that the addition of 0.2 wt% V increased significantly the yield and tensile strength of the alloy containing vanadium and gives the best elongation at rupture compared to the A6061 without vanadium. This is due to solid solution (SS) strengthening mechanisms through the presence of vanadium atoms in solution, the vanadium dispersoids and grain refinement induced by deformation.

**Keywords:** Aluminum A6061, vanadium (V), severe plastic deformation (SPD), accumulative roll bonding (ARB), microstructure, mechanical behavior, dislocation density.

### **Résumé :**

L'objectif de cette thèse est l'étude du comportement mécanique et sa relation avec la microstructure de l'alliage d'aluminium A6061 modifiée par l'ajout de faibles taux de vanadium(V), et déformé sévèrement (SPD) par le laminage cumulé contrôlé (ARB). Le travail est divisé en trois parties, la première partie porte sur l'effet du vanadium sur la microstructure et le comportement mécanique de l'alliage élaboré et traité thermiquement sans déformation plastique par ARB. Les résultats ont montré l'efficacité du vanadium pour réduire la taille des grains, ce qui est traduit par l'amélioration de la dureté, la limite élastique et la résistance à la traction. Cette amélioration résulte de l'accélération de la cinétique de précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  par rapport à l'alliage de base. La seconde partie est consacrée à l'étude de l'effet des paramètres de l'ARB: température, temps de maintien, vitesse de laminage, l'épaisseur initiale des tôles et la rugosité des surfaces sur la force d'adhésion entre les lames en A6061 contenant du V. Les résultats des tests de pelage ont confirmé que plus les surfaces des interfaces sont propres et rugueuses, plus la force de cohésion est importante. La dernière partie de ce travail traite l'effet combiné de la déformation plastique sévère par l'ARB et l'ajout du vanadium sur le comportement mécanique et microstructurale des pièces élaborées. La combinaison des deux techniques a généré un raffinement important des grains; les grains deviennent considérablement allongés le long de la direction du laminage et leur largeur a diminué largement. L'analyse par la diffraction des rayons X

de(DRX) a révélé une tendance à la saturation en densité de dislocations. Cela est dû au fait que l'ajout de vanadium a diminué de manière significative l'énergie de défaut d'empilement (SFE) de l'aluminium, ce qui conduit à la génération d'une densité de dislocation plus élevée. La caractérisation mécanique a montré que l'ajout de 0,2 % en poids de V augmente considérablement la limite d'élasticité et la résistance à la traction de notre alliage. Cela est dû aux mécanismes de renforcement de la solution solide (SS) par la présence des atomes du vanadium en solution, la formation des dispersoïdes du vanadium et l'affinement de la taille des grains par déformation.

**Mots clés :** Aluminium A6061, vanadium (V), déformation plastique sévère (SPD), laminage cumulé contrôlé (ARB), microstructure, comportement mécanique, densité de dislocation.

## Remerciements

En premier lieu, je remercie dieu le tout puissant qui m'a donné la force, le courage et la patience de mener à terme ce travail.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à mon directeur de thèse Mr. Mabrouk BOUABDALLAH, Professeur à l'École Nationale Polytechnique ENP pour l'aide qu'il m'a apporté durant mon encadrement, pour la confiance et la liberté de travail qu'il m'a accordé tout le long de cette thèse.

Je voudrais remercier également mon co-directeur de thèse Mr. Djaffar SAIDI Directeur de Recherche au Centre de Recherche Nucléaire de Draria CRND pour avoir codirigé cette thèse, pour tous les conseils et pour sa contribution à la correction et l'amélioration de mon article.

Je remercie vivement Mr. Merzak LARIBI, Professeur à l'ENP, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury et juger mon travail.

Je tiens à témoigner ma grande reconnaissance à Mr. Mohamed CHITROUB, Professeur à l'ENP, à Mr. Ramdane KOUBA, Professeur à l'USTHB et Mr Bachir ZAID, Directeur de recherche au CRND pour avoir acceptés de participer à ce jury et examiner mon travail.

Mes remerciements vont aussi à ma famille, à mes chers parents, à mon mari, à mes sœurs et à mon frère. Je vous remercie pour votre soutien quotidien indéfectible

Enfin j'exprime toute ma reconnaissance envers tout le personnel du centre de recherche nucléaire de Draria et à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce modeste manuscrit

*Je dédie ce travail*

*A mes chers parents Abd El Kader et Taïf Faïza*

*A mon époux SABER Radouane*

*A mes sœurs Cherifa et Meriem*

*A mon frère Mohamed Amine*



## Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Liste des symboles

Introduction générale .....	17
Chapitre 1 :Revue bibliographique .....	19
1.1 Introduction .....	20
1.2 Différents types d'alliages d'aluminium .....	20
1.2.1 Alliages de fonderie .....	20
1.2.2 Alliages de corroyage .....	21
1.2.3 Alliage A 6061 .....	23
1.3 Durcissement structurale .....	24
1.3.1 Traitement thermique .....	24
1.3.2 Séquence de précipitation.....	25
1.3.3 Influence du vanadium .....	26
1.3.4 Types de précipités en présence dans l'alliage à l'état T6 .....	27
1.3.4.1 Précipités micrométriques .....	27
1.3.4.2 Dispersoïdes Al(Cr,Fe,Mn)Si.....	29
1.3.4.3 Phases durcissantes de type $Mg_xSi_y$ .....	29
1.4 Mécanisme du durcissement structural .....	33
1.4.1 Effets à distance .....	33
1.4.2 Cisaillement des précipités par les dislocations .....	33
1.4.3 Contournement des précipités par les dislocations.....	34
1.5 Déformation plastique sévère (SPD).....	35
1.5.1 Procédé ARB.....	36
1.5.1.1 Effet de la température .....	38
1.5.1.2 Effet de la vitesse de laminage .....	39
1.5.1.3 Effet de l'épaisseur initiale des feuillards .....	40
1.5.1.4 Effet de la pression des rouleaux.....	41
1.5.1.5 Effet du traitement de détente.....	41
1.5.1.6 Effet du nombre de passes et du taux de la réduction .....	42
1.5.1.7 Effet de la rugosité.....	43
1.5.1.8 Effet du temps d'attente entre brossage et laminage .....	44
1.5.1.9 Effet de la lubrification.....	44

1.5.1.10	Influence de la nature des métaux.....	45
1.5.2	Défaut de fabrication par ARB.....	46
1.5.3	Impact de la SPD sur la microstructure.....	47
1.5.3.1	Évolution de la taille des grains.....	47
1.5.3.2	Précipitation et ségrégation induite par la déformation.....	51
1.5.3.3	Stabilité de la microstructure UFG.....	53
1.5.4	Impact de la SPD sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si .....	53
1.5.4.1	Limite élastique et ductilité .....	53
1.5.4.2	Comportement en fatigue .....	56
1.5.4.3	Comportement en corrosion .....	57
1.6	Conclusion.....	58
Chapitre 2 :Matériau et techniques expérimentales .....		59
2.1	Introduction .....	60
2.2	Élaboration des alliages .....	60
2.2.1	Matériau d'étude .....	60
2.2.2	Procédure d'élaboration .....	61
2.2.3	Laminage.....	62
2.3	Déformation par ARB .....	64
2.4	Caractérisation microstructurale.....	66
2.4.1	Microscopie optique.....	66
2.4.2	Microscopie électronique à balayage (M.E.B).....	66
2.4.3	Analyse par diffraction des rayons X.....	66
2.4.3.1	Identifications des phases .....	67
2.4.3.2	Taille des cristallites .....	68
2.4.3.3	Densité des dislocations .....	68
2.5	Caractérisation mécanique.....	69
2.5.1	Essai de traction .....	69
2.5.2	Essai de pelage .....	70
2.5.3	Micro-dureté Vickers .....	71
2.5.4	Nano-indentation.....	71
2.6	Conclusion.....	75
Chapitre 3:Comportement structurale et mécanique de l'alliage A6061 + wt% V.....		76
3.1	Introduction .....	77

3.2	Microstructures à l'état brut de coulé et homogénéisé .....	77
3.3	Effet du temps et de la température de revenu .....	81
3.4	Cinétique de précipitation de la phase $\beta''$ en conditions isothermes .....	83
3.5	Évolution des propriétés de traction des alliages durcis.....	85
3.6	Conclusion.....	86
Chapitre 4 :Comportement de l'alliage A6061+wt% V déformé par ARB .....		87
4.1	Introduction .....	88
4.2	Optimisation des paramètres de déformation par ARB.....	88
4.2.1	Effet de la température et le temps de maintien .....	88
4.2.2	Effet de l'épaisseur des tôles .....	89
4.2.3	Effet de la rugosité des surfaces .....	91
4.2.4	Effet de la vitesse des rouleaux .....	93
4.3	Analyse métallographique de l'effet du vanadium .....	94
4.3.1	Observation optique .....	94
4.3.2	Observation par MEB.....	95
4.4	Étude radio-cristallographique .....	97
4.4.1	Paramètres des Phases .....	97
4.4.2	Taille des cristallites .....	97
4.4.3	Densité des dislocations .....	98
4.5	Caractérisation mécanique.....	99
4.5.1	Évolution de la micro-dureté.....	99
4.5.2	Variation de la nano-dureté et le module d'élasticité.....	101
4.5.3	Comportement mécanique en traction.....	104
4.6	Étude des mécanismes d'endommagement .....	107
4.6.1	Analyse macroscopique de la rupture .....	107
4.6.2	Analyses microscopiques des mécanismes d'endommagement .....	107
4.7	Conclusion.....	109
Conclusion générale et perspectives .....		110
Bibliographie.....		113

## Liste des tableaux

Tableau 1. 1: Alliages d'aluminium de fonderie .....	21
Tableau 1. 2: Symboles des différents traitements thermiques .....	22
Tableau 1.3: Composition chimique nominale de l'alliage d'aluminium 6061 (wt. %).....	24
Tableau 1. 4:Propriétés mécaniques classiquement admise pour l'alliage 6061 à l'état O et T6 .....	24
Tableau 1. 5:Composition des phases de type $Mg_xSi_y$ suivant.....	30
Tableau 2. 1: Composition chimique de l'alliage A6061 et les alliages A6061 contenant V (wt. %) .....	61
Tableau 2. 2: Paramètre de laminage des lingots .....	64
Tableau 3.1: Résultats de l'analyse EDS (at.%) correspondant aux différents types de particules intermétalliques.....	80
Tableau 3.2: Paramètres de cinétique isotherme de la phase $\beta''$ pour différentes températures de revenu .....	84
Tableau 4.1:Rugosité Ra des échantillons après les différentes conditions de décapage chimique .....	92
Tableau 4.2: Analyse EDS (at.%) correspondant aux différents types de particules intermétalliques identifiées dans les figures 4.11 et 4.12.....	96
Tableau 4.3: Paramètres de réseau de la matrice Al et des précipités $Mg_2Si$ et $AlFeSi$ .....	97

## Liste des figures

Figure 1. 1:Diagramme de phases du système pseudo-binaire Al-Mg <sub>2</sub> Si [3] .....	23
Figure 1.2:Traitements thermiques subis par les alliages d'aluminium à durcissement structural après coulée [7, 15-19] .....	25
Figure 1.3:Schémas de cohérence entre précipités et matrice [21,24] .....	26
Figure 1.4:Micrographie du brut de coulé de l'alliage 6061 exposant les précipités grossiers Mg <sub>2</sub> Si [29] .....	27
Figure 1.5:Micrographie d'intermétalliques au Fer : .....	28
Figure 1.6:Micrographie représentant des dispersoïdes au sein d'un alliage AlMgSi [34] .....	29
Figure 1.7: Image MET et cliché de diffraction associé, d'une zone GP [42] .....	31
Figure 1. 8: Caractéristiques de la phase β'' suivant les directions <100>Al [48] .....	31
Figure 1. 9:Image MET haute résolution d'un précipité β' [52] .....	32
Figure 1.10: Image MET des précipités β [56] .....	33
Figure 1. 11: Évolution du durcissement structural en fonction de la taille et du type de précipité pour les alliages 6xxx. Inspiré par [75-77].....	34
Figure 1. 12:Techniques de déformation plastique sévère inespérée de [81-92] .....	36
Figure 1.13: Schéma du procédé ARB [82] .....	37
Figure 1. 14: Résistance au cisaillement en fonction de la température du colaminage [93] ..	39
Figure 1. 15: Effet de la température et de la vitesse de laminage sur l'adhésion [98].....	39
Figure 1.16: Effets de l'épaisseur initiale des feuillards d'Al-3003/Zn à l'état recuit, et du taux de réduction sur la résistance de l'adhésion à température ambiante [99].....	40
Figure 1.17: Micrographies des échantillons après essai de pliage à température ambiante, a) Al/Zn (1/0.3mm), b) Al/Zn (2/0.6 mm) [99].....	40
Figure 1.18: La résistance au cisaillement des couches de soudage en fonction de la pression des rouleaux [101] .....	41
Figure 1.19: Inter diffusion des atomes d'Al et de Zn à l'interface entre feuillards .....	42
Figure 1. 20: Influence du taux de réduction sur la résistance d'adhérence de l'aluminium laminé à 300°C à une vitesse de 5 m/min [98].....	43
Figure 1. 21: Influence de la rugosité des tôles d'Al sur la résistance d'adhérence après une réduction de 50 % en colaminage [106] .....	43
Figure 1.22: Influence de la préparation de surface sur l'adhésion [108].....	44
Figure 1. 23: Evolution de la résistance d'adhésion en fonction du temps d'attente entre le brossage et le laminage [106] .....	44
Figure 1.24: Variation de la déformation équivalente en fonction de la profondeur par rapport à la surface des échantillons en Al-4Mg : .....	45
Figure 1. 25: Force d'adhésion en fonction du taux de réduction et du couple de métaux à température ambiante [107].....	46
Figure 1.26: Défaut de fabrication par ARB : a) Blister, b) Non-liaison après essai de pliage, c) Splitte de la tôle en deux, d) Fissures des bords [93, 111].....	46
Figure 1.27: Distribution de taille de grains et de la déformation en cisaillement dans une tôle en aluminium 1100 après 4 cycles d'ARB [113] .....	48
Figure 1. 28: Microstructure dans le plan de cisaillement de l'alliage Al-3%wt Mg déformé par HPT à une vitesse de 0.2 s <sup>-1</sup> [114].....	49

Figure 1. 29: Micrographie MEB en mode rétrodiffusés de l'alliage Al-0.13% wt Mg déformé par ECAP à : a) 25°C, b) -60°C, c) -130°C et d) -196°C [116] .....	50
Figure 1. 30: Micrographies BSE de l'alliage Al-3 wt% Mg déformé à 200°C à deux vitesses de rotation [114] .....	50
Figure 1. 31: Images MET de l'alliage A1100 laminées à 50 % de réduction à différentes vitesses : a) $1,2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ , b) $5,9 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ , c) $3,5 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ , d) $5,9 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ [120].....	51
Figure 1. 32: Image MET à haute résolution des précipités nanométriques [122] .....	52
Figure 1. 33: Reconstruction 3D ( $10 \times 10 \times 55 \text{ nm}^3$ ) d'un volume analysé par APT (Mg en violet, Si en vert et Cu en rouge) [123] .....	53
Figure 1. 34: Évolution de la dureté Vickers de l'alliage A6061 à travers l'épaisseur avant et après 1,3 et 5 passes d'ARB [134] .....	54
Figure 1.35: Courbes contrainte-déformation pour l'aluminium à l'état recuit et déformé par ARB jusqu'à 7 passes [136].....	55
Figure 1.36: Variations de la résistance à la traction, la limite d'élasticité et l'allongement en fonction du nombre de passe pour un alliage d'aluminium [135] .....	55
Figure 1. 37: Diagramme de Coffin – Manson des durées de vie en fatigue de l'aluminium pur et de l'alliage AA5056 [142] .....	56
Figure 1.38: Micrographie au MEB de l'aluminium pur après immersion de 2 semaines dans une solution à 3 % en poids de NaCl : .....	58
Figure 2.1: Four à induction de moyennes fréquences.....	61
Figure 2.2: Dispositif de moulage .....	62
Figure 2.3: Laminoir industriel utilisé pour tous les opérations de laminage .....	63
Figure 2. 4: Plaques obtenue après le laminage des lingots .....	64
Figure 2. 5: Microscopes électroniques à balayages utilisés:.....	66
Figure 2.6: Diffractomètre à poudre PHILIPS X'PERT PRO MPD.....	67
Figure 2.7: Diagramme de Williamson-Hall/ Cas d'un échantillon avec micro contraintes et tailles de cristallites isotropes [149] .....	68
Figure 2. 8: Dispositif de traction.....	69
Figure 2.9: Géométrie des éprouvettes utilisées en traction.....	70
Figure 2. 10: Force d'adhésion en fonction du déplacement de la traverse pour l'alliage A6061+ 0.2%wt V après un cycle de l'ARB à 500°C. ....	70
Figure 2.11: Mesure de la micro-dureté Vickers : .....	71
Figure 2.12: Exemple d'une courbe charge-déplacement (P-h) [154] .....	72
Figure 2. 13: Nano-indenteur Tester (NHT <sup>3</sup> ) .....	73
Figure 2.14 : Représentation schématique de la hauteur de contact selon Oliver et Pharr pour un indenteur parfaitement pointu [155-157]. ....	73
Figure 3. 1:Microstructures des différents alliages à l'état brute de coulée : a) A6061, b) A6061 +0,1 wt% V et c) A6061 +0,2 wt% V .....	77
Figure 3.2: Micrographie MEB de l'alliage A6061+0.2 wt% V à l'état homogénéisé et les spectres EDS pour les particules a)Mg <sub>2</sub> Si, b) Al(FeMn)Si et c) Al <sub>10</sub> V .....	79
Figure 3.3: Micrographie MEB de la zone (d) agrandi .....	80
Figure 3. 4: Spectres DRX de A6061, A6061 +0,1 wt% V et A6061 +0,2 wt% V .....	81
Figure 3.5: Micro-dureté en fonction du temps de l'alliage A6061 avec et sans vanadium après :a) un revenu de 200°C, b) un revenu de 180°C et c) un revenu de 160°C. ....	82

Figure 3.6: Évolution de la micro-dureté de l'alliage A6061+0.2wt% V pour des différentes températures de revenu.....	83
Figure 3. 7: Application du modèle de JMA pour les différentes températures de revenu pour l'alliage A6061+0.2wt%V .....	84
Figure 3.8: Évolution des fractions transformées pour l'alliage A6061+0.2wt%V en fonction du temps pour les différentes températures de revenu .....	85
Figure 3.9: Courbe de traction pour les trois alliages après un traitement de revenu à 200°C pendant 2 heures.....	86
Figure 4.1: Variation de la force d'adhésion en fonction de la température .....	88
Figure 4.2: Variation de la force d'adhésion en fonction du temps de maintien .....	89
Figure 4.3:Variation de la force d'adhésion en fonction de l'épaisseur de la tôle.....	90
Figure 4.4 : Micrographies optiques des surfaces de rupture après l'essai de pelage pour : a) Epaisseur de tôle =1 mm, b) Epaisseur de tôle =3 mm .....	91
Figure 4.5: Micrographie MEB en mode BSE de la surface de rupture d'une tôle d'épaisseur de 1mm après l'essai de pelage .....	91
Figure 4.6: Variation de la force d'adhésion en fonction de la rugosité des surfaces.....	92
Figure 4. 7:Micrographies optiques des surfaces de rupture après l'essai de pelage pour: a) Rugosité de surface Ra= 1816nm, b) Rugosité de surface Ra= 2534nm .....	93
Figure 4.8: Variation de la force d'adhésion en fonction de la vitesse des rouleaux.....	93
Figure 4.9: Microstructures optiques de l'alliage A6061 après : a) un cycle d'ARB; et b) cinq cycles d'ARB .....	94
Figure 4.10:Microstructures optiques de l'alliage A6061 + 0,2wt % V après : a) trois ; b) quatre ; et c) cinq cycles d'ARB .....	95
Figure 4.11: Micrographie MEB en mode BSD de l'alliage A6061 après trois cycles d'ARB .....	96
Figure 4.12: Micrographie MEB en mode BSE BSD de l'alliage A6061 + 0,2 wt.% V après trois cycles d'ARB .....	97
Figure 4.13: Variation de la taille des cristallites en fonction du nombre de cycle d'ARB pour les alliages A6061, A6061+ 0,1 wt% V et A6061+ 0,2 wt% V .....	98
Figure 4. 14: Variation de la densité des dislocations en fonction du nombre de cycle d'ARB pour les alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V .....	99
Figure 4. 15: Micro-dureté des alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V en fonction du nombre de cycle d'ARB. ....	100
Figure 4.16: Profil de charge-déplacement de nano-indentation des trois alliages A6061, A6061 + 0,1wt% V et A6061 + 0,2wt% V .....	101
Figure 4.17: Variation du module d'élasticité en fonction de taux de vanadium ajouté .....	102
Figure 4. 18: Profil de Nano-dureté à travers l'épaisseur des alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V après (a) trois, (b) quatre et (c) cinq cycles d'ARB.....	103
Figure 4.19: Propriétés mécaniques des trois alliages en fonction du nombre de cycles d'ARB : a) A6061, b) A6061 + 0,1wt % V; et c) A6061 + 0,2wt % V .....	104
Figure 4.20: Courbes de contrainte-déformation des trois alliages après (a) 3, (b) 4 et (c) 5 cycles d'ARB.....	106
Figure 4. 21: Décollement entre deux interfaces de l'alliage A6061 + 0,2 wt% V après cinq cycles d'ARB.....	107

Figure 4.22: Facies de rupture des essais de traction pour l'alliage A6061 + 0,2 wt% V après :  
a) 3 cycles, b) 4 cycles et c) 5 cycles d'ARB..... 108



## Liste des abréviations

Al : Aluminium

APT : Tomographie par sondeatomique

ARB : Accumulative Roll Bonding

BSD : Backscattered Electron Detector

BSE : Scanning Electron Microscopy

CCB : Continuous Cyclic Bending

CCDC : Cyclic Channel Die Compression

CEC : Cyclic Extrusion Compression

CFC : Cubique à faces centrées

CGP : Constrained Groove Pressing

DRX : Diffraction des Rayons X

ECAP: Equal Channel Angular Pressing

EDS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

GP : Guinier Preston

HPT : High Pressure Torsion

ICDD : International Centre for Data Diffraction

IMF : Intermétallique au fer

JMA : Modèle de Johnson-Mehl-Avrami

MAF : Multi-AxialForging

MEB : Microscopie électronique à balayage

MET : Microscope Electronique à Transmission

MO : Microscopie optique

PFD-4 : Powder Diffraction File

SDE : Solute drag effects

SFE: Energie de défaut d'empilement

SPD : Sever Plastic Deformation

TD : Direction transversale

TE : Twist Extrusion

UFG : Ultrafine-grained

V : Vanadium

## Liste des symboles

$R_e$  : Limite élastique

$R_m$  : Résistance mécanique

$A$  : Allongement à la rupture

$\tau$  : Contrainte de cisaillement

$HB$  : Dureté Brinell

$H_v$  : Dureté Vickers

$\sigma_h$  : Pression hydrostatique

$\bar{\varepsilon}_{VM}$  : Déformation équivalente

$e_0$  : Épaisseur initiale de la tôle

$e$  : Épaisseur de la tôle initiale après  $N$  cycles.

$r$  : Réduction obtenue après  $N$  passes

$P$  : Pression du laminage

$F$  : Force de laminage

$L$  : Largeur de l'échantillon

$R_a$  : Rugosité arithmétique

$\sigma_0$  : Contrainte de friction

$D$  : Taille moyenne des grains

$k$  : Facteur dépend du matériau

$N$  : Nombre de couche

$r_t$  : Réduction d'épaisseur totale

$\varepsilon$  : Contrainte Von Mises

$\dot{\varepsilon}$  : Vitesse de déformation

$v_r$  : Vitesse de surface des rouleaux

$\nu$  : Coefficient de poisson

$E$  : Module de Young

$R$  : Rayon du rouleau

$P_r$  : Puissance du laminoir

$\rho$  : Densité de dislocations

$E_r$  : Module élastique réduit

# Introduction Générale

---

## Introduction générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important surtout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, il est nécessaire de développer des alliages combinant une haute résistance mécanique et une faible densité.

Parmi les alliages métalliques, les alliages d'aluminium et notamment les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) jouent un rôle important dans l'industrie du transport particulièrement en raison de leur légèreté, leur excellente résistance à la corrosion, leur bonne formabilité et usinabilité et leur prix attractif par rapport aux autres alliages. Les propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si, notamment la dureté et la résistance mécanique sont relativement faibles. C'est pour cela que depuis de nombreuses années, les industriels développent et produisent les alliages d'aluminium à haute résistance mécanique grâce à l'optimisation de la composition chimique et grâce aux traitements thermiques et thermomécaniques appropriés. Cependant cette approche atteint aujourd'hui ses limites et d'autres moyens doivent être trouvés afin de continuer à améliorer ces alliages.

Dans ce contexte, Notre étude propose une combinaison entre le contrôle de la composition chimique et le raffinement du grain pour l'obtention d'un alliage d'aluminium à haute résistance. Le but donc de ce travail est de développer un alliage d'aluminium de haute résistance mécanique par l'association de deux mécanismes :

- Le renforcement par l'ajout d'un élément d'addition, afin d'augmenter les obstacles aux mouvements des dislocations et ainsi augmenter la limite élastique.
- La diminution de la taille des grains, la grande proportion de joints de grains constituant des obstacles supplémentaires aux mouvements des dislocations et conduisant ainsi à une augmentation supplémentaire de la limite élastique.

L'étude exposée à travers ce document porte sur l'alliage d'aluminium A6061. Cet alliage appartient à la famille des alliages 6000 dont les principaux éléments d'additions sont le magnésium et le silicium. En premier lieu, nous sommes intéressés à l'élaboration de deux alliages à base de l'alliage A6061 contenant de faibles taux de vanadium entre 0.1 et 0.2% en poids. Le vanadium a été choisi à cause de sa très faible solubilité dans l'aluminium qui permet la formation de petites particules intermétalliques. Ces particules peuvent épingle les joints de grains et donc limiter leurs croissances. La seconde étape consiste à affiner la taille des grains des alliages élaborés. Pour cela nous avons utilisé la déformation plastique sévère ARB (Laminage Cumulé Contrôlé). Après élaboration, une évaluation de l'effet de l'ajout du

## Introduction Générale

---

vanadium, additionnée à l'effet la déformation par le laminage cumulé contrôlé à froid sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage AA 6061 a été présentée au cours de ce travail. A cet effet, ce travail de thèse est subdivisé en deux parties essentielles :

- La première partie est une synthèse bibliographique utile à la compréhension de l'état de l'art de deux axes de recherche sur les alliages d'aluminium et la déformation plastique sévère. A ce titre, Le premier chapitre porte sur les différents types d'alliages d'aluminium, en particulier les alliages à durcissement structural Al Mg-Si. Le second chapitre décrit les notions classiques de mise en forme des procédés d'élaboration par déformation plastique intense (SPD) nécessaires à l'amélioration des propriétés mécaniques par affinement des grains ainsi que l'impact de ces techniques sur la microstructure et sur les propriétés mécanique des alliages Al-Mg-Si.

- La deuxième partie, concerne l'étude expérimentale qui englobe les deux derniers chapitres : Le troisième chapitre porte sur les matériaux utilisés durant cette étude, les procédés d'élaboration par fusion et par déformation ainsi que les techniques de caractérisation utilisées telles que, la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la rugosité, la nano-dureté, la micro-dureté Vickers (Hv), les essais de pelage, les essais traction et la diffraction des rayons X (DRX). Le quatrième chapitre permettra enfin de présenter et discuter les résultats obtenus. Il s'agit principalement des interprétations autour de l'influence du vanadium sur l'alliage brut de coulée et de celles des différents paramètres de laminage cumulé contrôlé tels que la température, le temps de maintien, l'épaisseur des tôles, la rugosité des surfaces et la vitesse des rouleaux sur l'adhésion des pièces. En fin il est question de traiter l'effet combiné de la déformation plastique sévère et l'ajout du vanadium sur le comportement mécanique des pièces élaborées. L'étude se termine par une conclusion générale englobant les principaux résultats obtenus ainsi que les recommandations et les perspectives envisagées.

**Chapitre 1 :**  
**Revue bibliographique**

## 1.1 Introduction

L'aluminium et ses alliages sont largement utilisés en raison de leurs propriétés physicochimiques à savoir ; une faible densité, une bonne résistance à la corrosion, et de une conductivité électrique élevée. Cependant, les caractéristiques mécaniques de l'aluminium pur sont relativement faibles.

Un renforcement par addition des éléments métalliques en solution solide ou par précipitation de phases secondaires dans le matériau est nécessaire pour améliorer la résistance mécanique de l'aluminium. Le choix de ces éléments métalliques est déterminant pour l'obtention des propriétés recherchées. Il est couramment admis que les alliages comportent une addition principale déterminante pour les propriétés de résistance à la corrosion et/ou mécaniques et des additions secondaires, en quantité plus faible, qui ont une action plus ciblée et particulière [1,2].

Les alliages d'aluminium peuvent être regroupés en deux catégories :

- Alliages de fonderie
- Alliages de corroyage

## 1.2 Différents types d'alliages d'aluminium

### 1.2.1 Alliages de fonderie

Les alliages d'aluminium de fonderie sont des alliages destinés à être transformés par des mises en forme à l'état liquide par moulage. Il existe plusieurs types de moulage tels que le moulage en sable, le moulage en coquille et la coulée sous pression. Le choix du procédé de mis en forme par moulage est fonction de la taille, la forme des pièces, de l'importance des séries et surtout des propriétés d'usage exigées de la pièce [3].

Les alliages d'aluminium de fonderie sont élaborés :

- Soit à partir d'aluminium provenant directement des cuves d'électrolyse, auquel on ajoute les éléments constitutifs de l'alliage : ce sont les alliages de première fusion ;
- Soit à partir de déchets récupérés, assortis et purifiés : ce sont les alliages d'affinage, qui assurent actuellement environ les 2/3 de la production totale des pièces de fonderie [4].

Le tableau 1.1 donne certains types de ces alliages et leurs applications.

**Tableau 1.1:** Alliages d'aluminium de fonderie [5]

Désignation numérique	Élément d'addition principal	Certaines propriétés	Exemples d'application Conventiennelle
série 10000	> 99%		Moteurs électriques
série 20000	Cu	Résistance mécanique élevée	Pistons, Moteurs d'avion, Pompes, Boîtiers
série 30000	Si, Cu, Mg	Bonne coulabilité Bonne soudabilité	Automobiles
série 40000	Si	Bonne coulabilité Bonne soudabilité	Boîtiers d'instrument, Ustensiles cuisinier,
série 50000	Mg	Ductilité élevée Bonne usinabilité	Attaches mécaniques
série 70000	Zn	Bonne résistance mécanique Bonne ductilité	Automobiles, Pompes
série 80000	Sn (Etain)	Bonne usinabilité Bonne résistance à la corrosion	Douille à expansion

### 1.2.2 Alliages de corroyage

Les alliages d'aluminium de corroyage sont des alliages destinés à être transformés par des techniques, entre autres, de forgeage : déformation à l'état solide (laminage, filage, matriçage, etc.). Ces alliages peuvent être classés en deux familles en fonction du type de transformation ou de traitement qui permettront d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion :

- Les alliages à durcissement structural : La série 2XXX (Al-Cu), la série 6XXX (Al-Mg-Si) et la série 7XXX (Al-Zn). Une description détaillée du durcissement structural est donnée au paragraphe 1.3
- Les alliages à durcissement par écrouissage : La série 1XXX (Al non alliés), la série 3XXX (Al-Mn), la série 4XXX (Al-Si) et la série 5XXX (Al-Mg)[6] ;

## Revue Bibliographique

Pour compléter la désignation des alliages d'aluminium, une lettre représentant l'état fondamental de l'alliage est ajoutée à la suite de sa désignation :

- F / Etat brut de livraison : Application au processus de fabrication des demi-produits pour lequel il n'existe pas de contrôles particuliers des conditions thermiques ou de déformations employées ;
- O / Etat recuit : Application pour les demi-produits afin d'obtenir l'état de résistance le plus faible ;
- H / Etat écroui : Application pour les demi-produits dont la résistance est augmentée par déformation à froid, et qui peut être suivi d'un traitement thermique intermédiaire ;
- W / Etat trempé non stabilisé: Application uniquement aux alliages qui vieillissent spontanément à température ambiante après un traitement de mise en solution et trempe ;
- T / Etat durci par traitement thermique :Application pour les demi-produits dont la résistance mécanique est augmentée au moyen d'un traitement thermique parfois avec un écrouissage supplémentaire, afin d'obtenir des états stables.

Ces états fondamentaux peuvent être subdivisés. Le tableau 1.2 regroupe les symboles des différents traitements correspondant l'état T [7].

**Tableau 1.2:** Symboles des différents traitements thermiques [3,8]

Traitement générique (Processus de base)				Symbole
Traitement thermique avec mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	Mûri		T4
		Revenu		T6
		Sur- revenu		T7
	Avec écrouissage complémentaire	Ecroui	Mûri	T3
			Revenu	T8
		Revenu et écroui		T9
Traitement thermique sans mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	Mûri		T1
		Revenu		T5
	Avec écrouissage complémentaire	Ecroui	Mûri	T2
			Revenu	T10



Traitement généreux (Processus de base)			Symbole		
Traitement thermique avec mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	Mûri	T4		
		Revenu	T6		
		Sur-revenu	T7		
	Avec écrouissage complémentaire	Ecroui	Mûri	T3	
			Revenu	T8	
Revenu et écroui		T9			
Traitement thermique sans mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	Mûri	T1		
		Revenu	T5		
	Avec écrouissage complémentaire	Ecroui	Mûri	T2	
			Revenu	T10	

### 1.2.3 Alliage A 6061

Les alliages d'aluminium de la série 6xxx sont très nombreux. Ils se différencient principalement par la teneur en éléments d'additions et plus particulièrement en Mg et Si. L'alliage, dont il est question dans ce travail de thèse, est l'A6061 [9]. La figure 1.1 expose la position de l'alliage 6061 au sein du diagramme de phases du système pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [120]. Cette nuance d'aluminium contient relativement une grande quantité de magnésium et de silicium. Le phénomène de précipitation apparaît donc lorsqu'il est soumis à différents traitements thermiques. Le tableau 1.3 montre tous les éléments d'alliage du 6061 et leur proportion en masse [10,11]

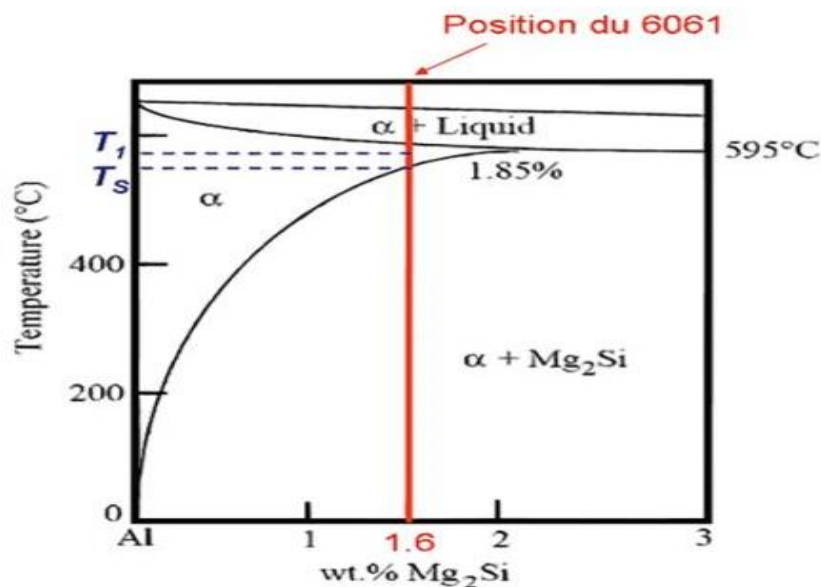


Figure 1.1: Diagramme de phases du système pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [3]

## Revue Bibliographique

**Tableau 1.3:** Composition chimique nominale de l'alliage d'aluminium 6061 (wt. %)[10,11]

Elément	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Autres Chacun	Autres Total	Al
Min	0.8	0.4	-	0.15	-	0.04	-	-	-	-	Bal
Max	1.2	0.8	0.7	0.40	0.15	0.35	0.25	0.15	0.05	0.15	

L'aluminium A6061 est principalement utilisé à l'état T6 grâce aux bonnes propriétés mécaniques procurées par le durcissement structural (plus de détails sont données en section 1.3). Il est souvent utilisé dans la construction automobile, la construction navale, les applications aérospatiale et comme matériau de gainage dans les réacteurs de recherche et les cibles d'irradiation grâce à ses caractéristiques mécaniques, sa très bonne résistance à la corrosion et sa transparence aux neutrons, sa bonne conductivité thermique et pour sa grande stabilité des propriétés physicochimiques sous irradiation [12,13].

Les propriétés mécaniques classiques de l'alliage 6061, (la limite d'élasticité, résistance à la traction, l'allongement, résistance au cisaillement et la dureté) classiquement admises sont données dans le tableau 1.4 [14].

**Tableau 1.4: Propriétés mécaniques classiquement admise pour l'alliage 6061 à l'état O et l'état T6 [14]**

	R <sub>e</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)	τ (MPa)	HB
6061-O	55	124	25	83	30
6061-T6	276	310	12	207	94

### 1.3 Durcissement structurale

#### 1.3.1 Traitement thermique

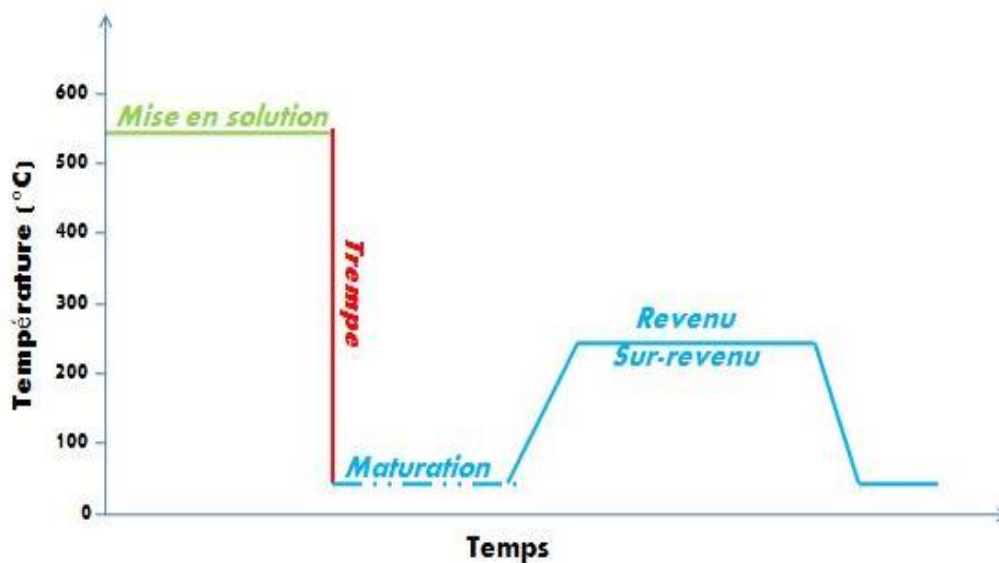
Il a été précédemment mentionné que l'alliage 6061, comme tous les alliages de la série 6XXX, est un alliage à durcissement structural. Cela signifie que ses propriétés mécaniques sont contrôlées par l'état de précipitation dans la matrice. [7].

La gamme de traitements thermiques (Figure 1.2) qui permet la formation d'une précipitation fine, dense et uniformément distribuée prévoit :

- **Mise en solution** : La mise en solution solide permet de dissoudre les précipités formés lors du refroidissement non contrôlé après solidification et atteindre une composition homogène. Ce traitement est réalisée à température inférieure à celle

de fusion de l'eutectique afin d'éviter de "**brûler**" l'alliage. La durée de maintien de la température est de l'ordre de 50 min [7, 15-19].

- **Trempe:** La trempe a pour but de maintenir les éléments durcissables en solution solide sursaturée métastable. La vitesse de refroidissement nécessaire dépend très fortement de la composition chimique de l'alliage traité [15,19].
- **Revenu :** Cette étape consiste en un maintien à une température fixe, inférieure à la température de mise en solution, pendant une durée qui peut aller de quelques minutes à plusieurs jours selon la composition de l'alliage et les propriétés mécanique voulus. Ce maintien permet de relaxer les contraintes internes résiduelles issues de la trempe et faire germer et croître les précipités durcissant dans la solution solide de l'aluminium. Le revenu principal peut éventuellement être précédé d'une période de maturation à température ambiante. Durant cette période l'apparition d'amas d'atomes correspondant à la première étape de précipitation, peut se produire [18,19].



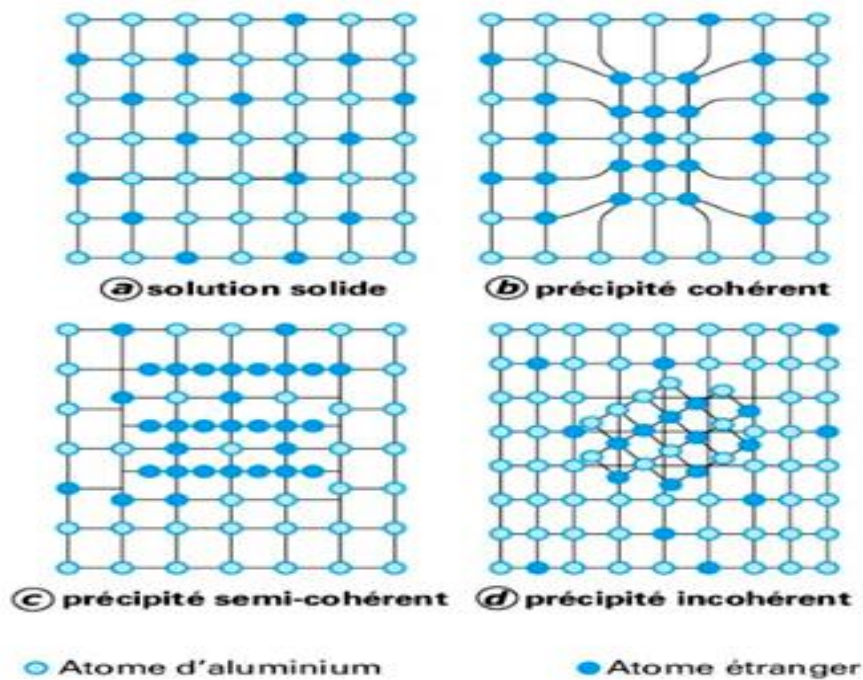
**Figure 1.2:** Traitements thermiques subis par les alliages d'aluminium à durcissement structural après coulée [7, 15-19]

### 1.3.2 Séquence de précipitation

La cinétique de précipitation dans les alliages de la série 6000 est très complexe et a fait l'objet de plusieurs études [20,21]. Elle dépend notamment du rapport des concentrations Mg/Si ainsi que de la présence ou non de cuivre. Pour un alliage présentant pas ou très peu de Cu, la séquence de précipitation s'écrit généralement comme suit[3,22]:

Solution solide sursaturée (SSS)  $\alpha \rightarrow$  Zones GP  $\rightarrow$  Précipités  $\beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$  ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ )

Cette séquence de précipitation est une fonction décroissante de la cohérence des précipités. En effet, les zones GP sont cohérentes alors que les précipités  $\beta''$  (monocliniques  $a=1.52$  nm,  $b=0.405$  nm,  $c=0.67$  nm et  $\beta=105^\circ$ ) et  $\beta'$  (hexagonales  $a=0.705$  nm,  $c=0.405$  nm) sont semi-cohérents et les précipités  $\beta$  sont incohérents avec la matrice [23].



**Figure 1.3:** Schémas de cohérence entre précipités et matrice [21,24]

### 1.3.3 Influence du vanadium

En raison de sa faible diffusivité et de sa solubilité dans les alliages d'aluminium, le V est connu pour améliorer la résistance à haute température des alliages d'aluminium en formant des dispersoïdes contenant du V thermiquement stables. La solidification péritectique du système Al-V a eu tendance à séparer et à enrichir les atomes de vanadium dans les centres de dendrite pendant la solidification et par la suite un plus grand nombre de dispersoïdes dans les centres de cellules de dendrite. Les dispersoïdes binaires contenant du V intitulés  $\text{Al}_{11}\text{V}$  (Cubic,  $Fd\bar{3}m$ ,  $a= 1.4568$  nm) ou  $\text{Al}_{21}\text{V}_2$  (Cubic,  $Fd\bar{3}m$ ,  $a= 1.4492$  nm) peuvent se produire dans certains alliages spécifiques généralement à faible teneur en Si dans des conditions appropriées [25].

## Revue Bibliographique

---

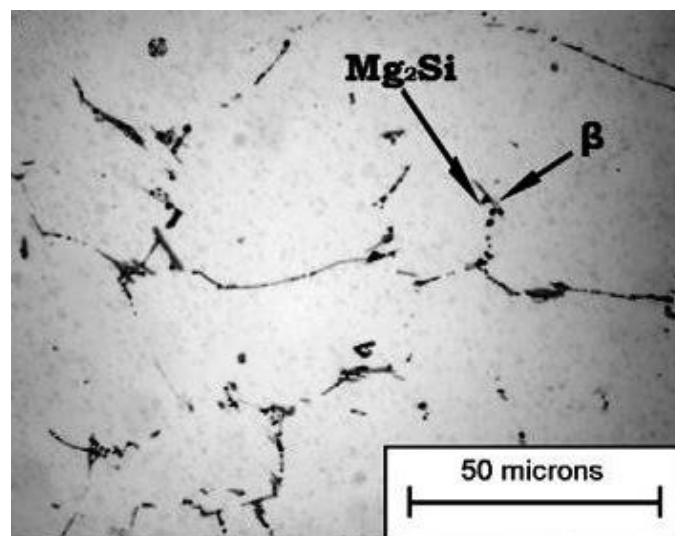
Les informations sur le rôle du vanadium dans le processus de durcissement par précipitation sont encore limitées. On sait seulement que le vanadium agit comme un raffineur de grain, réduit la conductivité et un inhibiteur de recristallisation. Des études sur l'effet du vanadium lorsqu'il est ajouté à raison de 0,1 % à l'alliage 6063 ont prouvé que le vanadium accélère la cinétique de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta''$  et conduit à la formation de dispersoïdes  $AlFeMnVSi$  qui, à son tour, aura un impact sur la résistance à la traction et la limite d'élasticité de la matière après vieillissement [26]. Dans des études sur les alliages  $AlMgSi$  contenant du cuivre, il a été constaté que l'ajout de 0,2 % en poids de vanadium augmentait l'allongement dans les alliages testés. Il a également été constaté que les dispersoïdes de  $Mg_2Si$  dans les alliages contenant du vanadium, étaient plus gros et moins étalés dans la matrice d'aluminium. L'ajout de vanadium a augmenté la part quantitative des petits précipités et a contribué à modifier leur forme [27].

### 1.3.4 Types de précipités en présence dans l'alliage à l'état T6

#### 1.3.4.1 Précipités micrométriques

La microstructure des phases micrométriques est très complexe et liée à la composition chimique de l'alliage. Cependant, on distingue tout de même deux grandes familles de phase:

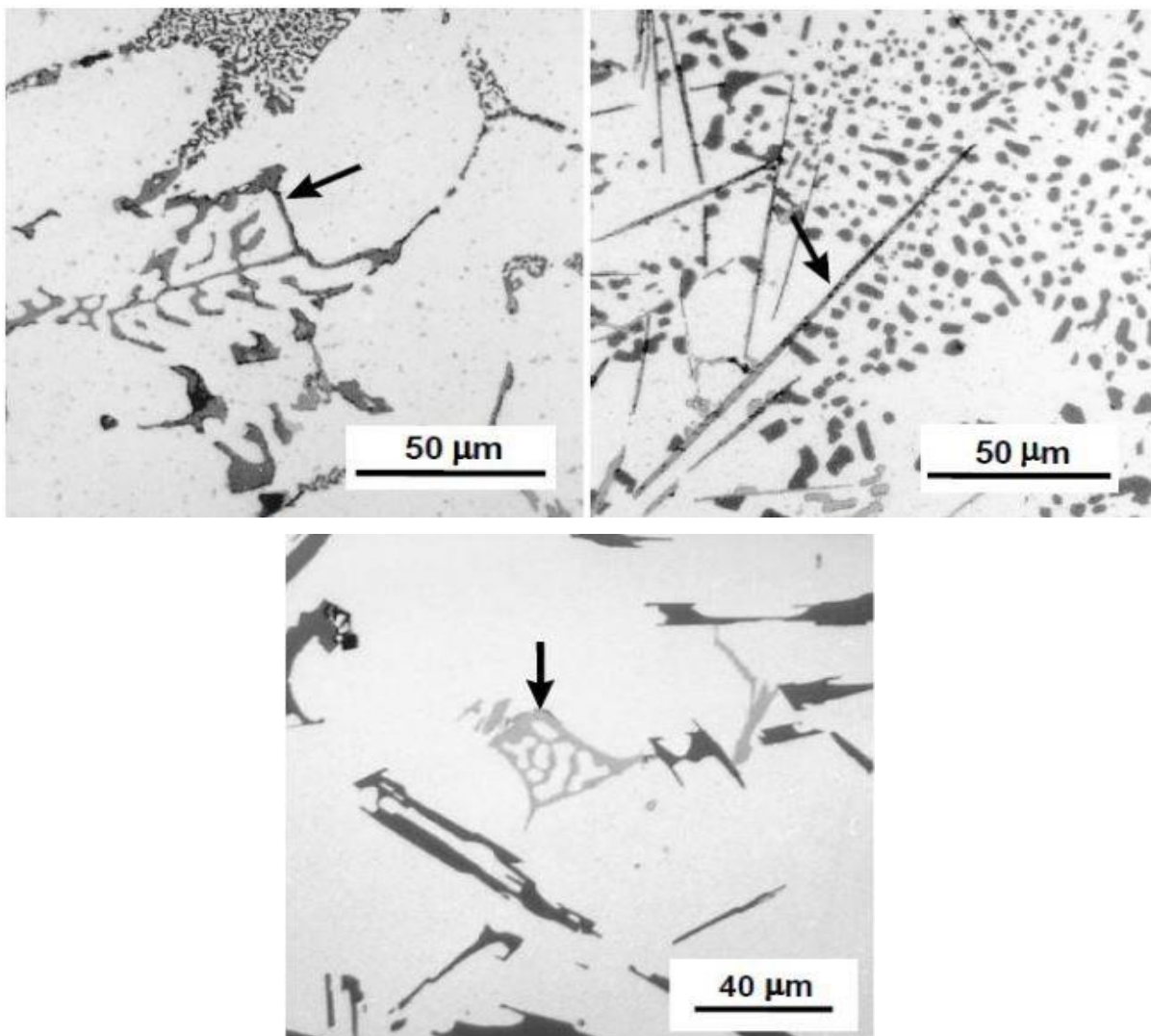
- Les précipités intergranulaires  $Mg_2Si$  (Figure 1.4) : c'est des phases noires de forme globulaire dont la taille allant de 5 à 20  $\mu m$ . La plupart des précipités  $Mg_2Si$  grossiers, formés pendant la coulée, ont été dissous grâce aux étapes d'homogénéisation et de mise en solution. Cependant, un refroidissement lent entraîne leur précipitation aux joints de grains [28,13].



**Figure 1.4:** Micrographie optique du brut de coulé de l'alliage 6061 exposant les précipités grossiers  $Mg_2Si$  [29]

## Revue Bibliographique

- Les intermétalliques au fer: c'est des phases grises de forme fragmentée et allongée. Leur taille varie entre 20 et 50  $\mu\text{m}$  environ. La présence de ces phases grossières s'explique notamment par une très faible solubilité du fer dans l'aluminium (0.8% à 500°C). Ainsi, il est généralement considéré que, lors d'une trempe, la solidification totale des IMF intervient avant la solidification de la matrice même. [30]. Les études montrent la présence de trois types d'IMF :  $\alpha$   $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ ,  $\beta$   $\text{Al}_5\text{FeSi}$  et  $\pi$   $\text{Al}_3\text{FeSi}_2$ (Figure 1.5) dont la microstructure est très complexe et liée à la composition chimique de l'alliage.



**Figure 1.5:**Micrographie optique d'intermétalliques au Fer :

a) phase  $\alpha$ , b) phase  $\beta$  et c) phase  $\pi$  [31]

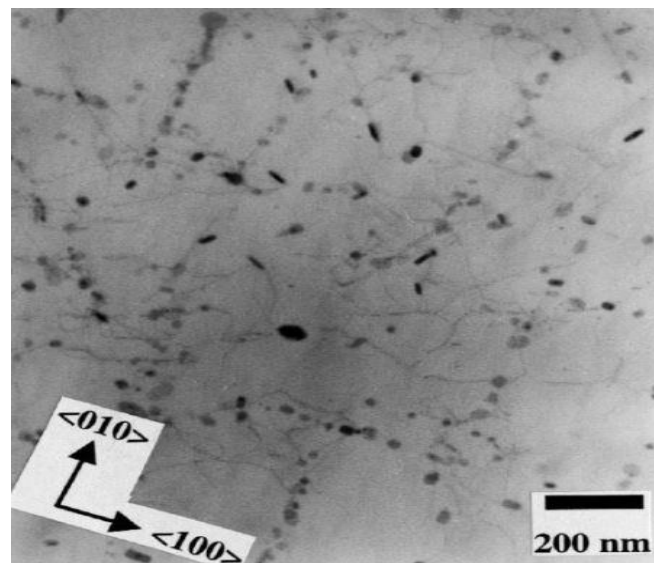
Ces phases sont extrêmement néfastes pour la tenue mécanique du matériau. En effet, elles constituent une zone d'amorçage préférentielle des fissures. La croissance de ces phases

est liée à la vitesse de refroidissement du matériau lors de sa trempe et leur densité sera d'autant plus grande que le refroidissement sera lent [30-33].

### 1.3.4.2 Dispersoïdes Al(Cr,Fe,Mn)Si

Les dispersoïdes de type Al(Cr,Fe,Mn)Si se forment lors de l'étape d'homogénéisation (au-delà de 400°C [34]). Ces intermétalliques incohérents avec la matrice mesurent entre 10 et 500 nm et sont de morphologie sphérique ou rectangulaire [35]. Elles représenteraient des sites de germination des dispersoïdes induisant ainsi une distribution hétérogène de ces derniers comme le montre la Figure 1.6. Cependant, l'augmentation de la température tendrait à l'homogénéiser [36].

En raison de leur densité assez élevée et de leur grande stabilité thermique, ils jouent un rôle important sur les processus de restauration, de recristallisation et de croissance des grains, retardant ces phénomènes en épinglant les interfaces cristallines. Enfin, leur rôle principal est de servir de sites de nucléation pour la précipitation de la phase durcissante [34].



**Figure 1.6:** Micrographie MET représentant des dispersoïdes au sein d'un alliage AlMgSi [34]

### 1.3.4.3 Phases durcissantes de type $Mg_xSi_y$

Les précipités durcissants généralement rencontrés dans les alliages d'aluminium de la série 6000 sont donnés dans le Tableau 1.5 [13,37-38]

## Revue Bibliographique

**Tableau 1.5:** Composition des phases de type  $Mg_xSi_y$  suivant [13]

Phases	Forme	Stœchiométrie	Structure Groupe d'espace	Paramètres de maille (nm)
Cluster Mg, Si	Sphérique	Mg : Si = 0.7 : 1	-	-
	Latte	Mg : Si = 1	CFC	A = 4.05
GP	Aiguille	$Mg_{2+Al_{7-x-y}Si_{2y}}$	Monoclinique C2/m	a=1.48;b=0.405 ; c=0.648; $\beta=105.3^\circ$
$\beta''$	Aiguille	$Mg_5Si_6$	Monoclinique C2/m	a = 1.516;b=0.405 ; c = 0.674; $\beta=105.3^\circ$
$\beta'$	Bâtonnet	$Mg_9Si_5$	Hexagonal P6 <sub>3</sub>	a = b= 0.715; c = 0.405 ; $\gamma=105.3^\circ$
B	Plaque carrée	$Mg_2Si$	Fm $\bar{3}m$	a= 0.639

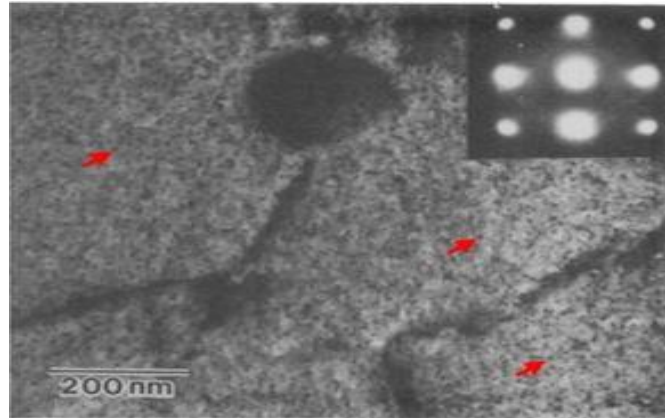
### A- Zone de Guinier-Preston (GP)

Les zones de Guinier-Preston (GP) sont des amas d'atomes de soluté rassemblés en petits domaines cohérents avec la matrice et avec une concentration en atome de soluté bien en deçà de celle de la matrice. Ces zones GP sont présentes en grande densité et induisent des distorsions plus au moins importantes du réseau cristallin de la matrice. Ceci se traduit macroscopiquement par une augmentation de la dureté [39].

Les zones GP sont considérées comme de vrais précipités de taille nanométrique obéissant aux lois de l'équilibre thermodynamique et présentées en tant que phase métastable sur les diagrammes d'équilibre [40]. Ces précipités servent probablement de sites de germination pour les précipités  $\beta''$  qui leur font suite dans la séquence de précipitation. [20,41]

La figure 1.7 montre les premiers précipités GP observés par Dutta et Allen [42] à l'aide d'un MET.





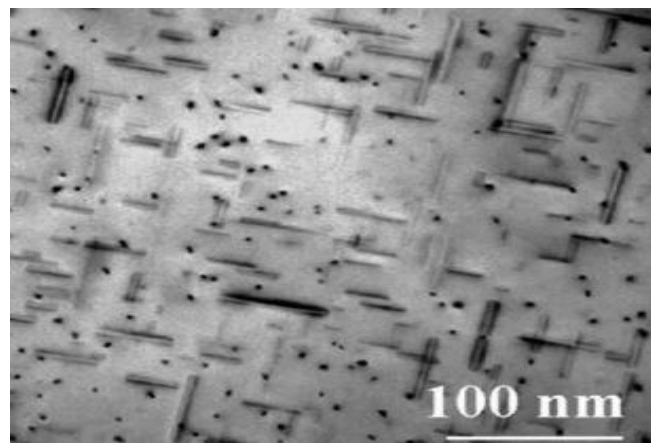
**Figure 1.7:** Image MET et cliché de diffraction associé, d'une zone GP [42]

### B- Précipité $\beta''$

Lors de la poursuite du vieillissement thermique les zones GP se transforment en précipités  $\beta''$ . Ces précipités  $\beta''$  sont des hétéro-amas MgSi enrichis par autant de Mg que de Si. Progressivement, ces amas vont s'arranger suivant la maille monoclinique de la phase  $\beta''$  et leur cohérence avec la matrice diminue. À ce niveau, les précipités contiennent encore beaucoup d'aluminium en substitution, à la fois des atomes Si mais préférentiellement des atomes Mg, d'où d'ailleurs un rapport Mg / Si inférieur à 1. Les précipités  $(Al+Mg)_5Si_6$  vont continuer à s'appauvrir en aluminium et leur stœchiométrie va se rapprocher du rapport 5/6 [43-45].

Cette phase se précipite sous forme d'aiguilles de 10 à 50 nm de longueur et de 1 à 5 nm de diamètre. La cohérence de cette phase de précipitation avec la matrice provoque un champ de contrainte important qui rend difficile le mouvement des dislocations [46,47] d'où sa forte contribution au durcissement structural.

La Figure 1.8 présente une micrographie MET montrant les précipités  $\beta''$  [48].

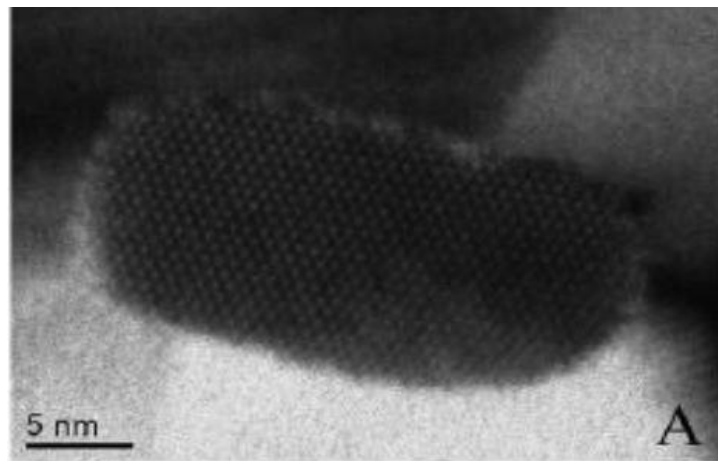


**Figure 1.8:**Caractéristiques de la phase  $\beta''$  suivant les directions  $\langle 100 \rangle_{Al}$  [48]

### C- Précipité $\beta'$

Tsao et al [49] montrent que les phases  $\beta'$  précipitent au tout début de la dissolution des phases  $\beta''$  lors d'une montée en température de l'ambiante à 260°C. Ces deux phases cohabitent donc jusqu'à la dissolution totale de la phase  $\beta''$ . Les précipités  $\beta'$  forment des bâtonnets de quelques centaines de nanomètres de long et de quelques dizaines de nanomètres de diamètre [50,51].

Leurs structures et stœchiométrie,  $Mg_9Si_5$ , ont été déterminées par Vissers et al [52]. Ces précipités participent au durcissement structural de l'alliage mais en second ordre en raison d'une semi cohérence avec la matrice [53]. La Figure 1.9 présente une image MET haute résolution d'un précipité  $\beta'$ .

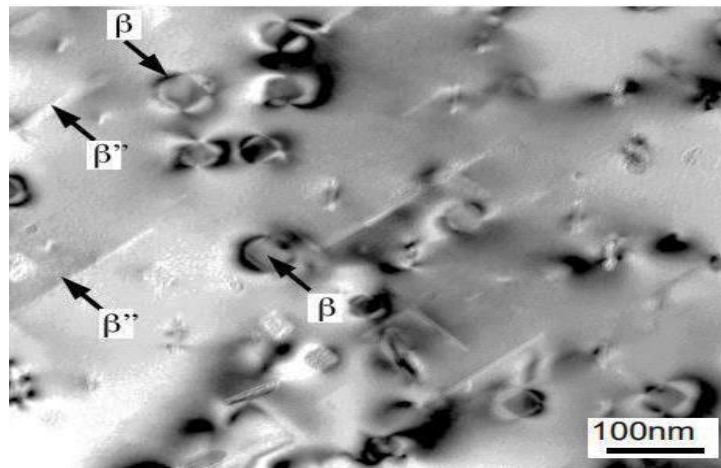


**Figure 1.9:** Image MET haute résolution d'un précipité  $\beta'$  [52]

### D- Précipité $\beta$ - $Mg_2Si$

Au cours du sur-revenu, les précipités  $\beta'$  évoluent pour former la phase  $\beta$ . Cette phase est thermodynamiquement stable et possède une stœchiométrie  $Mg_2Si$ . Elles précipitent sous forme de plaquette carrée de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et de quelques centaines de nanomètres de longueur de côté. [53,54]. La figure 1.10 présente une image MET de la phase  $\beta$  observés en coupe [55].

Ces précipités sont incohérents avec la matrice constituant donc des obstacles aux dislocations moins efficaces. Ceci ne contribue guère au durcissement structural de l'alliage. La conversion des précipités  $\beta'$  en précipités  $\beta$  est responsable de l'adoucissement de l'alliage au-delà du pic de dureté [55]



**Figure 1.010:** Image MET des précipités  $\beta$  [56]

### 1.4 Mécanisme du durcissement structural

Le principe de base de ce durcissement structural est l'augmentation de la limite d'élasticité contrôlée par l'interaction des dislocations avec des précipités. Cette influence des précipités sur le mouvement des dislocations va dépendre de leur taille, de leur fraction volumique mais également de leur structure cristallographique et degré de cohérence avec la matrice [57-61].

Les mécanismes durcissement structural se classent en fonction du mode d'interaction :

#### 1.4.1 Effets à distance

Il s'agit de la prise en compte des micro-contraintes internes causées par les variations de volume liées à la précipitation ainsi que les différences entre les constantes d'élasticité des précipités et de la matrice. Le durcissement par différence de module de cisaillement et le durcissement par contraintes de cohérence sont à distinguer [21, 62-64].

#### 1.4.2 Cisaillement des précipités par les dislocations

Le cisaillement des précipités par les dislocations fait intervenir des effets à courte distance et par conséquent les caractéristiques chimiques et cristallographiques du précipité et de l'interface précipité/matrice.

Lors du cisaillement, plusieurs mécanismes peuvent induire le durcissement :

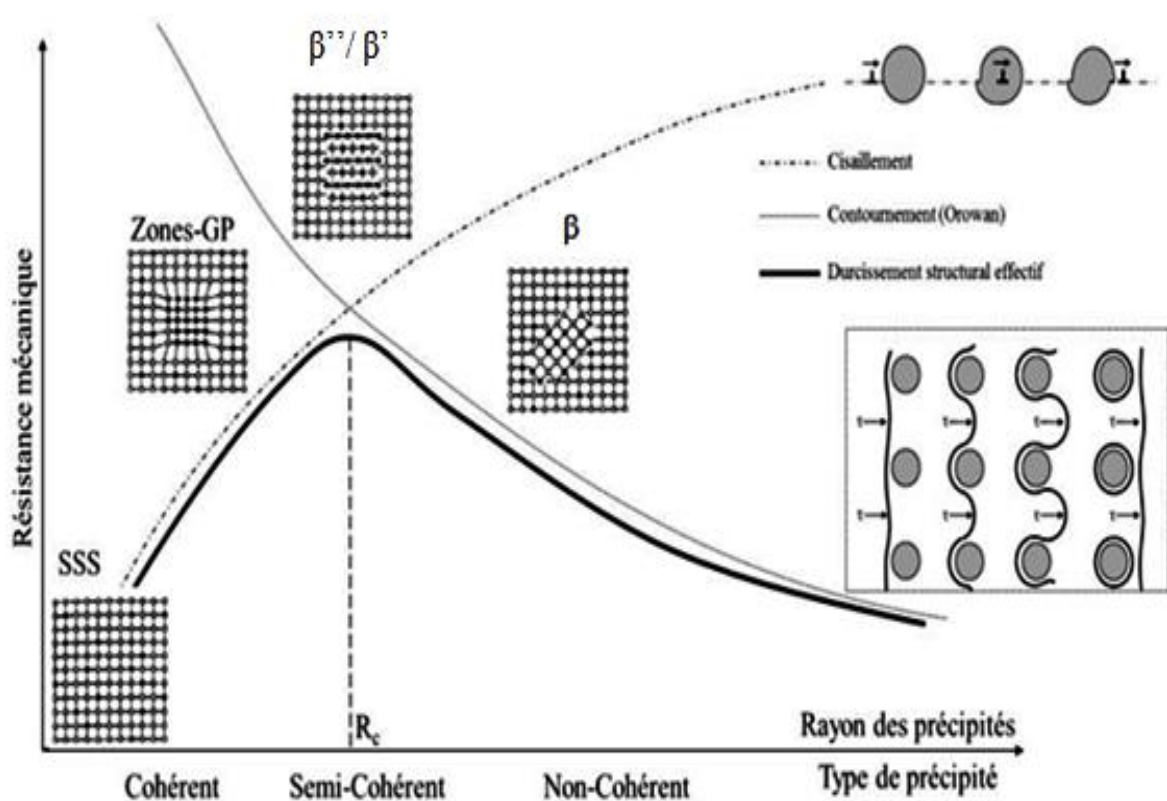
- Durcissement par incrément de surface (durcissement chimique) [57, 65-66].
- Durcissement par la modification de l'énergie des dislocations (différence de largeur de dissociation des dislocations provoquée par la différence des énergies de faute d'empilement des précipités et de la matrice) [67-68].

- Durcissement par la création de fautes de structure dans les précipités (parois d'antiphase, défauts d'empilement, défauts d'ordre complexe) [3, 21, 70-71].

### 1.4.3 Contournement des précipités par les dislocations

Ce phénomène a souvent lieu lors d'un sur-revenu de l'alliage qui se traduit par un adoucissement du matériau. Le contournement des précipités peut être fait par glissement primaire simple (contournement d'Orowan) [72-73] ou par glissement dévié [74]. Le contournement primaire par glissement pur est rarement observé dans l'aluminium où la forte énergie de faute d'empilement rend facile le glissement dévié des dislocations par changement de leur plan de glissement [21].

Afin d'obtenir un durcissement structural maximal, il faut donc atteindre un rayon de précipité suffisamment grand pour que la force que peut subir le précipité avant d'être franchi soit maximum mais suffisamment petit pour ne pas passer en régime de contournement [75] comme schématisé dans la Figure 1.11.



**Figure 1.11:** Évolution du durcissement structural en fonction de la taille et du type de précipité pour les alliages 6xxx. Inspiré par [75-77]

### 1.5 Déformation plastique sévère (SPD)

Les opérations de mis en forme traditionnelles s'accompagnent de changement de la structure et améliore ainsi les propriétés des différents matériaux solides cristallins. Cependant les réductions multiples de la section efficace de la pièce limitent les déformations équivalentes vraies [60]. Des méthodes de déformation plastique intenses SPD ont dû être développées pour répondre aux besoins industriels et à l'exigence drastique sur les nouveaux matériaux à grain ultra-fins [79].

Les deux principales caractéristiques des procédés de SPD sont :

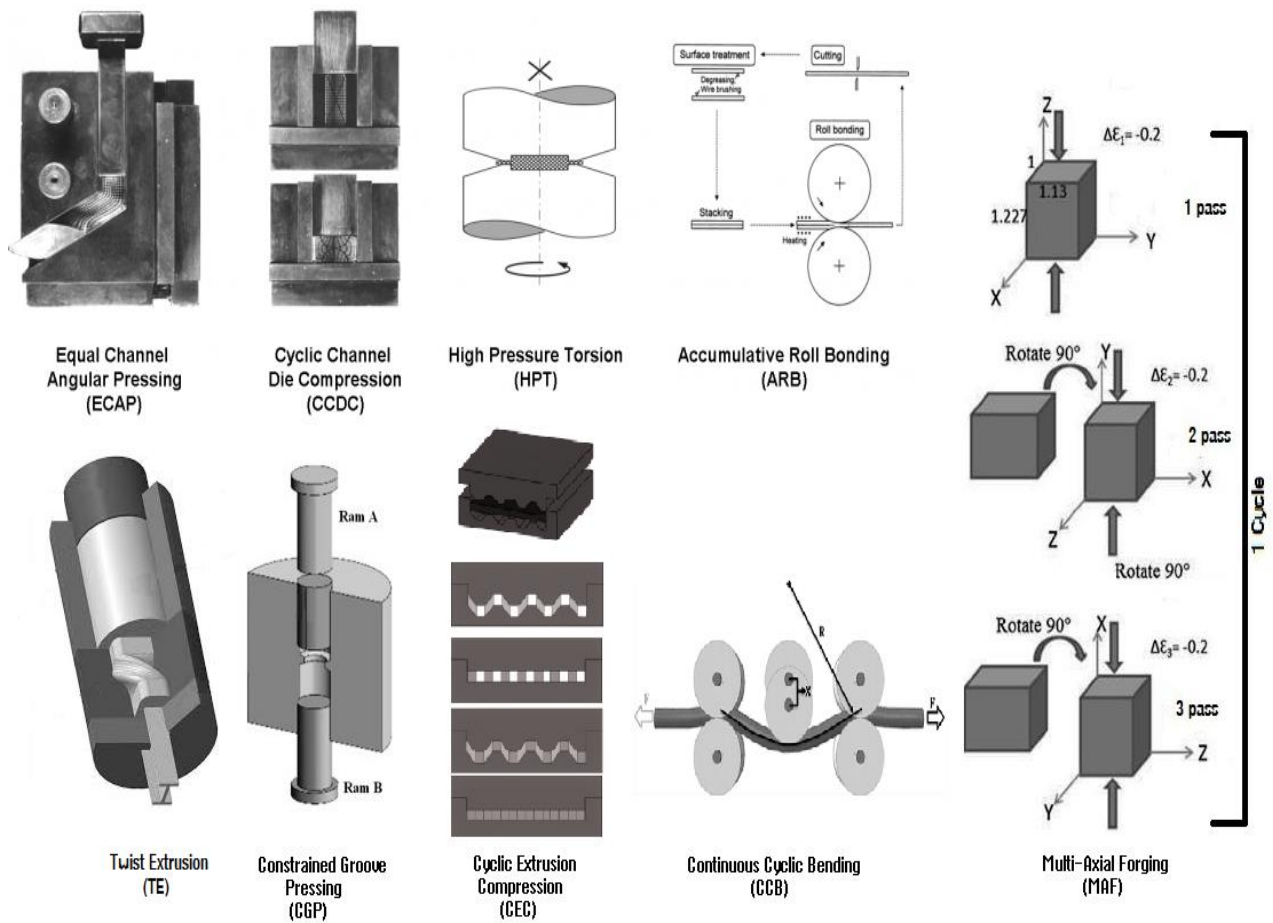
- de grandes déformations appliquées à l'échantillon ne changeant pas sa forme initiale.
- une pression hydrostatique imposée (définie par  $\sigma_h = \sigma_{ii}/3$  où  $\sigma_{ii}$  est la partie symétrique du tenseur des contraintes). Cette dernière joue deux rôles : (1) assure un contact/frottement suffisant entre les outils et l'échantillon pour appliquer la déformation (dans des procédés SPD pilotés par frottement) et (2) permet de confiner l'échantillon pour éviter une localisation de la déformation qui entraînerait la rupture du matériau [80].

De nombreuses descriptions détaillées des techniques de déformations plastiques sévères ont déjà vu le jour. Ces techniques sont le plus souvent dérivées des techniques traditionnelles de déformation et peuvent être classées en quatre groupes principaux (Figure 1.12):

- Procédé basé sur le laminage : ARB (Accumulative Roll Bonding) [81,82], CCB (ContinuousCyclicBending) [83], et le CGP (Constrained Groove Pressing) [84].
- Procédé basé sur le processus d'extrusion ou pression : ECAP (Equal Channel Angular Pressing)[85], CEC (Cyclic Extrusion Compression) [86], et le TE (Twist Extrusion) [87].
- Procédé basé sur la compression et la torsion : CCDC (Cyclic Channel Die Compression) [88], HPT (HPT ; High Pressure Torsion) [89],
- Procédé basé sur le forgeage : MAF (Multi-AxialForging) [90-92];

Parmi tous les procédés de déformations plastiques sévères existant, la méthode ARB, faisant l'objet de cette étude, semble une méthode très prometteuse pour la création de matériaux à grains UFG. Ce procédé présente une mise en œuvre simple, ne nécessitant pas de

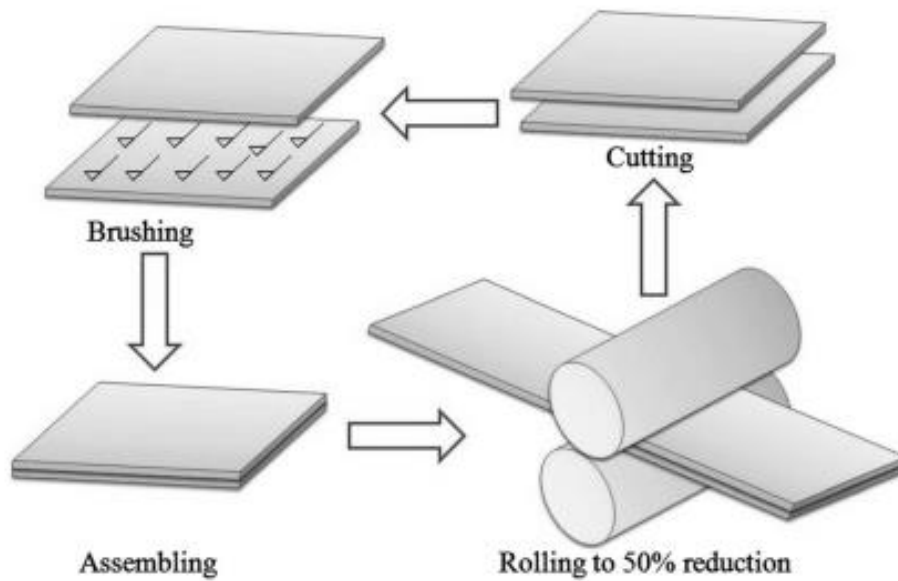
dispositif expérimental lourd, ce qui lui prédestine un bel avenir dans l'industrie au vu de son grand potentiel.



**Figure 1.12:**Techniques de déformation plastique sévère inespérée de [81-92]

## 1.5.1 Procédé ARB

Le procédé ARB développé par saito et al au japon (1998) [81] consiste à empiler deux tôles, et les laminar à 50% pour obtenir une tôle ayant la même épaisseur que la tôle initiale. Le produit est alors coupé en deux suivant sa longueur pour réaliser le cycle suivant (Figure 1.13) [93]. Le procédé peut être reproduit autant de fois que nécessaire et à chaque cycle les surfaces concomitantes doivent être nettoyées par un dégraissage à l'acétone et un brossage pour améliorer l'adhérence des tôles lors du laminage [94].



**Figure 1.13:** Schéma du procédé ARB [82]

La reproduction des cycles (découpage, broyage, empilement et laminage) peut conduire à de très importantes déformations plastiques. Conformément aux hypothèses habituellement formulées en laminage, on se place dans le cas de la déformation plane. La déformation équivalente après  $N$  cycles et vaut [95]:

$$\bar{\varepsilon}_{VM}(N) = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{e_0}{e(N)} \right) \quad (1.1.1)$$

$$e(N) = \frac{e_0}{2^N} = (1 - r(N))e_0 \quad (1.1.2)$$

Où

$e_0$  : Épaisseur initiale de la tôle

$e(N)$  : Épaisseur de la tôle initiale après  $N$  cycles.

$r(N)$  : Réduction obtenue après  $N$  passes

Par exemple, au bout de 10 passes pour une réduction de 50% par passe, l'assemblage est alors constitué de 1024 couches, la réduction totale est de 99,9% et la déformation est de 8. [95]

Les principaux paramètres influant sur la réussite du procédé et sur la microstructure du produit fini sont : la température de laminage, la vitesse de laminage, l'épaisseur initiale des

tôles, la pression des rouleaux, le traitement de détente, le taux de réduction par passe, le nombre de passes, le temps d'attente entre le brossage et le laminage, la préparation des surfaces et la lubrification. Les conditions de déformation ainsi que les propriétés physiques et structurales du matériau influent sur l'apparition des bandes de cisaillement qui se forment indépendamment de la microstructure ou de l'orientation cristallographique [96].

### 1.5.1.1 Effet de la température

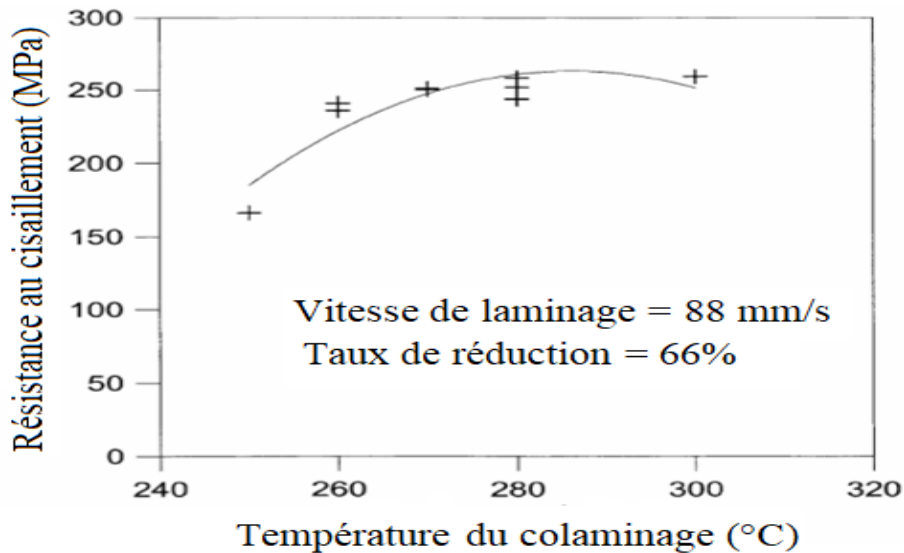
La température des tôles pendant le laminage influe sur les propriétés et la qualité du produit fini. Il est admis que la température homologue de déformation plastique ( $T_{homologue} = T_{Déformation}/T_{Fusion}$ ; avec  $T_{Déformation}$ : Température de déformation [°K] et  $T_{Fusion}$ : Température de fusion [°K]) doit être inférieure à 0,3 pour limiter ou éviter la recristallisation et la croissance de grains. Cette règle est valable pour tous les métaux [39].

Trois domaines de température sont différenciés [40] en fonction de leur influence sur la microstructure du matériau :

- $T_{Déformation}/T_{Fusion} < 0.3$  : Déformation à froid où les mécanismes athermiques sont prédominants;
- $0.3 < T_{Déformation}/T_{Fusion} < 0.5$  : Déformation à mi-chaud dont les changements structuraux sont générés par la température et la déformation ;
- $T_{Déformation}/T_{Fusion} > 0.5$  : L'agitation thermique est importante, et les mécanismes de diffusion dominant, il s'agit donc de la déformation à chaud [96].

Les travaux de Yan et Lenard [97] sur l'alliage AA6111 ont montré qu'un traitement thermique de quelques minutes à des températures plus au moins élevées crée une bonne liaison entre les tôles. Cette dernière ramollie les surfaces de contact et les couches d'oxydes cassent facilement laissant ainsi de la matière vierge qui se met en contact et crée une nouvelle matière unie (Figure 1.14) [93].



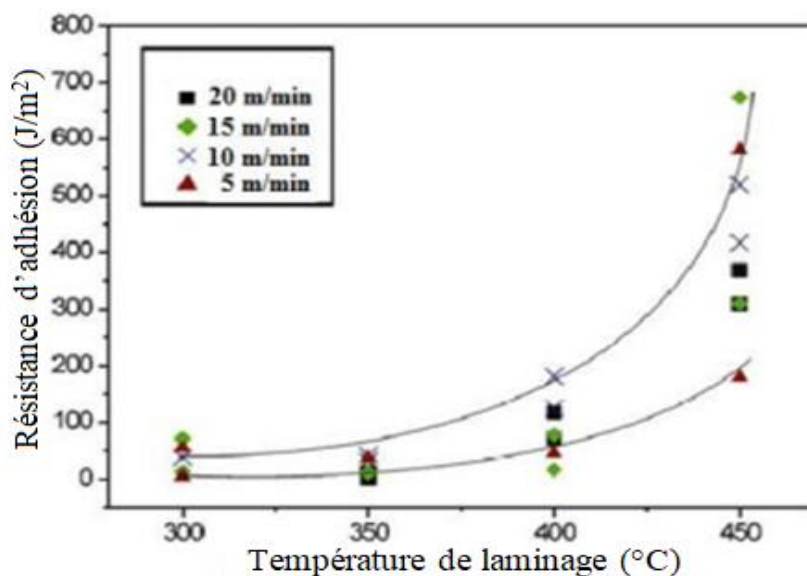


**Figure 1.14:** Résistance au cisaillement en fonction de la température du colaminage [93]

### 1.5.1.2 Effet de la vitesse de laminage

Le temps d'application de la pression des rouleaux est directement lié à la vitesse de laminage : plus la vitesse est élevée, plus courte sera l'application de la pression. De même, une application prolongée de la pression améliorera l'adhérence des feuillards.

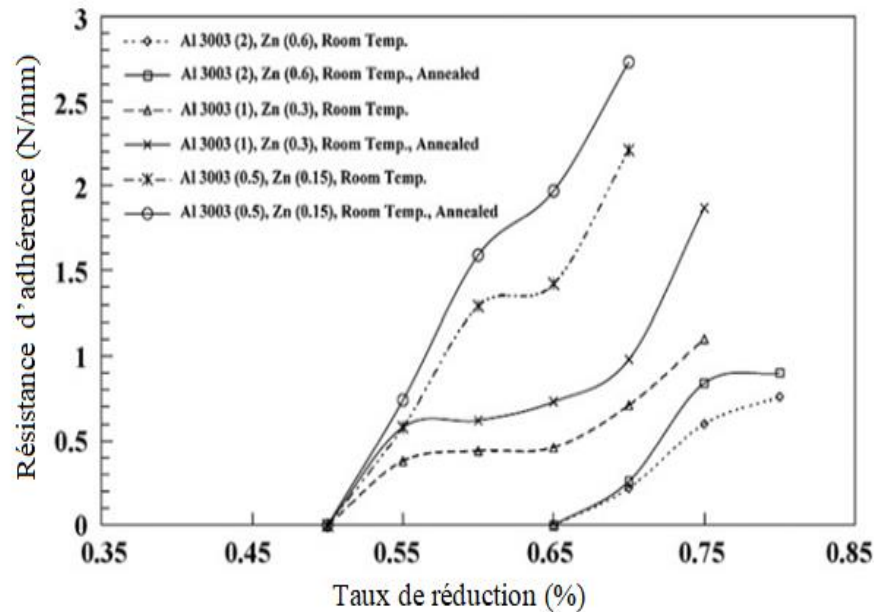
Il est cependant impossible d'observer une corrélation entre la résistance des interfaces et la vitesse de laminage dans le cas du laminage cumulé de l'aluminium effectué à la température ambiante (Figure 1.15). On peut en déduire que la vitesse de laminage n'a pas d'effet marquant sur le collage des tôles. Ceci est dû au chauffage du matériau pendant le laminage [96].



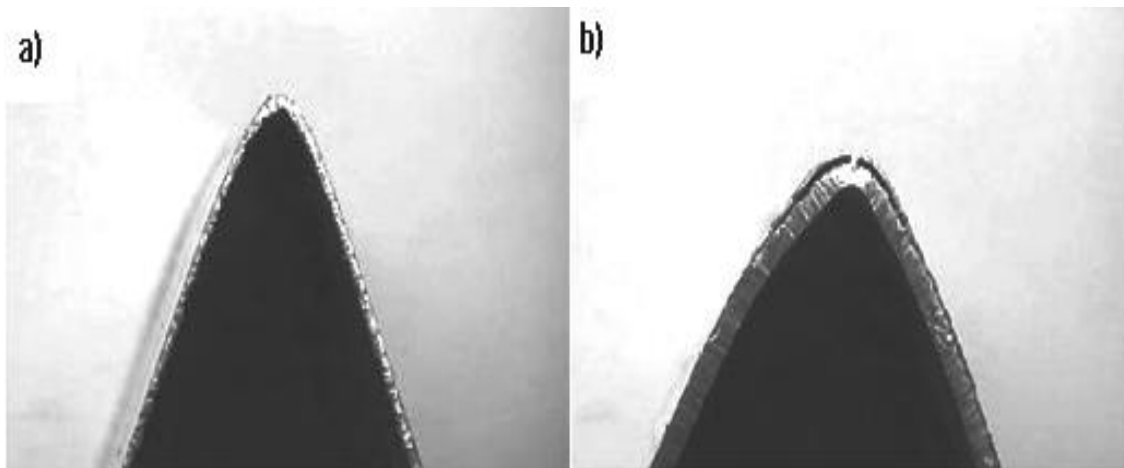
**Figure 1.15:** Effet de la température et de la vitesse de laminage sur l'adhésion [98]

### 1.5.1.3 Effet de l'épaisseur initiale des feuilards

Plus l'épaisseur des feuilards est faible, meilleure est leur adhérence (Figure 1.16 et 1.17). Cet effet bénéfique est attribué à la diminution de la pression requise pour assurer une certaine réduction d'épaisseur [99].



**Figure 1.16:** Effets de l'épaisseur initiale des feuilards d'Al-3003/Zn à l'état recuit, et du taux de réduction sur la résistance de l'adhésion à température ambiante [99]

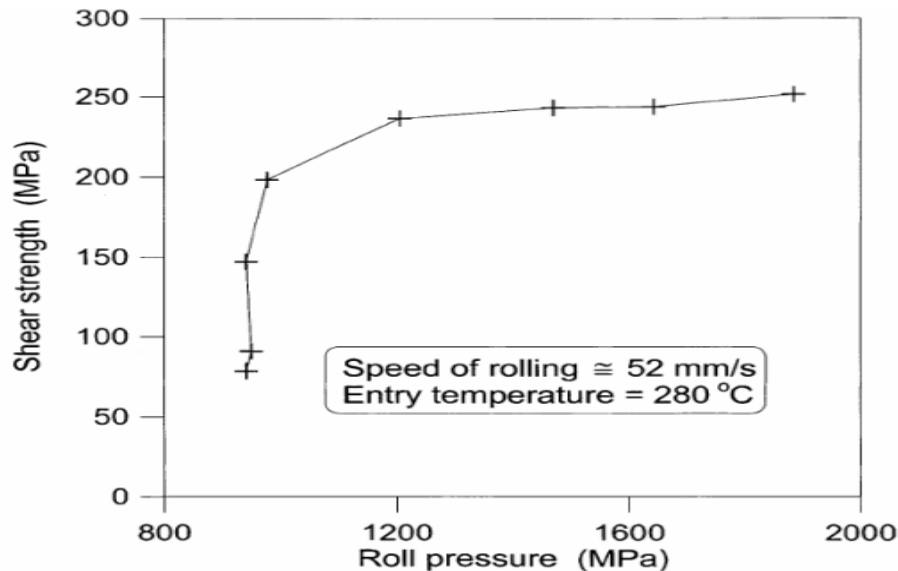


**Figure 1.017:** Micrographies des échantillons après essai de pliage à température ambiante, a) Al/Zn (1/0.3mm), b) Al/Zn (2/0.6 mm) [99]

D'après [100], une réduction de l'épaisseur initiale des feuilards avant le laminage peut rapprocher le point de liaison de l'entrée de l'espace entre les rouleaux, ce qui facilite l'initiation du point de liaison à l'interface des feuilards et, par conséquent, contribue à la promotion de la force de liaison du produit laminé.

### 1.5.1.4 Effet de la pression des rouleaux

La figure 1.18 présente la résistance au cisaillement de l'alliage A6111 déformé par ARB en fonction de la pression des rouleaux à une température de 280°C. Le colaminage dans cet échantillon a été assuré par deux moyens : l'activation thermique et la pression des rouleaux



**Figure 1.18:** La résistance au cisaillement des couches de soudage en fonction de la pression des rouleaux [101]

La pression de laminage, favorise l'extrusion et la coalescence du matériau donc l'adhésion. Par conséquent, tout ce qui tend à augmenter la pression des rouleaux (force, largeur, longueur de contact) favorise l'adhésion.

La pression lors d'un laminage est donnée par l'équation suivante :

$$P = F/L\sqrt{R(h_{\text{entrée}} - h_{\text{sortie}})} \quad (1.1.3)$$

Avec :

F : Force de laminage

L : Largeur de l'échantillon

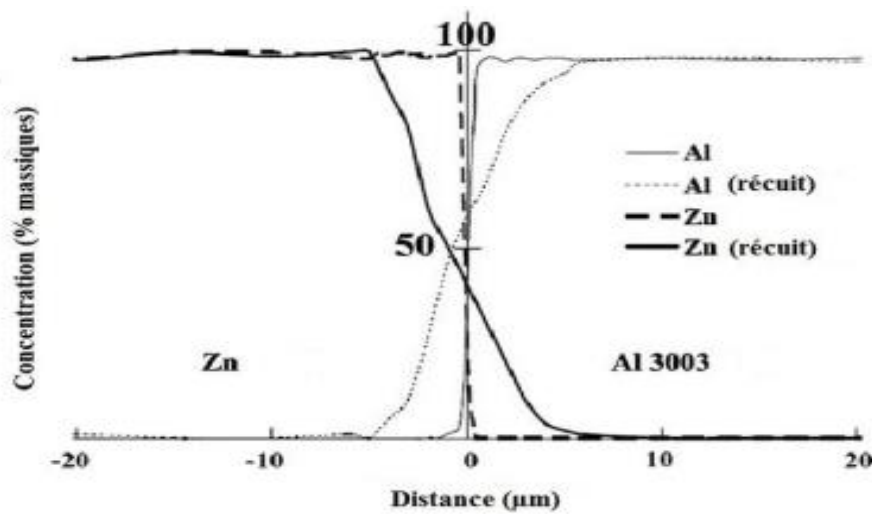
$h_{\text{entrée}}$  et  $h_{\text{sortie}}$  : épaisseur des tôles à l'entrée et à la sortie du laminoir

R : Rayon du rouleau [94].

### 1.5.1.5 Effet du traitement de détente

Les traitements thermiques intermédiaires favorisent l'adhérence par diffusion à l'interface et améliorent la plasticité des tôles laminées s'ils ne sont pas responsables de

transformations de phases à l'interface et/ou dans les matériaux eux-mêmes (Figure 1.19) [99].

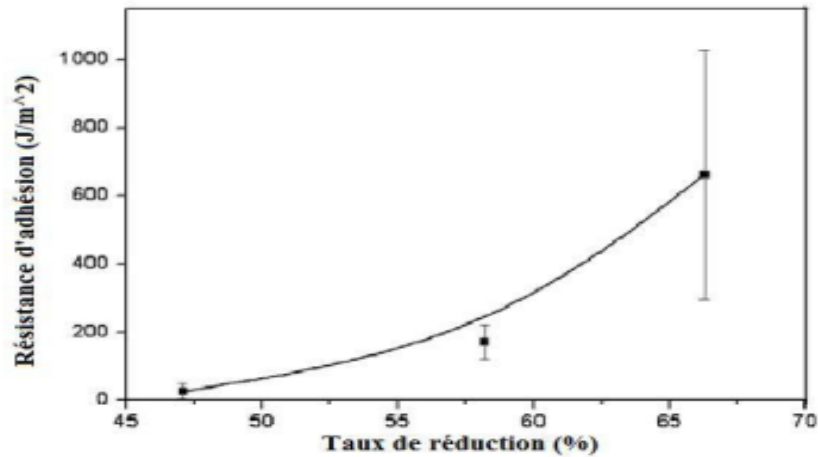


**Figure 1.19:** Inter diffusion des atomes d'Al et de Zn à l'interface entre feuillards de Al-3003 et de Zn lors d'un revenu [99]

### 1.5.1.6 Effet du nombre de passes et du taux de la réduction

D'après [102-104] une réduction de 50% par cycles est nécessaire pour une bonne liaison des tôles d'aluminium. Cependant Kralliks et al [101] ont constaté qu'en dessous de 50% de réduction le colaminage ne sera pas bon pour tous les alliages par contre au-dessus de 50% de réduction on aura un très bon colaminage et un craquage des bords [93].

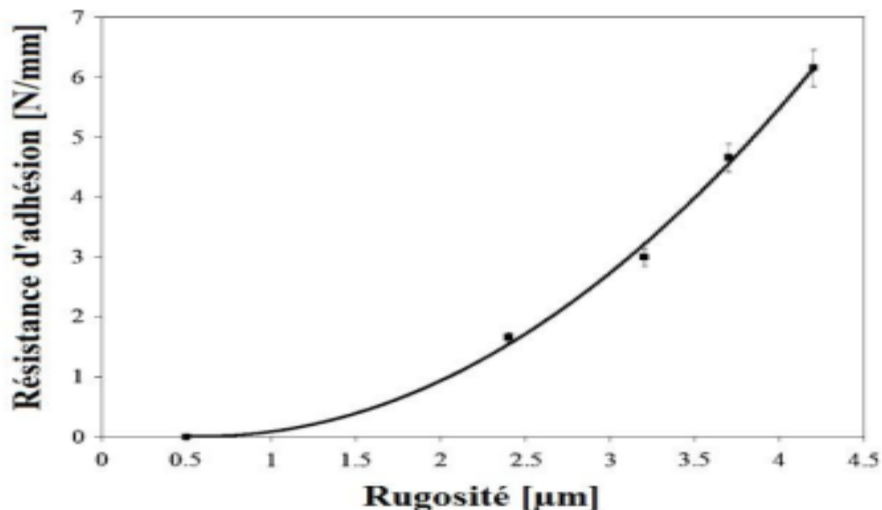
Les études de [98] ont montré qu'aux faibles vitesses de déformation l'augmentation du nombre de passes ou du taux de réduction par passe s'accompagne d'une diminution de la taille de grains minimum [105] et d'une amélioration de l'adhérence (Figure 1.20)



**Figure 1.20:** Influence du taux de réduction sur la résistance d'adhésion de l'aluminium laminé à 300°C à une vitesse de 5 m/min [98]

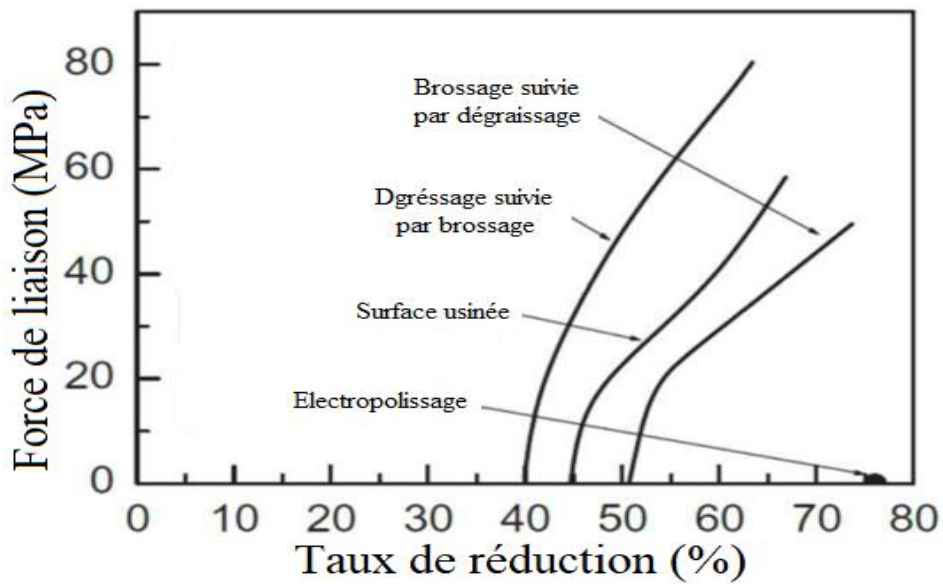
### 1.5.1.7 Effet de la rugosité

La Figure 1.21 [106] montre que la rugosité des tôles est un des facteurs les plus importants de la résistance mécanique des interfaces. Pour le laminage cumulé ARB, le bossage métallique enlève la couche superficielle contaminée par des impuretés et des oxydes et assure une grande rugosité de l'ordre de quelque micromètre [93]. Le collage à froid sera alors obtenu par contact entre les couches métalliques rayées [107]



**Figure 1.21:** Influence de la rugosité des tôles d'Al sur la résistance d'adhésion après une réduction de 50 % en colaminage [106]

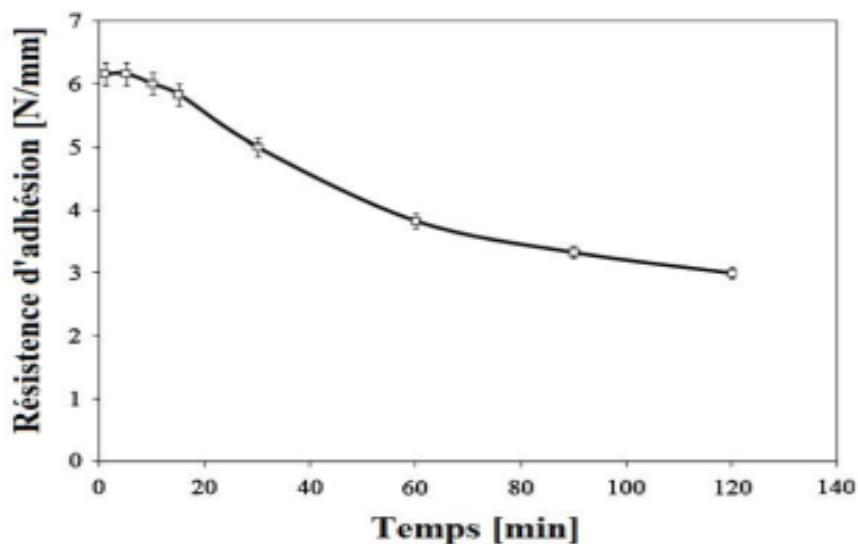
Cependant, il est important d'effectuer un dégraissage des surfaces avant le brossage [106,107]. Comme on peut le voir sur la figure 1.22, la meilleure combinaison est une surface d'abord dégraissée puis brossée.



**Figure 1.22:** Influence de la préparation de surface sur l'adhésion [108]

### 1.5.1.8 Effet du temps d'attente entre brossage et laminage

Pour éviter qu'une nouvelle couche d'oxyde ne se forme, le temps d'attente entre l'étape de brossage et celle de laminage doit être optimisé. Il a été mis en évidence qu'après le brossage, un temps d'attendre de 10 min ne nuit pas significativement à l'adhérence entre couches d'aluminium. Cependant, si le temps d'attente atteint 2h, la résistance mécanique des interfaces diminue de moitié (Figure 1.23)

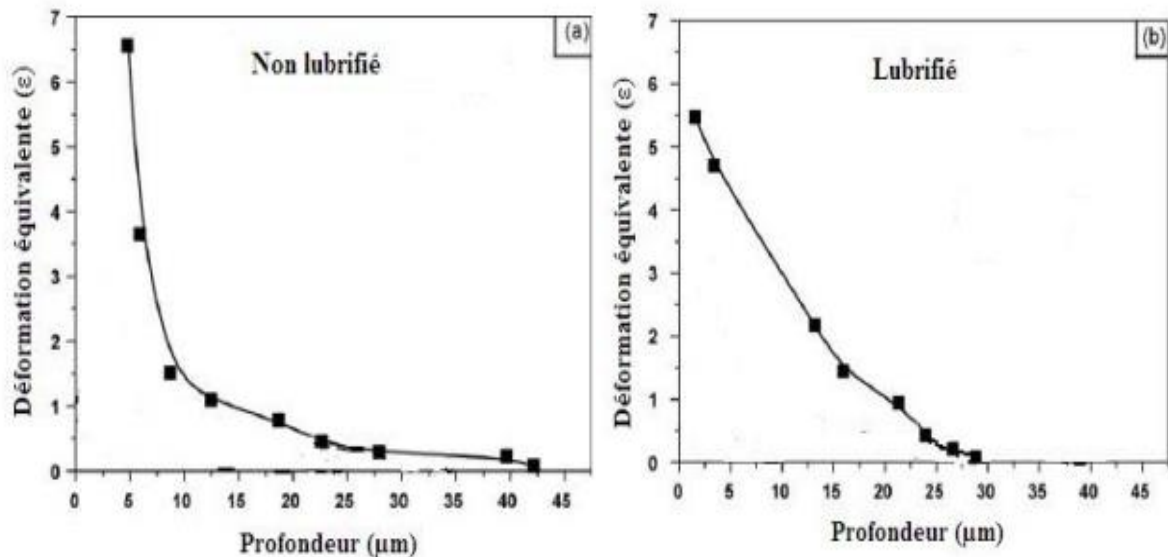


**Figure 1.23:** Evolution de la résistance d'adhésion en fonction du temps d'attente entre le brossage et le laminage [106]

### 1.5.1.9 Effet de la lubrification

La lubrification des rouleaux est un autre paramètre qui entre en jeu, en influant sur le coefficient de frottement entre les rouleaux et la tôle. En effet, plus ce coefficient est élevé

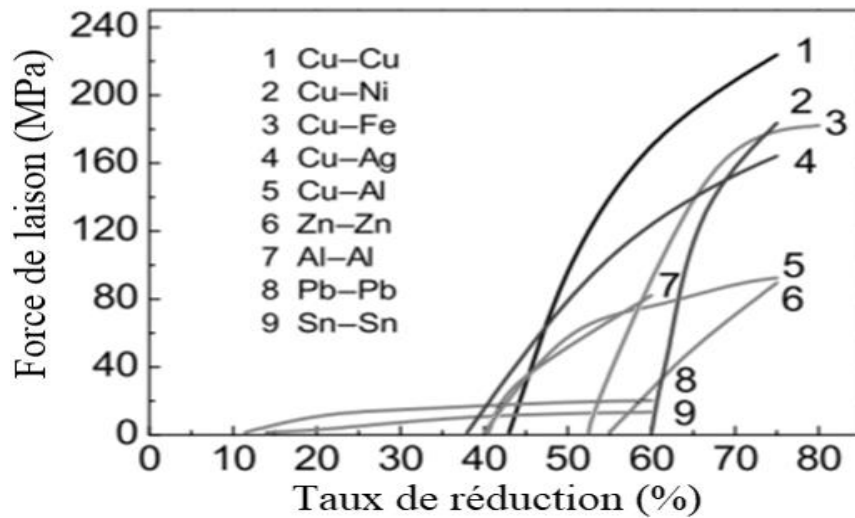
(moins il y a de lubrification), meilleure est l'adhésion [109]. En présence de lubrifiant, la déformation décroît relativement linéairement de la surface vers le cœur d'un matériau monolithique. La déformation se concentre plus au voisinage de l'interface en l'absence de lubrifiant (Figure 1.24) [110].



**Figure 1.24:** Variation de la déformation équivalente en fonction de la profondeur par rapport à la surface des échantillons en Al-4Mg :  
a) en absence de lubrifiant, b) en présence de lubrifiant [110]

### 1.5.1.10 Influence de la nature des métaux

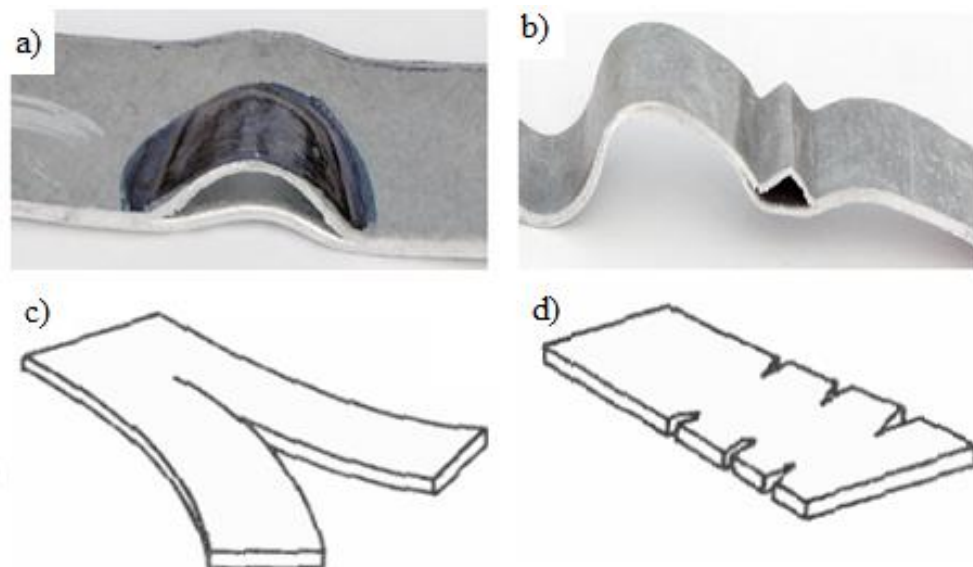
La nature du métal a également un impact sur l'adhésion, étant donné que les matériaux ont des comportements mécaniques différents ainsi que des couches d'oxydes chimiquement différentes. Ainsi, la réduction minimale pour qu'il y ait adhésion peut varier beaucoup. Elle est par exemple de 40% pour un colaminage Aluminium-Aluminium et de 60 % pour un colaminage Cuivre-Fer [107] (Figure 1.25).



**Figure 1.25:** Force d'adhésion en fonction du taux de réduction et du couple de métaux à température ambiante [107]

### 1.5.2 Défaut de fabrication par ARB

Plusieurs défauts peuvent être détectés lors de la fabrication comme : les blisters, la non liaison, le pliage de la tôle dans le plan de roulement, l'épaisseur non uniforme en largeur ou en longueur, le craquage de bords et les problèmes de planéité due aux inhomogénéités dans la déformation dans la direction de laminage [93].



**Figure 1.26:** Défaut de fabrication par ARB : a) Blister, b) Non-liaison après essai de pliage, c) Splitte de la tôle en deux, d) Fissures des bords [93, 111]



### 1.5.3 Impact de la SPD sur la microstructure

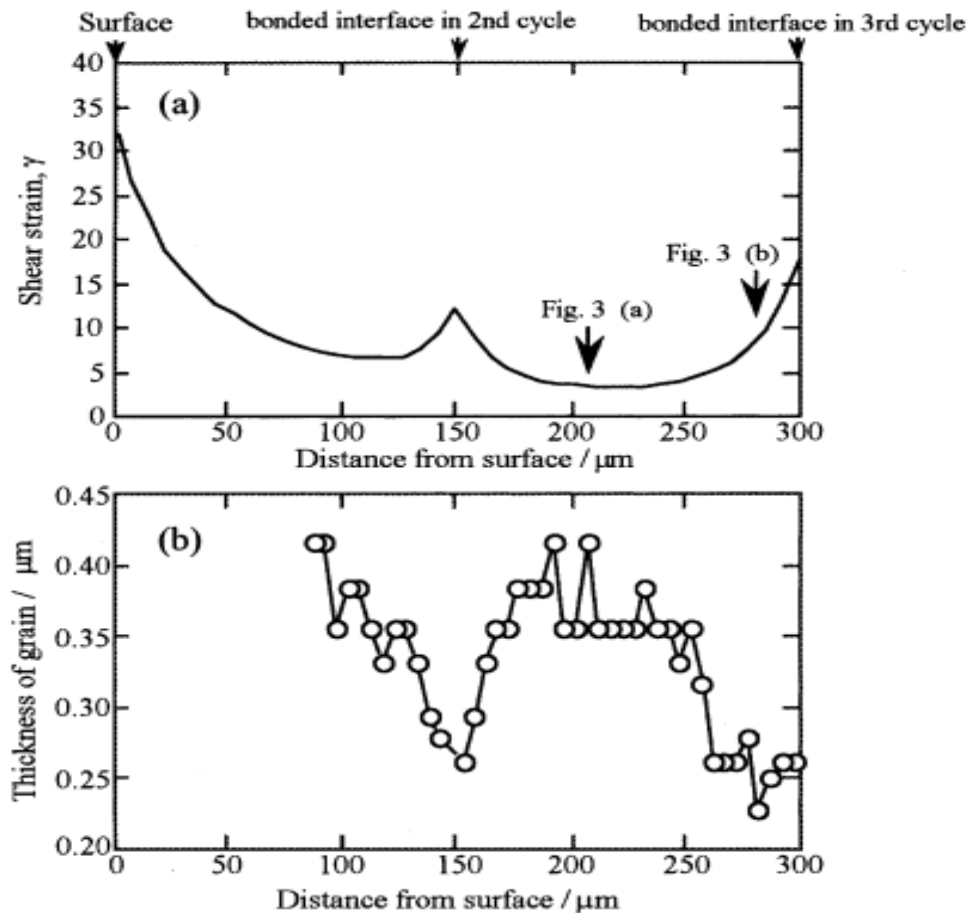
#### 1.5.3.1 Évolution de la taille des grains

L'affinement de microstructure par les procédés de déformation plastique sévère engendre l'apparition de nouveaux joints de grain à fortes désorientations. L'apport d'énergie du procédé va provoquer le mouvement des dislocations. Les dislocations vont s'accumuler dans les joints des grains et se transformer en sous-joints, puis en joints de grains [80].

Des mécanismes tel que la restauration ou la recristallisation dynamique qui permettant d'annihiler les dislocations apparaissent quand la taille de grain est suffisamment réduite, ces mécanismes sont responsables d'une augmentation de la taille de grain. Une compétition entre la déformation plastique sévère affinant la taille de grain et entre les restaurations et recristallisation dynamique se met en place et résulte en une taille de grain limite produite par les méthodes de déformation plastique sévère [112].

L'affinement des grains est influencé par différents paramètres tels que la température, la déformation, la vitesse de déformation et la présence des impuretés.

Le paramètre principal contrôlant l'affinement de la microstructure selon les différents travaux publiés porte sur l'effet de la déformation imposée qui agit principalement sur l'affinement de la microstructure des alliages d'aluminium. En effet, Lee et al[113] ont démontré (Figure 1.27 a) que l'aluminium 1100 déformé par ARB, démontrera la décroissance de la taille de grain en fonction de la déformation. Les positions des tailles de grains minimales correspondent à celles avec une déformation de cisaillement maximal, et les positions des tailles de grain maximales à celles avec une déformation de cisaillement minimal. Cependant, les tailles des grains à chaque position ne correspondent pas parfaitement aux valeurs de la déformation de cisaillement quantitativement, ce qui suggère un changement microstructural, tel qu'une croissance des grains à courte portée, due à l'augmentation de la température pendant le laminage.

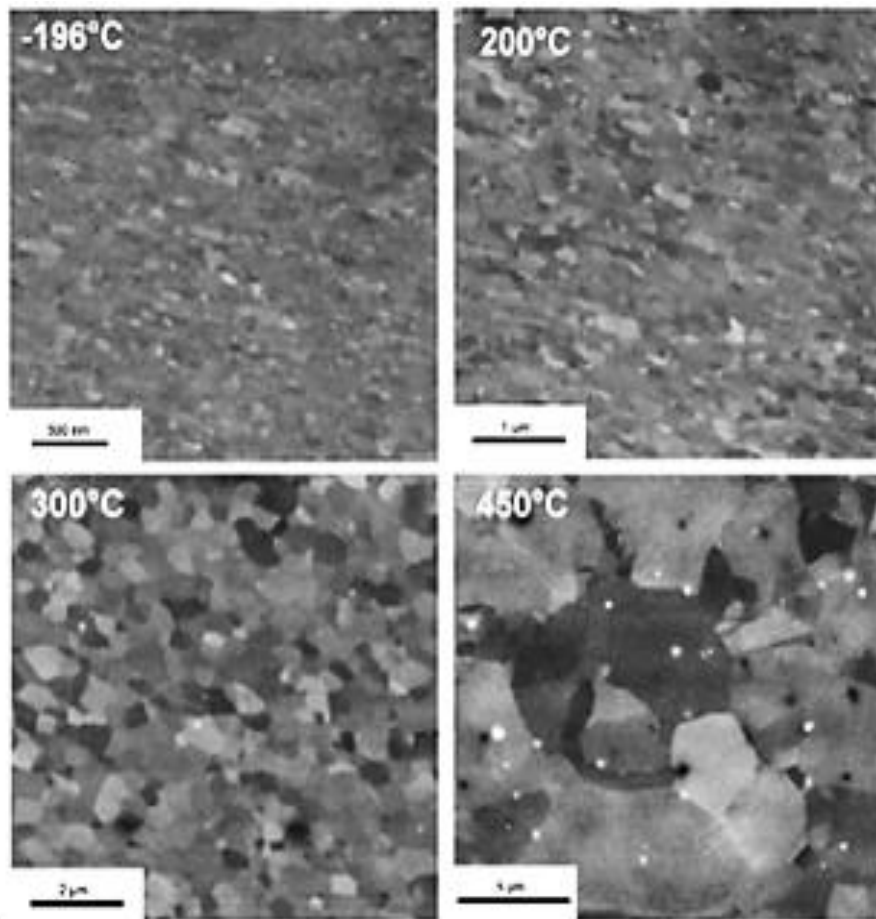


**Figure 1.27:** Distribution de taille de grains et de la déformation en cisaillement dans une tôle en aluminium 1100 après 4 cycles d'ARB [113]

La déformation entraîne une augmentation des désorientations à l'intérieur des grains. Cela entraîne la formation de cellules. Ces dernières peuvent devenir des grains lorsque les désorientations deviennent très importantes.

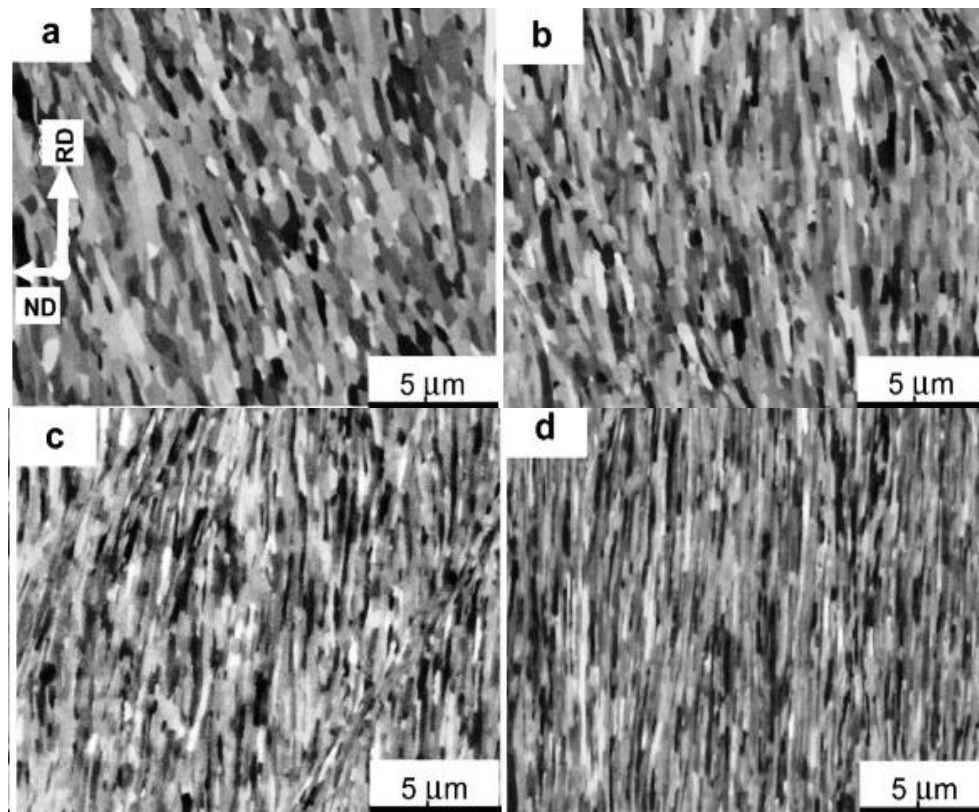
La température à laquelle l'essai est réalisé pour un matériau donné est choisie en fonction de la température de fusion de celui-ci. En effet, c'est donc bien le rapport entre ces deux températures qui affecte la saturation du couple et le décalage de la déformation à saturation [114]. Ainsi, les mécanismes de restauration et recristallisation dynamiques qui sont dus à l'énergie apportée lors de la déformation sont fortement influencés par la température, notamment à une température cryogénique [115].

Sur la figure 1.28, on peut voir le changement de la microstructure de saturation, d'un alliage Al 3%Mg en poids déformé par HPT, à différentes températures. La taille de grains croît avec l'augmentation de la température allant de 100 nm (-196°C) à 4 μm (450°C) [114].



**Figure 1.28:** Microstructure dans le plan de cisaillement de l'alliage Al-3% wt Mg déformé par HPT à une vitesse de  $0.2 \text{ s}^{-1}$  [114]

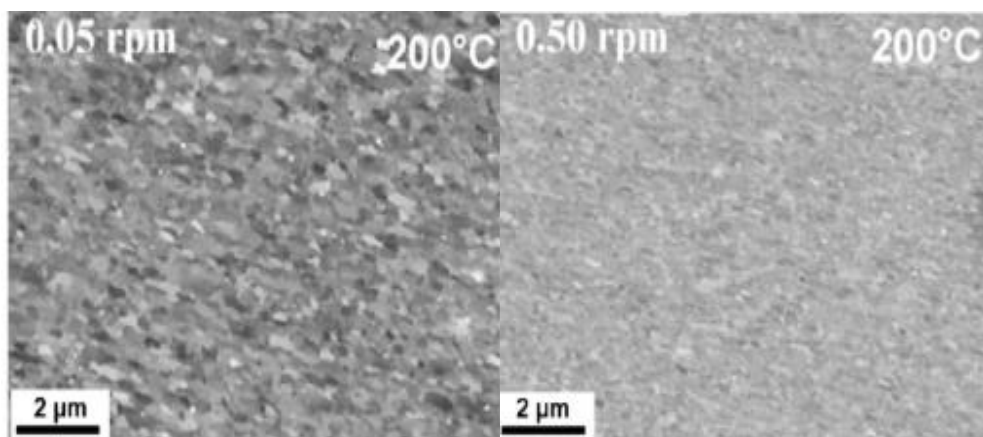
Les travaux de Huang et al[116] ont montré que la microstructure de l'aluminium avec 0.13% en poids de magnésium a été affinée de manière plus importante aux températures cryogéniques. La microstructure est devenue plus allongée parallèlement à RD et les limites au sein de la structure lamellaire étaient plus planes que celles observées dans les échantillons déformés à température ambiante (Figure 1.29).



**Figure 1.29:** Micrographie MEB en mode rétrodiffusés de l'alliage Al-0.13%wt Mg déformé par ECAP à : a) 25°C, b) -60°C, c) -130°C et d) -196°C [116]

La vitesse de déformation a également une influence sur les microstructures obtenues. En effet certains travaux ont montré que plus celle-ci est élevée, plus la taille de grains atteinte est petite [117].

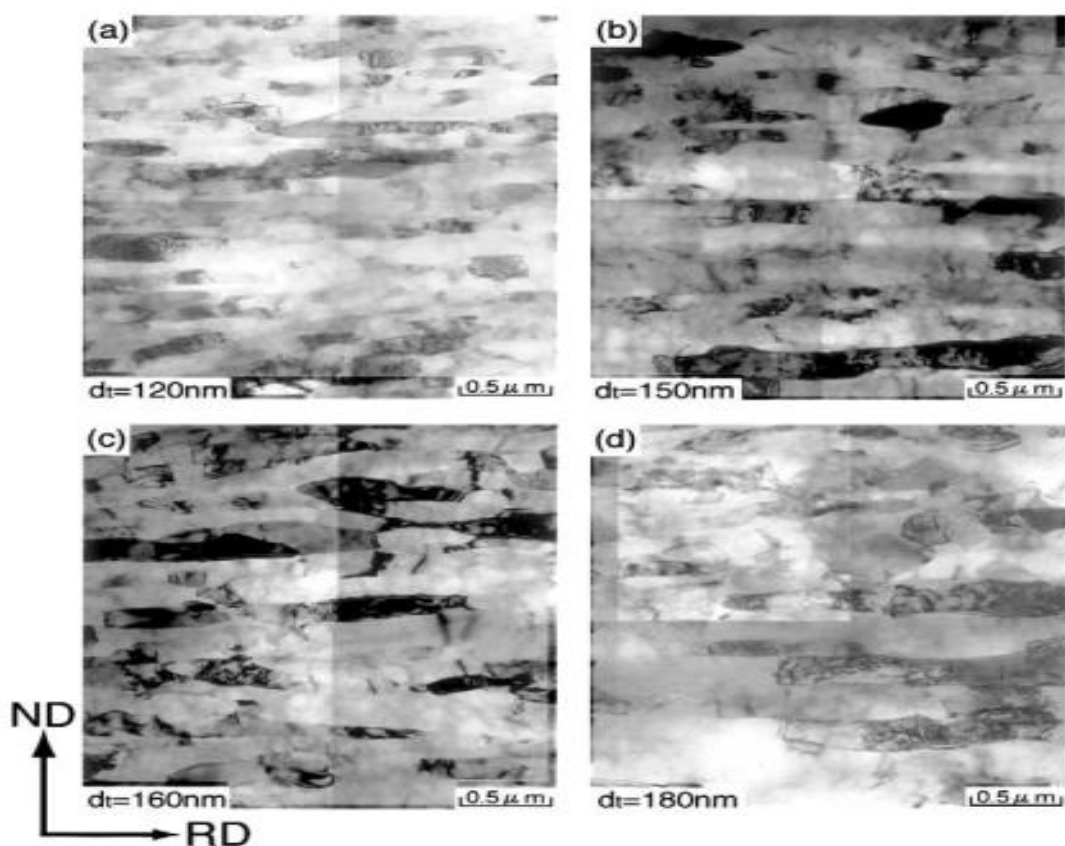
La figure 1.30 nous permet d'observer ce phénomène sur un alliage Al 3% massique Mg déformé à 200°C. On voit clairement qu'une augmentation de la vitesse de déformation (de 0.05 rpm à 0.50 rpm) conduit à diminution de la taille des grains.



**Figure 1.30:** Micrographies BSE de l'alliage Al-3 wt% Mg déformé à 200°C à deux vitesses de rotation [114]

Cependant, il se peut également que l'augmentation trop importante de la vitesse de déformation engendre un échauffement qui permettrait alors la mobilité des joints de grains et la recristallisation dynamique. [118-119].

N. Tsuji et al [120] ont montré qu'à ultra-haute vitesses de déformation, la taille des grains de l'alliage A1100 déformé par ARB augmente de 120 nm pour une vitesse de déformation de  $1.2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$  à 180 nm pour une vitesse de déformation de  $5.9 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  (Figure 1.31). L'augmentation de la taille des grains est causée par la migration à courte distance des joints de grains des grains ultrafins attribuables à la génération de chaleurs lors de la déformation plastique.



**Figure 1.31:** Images MET de l'alliage A1100 laminées à 50 % de réduction à différentes vitesses : a)  $1,2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ , b)  $5,9 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ , c)  $3,5 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ , d)  $5,9 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  [120]

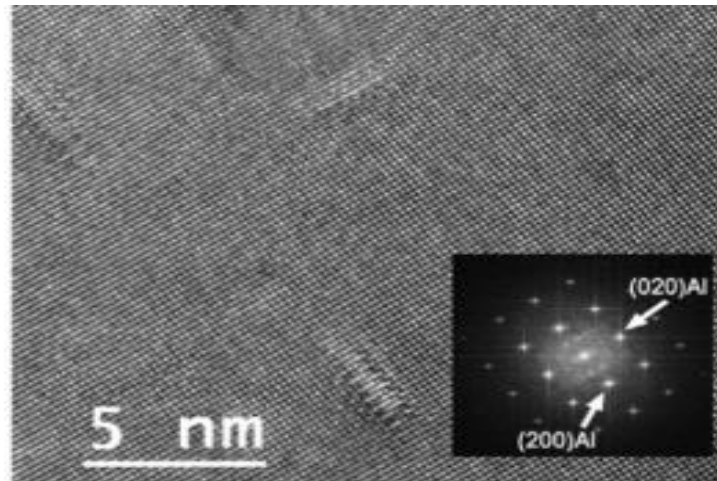
### 1.5.3.2 Précipitation et ségrégation induite par la déformation

La déformation plastique intense introduit une forte proportion de lacunes, dislocations et joints de grains dans les matériaux. Ces défauts qui sont des courts circuits de diffusion vont accentuée la mobilité atomique. En effet l'augmentation significative de la densité des défauts (lacunes et dislocations) permet de traîner et emporter les atomes en solution solide vers les joints de grains [121].

## Revue Bibliographique

---

Selon les interactions soluté-lacune, les mécanismes de germination, les énergies inter-faciales et la température de déformation mis en jeu, la décomposition peut aller de la simple formation de zones-GP, aux clusters et même à la précipitation d'une phase stable [122]. La figure 1.32 permet de voir des précipités nanométriques métastables d'un alliage d'aluminium 6101 déformé 20 tours par HPT à température ambiante.

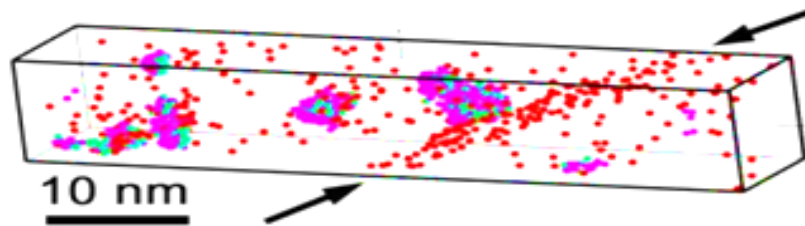


**Figure 1.32:** Image MET à haute résolution des précipités nanométriques [122]

Cependant, parfois, les conditions physiques ne permettent pas la formation de zones-GP, de cluster ou de précipités. Toutefois, une diffusion des atomes en solution solide assistée par les défauts peut aussi engendrer des ségrégations hors-équilibres.

En outre, Les lacunes cherchant à s'annihiler aux joints de grains grâce à l'établissement d'un flux de lacunes accumulé aux les joints de grains pendant la déformation. Des complexes solutés-lacunes peuvent se former aux joints de grains créant ainsi une forme de ségrégation. De plus, Les dislocations générées lors la déformation tendent également à s'annihiler dans les joints de grains. Elles peuvent alors former des solutés aux joints de grains. Par conséquent, le mouvement des joints de grains provoque la restauration dynamique nécessaire à l'équilibre énergétique de la structure [121].

La figure 1.33 présente une reconstruction 3D d'un volume analysé par tomographie par sonde atomique (APT) d'un alliage 6061 déformé par ECAP à 100°C. L'analyse montre une ségrégation des atomes de Cu dans une limite plane (Flèche) et une précipitation nanométrique riche en Mg.



**Figure 1.33:** Reconstruction 3D ( $10 \times 10 \times 55 \text{ nm}^3$ ) d'un volume analysé par APT (Mg en violet, Si en vert et Cu en rouge) [123]

### 1.5.3.3 Stabilité de la microstructure UFG

La forte densité de défauts créés par les techniques SPD impacte directement la mobilité atomique, la précipitation, la taille des grains mais également la stabilité thermique. En effet, l'accumulation très importante des défauts entraîne une tendance au matériau à vouloir recouvrir son état d'équilibre [124].

Selon plusieurs études, la densité élevée de joints de grains à forte désorientation créée lors de la déformation impacte les cinétiques de restauration et de recristallisation [125]. Ces changements de microstructures entraînent une croissance rapide des grains lors des traitements thermiques.

Les travaux de M.R. Rezaei et al [126] et X.H.Zeng et al [127], ont également indiqué que certaines séquences de précipitation sont accélérées à des températures plus basses que dans le même matériau non déformé.

Plusieurs méthodes ont été étudiées pour améliorer la stabilité thermique de ces matériaux comme par exemple :

- la possibilité de restaurer le matériau sans le recristalliser pour équilibrer les contraintes internes et lui redonner de l'écroutissage [128]
- la stabilité induite par des particules [129].

### 1.5.4 Impact de la SPD sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si

#### 1.5.4.1 Limite élastique et ductilité

La taille de grains des matériaux polycristallins joue un rôle dominant dans les propriétés mécaniques et physiques, principalement sur la limite élastique et la ductilité. Ces deux propriétés sont celles étant principalement affectées par l'affinement de microstructure. Elles sont très différentes de celles des matériaux à gros grains. La limite élastique est

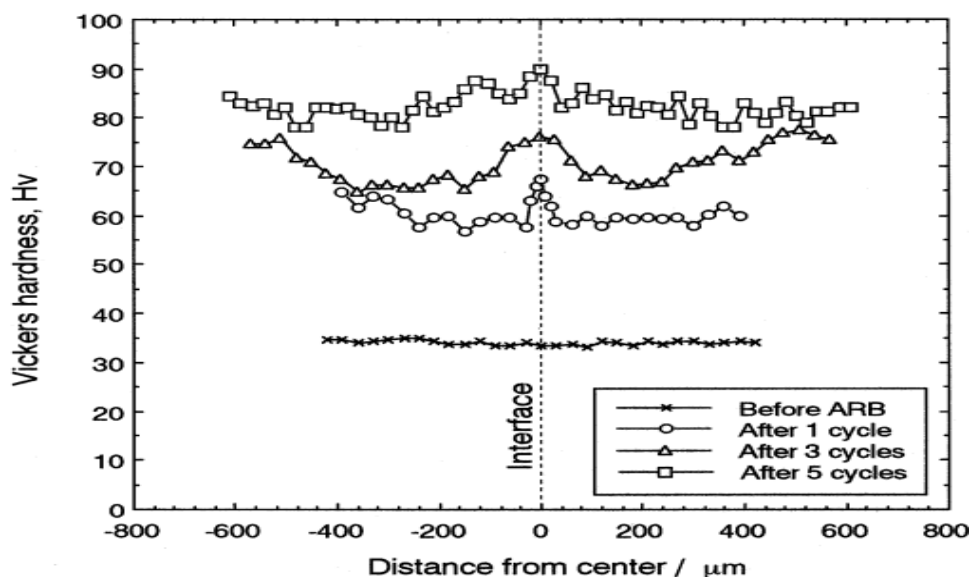
directement liée à la taille de grain  $D$ , comme le montre la relation Hall-Petch qui repose sur la théorie d'empilement des dislocations du même signe, générée par une source de Frank-Read donnée par :

$$\sigma_{GB} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{D}} \quad (1.1.4)$$

Où  $\sigma_0$  est la contrainte de friction,  $D$  est la taille moyenne des grains et  $k$  est un facteur dépend du matériau (taille de grains, procédé et éléments d'alliage) [130].

D'après la relation Hall-Petch, plus la taille des grains est petite, et plus la contribution des joints de grains à la limite élastique est importante. Cependant cette relation n'est pas valide pour des tailles de grains très petites (<100-200nm) [131].

La dureté est améliorée après déformation avec les procédés de déformation sévère. Pour le procédé ARB, les valeurs de dureté sont mesurées à travers l'épaisseur. La figure 1.34 montre l'amélioration de la dureté avec l'augmentation du nombre de passes d'ARB avec une distribution inhomogène près de la surface causée par l'écroutissage dû au frottement entre les rouleaux et l'alliage pendant l'ARB [132-133].

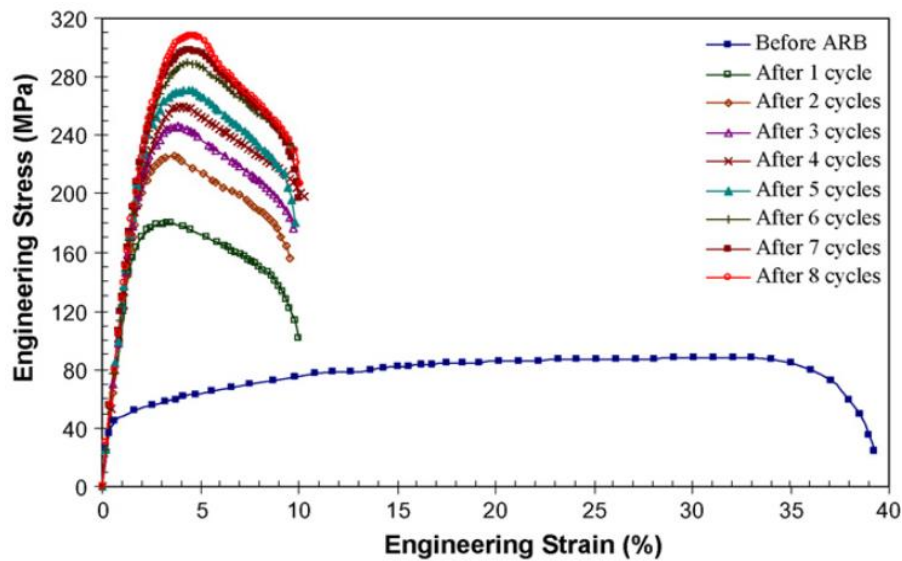


**Figure 1. 34:** Évolution de la dureté Vickers de l'alliage A6061 à travers l'épaisseur avant et après 1,3 et 5 passes d'ARB [134]

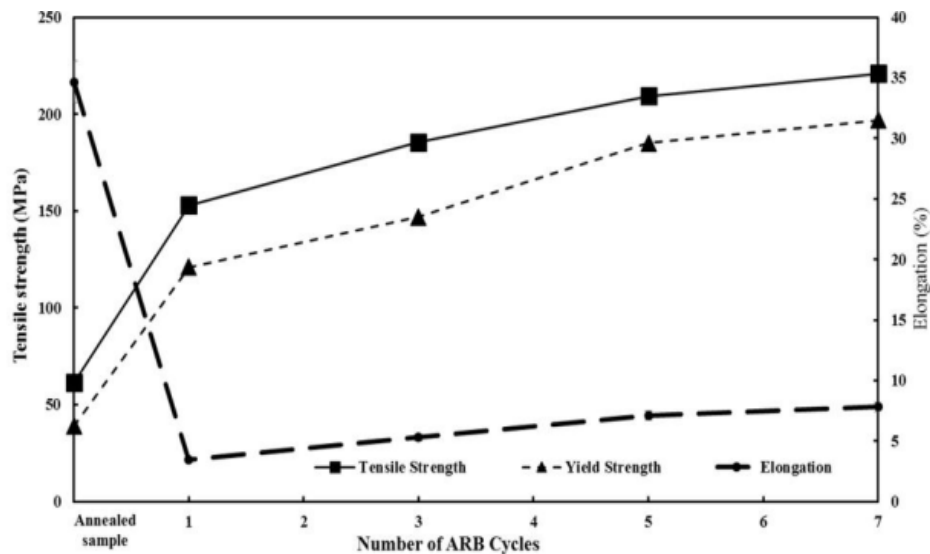
Les figures 1.35 et 1.36 représentent les courbes contrainte-déformation d'un alliage en aluminium déformé par ARB et la variation de la résistance à la traction, la limite élastique et l'allongement en fonction du nombre de passe. La réduction de la taille de grains introduit par les procédés de SPD permet d'obtenir une amélioration du renforcement du matériau. En revanche, il est aussi visible qu'une nette perte de la ductilité intervient [135-136]. Cette perte



de ductilité peut être attribuée à la combinaison d'une grande contrainte d'écoulement avec une faible capacité d'érouissage des matériaux nanostructurés par ces procédés.



**Figure 1.35:** Courbes contrainte-déformation pour l'aluminium à l'état recuit et déformé par ARB jusqu'à 7 passes [136]



**Figure 1.36:** Variations de la résistance à la traction, la limite d'élasticité et l'allongement en fonction du nombre de passe pour un alliage d'aluminium [135]

La perte de ductilité observée pour les alliages d'aluminium déformé par SPD peut être améliorée en ajoutant des éléments d'additions à faible énergie de fautes d'empilement [137], ou par l'application des traitements thermique [126]

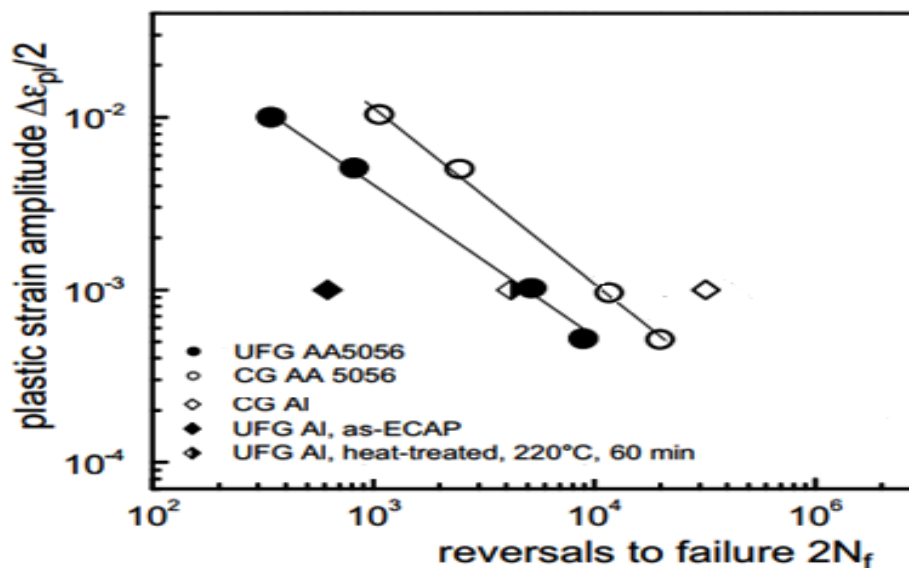
### 1.5.4.2 Comportement en fatigue

La fatigue est un élément important pour un matériau en vue de son industrialisation. Ces propriétés ne sont pas liées directement à la taille de grains mais plutôt à la limite élastique, la ductilité et l'homogénéité du matériau.

Il est intéressant de noter qu'une amélioration de la limite élastique devrait augmenter la durée de vie en fatigue des alliages métalliques. Bien qu'une telle amélioration du comportement en fatigue a été observée dans certains alliages déformé par les techniques SPD, une réduction de la limite d'endurance a également été observée dans d'autres cas [138-139]. Par exemple, aucune donnée n'est disponible dans la littérature pour les matériaux UFG laminés jusqu'à présent. Cependant, il a été rapporté par Vinogradov et al. [140] et Estrin et al. [139] que le procédé ECAP n'est pas utile pour améliorer la résistance à la fatigue de certains alliages d'aluminium durcissables par précipitation.

D'autre part, dans un certain nombre d'études, on a observé que la microstructure bimodale composée de grains grossiers et de petits grains équiaxes a une influence particulière sur l'amélioration de la résistance à la fatigue des alliages d'Al traités par ECAP [141].

Comme le montre la figure 1.37, la résistance à la fatigue des alliages à gros grains est supérieure à celle des alliages à grains UFG. Après un traitement thermique de 220°C pendant 60 minutes, la durée de vie en fatigue de l'aluminium a augmenté, sans toutefois atteindre la durée de vie en fatigue du matériau à gros grains [142].



**Figure 1.37:** Diagramme de Coffin – Manson des durées de vie en fatigue de l'aluminium pur et de l'alliage AA5056 [142]

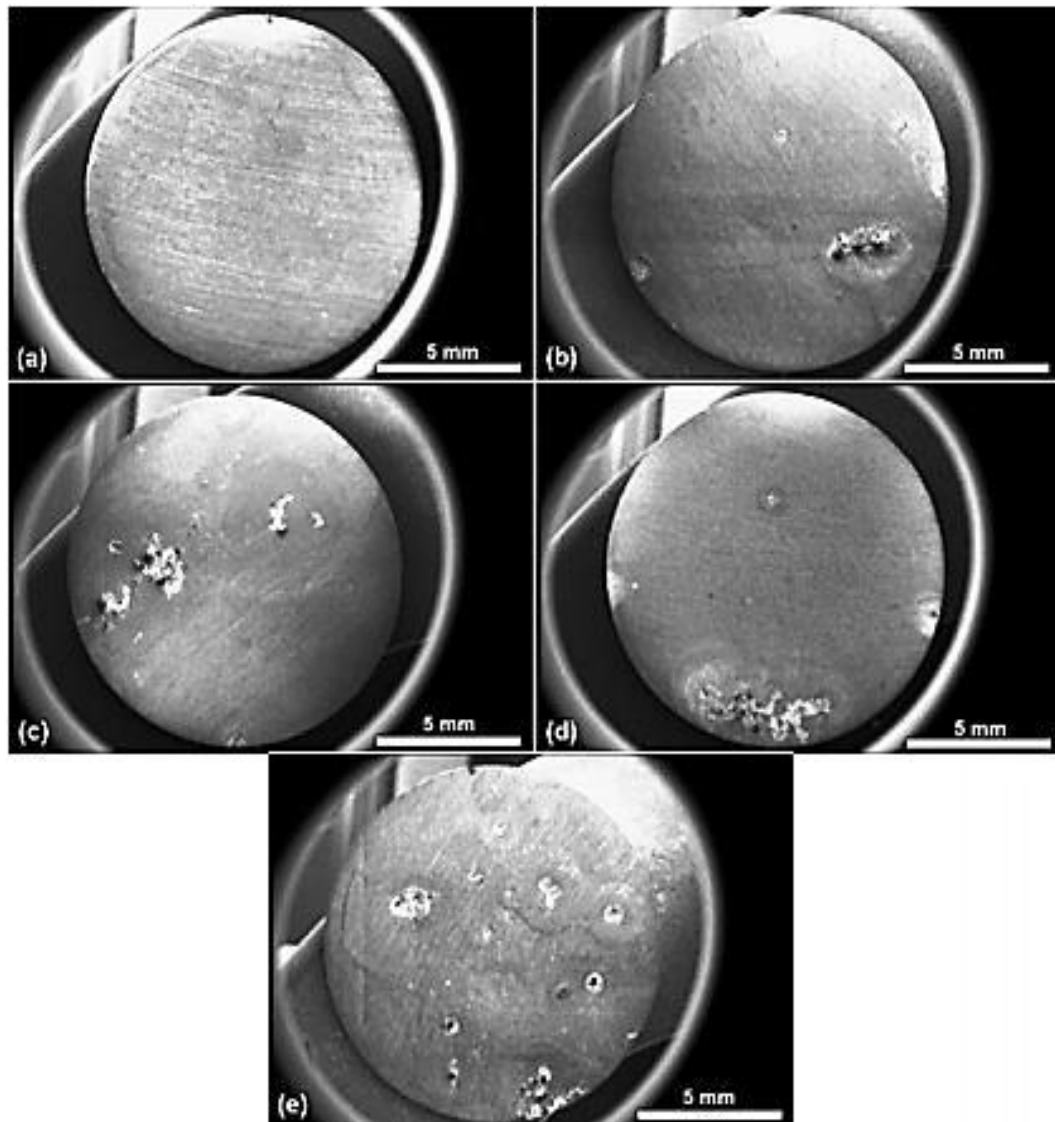
Le comportement des alliages Al est complexe et les grains d'UFG ont une faible capacité à supporter des charges cycliques, ce qui est lié à la faible ductilité après déformation SPD favorisant l'amorçage précoce des fissures. De plus, la fraction plus élevée de joints de grains est favorable à la propagation des fissures. Les alliages d'aluminium à grains UFG présentent un faible écrouissage cyclique et souvent, lors de la déformation, un ramollissement cyclique se produit. Néanmoins, un traitement thermique approprié aux alliages d'aluminium déformé par les procédés SPD peut améliorer considérablement leur comportement en fatigue [141].

### 1.5.4.3 Comportement en corrosion

La sensibilité des alliages d'aluminium à la corrosion est liée à l'hétérogénéité microstructurale de ces derniers. Dans la littérature, on peut trouver des résultats contradictoires sur l'impact des procédés SPD sur la résistance à la corrosion. Certains rapports montrent une amélioration de la résistance à la corrosion, généralement attribuée à une augmentation significative de la surface couverte par les joints de grains et du nombre des triples jonctions dans les matériaux UFG par rapport à leurs homologues à grains grossiers. Cela provoque une réactivité élevée de ces matériaux et augmente donc les processus de diffusion et de passivation.

De nombreux résultats contradictoires ont également été résumés pour différents matériaux [143]. Par exemple, les études de W. Wei et al ont montré une amélioration de la résistance à la corrosion de l'alliage Al-Mn traité par ARB en raison de la diminution de la taille des particules  $Al_6Mn$ . Cependant M. Eizadjou et al ont souligné que la sensibilité à la corrosion par piqûres de l'aluminium pur traité par ARB a augmenté à cause des dislocations et des joints de grains générés (Figure 1.38) [144].

La figure 1.38, montre que l'échantillon recuit n'a subi aucune attaque de corrosion sévère. D'autre part, dans les échantillons traités par ARB, des attaques de corrosion extrêmement importantes et rigoureuses sous la forme de piqûres très irrégulières sont clairement visibles (Figure 1.38 b – e). De plus, la figure 1.38 montre que le nombre de sites de piqûres dans la microstructure a augmenté par l'augmentation de nombre de cycles ARB en raison de la décomposition et de la fragmentation des particules intermétalliques ( $Al_3Fe$  et  $Al_6Fe$ ) via des dislocations.



**Figure 1.38:** Micrographie au MEB de l'aluminium pur après immersion de 2 semaines dans une solution à 3 % en poids de NaCl :

a) recuit, b) deux, c) quatre, d) six, et e) huit passes ARB [144]

### 1.6 Conclusion

L'objectif de ce travail est de combiner l'effet de la taille de grains et la composition chimique sur le comportement mécanique du A6061 afin d'obtenir une haute résistance. Ce chapitre montre que pour augmenter un maximum les propriétés mécaniques, il est nécessaire d'obtenir la plus petite taille de grains possible, ainsi qu'une distribution homogène des précipités à l'intérieur des grains.

La présente étude prévoit d'étudier l'alliage A6061 modifié par ajout du vanadium afin d'obtenir un alliage à haute résistance et transparent au neutron pour les applications nucléaires. Pour cela, de nombreuses techniques expérimentales ont été utilisées et sont présentées dans le prochain chapitre

**Chapitre 2 :**  
**Matériau et techniques expérimentales**

## 2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les alliages objet de notre travail de recherche, ainsi que les procédures d'élaboration, de mise en forme et de caractérisation structurale et mécanique. Les moyens mis en œuvre pour la réalisation des matériaux sont le four à induction pour l'élaboration et la spectrométrie de masse pour l'analyse chimique. Les déformations plastiques sévères ont été réalisées au moyen de la technique ARB (Accumulative Roll Bonding). La microscopie optique et électronique à balayage (MEB couplé avec l'EDS) a été employée pour l'observation et l'analyse de la microstructure. Afin d'identifier les phases en présence et leurs caractéristiques en termes de taille des cristallites et de densité de dislocation, nous avons employé la méthode diffractométrique (DRX). Les tests mécaniques pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux élaborés et traités sont la traction, la micro-dureté et la nano-indentation.

## 2.2 Élaboration des alliages

### 2.2.1 Matériau d'étude

Dans cette étude nous avons procédé à l'élaboration de l'alliage de base A6061 dans lequel on a ajouté 0.1 et 0.2 wt.% V, afin d'étudier l'effet du vanadium sur l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Si déformé par ARB. Les alliages sont élaborés au CRND à l'aide d'un four à induction de marque LEYBOLD-ISO5, figure 2.1.

Les analyses chimiques de l'alliage de base et de l'alliage avec l'addition du vanadium ont été réalisées dans le laboratoire de l'entreprise de rénovation du matériel aéronautique (ERMAéro) sis à Dar El-Beida à l'aide d'un spectromètre de type GNR France doté d'un logiciel Spark Analyser. Les compositions chimiques sont reportées dans le tableau 2.1. En comparant la composition de l'alliage A6061 et celle de l'alliage avec ajout de vanadium, on constate que les teneurs des éléments d'addition majoritaires Mg et Si pour les deux alliages avec ajout de V ont légèrement diminué à cause des pertes de masse dans le four, mais restent dans les limites recommandées pour la nuance A6061 [145].



**Figure 2.1:** Four à induction de moyennes fréquences

**Tableau 2.1:** Composition chimique de l'alliage A6061 et les alliages A6061 contenant V (wt. %)

Alliages	Si	Mg	Fe	Cu	Cr	Mn	Zn	Ti	V	Al
Base	0.77	1.10	0.13	0.13	0.26	0.10	0.26	0.01	...	Balance
A6061+0.1 wt% V	0.74	1.07	0.15	0.10	0.24	0.03	0.25	0.03	0.09	Balance
A6061+0.1 wt% V	0.69	1	0.11	0.11	0.20	...	0.21	...	0.24	Balance

### 2.2.2 Procédure d'élaboration

L'objectif de l'élaboration est de réaliser deux compositions d'alliage 6061 avec addition de vanadium. Les compositions visées sont 0.1 et 0.2 mass% de vanadium. Les alliages sont élaborés à l'aide d'un four à induction de moyennes fréquences. Le courant alternatif circulant dans un inducteur crée un champ magnétique induit qui crée un courant de Foucault dans la masse métallique. Ainsi, par effet Joule, le métal chauffe jusqu'à la fusion. Afin de procéder à l'élaboration des alliages souhaités, il est nécessaire de dresser un bilan massique de la charge à fusionner (1000g) à l'aide du logiciel de calcul PATP, en tenant compte du pourcentage atomique de chaque élément fixé au départ. La fusion des alliages à élaborer est faite sous air dans un creuset réfractaire en MgO placé à l'intérieur de l'inducteur du four. L'alliage A6061 et le vanadium pur (V) ont été décapé pour éliminer toutes les traces de graisses et de saletés avant de procéder à la fusion de l'alliage souhaité. Après la fusion totale de l'alliage de base A6061 dans le creuset, une masse de 1 gr de V est introduit dans la masse liquide pour la première élaboration et 2 gr pour la deuxième. Le bain

## Matériau et Techniques Expérimentales

liquide de chaque alliage élaboré est maintenu pendant 30 minutes dans le creuset dans le but d'homogénéiser tout le volume de l'alliage.

Avant la coulée de chaque élaboration, la masse liquide a subi un barbotage pour éliminer l'hydrogène qui pourrait être captée par l'aluminium liquide car la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium liquide est très élevée (environ  $1.25 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$  à  $750^\circ\text{C}$  et  $0.69 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$  au liquidus) [146]. Le barbotage a été assuré par l'injection d'argon pur (99.98%) pendant 20 minutes avec un débit de  $0,1 \text{ litre/kg/min}$  au moyen d'une canne en alumine munie d'un embout poreux.

A la fin de l'opération de chaque élaboration, le métal liquide a été coulé par gravité dans un moule métallique refroidi par circulation interne d'eau. Un lingot de forme rectangulaire de dimensions :  $160 \times 60 \times 30 \text{ mm}^3$  a été obtenu pour chaque élaboration. Figure 2.2.



**Figure 2.2:** Dispositif de moulage

Les lingots élaborés ont subi un traitement d'homogénéisation à  $550^\circ\text{C}$  durant 24 heures, suivi d'un refroidissement lent à l'air ambiant. Ce traitement permet de diminuer suffisamment la présence de ségrégation d'éléments d'alliage ainsi que de phases à bas point de fusion et transformer les intermétalliques de fer  $\beta\text{-AlFeSi}$  indésirables en  $\alpha\text{-Al(FeMn)Si}$  moins dommageables [147]. L'alliage ainsi obtenu est considéré comme étant l'état de départ.

### 2.2.3 Laminage

Après l'élaboration par fusion, l'homogénéisation des lingots et l'élimination de la couche superficielle par un surfaçage, Un volume de chaque lingot obtenu est destiné au laminage à chaud, dans une première phase, puis à froid dans un laminoir industriel de marque BOSTON/ CRND équipé d'un moteur électrique de  $50 \text{ HP}/1750 \text{ RPM}$  avec des



## Matériau et Techniques Expérimentales

rouleaux en acier inoxydable de 200 mm de diamètre. Les traitements de mis en solution pour le laminage à chaud ont été réalisés à l'aide d'un four à convection forcée de marque "LINDBERG" (Figure 2.3).

Les paramètres de laminage sont comme suit:

- ✓ Une vitesse de rotation constante des cylindres de 15 m/mn pour le laminage à chaud et à froid.
- ✓ Six passes de réduction d'épaisseur au cours du laminage à chaud avec une réduction proportionnée pour chaque unes des six passes de laminage à 25%.
- ✓ La durée du recuit est tout aussi proportionnée avec le taux de laminage à chaud et qui correspondent respectivement à 60mn, 30mn, 15mn, 15mn, 10 mn et 5 mn.
- ✓ Le laminage à froid est la dernière phase de notre processus, il consiste à ramener les épaisseurs à de  $2\text{ mm}\pm 0.05$ .



**Figure 2.3:** Laminoir industriel utilisé pour tous les opérations de laminage

Les paramètres et les détails concernant la température et les temps de traitement de recuit ainsi que les réductions respectives à chaque unes des passes de laminage à chaud sont rapporté dans le tableau 2.2.

## Matériau et Techniques Expérimentales

**Tableau 2.2:** Paramètre de laminage des lingots

Laminage à chaud : recuit à 500°C							Laminage à froid	
Temps de maintien (mn)	60	30	15	15	10	5	Température ambiante	
Nombre de passe	1	2	3	4	5	6	1	2
Les épaisseurs (mm)	10.10	7.73	6.41	5.18	3.89	2.78	2.07	2.05
Le taux de réduction (%)	25%	25%	25%	25%	25%	25%	20%	

A noter que les contrôles des épaisseurs ont été réalisés à l'aide d'un micromètre numérique de précision de 0.002 mm pour vérifier et quantifier les réductions prévues dans le procédé du laminage.

Après le laminage des lingots élaborés par fusion, nous avons obtenue des tôles de 2 mm d'épaisseur comme présenté dans la figure 2.4.



**Figure 2.4:** Plaques obtenue après le laminage des lingots

### 2.3 Déformation par ARB

Avant de commencer le procédé de laminage par la technique ARB, les tôles ont subi les préparations suivantes :

- Perçage d'un trou à chaque coin de chaque tôle pour permettre la fixation par rivetage,
- Dégraissage des tôles par un mélange d'éthanol et d'acétone (50+50 %),
- Décapage pendant 2 min dans un bain de 50g/l de NaOH à une température de 65°C,
- Blanchissement à 50% de HNO<sub>3</sub> pendant 5 min à l'ambiante,
- Brossage mécanique avec une brosse en inox,

## Matériau et Techniques Expérimentales

---

- Nettoyage dans un bac à ultrason,
- Séchage,
- Contrôle de rugosité.

Les tôles ont ensuite été empilées et riveté pour éviter tout glissement latéral lors du laminage. Elles sont ensuite laminées directement à 50% de réduction avec une vitesse de 8 m/min. Le premier cycle d'ARB est ainsi obtenu. La tôle obtenue est alors découpée en deux morceaux et on procède de la même façon que précédemment pour appliquer les autres cycles en prenant soin de conserver le même sens de laminage pour tous les cycles. Ce processus a été répété six fois.

Pour 50% de réduction d'épaisseur par cycle, les paramètres de laminage pris en charge sont les suivants:

- Le nombre de couche  $N$  pour  $n$  nombre de cycle est donné par :

$$N = 2^n \quad (2.1)$$

- La réduction d'épaisseur totale  $r_t$ :

$$r_t = 1 - 1/2^n \quad (2.2)$$

- La déformation Von Mises

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h_f}{h_i}\right) \quad (2.3)$$

Où  $h_f$  est l'épaisseur de sortie et  $h_i$  est l'épaisseur initial avant déformation

- La vitesse de déformation moyenne  $\dot{\varepsilon}$  est donnée par :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v_r}{L} \ln\left(\frac{h_f}{h_i}\right) \quad (2.4)$$

Où  $v_r$  est la vitesse de surface des rouleaux et  $L$  est donné par la relation suivante :

$$L = \sqrt{R\left(1 + \frac{16(1-v^2)}{\pi E(h_{entrée} - h_{sortie})}\right) P_r (h_{entrée} - h_{sortie})} \quad (2.5)$$

Avec :

- $v$ : Coefficient de poisson,
- $E$ : Module de Young,
- $R$ : Rayon du rouleau,
- $P_r$ : Puissance du laminoir,

### 2.4 Caractérisation microstructurale

#### 2.4.1 Microscopie optique

La préparation métallographique des échantillons consiste à les polir mécaniquement avec des papiers abrasifs en carbure de silicium, du grade 800 jusqu'au grade 4000, puis à la pâte diamantée de 1  $\mu\text{m}$ . Pour mettre en évidence les phases présentes, il faut ensuite réaliser une attaque chimique avec la solution Keller constitué de 2.5 ml d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ), 1.5 ml d'acide chlorhydrique ( $\text{HCl}$ ), 1 ml d'acide fluorhydrique ( $\text{HF}$ ) et 95 ml d'eau ( $\text{H}_2\text{O}$ ) pendant 30 seconde. Toutes les micrographies ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique de marque Carl Zeiss type Axio teck 100, relié à un micro-ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition qui permet le transfert et le traitement des images acquises.

#### 2.4.2 Microscopie électronique à balayage (M.E.B)

L'examen micrographique des précipités et l'analyse physico-chimique des surfaces des échantillons ont été réalisés simultanément à l'aide du microscope électronique à balayage de marque Philips XL30 FEG ESEM, figure 2.5-a, et du microscope de type ZEISS Gemini SEM 300, figure 2.5-b. Les deux microscopes sont couplés à un microanalyseur de rayons X par dispersion d'énergie (EDS).



**Figure 2.5:** Microscopes électroniques à balayages utilisés:  
a) Philips XL30 FEG ESEM, b) ZEISS Gemini SEM 300

#### 2.4.3 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet d'obtenir des informations quantitatives et qualitatives qui permettent d'identifier les différentes phases présentes dans les alliages

## Matériau et Techniques Expérimentales

---

A6061 avec ou sans vanadium, ainsi que leurs structures cristallines, leurs paramètres de mailles, taille des cristallites et même la densité de dislocation.

Les analyses par diffraction des rayons X ont été enregistrés avec un diffractomètre depoudre PHILIPS X'PERT PRO MPD « Multipurpose Powder Diffraction», figure 2.6, équipé d'un goniomètre Bragg-Brentano en mode ( $\theta - \theta$ )de rayon 240 mm, avec une résolution normale de  $0.01^\circ$ , Le diffractomètre est muni d'une source de cuivre émettant des rayons X d'une longueur d'onde  $\text{CuK}\alpha = 1,540598 \text{ \AA}$  avec une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 40 mA.

L'ensemble des spectres de diffraction ont été enregistrés dans un domaine angulaire ( $2\theta$ ) allant de  $20^\circ$  à  $120^\circ$  avec un incrément de  $0.02^\circ$  et un temps d'acquisition de 350 secondes pour chaque incrément.



**Figure 2.6:** Diffractomètre à poudre PHILIPS X'PERT PRO MPD

### 2.4.3.1 Identifications des phases

L'identification des différentes phases est réalisée par comparaison de l'échantillon analysé avec les entrées de la base de données PFD-4 (Powder Diffraction File) version 2018 de l'organisme américain ICDD (International Centre for Data Diffraction) implémentée dans le logiciel X'PertHighScore Plus de PANalytical.

Pour calculer la taille des cristallites, nous avons adopté la méthode de Williamson- Hall.

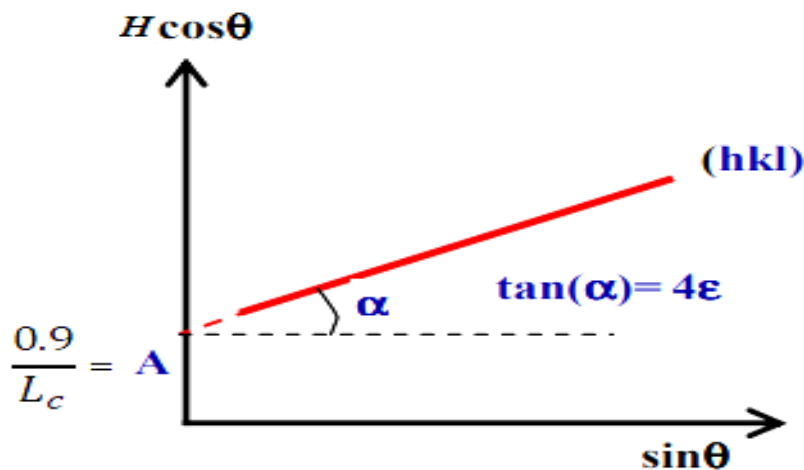
### 2.4.3.2 Taille des cristallites

En 1953, Williamson et Hall ont proposé que l'élargissement total de raie est dû à la somme de l'élargissement dû à la taille et celui dû aux défauts, avec l'hypothèse simplificatrice que toutes les contributions ont un caractère lorentzien [148]. Il en découle l'équation suivante :

$$\frac{H \cos \theta}{\lambda} = \frac{0.9}{L_c} + 4 \varepsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (2.6)$$

Où  $\varepsilon$  est le taux moyen de déformations présents au sein du matériau (dus aux défauts à l'échelle atomique).  $H$  est l'élargissement des raies de diffraction lié au matériau et  $\theta$  est l'angle de Bragg. L'équation (2.6) est donc une équation de droite dont les paramètres sont inconnus. Le tracé de Williamson-Hall consiste en le report des points, de coordonnées connues, sur un graphe. Une régression linéaire des points expérimentaux permet d'obtenir les paramètres de la droite et d'en déduire la valeur de  $L_c$ .

La figure 2.7 présente le diagramme de Williamson-Hall dans le cas d'un échantillon avec micro-contraintes et tailles de cristallites isotropes [149].



**Figure 2.7:** Diagramme de Williamson-Hall/ Cas d'un échantillon avec micro contraintes et tailles de cristallites isotropes [149]

### 2.4.3.3 Densité des dislocations

La formule de Williamson et Smallman [150] nous permet d'évaluer la densité de dislocations dans notre alliage. Pour un nombre de dislocations  $n$  dans un domaine et une taille moyenne des cristallites  $D$ , la densité de dislocations  $\rho$  peut être estimée par:

$$\rho = \frac{n}{D^2} \quad (2.7)$$

On obtient la limite inférieure de la densité de dislocations en prenant  $n = 1$ .

### 2.5 Caractérisation mécanique

#### 2.5.1 Essai de traction

Il s'agit d'un des essais les plus pratiqués, permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux (la limite élastique ( $R_{0.2\%}$ ), la résistance à la traction ( $R_m$ ) et l'allongement  $A$  (%)). L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un champ de contrainte uniforme uni-axial de traction jusqu'à la rupture.

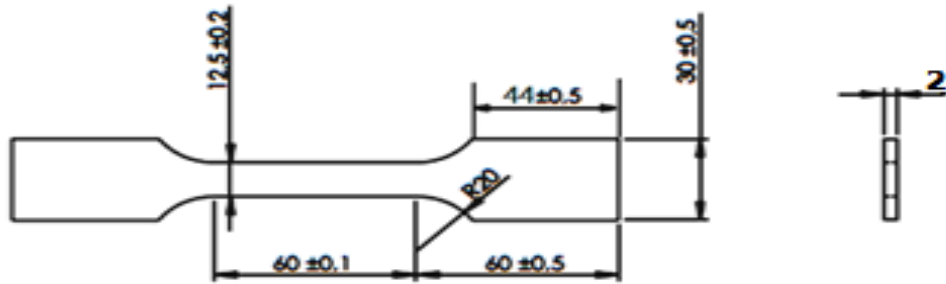
On impose en général une déformation croissante à une éprouvette de longueur utile initiale  $L_0$  et on enregistre simultanément l'effort appliqué  $F$  et l'allongement résultant ( $L-L_0$ ).

Les éprouvettes ont été réalisées par une machine d'électroérosion par fil, où le fil conducteur animé d'un mouvement plan et angulaire découpe le matériau suivant le dessin technique de l'éprouvette de traction suivant la norme ASTM-E8 [151], et qui sera donné en détail dans la partie annexe.

Les essais de traction ont été effectués dans la direction du laminage. Les tests ont été réalisés au moyen d'une machine de traction de marque MTS Criterion Model 45 équipée d'un capteur de force de 100 KN (Figure 2.8). Les tests ont été réalisés sur des éprouvettes plates, figure 2.9, à la température ambiante avec une vitesse de déformation constante 1.2 mm/min.



**Figure 2.8:** Dispositif de traction



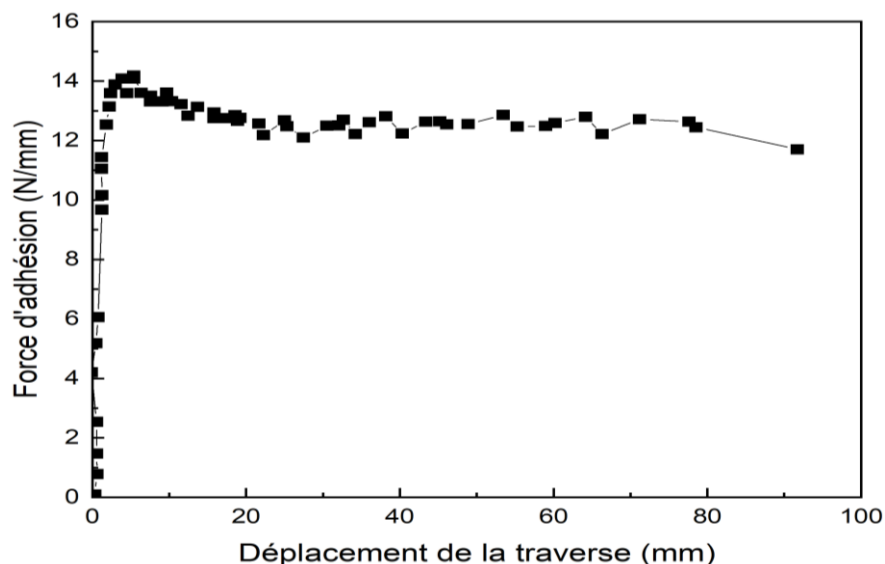
**Figure 2.9:** Géométrie des éprouvettes utilisées en traction

### 2.5.2 Essai de pelage

Afin de caractériser la force de cohésion entre deux lames après un colaminage, il faut réussir à les délaminer en évitant que celles-ci se plastifient ou rompent individuellement. Ces essais sont dits de pelage ou peeling [152].

Pour notre étude, le T-peeling a été choisi car il ne demande pas de dispositif particulier sur la machine de traction. Les éprouvettes sont les mêmes que précédemment mais le colaminage est interrompu pour qu'il n'y ait pas d'adhésion à l'arrière des échantillons. Les deux parties non solidarisées sont alors pliées dans un étai. La vitesse de déformation du pelage est la même que pour les essais de traction

La courbe de pelage présente en générale un pic puis un plateau (Figure 2.10).



**Figure 2.10:** Force d'adhésion en fonction du déplacement de la traverse pour l'alliage A6061+ 0.2%wt V après un cycle de l'ARB à 500°C.



### 2.5.3 Micro-dureté Vickers

Les mesures de micro-dureté Vickers ont été réalisées par un micro-duromètre semi-automatique de marque MHT-10, dont la détermination des valeurs de dureté est déduite à partir de la relation (2.8), selon la norme ISO 6507-1[153].

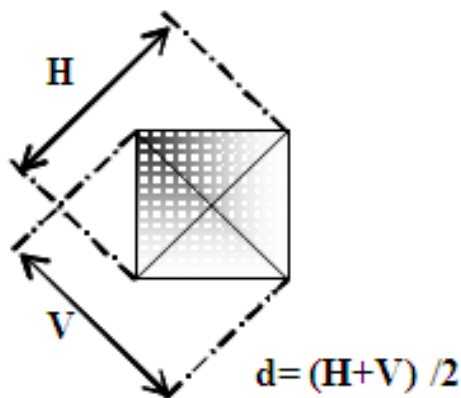
$$Hv (N/mm^2) = 2 \sin\left(\frac{X}{2}\right) \cdot \frac{P}{d^2} = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2} \quad (2.8)$$

Avec :

$X$  : Angle au sommet de la pyramide ( $X=136^\circ$ );

$P$  : la charge en grammes;

$d$  : la valeur moyenne de la diagonale de l'empreinte en microns (Figure 2.11-a)



**Figure 2.11:** Mesure de la micro-dureté Vickers :

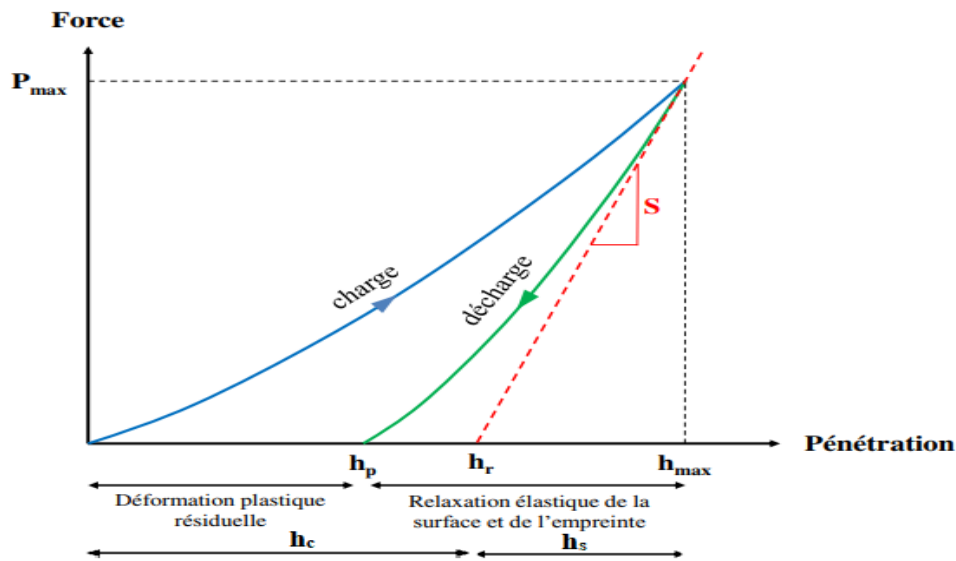
a) Principe de mesure de l'empreinte, b) Dispositif de mesure de la micro-dureté Vickers

Les empreintes ont été induites par une charge  $F$  de 100 gf avec un temps de 20 secondes. Chaque valeur rapportée sur les courbes de micro-dureté représente la moyenne de dix mesures.

### 2.5.4 Nano-indentation

La nano-indentation est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux. Elle consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans le matériau dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques. Durant le test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe.

Ces deux paramètres sont continuellement mesurés lors d'une phase de charge et d'une phase de décharge. Le résultat est une courbe ( $P - h$ ) charge-déplacement (figure 2.12) [154]



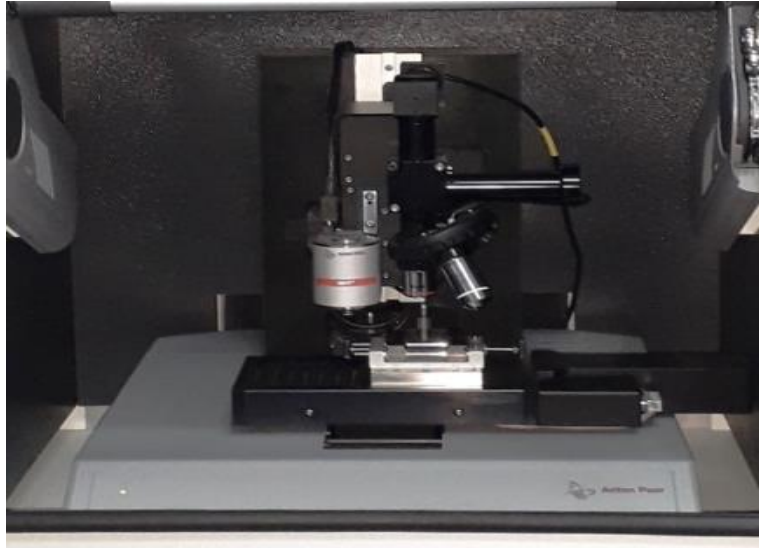
**Figure 2.12:** Exemple d'une courbe charge-déplacement ( $P-h$ ) [154]

Les essais de nano-indentation dans cette étude ont été réalisés avec l'appareillage Anton Paar MHT<sup>3</sup> (Figure 2.13) utilisant une pointe Berkovich en diamant (géométrie pyramidale à base triangulaire). Par défaut, il permet l'utilisation d'une gamme de charge comprise entre 0.1 mN et 500 mN, avec une résolution de 50 nN.

Pour la réalisation des profils d'indentation, nous avons utilisé les paramètres suivants en mode «Quick Matrix». Ce mode nous a permis de mesurer une série de 200 mesures par heure:

- Vitesse d'approche : 2000 nm/min.
- Temps de charge et de décharge : 30s.
- Incrément de charge linéaire.
- Pente au contact : 80%.

L'Anton Paar MHT3 est doté d'un microscope optique permettant de sélectionner la zone à indenter. Une table motorisée X-Y avec une précision de repositionnement de  $1\mu\text{m}$  permet de programmer des réseaux complexes d'indentation.

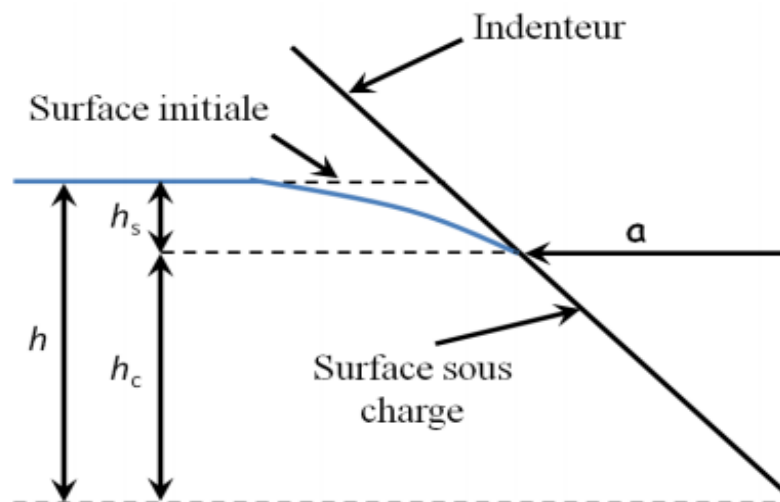


**Figure 2.13:** Nano-indenteur Tester (NHT<sup>3</sup>)

Le module d'élasticité (Young) ( $E$ ) et la dureté ( $H$ ) ont été déterminés à partir de la phase de décharge de la courbe de nanoindentation ( $P - h$ ) en employant le modèle développé par Oliver et Pharr [155-156].

Comme illustrée sur la figure 2.14, Oliver et Pharr supposent que la pénétration de l'indenteur  $h$  comprend la hauteur de contact  $h_c$ , entre l'indenteur et l'échantillon, et d'autre part, l'enfoncement  $h_s$  causé par la déflexion élastique à l'extérieur du contact [157] :

$$h = h_c + h_s \quad (2.9)$$



**Figure 2.14 :** Représentation schématique de la hauteur de contact selon Oliver et Pharr pour un indenteur parfaitement pointu [155-157].

Oliver et Pharr utilisent les équations de Sneddon [157] pour calculer l'enfoncement  $h_s$ . Dans le cas d'un indenteur conique, ils obtiennent l'équation suivante :

## Matériau et Techniques Expérimentales

---

$$h_s = \frac{\pi-2}{\pi} (h - h_r) \quad (2.10)$$

De plus, l'expression de la courbe force-pénétration pour un indenteur conique indentant un milieu élastique permet d'obtenir l'expression suivante :

$$h - h_r = 2 \frac{P}{S} \quad (2.11)$$

Avec  $S$  est la raideur de contact, peut être calculée à partir de la pente de la tangente de la courbe de décharge à la profondeur maximale

En combinant les équations (2.10) et (2.11), nous obtenons l'expression suivante :

$$h_s = \frac{2(\pi-2)P}{\pi S} \quad (2.12)$$

En remplaçant  $h_s$  obtenu avec l'équation (2.12) dans l'équation (2.9) nous obtenons l'expression de la hauteur de contact d'après Oliver et Pharr :

$$h_c = h - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (2.13)$$

Où  $\varepsilon = 2(\pi - 2) / \pi = 0.727$  est une constante obtenue par la théorie du contact élastique. Cette relation donne de bons résultats pour des matériaux très élastiques. En revanche pour des matériaux très plastiques, ou dans le cas de couches minces, un bourrelet d'écoulement plastique peut se former autour de l'indenteur, entraînant un accroissement de la hauteur de contact qui peut, dans certains cas, être supérieure au déplacement. Or dans l'équation (2.13),  $h_c$  ne peut pas être supérieur à  $h$ , donc ce modèle donnera des résultats moins précis sur des matériaux pour lesquels il se forme un bourrelet au cours de l'indentation. Pour relier la hauteur de contact  $h_c$  à l'aire de contact projetée, Oliver et Pharr proposent d'utiliser une fonction d'aire pour tenir compte de l'imperfection géométrique à l'extrémité de la pointe. La relation est la suivante [155-157]:

$$A_c = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} \dots \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (2.14)$$

Avec  $C_0$  représentant la relation géométrique simple entre  $A_c$  et  $h_c$  et  $C_{1...8}$  des coefficients pour tenir compte de l'imperfection de l'extrémité de la pointe.

Pour déterminer ces coefficients, un essai de nano-indentation est réalisé sur un matériau homogène dont on connaît exactement le module d'élasticité (la silice en général),

## Matériau et Techniques Expérimentales

---

puis les coefficients sont calculés pour que le module d'élasticité calculé soit constant dès le contact.

Le module d'élasticité de l'échantillon  $E$  d'après Oliver et Pharr peut être déterminé en découplant les déformations de l'indenteur et de l'échantillon [155-156]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (2.15)$$

Où  $\nu_i$ ,  $\nu$ ,  $E_i$  et  $E$  sont le coefficient de Poisson de l'indenteur et de l'échantillon et le module de Young de l'indenteur et de l'échantillon respectivement.

$E_r$  est le module élastique réduit qui explique le fait que la déformation élastique se produit à la fois dans l'échantillon testé et dans l'indenteur :

$$E_r = \frac{S}{2\beta} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad (2.16)$$

Avec  $\beta$  une constante géométrique qui dépend de la forme de l'indenteur ( $\beta = 1.034$  pour un indenteur de Berkovich)

La dureté  $H$  est exprimée par le rapport entre la charge maximale  $P_m$  et l'aire de contact  $A_c$  :

$$H = \frac{P_m}{A_c} \quad (2.17)$$

### 2.6 Conclusion

Les différentes techniques de caractérisation présentées dans ce chapitre nous ont permis de collecter un ensemble de résultats intéressants qui seront présentés et discutés en détails dans les deux chapitres suivants. A noter que les équipements employés sont répartis sur plusieurs sites : CRND, CRNB, CRNA, CRTI, ENP, EMP et l'université Saad Dahleb de Blida.

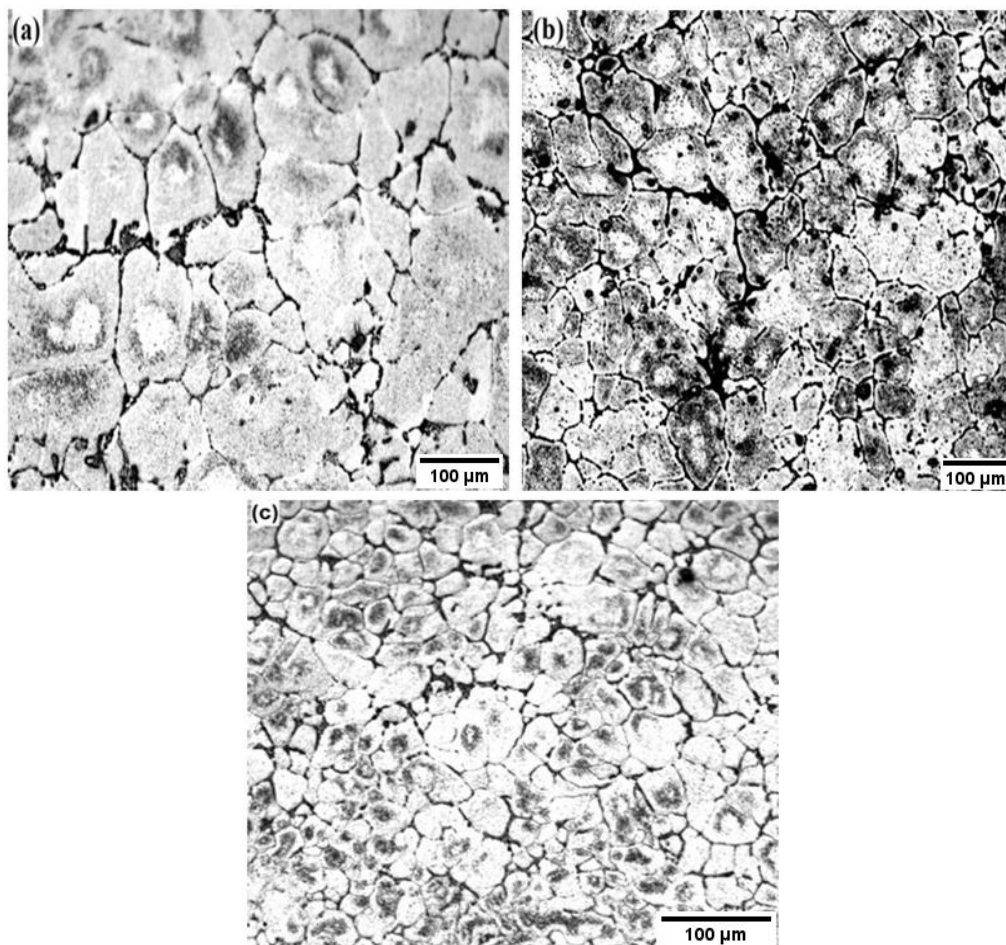
**Chapitre 3:**  
**Étude structurale et mécanique de l'alliage**  
**A6061 + wt% V**

## 3.1 Introduction

Avant d'étudier en détails le comportement des alliages élaborés et déformé par ARB, une caractérisation des états métallurgiques de nos alliages dans le but de mettre en évidence l'effet de l'ajout du vanadium sur les microstructures et les propriétés mécaniques a été réalisée. Dans cette partie de nos recherches, l'étude concerne le matériau dans l'état de départ qui consiste en une homogénéisation pendant 24 h à 560°C suivi d'un refroidissement lent. A cet effet, les différents alliages élaborés avec et sans l'ajout de vanadium ont été observés et analysés par métallographie qualitative et quantitative sous microscopie optique et électronique et la diffraction des RX. De même, les propriétés mécaniques ont été évaluées à l'aide de tests de traction et de dureté et micro-dureté.

## 3.2 Microstructures à l'état brut de coulé et homogénéisé

Les Figures 3.1-a, b et c donnent les observations métallographiques réalisées en MO des alliages sans et avec l'ajout du vanadium à l'état brut de coulé, respectivement.



**Figure 3.1:**Microstructures des différents alliages à l'état brute de coulée : a) A6061, b) A6061 + 0,1 wt% V et c) A6061 + 0,2 wt% V

## Étude Structurale et Mécanique de L'alliage A6061 + wt% V

---

Il est clair que les trois alliages avec et sans ajout de vanadium possèdent une microstructure dendritique grossière issue de la coulée. La taille moyenne des grains de l'alliage A6061 est d'environ 87  $\mu\text{m}$  (Figure 3.1-a).

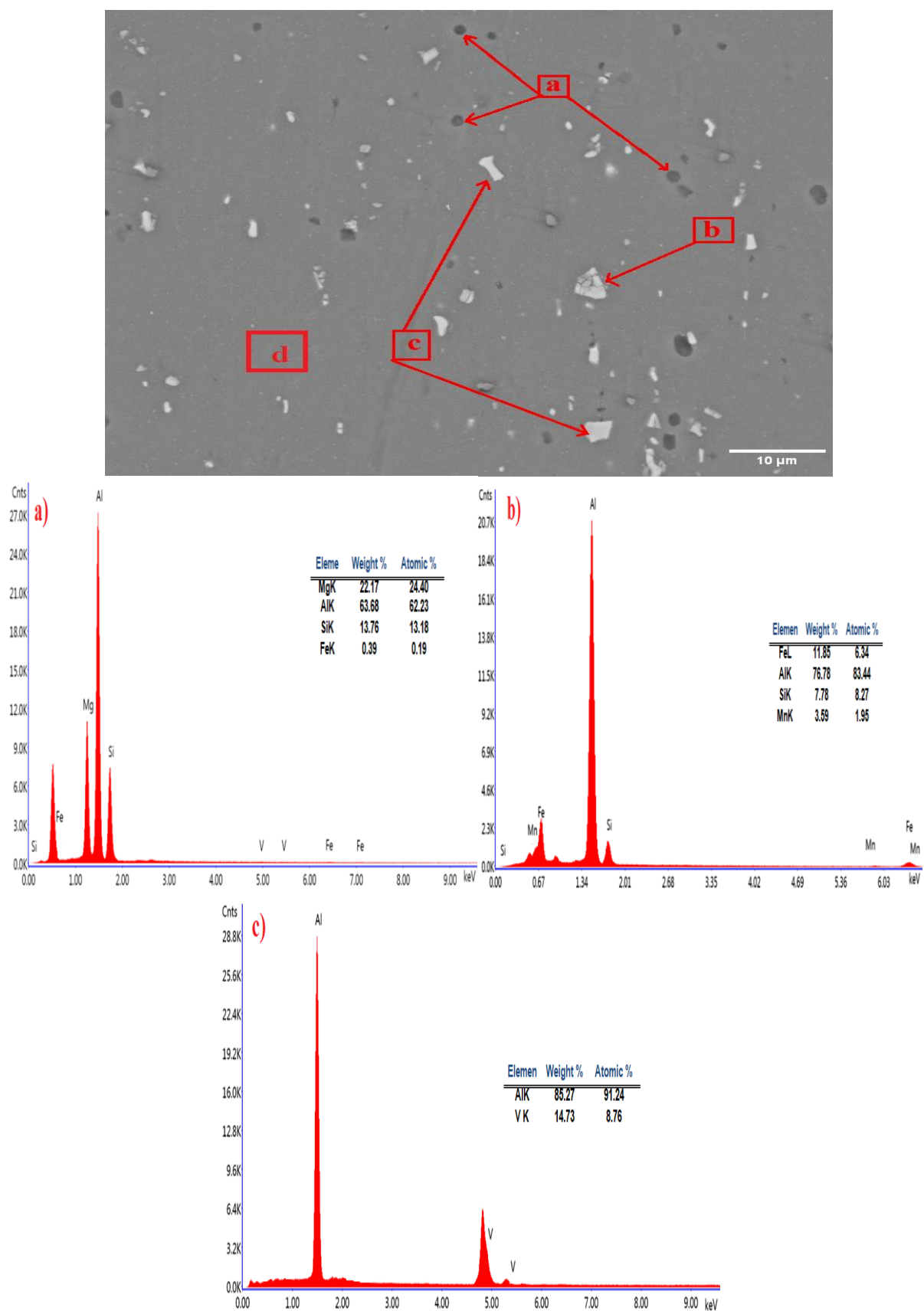
En outre, la taille moyenne des grains pour les alliages contenant 0,1 wt% et 0,2 wt% de vanadium est d'environ 60 et 48, respectivement (Figure 3.1-b et 3.1-c). Ceci suggère que l'addition de vanadium affine légèrement la taille des grains. En plus des grains de la matrice d'aluminium ( $\alpha\text{-Al}$ ), la microstructure des trois alliages est caractérisée par la présence de zone eutectique riche en silicium et des particules noires en  $\text{Mg}_2\text{Si}$  réparties le long des joints de grains et au sein de la matrice d'aluminium.

Plusieurs analyses qualitatives et quantitatives sur MEB couplées à EDS ont été effectuées sur l'alliage A6061+0.2 wt% V homogénéisé à 560°C pendant 24h. Ces analyses ont été réalisées sur des échantillons non attaqués chimiquement afin de pouvoir identifier les différentes phases intermétalliques présentes dans ce matériau.

Les observations MEB (Figure 3.2) couplées aux analyses EDS (Tableau 3.1) mettent en évidence trois types de particules intermétalliques grossières :

- Les précipités noirs  $\text{Mg}_2\text{Si}$  de morphologie globulaire avec une taille qui varie entre 2 et 5  $\mu\text{m}$  (Figure 3.2-a). Ils sont distribués de façon homogène par rapport aux autres particules.
- Les intermétalliques du Fer Al-Fe-Si-Mn aux formes plus irrégulières et dont la longueur peut atteindre 15  $\mu\text{m}$  sont également observées (Figure 3.2-b). Ce type de particules occupe environ 1,8 % de la surface totale de l'alliage. La stœchiométrie exacte de ces intermétalliques n'a pas été déterminée puisque qu'elle diffère selon la particule analysée.
- Les particules Al-V avec une forme de plaque grossière, de taille moyenne de 3  $\mu\text{m}$ . La stœchiométrie de cette phase est  $\text{Al}_{10}\text{V}$  selon les analyses EDS effectuées (Figure 3.2-c). Cette phase dépend largement de la vitesse de solidification. Selon le diagramme de phase binaire Al-V, la phase  $\text{Al}_3\text{V}$  se forme en premier à 1100° C. Lorsque la solidification est effectuée à une vitesse de refroidissement très lente, la phase  $\text{Al}_3\text{V}$  se transforme en  $\text{Al}_6\text{V}$  à 736 °C, ensuite à 688°C la  $\text{Al}_6\text{V}$  se transforme en phase  $\text{Al}_7\text{V}$  puis en  $\text{Al}_{10}\text{V}$  à 670° C. La phase  $\text{Al}_{10}\text{V}$  est la phase stable à l'état solide en raison de la faible vitesse de refroidissement et l'absence de transformation de phase en dessous de 660 C.





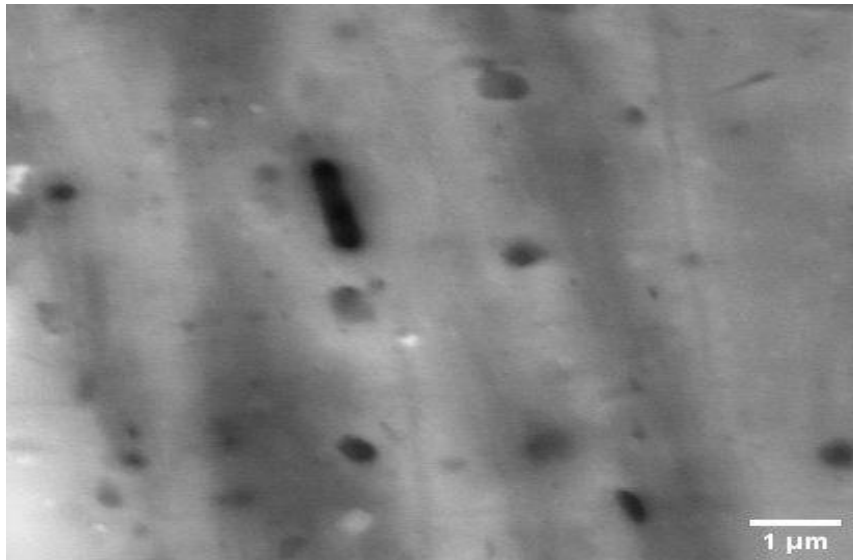
**Figure 3.2:** Micrographie MEB de l'alliage A6061+0.2 wt% V à l'état homogénéisé et les spectres EDS pour les particules a)  $Mg_2Si$ , b)  $Al(FeMn)Si$  et c)  $Al_{10}V$

## Étude Structurale et Mécanique de L'alliage A6061 + wt% V

**Tableau 3.1:** Résultats de l'analyse EDS (at.%) correspondant aux différents types de particules intermétalliques identifiées dans la figure 3.2

Alliage	Phases	Mg	Si	Mn	Fe	V	Al
A6061+	Mg <sub>2</sub> Si	24.40	13.18	-	0.19	-	62.23
0.2	Al(FeMn)Si	-	8.27	1.95	6.34	-	83.44
wt% V	Al <sub>10</sub> V	-	-	-	-	8.76	91.24

Hormis les particules intermétalliques grossières, on distingue également dans toute la matrice d'aluminium des précipités sous forme de plaquettes ou baguettes dont la taille varie entre 100 nm et 1 µm (Figure 3.3). Ces précipités sont distribués d'une façon homogène. En raison de leur taille nanométrique l'analyse EDS n'est pas fiable mais selon plusieurs études de [159], ces précipités sont sous la stœchiométrie Mg<sub>2</sub>Si.



**Figure 3.3:** Micrographie MEB de la zone (d) agrandie

L'analyse par DRX a été utilisée pour assurer la fiabilité des résultats d'identification de phases basée sur l'étude métallographique. Les résultats de l'analyse par DRX pour les trois nuances d'alliage d'aluminium sont présentés à la figure 3.4. La matrice d'aluminium cubique à faces centrées est la phase majoritaire pour les différents matériaux. Les analyses par DRX ont révélé la présence des phases Mg<sub>2</sub>Si et AlFeSi dans les trois alliages étudiés. Alors que les alliages contenant du vanadium sont identifiés par la présence de la phase Al<sub>20.5</sub>V<sub>2</sub> (Al<sub>10</sub>V).

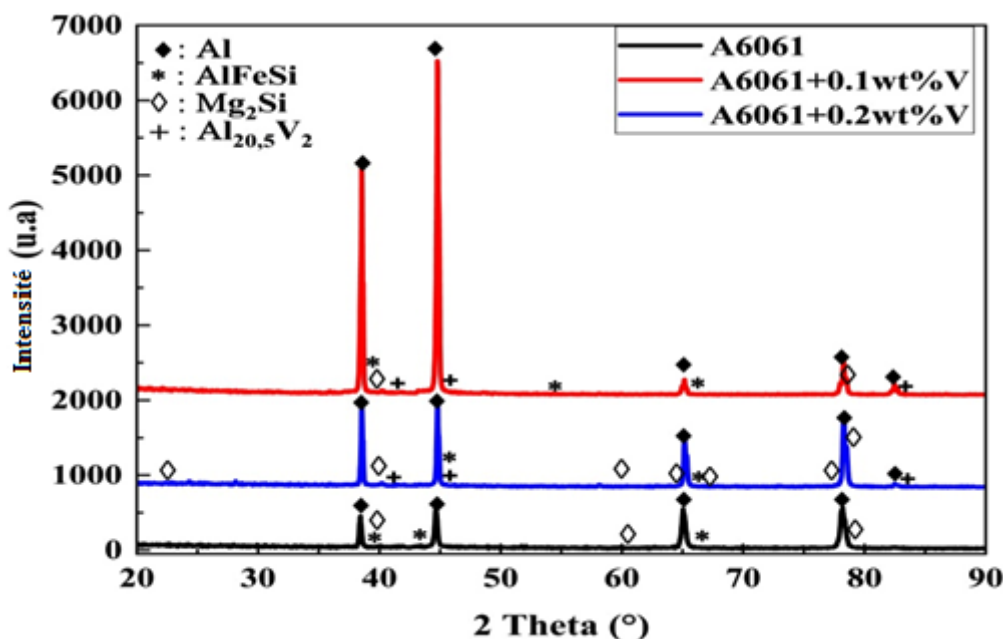


Figure 3.4: Spectres DRX de A6061, A6061 +0,1 wt% V et A6061 +0,2 wt% V

### 3.3 Effet du temps et de la température de revenu

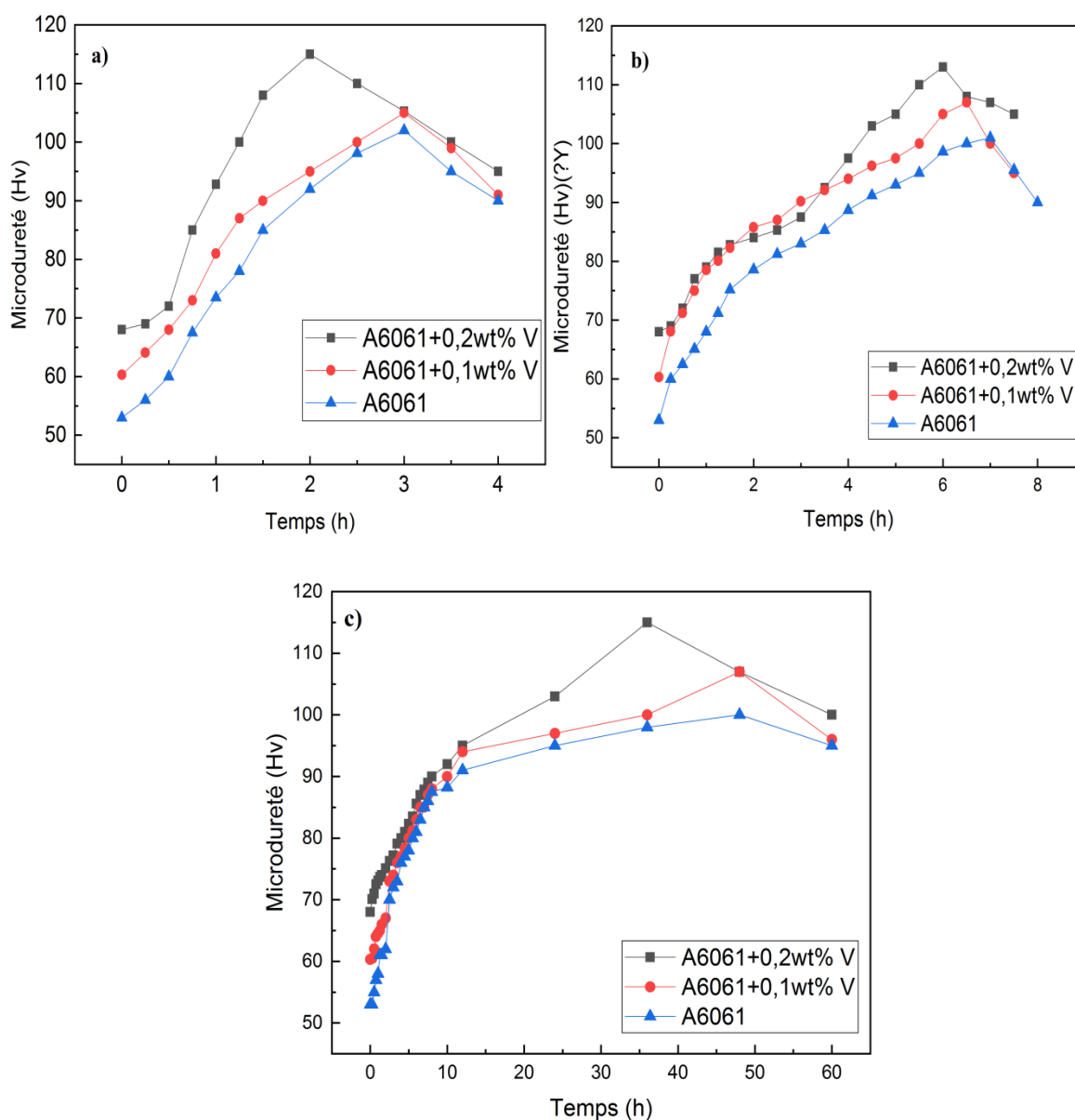
Dans cette étude, les alliages de base sont portés aux températures de 160,180 et 200 °C respectivement pendant des durées variables. Les propriétés de l'alliage est suivi à l'aide de mesure de micro-dureté. Afin d'avoir des mesures représentatives, chaque valeur est la moyenne de huit mesures. La Figure 3.5 illustre l'évolution de la micro-dureté en fonction du temps de maintien pour les trois alliages d'aluminium A6061 avec ou sans l'ajout de V. Il apparait clairement que les trois alliages présentent un profil similaire quelle que soit la température de revenu choisi entre 160 et 200 °C. Il est donc évident que les trois alliages possèdent un profil de micro-dureté semblable peu importe la température de revenu sélectionnée. Pour chacune des trois températures, la micro-dureté augmente de façon continue avec le temps de revenu jusqu'à ce qu'elle atteigne sa valeur maximale, puis elle décroît.

Selon les études de [160] l'augmentation de la micro-dureté est provoquée par la précipitation de la phase  $\beta''$ . Une fois la phase  $\beta''$  bêta devient dominante dans la microstructure, la micro-dureté atteint sa valeur maximale. Quant à la baisse de micro-dureté, elle est sans doute liée à la transformation de la phase  $\beta''$  en phases  $\beta'$  semi-cohérentes et  $\beta$  cohérentes.

Les courbes de la figure 3.5 montrent clairement que l'alliage de base A6061 et l'alliage A6061 avec ajout de 0.1% en poids de V présentent un maximum de micro-dureté presque

## Étude Structurale et Mécanique de L'alliage A6061 + wt% V

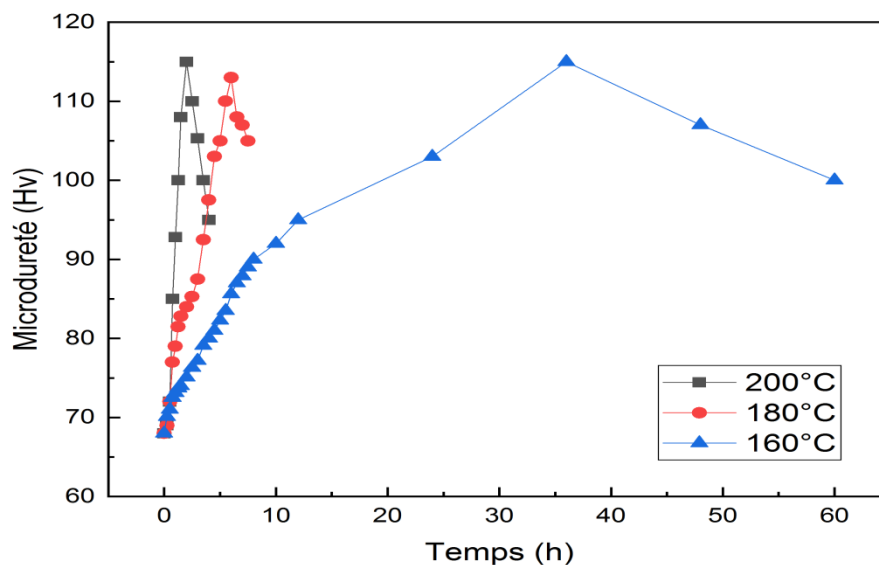
identique entre 100 et 105Hv. Tandis que l'alliage contenant 0.2% en poids de V montre des valeurs de micro-dureté plus importantes que les deux autres alliages. On note aussi que le maximum de micro-dureté est atteint par l'alliage A6061+ 0.2wt% V après une durée de maintien 2h à 200°C ; une durée plus réduite que l'alliage de base (8h). Cela suggère que l'alliage contenant V avait une cinétique de précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  accélérée par rapport à l'alliage de base. Ces résultats sont en accord avec plusieurs études [161-163]. Matsuda et al. [162] et Muruyana et al. [163] ont rapporté que les éléments (Si et V) agissent en coopération afin d'accélérer la cinétique de précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  et par conséquent la dureté maximale de l'alliage contenant du Vanadium doit être obtenue pour des périodes de vieillissement plus courtes.



**Figure 3.5:** Micro-dureté en fonction du temps de l'alliage A6061 avec et sans vanadium après :a) un revenu de 200°C, b) un revenu de 180°C et c) un revenu de 160°C.

## Étude Structurale et Mécanique de L'alliage A6061 + wt% V

La Figure 3.6 montre l'évolution de la micro-dureté au cours du revenu à différentes températures pour l'alliage contenant 0.2% en poids de vanadium. Il est évident que les courbes de micro-dureté se comportent de la même façon. Cela suggère que le mécanisme de précipitation de la phase durcissant  $\beta''$  est le même pour toutes les températures étudiées. Il convient aussi de noter que le niveau maximum de micro-dureté est obtenu après un revenu à une température de 200 °C et un temps de maintien de 2h. Il est par conséquent possible de considérer la température de 200°C comme la température optimale pour le durcissement thermique de l'alliage contenant 0.2% en poids V.



**Figure 3.6:** Évolution de la micro-dureté de l'alliage A6061+0.2wt% V pour des différentes températures de revenu

### 3.4 Cinétique de précipitation de la phase $\beta''$ en conditions isothermes

Afin d'évaluer la fraction transformée de la phase  $\beta''$  en fonction du temps de revenu, nous avons appliqué la méthode indirecte basée sur les mesures de micro-dureté. Cette méthode est généralement appliquée aux alliages à durcissement structural pour déterminer les conditions optimales (temps-température) du durcissement. Pour cela, la fraction transformée maximale est reliée à la micro-dureté maximale atteinte et la fraction transformée ( $t$ ) qui apparaît durant le revenu à l'instant ( $t$ ) peut s'écrire [164]:

$$y(t) = \frac{Hv(t) - Hv_{AsQ}}{Hv_m - Hv_{AsQ}} \quad (3.1)$$

Avec:

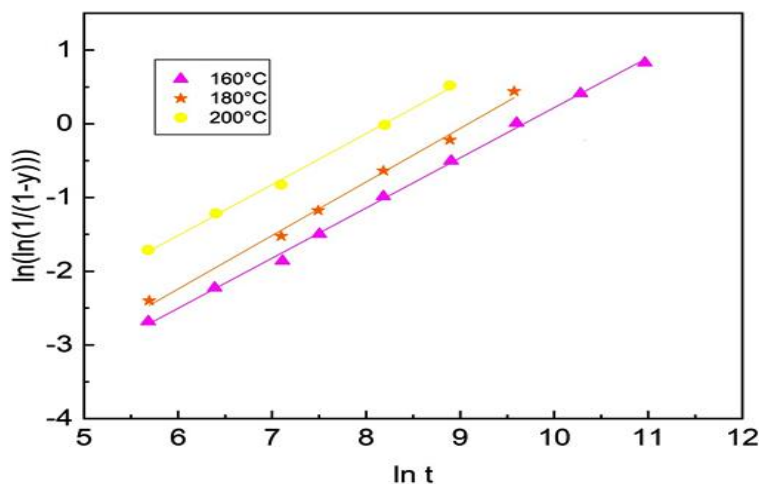
$$\left\{ \begin{array}{l} Hv_{AsQ} : \text{est la valeur de la micro-dureté à l'état trempé } (t = 0). \\ t : \text{est la valeur de la micro-dureté à l'état revenu à un instant } t. \\ Hv_m : \text{est la valeur de la micro-dureté maximale} \end{array} \right.$$

## Étude Structurale et Mécanique de L'alliage A6061 + wt% V

Le modèle JMA [165] nous permet de tracer les variations de  $\ln [\ln (1/(1-y))]$  en fonction de  $(\ln t)$  pour toutes les températures de revenu examinées et les résultats sont présentés sur la figure 3.7.

La forme générale de l'équation JMA peut être aussi écrite sous la forme :

$$\ln[-\ln(1-y)] = n \ln t + n \ln k \quad (3.1)$$



**Figure 3.7:** Application du modèle de JMA pour les différentes températures de revenu pour l'alliage A6061+0.2wt%V

Les courbes montrent que les résultats expérimentaux sont en bon accord avec la droite théorique de régression du modèle. Cela conduit à conclure que le modèle JMA décrit adéquatement la cinétique de précipitation de la phase  $\beta''$ .

Le Tableau 3.2 récapitule l'ensemble des valeurs de  $(n)$  et  $(K)$  obtenues pour les différentes températures étudiées.

**Tableau 3.02:** Paramètres de cinétique isotherme de la phase  $\beta''$  pour différentes températures de revenu

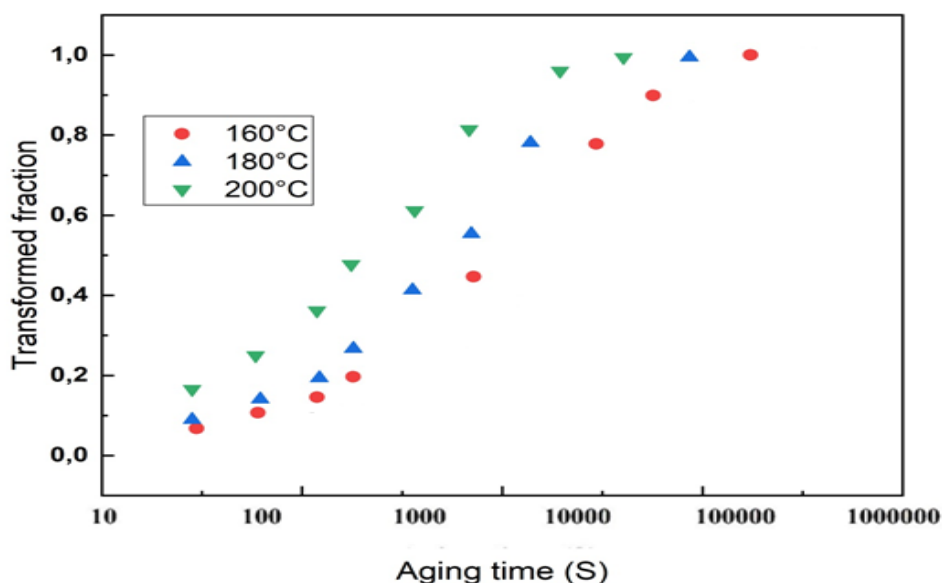
T°C	160	180	200
<b>n</b>	0.68	0.72	0.69
<b>K(* 10<sup>-5</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	5.03	11.89	17.76

Il apparaît clairement que l'exposant d'Avrami ( $n$ ) est indépendant de la température de revenu avec une valeur moyenne de  $n = 0.70 \pm 0.02$ .

D'autre part, la constante de vitesse ( $K$ ) a une tendance d'augmenter avec la température de revenu, ce qui signifie que la cinétique de précipitation de la phase  $\beta''$  est accélérée par l'augmentation de la température de revenu.

La Figure 3.8 compare, l'évolution des fractions transformées calculée à partir du modèle de JMA en fonction du temps de maintien pour l'ensemble des températures étudiées. On constate sur la figure que les courbes des fractions transformées sont décalées vers les temps de maintien plus courts à mesure que la température augmente, Ceci peut-être dû au fait

que la diffusion des atomes qui constituent la phase  $\beta''$  est un mécanisme thermiquement activé.



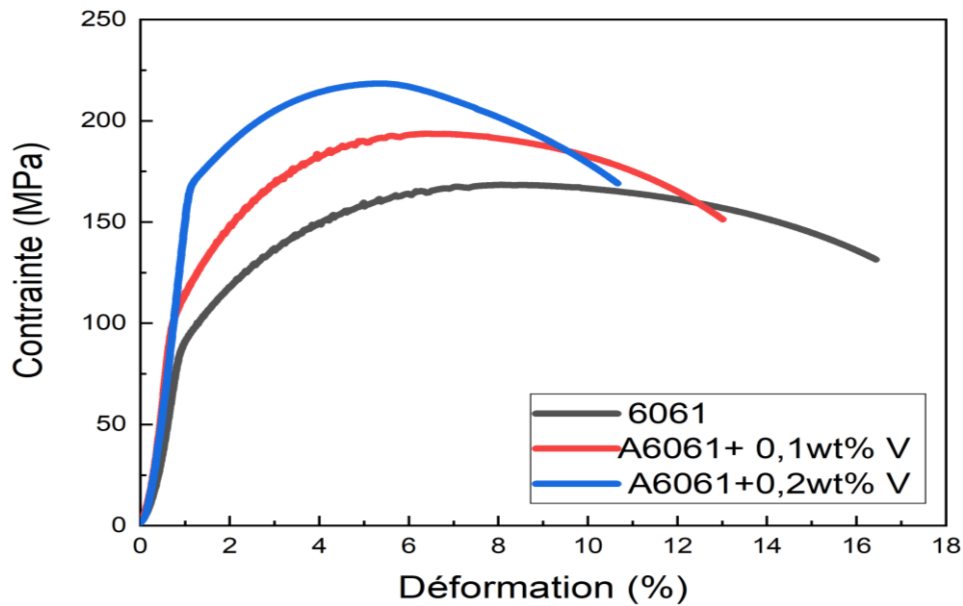
**Figure 3.8:** Évolution des fractions transformées pour l'alliage A6061+0.2wt%V en fonction du temps pour les différentes températures de revenu

### 3.5 Évolution des propriétés de traction des alliages durcis

La courbe contrainte-déformation des différents alliages d'aluminium avec et sans ajout de vanadium traité thermique à 200°C pendant 2 heures est présentée sur la figure 3.9. Évidemment, l'alliage d'aluminium A6061 avec 0.2% en poids de vanadium a la plus grande résistance à la traction d'environ 220 MPa par rapport aux autres alliages, une limite élastique de 170 MPa et un allongement proche de 10%.

La différence constatée entre les deux alliages A6061 contenant du vanadium d'une part et l'alliage de base A6061 d'autre part s'explique par le fait que le vanadium accélère la cinétique de précipitation de la phase  $\beta'$  ( $Mg_2Si$ ) dans la matrice d'aluminium.

Ces précipités sont considérés comme des éléments créant des champs de contraintes qui interagissent avec les champs des contraintes des dislocations et donc elles vont produire une augmentation des propriétés mécaniques [166]. De plus le vanadium d'après certains travaux [167] et comme il est montré au §3.2, aide à réduire la taille des grains ce qui est traduit par l'amélioration de la limite élastique et la résistance à la traction selon la relation de Hall-Petch[131].



**Figure 3.09:** Courbe de traction pour les trois alliages après un traitement de revenu à 200°C pendant 2 heures

### 3.6 Conclusion

L'analyse détaillée des résultats de cette partie de la thèse nous permet de tirer les conclusions ci-dessous.:

- L'analyse microstructurale réalisée a montré que l'ajout de vanadium engendre un léger raffinement des grains.
- L'évaluation de la cinétique de micro-dureté en fonction du temps de revenu a montré que le niveau maximum de micro-dureté est obtenu après un revenu à 200°C pendant 2 heures de maintien.
- L'évaluation des caractéristiques mécaniques indique que l'addition de vanadium a amélioré la limite d'élasticité et la résistance mécanique des alliages développés.



**Chapitre 4 :**  
**Comportement de l'alliage A6061+wt%V**  
**déformé par ARB**

# Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

## 4.1 Introduction

Ce chapitre propose d'étudier le comportement mécanique de l'alliage A6061 modifié par l'ajout du vanadium et sévèrement déformé par la technique ARB. Dans un premier temps, nous avons optimisé les paramètres influents qui contribuent dans le processus physique de la cohésion des tôles déformées par ARB. Une analyse microstructurale du produit décrivant les morphologies issues de la déformation est ensuite donnée. Enfin, les performances mécaniques issues du traitement par ARB sont exposées et discutées.

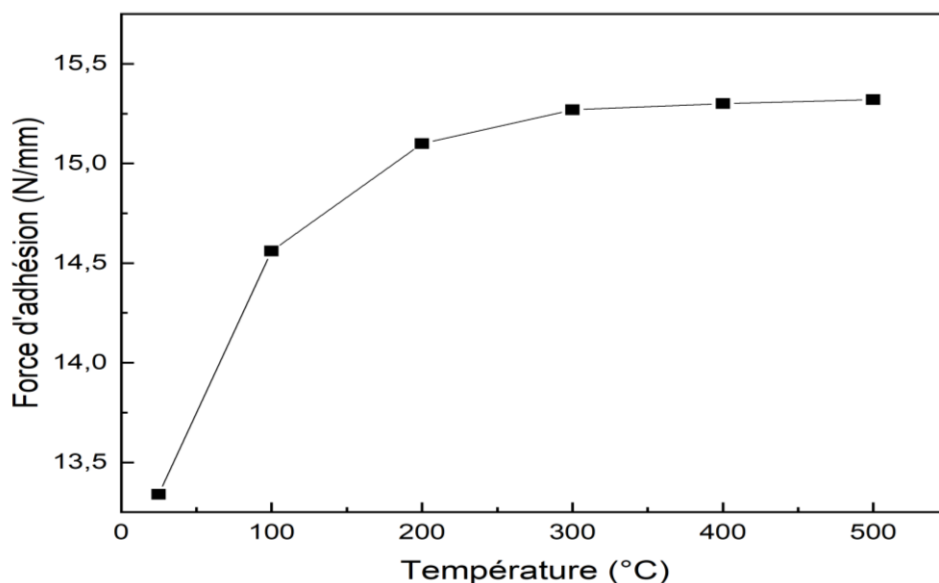
## 4.2 Optimisation des paramètres de déformation par ARB

Afin d'optimiser les paramètres de déformation sévère par ARB de notre alliage, nous nous sommes intéressés aux facteurs qui influent directement sur la qualité de l'adhésion. Parmi les paramètres qui contribuent et renforcent la qualité de la cohésion des tôles, nous avons pris en considération l'effet de la température et le temps de maintien, l'épaisseur de la tôle, l'état de surface et la vitesse des rouleaux.

### 4.2.1 Effet de la température et le temps de maintien

L'estimation de la force de cohésion entre deux lames de notre alliage après un cycle d'ARB est effectuée avec des tests de pelage en T. Pour interpréter les résultats obtenus, la valeur de  $F_{max}$  est prise en considération au niveau du premier pic de la courbe rapportée à la largeur de l'éprouvette et s'exprime donc en (N/mm) [168].

La figure 4.1 présente la variation de la force d'adhésion en fonction de la température de recuit pendant 45 min.



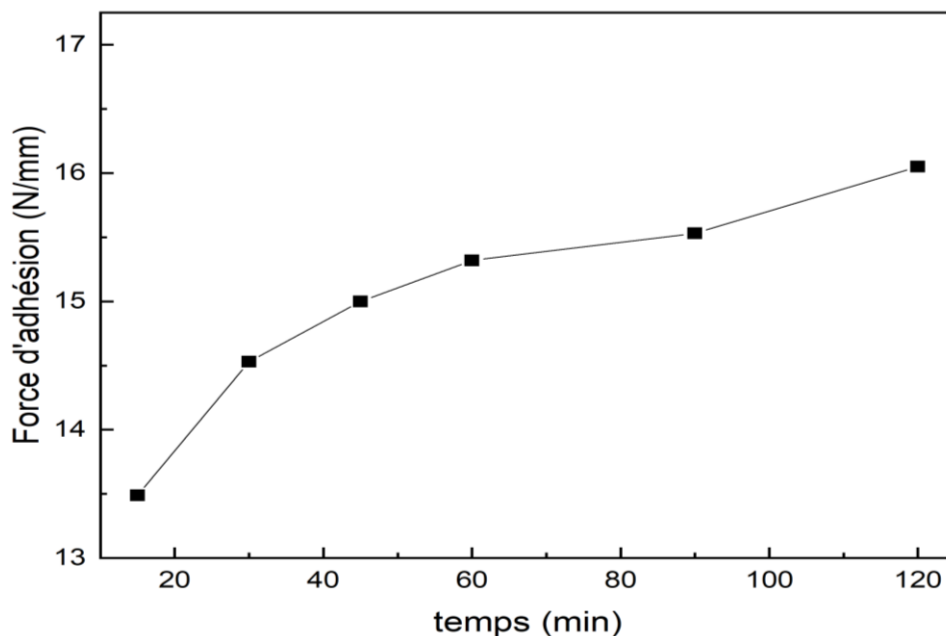
**Figure 4.1:** Variation de la force d'adhésion en fonction de la température

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

Nous avons remarqué que les valeurs de la force de cohésion sont très proches. La force d'adhésion entre les deux lames augmente légèrement depuis l'ambiante (25°C) jusqu'à 200°C et au-delà de cette température, elle se stabilise pour atteindre 15.30 N/mm.

Selon certains auteurs [169-171], une liaison métallique se produit entre deux interfaces lorsque l'énergie de liaison des atomes à l'interface de contact dépasse une certaine limite, c'est-à-dire l'énergie d'activation pour la formation de la liaison. Cette énergie est apportée par le traitement de recuit (Température/Temps de maintien). Mais lorsque le temps ou la température augmente (au-delà de  $0.4 T_f$ ) [7], les phénomènes de restauration et de recristallisation rivalisent l'écroutissage et diminuent le taux de déformation.

La figure 4.2 montre l'effet du temps de maintien sur la résistance au pelage à une température de 300°C. L'augmentation du temps de maintien augmente la force de cohésion entre les lames. Cela est dû au fait que l'augmentation du temps de recuit diminue l'effet d'écroutissage en favorisant les phénomènes de restauration au cours duquel la charge de rupture et la limite d'élasticité diminuent en même temps que l'allongement à la rupture et la plasticité augmentent. Cet adoucissement est d'autant plus complet que la température s'élève ou que la durée du traitement croît [7].



**Figure 4.2:** Variation de la force d'adhésion en fonction du temps de maintien

### 4.2.2 Effet de l'épaisseur des tôles

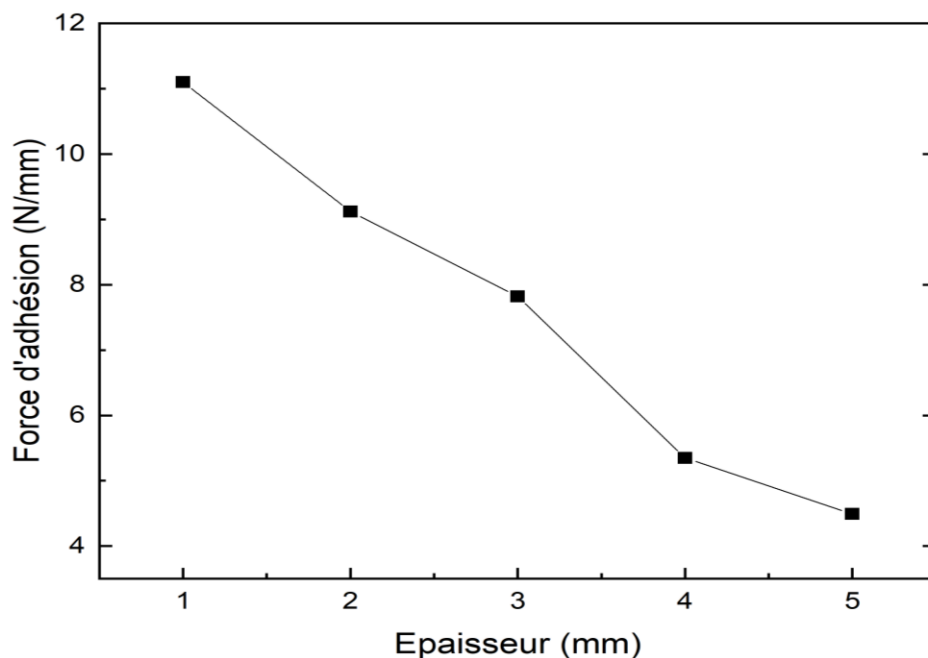
La figure 4.3 présente la variation de la force de pelage en fonction de l'épaisseur initiale des tôles après un cycle d'ARB. Les surfaces de contact de ces tôles présentent une

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

rugosité de 3250 nm. Le colaminage a été effectué à la température ambiante avec un taux de réduction de 50%.

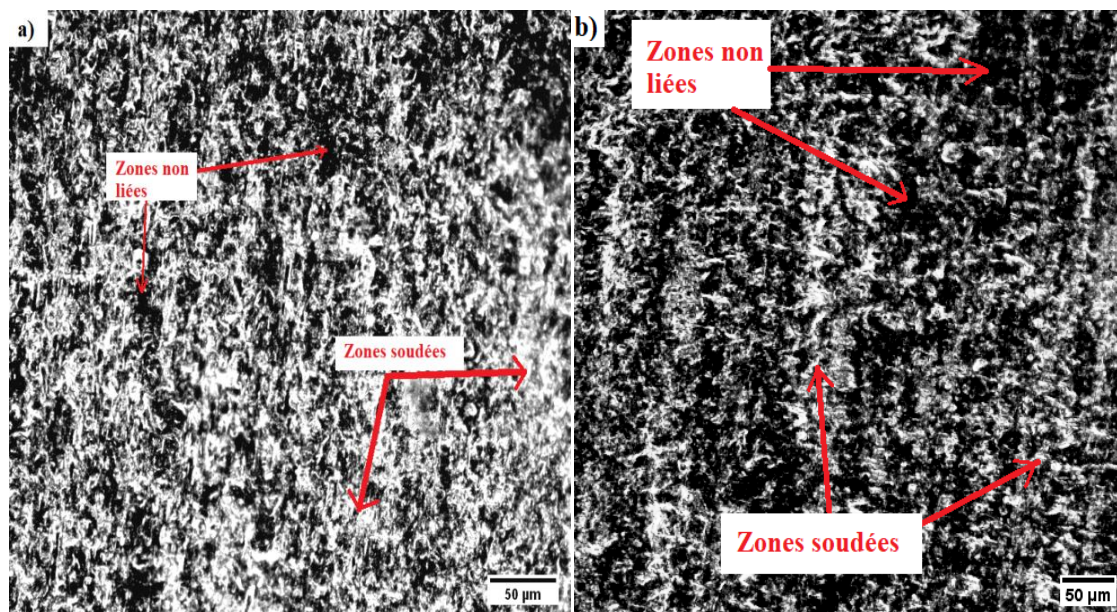
Sur la figure 4.3, il ressort que la en diminution de l'épaisseur initiale de alliage permet une élévation de la force de liaison. Selon Yong et al. [100], l'épaisseur initiale des tôles affecte l'emplacement du point de liaison, modifiant ainsi la pression de contact moyenne  $P$ . Cette dernière a été calculée par [172] à l'aide de l'équation suivante :  $P = F/WL$  où  $F$ ,  $W$  et  $L$  sont la force de laminage (contrôlée par le laminoir), la largeur de la tôle et la longueur de contact horizontal rouleau-tôle, respectivement.

L'augmentation de l'épaisseur initiale de la tôle augmente la longueur de contact horizontal entre le cylindre et la tôle ( $L$ ) pour une réduction constante réduisant ainsi la pression moyenne de contact et la force d'adhésion.



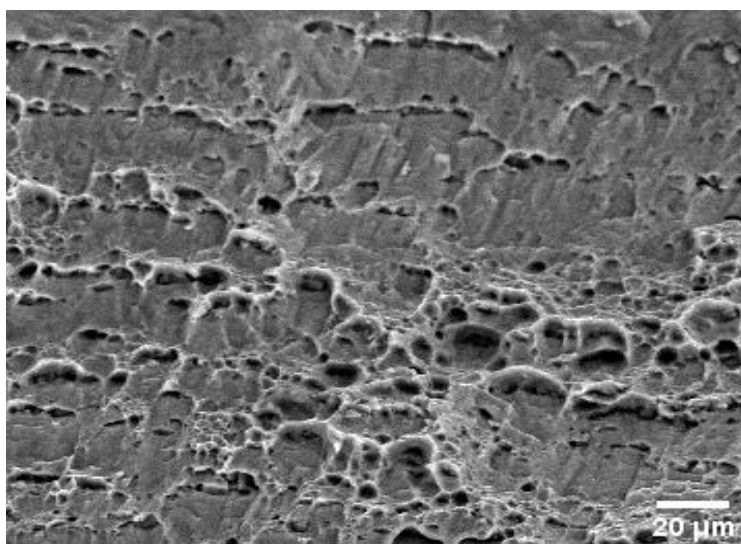
**Figure 4.3:** Variation de la force d'adhésion en fonction de l'épaisseur de la tôle

Les micrographies optiques illustrées sur la figure 4.4 présentent les surfaces de rupture des interfaces après l'essai de pelage. Ces images confirment qu'en diminuant l'épaisseur initial de la tôle pour des taux de réduction importantes (50%), les surfaces soudées deviennent plus importantes (Zones claire).



**Figure 4.04 :** Micrographies optiques des surfaces de rupture après l'essai de pelage pour : a) Epaisseur de tôle =1 mm, b) Epaisseur de tôle =3 mm

La figure 4.5, présente, la micrographie MEB du faciès de rupture de l'éprouvette qui se distingue par une plus forte résistance au pelage. La rupture dans ce cas est ductile-fragile puisqu'elle présente à la fois des zones lisses et de larges cupules allongées orientées dans le sens du détachement.



**Figure 4.05:** Micrographie MEB en mode BSE de la surface de rupture d'une tôle d'épaisseur de 1mm après l'essai de pelage

### 4.2.3 Effet de la rugosité des surfaces

La rugosité de surface initiale des échantillons était de 250 nm dans la direction de laminage et la direction transversale. Après un décapage chimique à la soude caustique

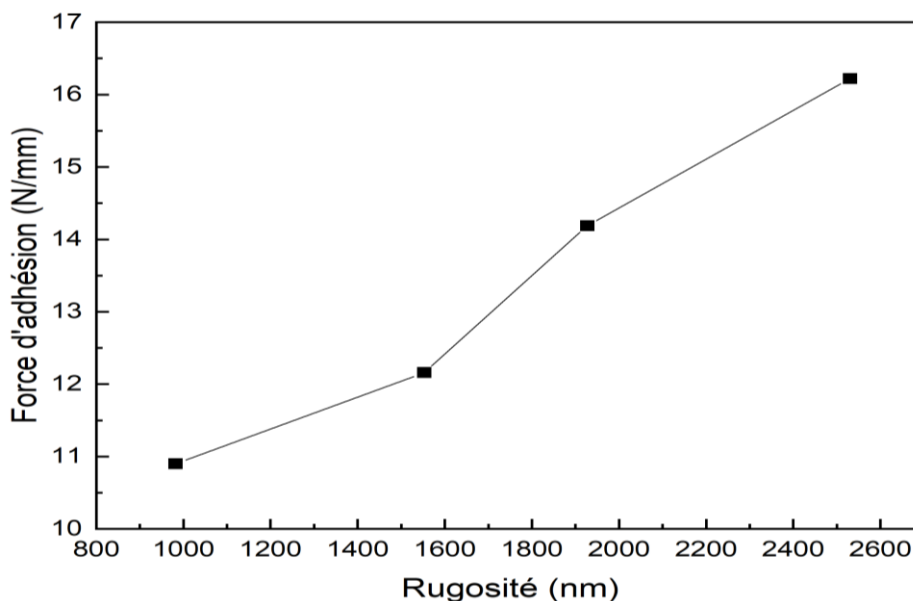
## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

(Tableau 4.1), la rugosité augmente pour atteindre 1816 nm. Tandis que les échantillons découpés par une brosse métallique ont atteint une rugosité de 2534 nm.

**Tableau 4.1:** Rugosité Ra des échantillons après les différentes conditions de décapage chimique

Concentration (g/l)	10			50			100		
Température (°C)	65			65			65		
Temps (min)	2	5	10	2	5	10	2	5	10
Rugosité Ra (nm)	1514	1583	1610	1675	1697	1712	1768	1809	1816

La figure 4.6 illustre l'effet de la rugosité de surface sur la force d'adhésion. Selon cette figure, l'augmentation de la rugosité de surface des interfaces en contact, génère une augmentation de la force d'adhésion. Le brossage a fortement augmenté la rugosité superficielle des interfaces ce qui a amélioré la cohésion entre les deux tôles et a donné la plus haute résistance au pelage. En effet, le brossage a augmenté la dureté au niveau des interfaces ce qui a donné lieu à la formation d'une couche plus fragile sur les surfaces en contact. Cette couche peut être rompue plus facilement et le métal peut aussi être extrudé plus facilement lors du laminage, contribuant à la liaison de deux interfaces [107].

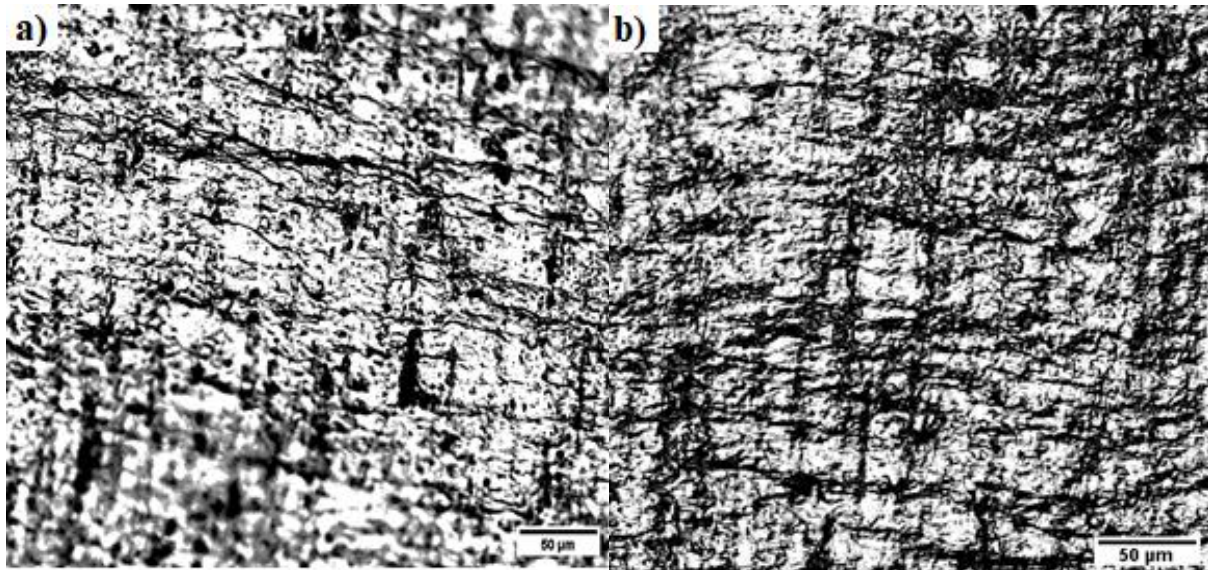


**Figure 4.6:** Variation de la force d'adhésion en fonction de la rugosité des surfaces

La figure 4.7, présente les micrographies optiques des facies de rupture pour deux types de préparations de surface après un test de pelage. Ces micrographies montrent des fissures ainsi que des zones extrudées du matériau. Une augmentation de la rugosité de surface augmente la taille de ces fissures ainsi que la quantité de matériau extrudé en contact à

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

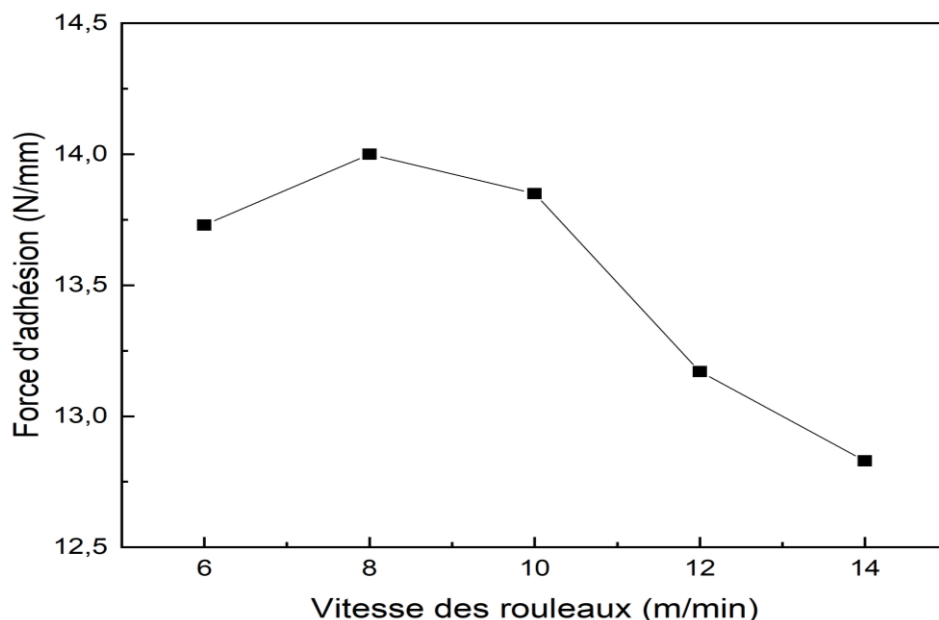
l'interface. Les zones extrudées assurent un contact plus étendu et plus intime entre les deux interfaces et par conséquent une bonne adhérence entre les deux tôles.



**Figure 4.7:** Micrographies optiques des surfaces de rupture après l'essai de pelage pour: a) Rugosité de surface  $R_a= 1816\text{nm}$ , b) Rugosité de surface  $R_a= 2534\text{nm}$

### 4.2.4 Effet de la vitesse des rouleaux

La figure 4.8 montre les variations de la résistance moyenne au pelage pour un taux de réduction de 50% à l'ambiante en fonction des différentes vitesses de laminage.



**Figure 4.8:** Variation de la force d'adhésion en fonction de la vitesse des rouleaux

Les résultats révèlent clairement que l'augmentation de la vitesse de laminage entraîne une légère diminution de la force de d'adhésion. Cela peut être lié à l'extrusion insuffisante du métal vierge à travers les fissures qui est le résultat de la rupture du film d'oxyde en un temps

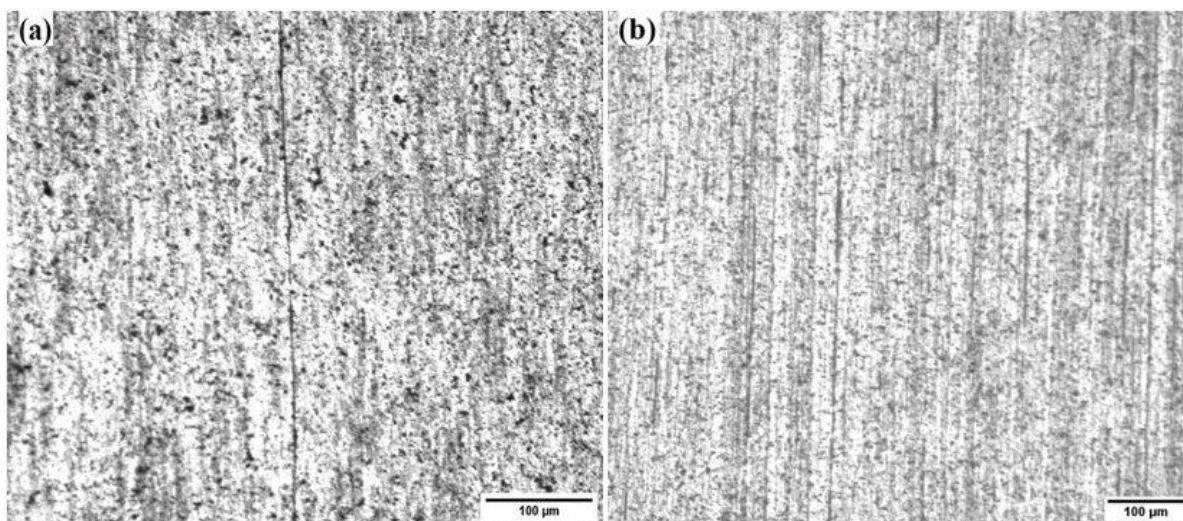
## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

court. D'après [172], l'effet de la vitesse des rouleaux sur le colaminage est double. Bien qu'elle affecte la température à l'interface (une vitesse élevée entraîne une température élevée qui est bonne pour le collage des interfaces), elle affecte également la durée effective du collage.

### 4.3 Analyse métallographique de l'effet du vanadium

#### 4.3.1 Observation optique

Les figures 4.9-a et 4.9-b présentent les microstructures optiques de l'alliage A6061 observées dans la direction transversale (plan TD) après un et cinq cycles d'ARB, respectivement. Toutes les microstructures, font clairement apparaitre, des grains allongés dans le sens du laminage. De plus, l'affinement du grain est proportionnel à l'accroissement du nombre de cycle de l'ARB. En raison de leur petite taille, les joints de grains étaient difficiles à visualiser. En effet, seules quelques parties d'interfaces non liées sont visibles dans l'échantillon traité avec 5 cycles d'ARB. Par conséquent, l'ARB a pratiquement abouti avec succès à la température ambiante.



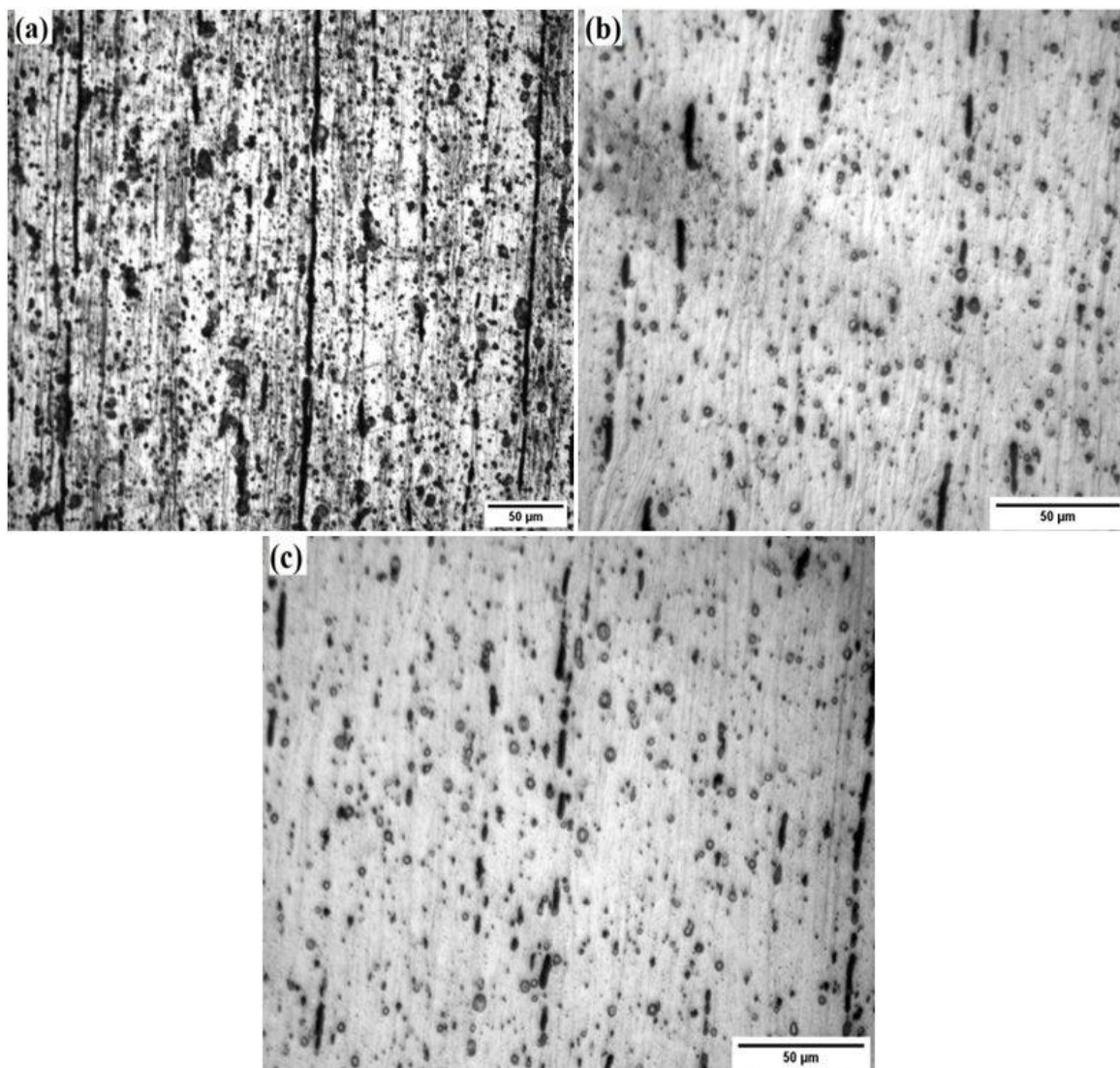
**Figure 4.9:** Microstructures optiques de l'alliage A6061 après :a) un cycle d'ARB; et b) cinq cycles d'ARB

Les figures 4.10-a, 4.10-b et 4.10-c montrent les microstructures optiques de l'alliage A6061 + 0,2 % en poids de V dans le plan TD après trois, quatre et cinq cycles d'ARB respectivement. Il est clair que certaines lames d'aluminium ont subi une attaque chimique agressive par rapport aux autres (présence des points noirs) surtout près de la surface ; cela est dû à la différence de dureté causée par un frottement élevé entre les surfaces du laminage et de l'échantillon. La structure morphologique (bandes) est beaucoup plus liée à la forme



## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

colonnaire des grains d'origine qui s'allongent au cours du laminage. De plus, le contraste noir et blanc relatif au niveau de gris est simplement le résultat de la ségrégation parfois assez prononcées des éléments d'addition tels que Mg, Si, V et Cr vers les grains et les joints de grains comme le montre le tableau 4.2 et comme on le verra plus loin dans la section 4.3.2. Généralement, on a obtenu une bonne adhérence entre les tôles dès le premier cycle d'ARB pour les trois alliages étudiés. Cette liaison entre les interfaces a été assurée grâce à une rugosité élevée (2534 nm) et un taux de réduction de 50%.



**Figure 4.10:** Microstructures optiques de l'alliage A6061 + 0,2wt % V après : a) trois ; b) quatre ; et c) cinq cycles d'ARB

### 4.3.2 Observation par MEB

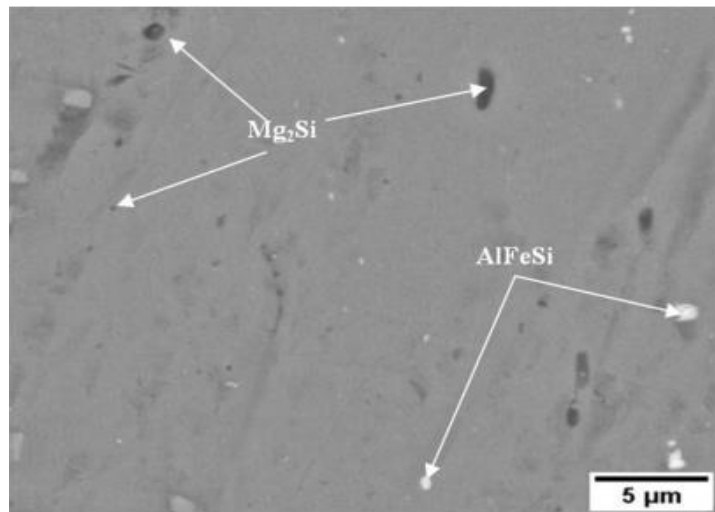
Les micrographies obtenues par MEB des alliages A6061 et A6061 + 0,2wt % V après trois cycles d'ARB sont illustrés aux figures 4.11 et 4.12, respectivement. Pour l'alliage A6061, les observations MEB couplées aux analyses EDS mettent en évidence deux types de

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

particules intermétalliques AlFeSi et Mg<sub>2</sub>Si. Ces particules sont dispersées dans la matrice et orientées dans le sens du laminage. Leurs compositions chimiques représentatives déterminées par EDS sont données dans le tableau 4.2.

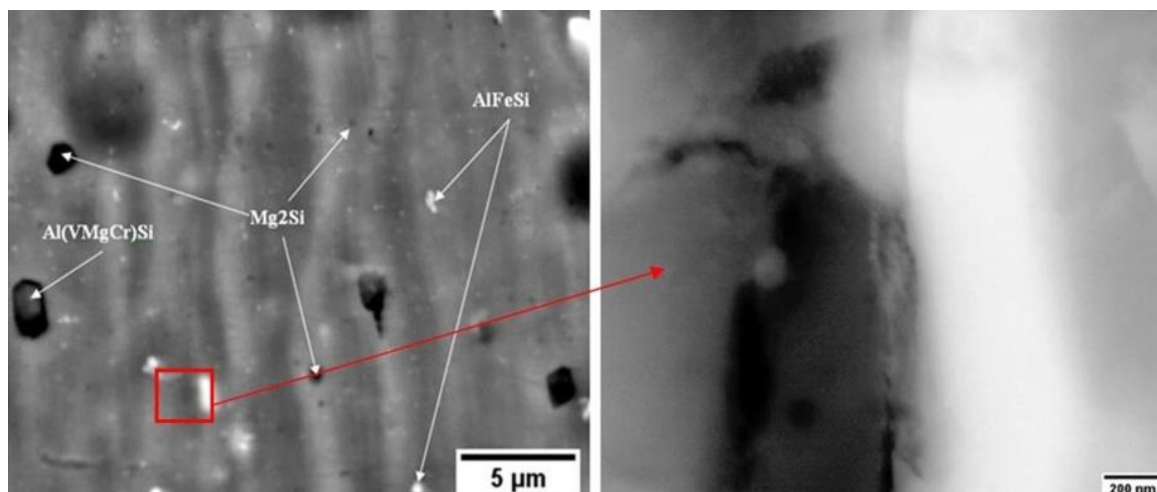
**Tableau 4.2:** Analyse EDS (at.%) correspondant aux différents types de particules intermétalliques identifiées dans les figures 4.11 et 4.12.

Alloy	Phase	Si	Mg	Fe	Cu	Cr	Mn	V	Al
A6061	Mg <sub>2</sub> Si	12.90	25.06	...	...	0.12	0.05	...	Bal
	AlFeSi	8.12	0.82	8.84	0.19	0.75	0.19	...	Bal
A6061+ 0.2wt%V	Mg <sub>2</sub> Si	14.29	25.52	0.03	0.09	0.03	0.02	0.07	Bal
	AlFeSi	10.22	0.53	11.52	0.14	0.31	0.59	...	Bal
	Al(VMgCr)Si	7.55	1.45	...	0.04	1.65	0.05	3.40	Bal



**Figure 4.011:** Micrographie MEB en mode BSD de l'alliage A6061 après trois cycles d'ARB

Selon les analyses EDS données dans le tableau 4.3, trois principaux types de particules intermétalliques ont été trouvés dans l'alliage A6061 + 0,2wt % V : AlFeSi, Mg<sub>2</sub>Si et des particules contenant du vanadium identifiées comme Al(VMgCr)Si. De plus, une accumulation mineure de vanadium peut parfois être observée dans l'intermétallique AlFeSi. En effet, les atomes de vanadium restent en solution solide en raison de leur limite de solubilité dans la matrice d'aluminium [173]. On peut également remarquer que tous les composés intermétalliques présentés sur les figures 4.11 et 4.12 ont des tailles différentes (entre 0,2 et 2 µm) et des formes différentes, certains sont arrondis, et certains ont une morphologie rectangulaire



**Figure 4.012:** Micrographie MEB en mode BSE BSD de l'alliage A6061 + 0,2 wt.% V après trois cycles d'ARB

### 4.4 Étude radio-cristallographique

#### 4.4.1 Paramètres des Phases

Le tableau 4.3 révèle les paramètres de réseau de la matrice d'aluminium Al et des précipités  $Mg_2Si$  et  $AlFeSi$  pour les alliages A6061, A6061+ 0,1 wt% V et le A6061+ 0,2 wt% V.

**Tableau 4.3:** Paramètres de réseau de la matrice Al et des précipités  $Mg_2Si$  et  $AlFeSi$

Alliage	Al	$Mg_2Si$	$AlFeSi$
A6061	a=b=c= 4.0495	a=b=c= 6.37	a=7.99, b=15.16, c=15.22
A6061+0.1 wt% V	a=b=c= 4.0498	a=b=c= 6.37	a=7.99, b=15.16, c=15.22
A6061+0.2 wt% V	a=b=c= 4.0516	a=b=c= 6.37	a=7.99, b=15.16, c=15.22

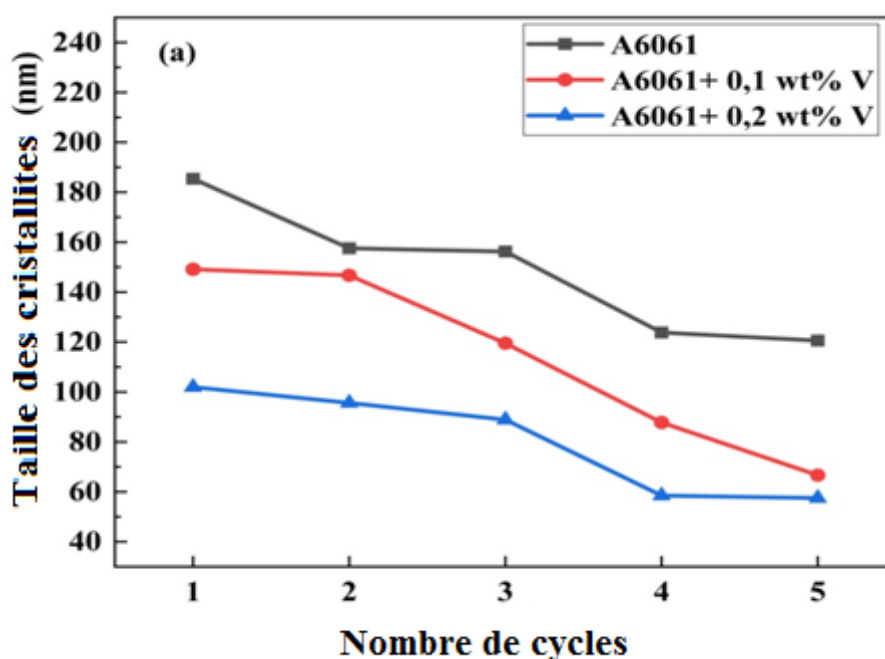
Selon les données établies, dans le tableau 4.3, il est clair que la variation de la constante du réseau de précipités n'était pas significative. Toutefois, le paramètre de maille du réseau de l'aluminium augmente légèrement en ajoutant du vanadium. Cette augmentation s'interprète par la taille du rayon atomique du vanadium ( $2,05 \text{ \AA}$ ), qui est plus élevé que celui de l'aluminium ( $1,43 \text{ \AA}$ ). Le vanadium dissous dans le réseau de l'aluminium, même en faible quantité modifie le paramètre moyen de maille.

#### 4.4.2 Taille des cristallites

Pour estimer la taille des cristallites, les pics les plus intenses correspondant aux raies de diffraction (111), (200), (220) et (311) ont été pris en considération pour chaque alliage. La figure 4.13 montre la variation de la taille moyenne des cristallites des trois alliages déformés par l'ARB en utilisant la méthode Williamson – Hall [174-177]. Il apparaît qu'après 5 cycles

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

d'ARB, la taille moyenne des cristallites pour les trois alliages A6061, A6061 + 0,1 wt.%V et A6061 + 0,2 wt.%V a diminué de 187 nm, 150 nm et 105 nm à 120 nm, 66 nm et 57 nm, respectivement. Ces résultats indiquent que la taille moyenne des cristallites diminue considérablement à mesure que le nombre de cycles ARB augmente, peu importe l'alliage d'aluminium avec ou sans addition de vanadium. Cependant, la réduction de la taille des cristallites pour les alliages avec addition de vanadium est considérable par rapport à l'alliage sans vanadium. Cela est dû au fait que le vanadium peut affiner les grains bruts de coulée de l'alliage d'aluminium et conduire à la réduction de la taille de leurs grains cristallisés, en raison de l'augmentation des joints à angle élevé des grains du bruts de coulée [167]



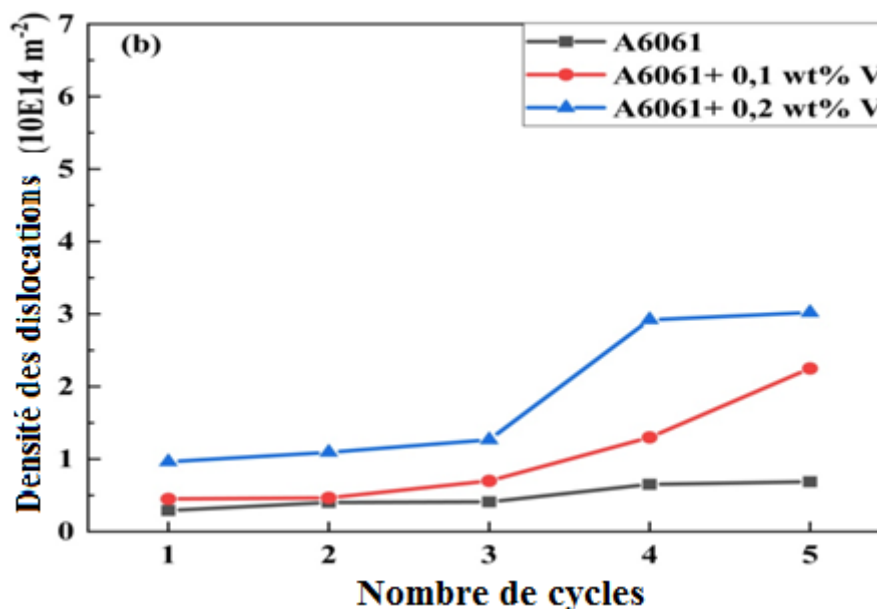
**Figure 4.13:** Variation de la taille des cristallites en fonction du nombre de cycle d'ARB pour les alliages A6061, A6061+ 0,1 wt% V et A6061+ 0,2 wt% V

### 4.4.3 Densité des dislocations

La figure 4.14 présente la variation de la densité des dislocations pour les trois alliages en fonction du nombre de cycle d'ARB. Les évolutions relatives aux densités de dislocations montrent clairement une augmentation relativement élevée qui est de  $0,68 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  pour A6061 et  $2,25 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  pour A6061 avec 0,1 wt% V après 5 cycles d'ARB. Tandis que pour l'alliage A6061 avec 0,2 wt% V, la densité de dislocations a atteint un maximum de  $3,02 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  après six cycles d'ARB, soit environ quatre fois la densité des dislocations de l'alliage A6061. Ce résultat s'explique par le fait que l'ajout de vanadium a diminué de manière significative l'énergie de défaut d'empilement de l'aluminium, ce qui conduit à la génération

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

d'une densité de dislocation plus élevée [178]. De plus, le mouvement des dislocations pendant le procédé d'ARB est sensiblement limité par les atomes de soluté de vanadium en raison de l'effet de traînée de soluté (SDE) traduit par une forte multiplication des dislocations [179].



**Figure 4.14:** Variation de la densité des dislocations en fonction du nombre de cycle d'ARB pour les alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V

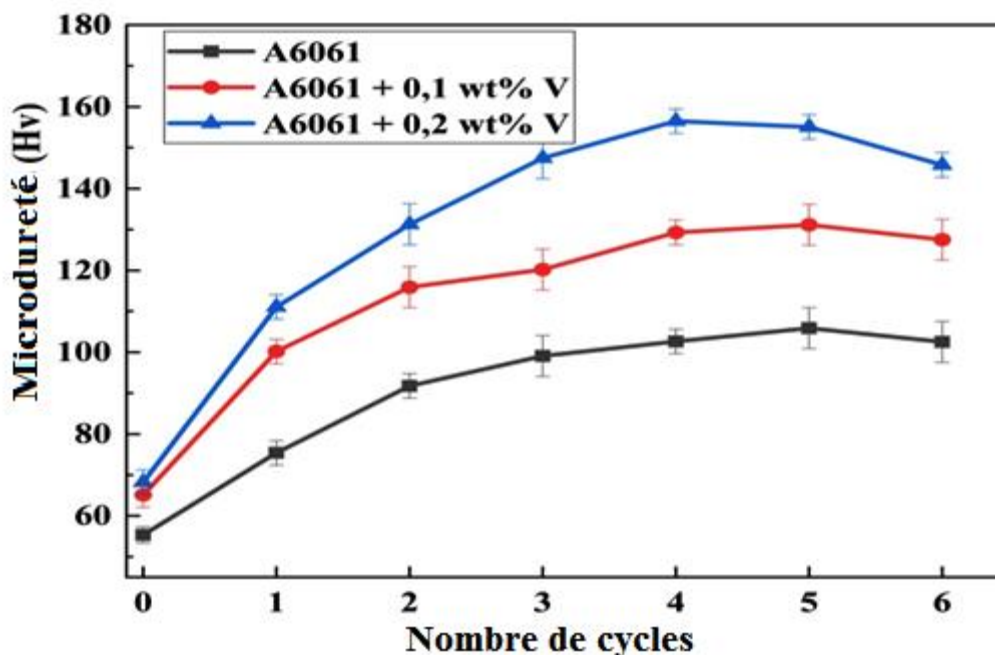
Le mécanisme de formation des grains ultra fins au cours de déformation sévère par ARB a été expliqué par la théorie conventionnelle des dislocations qui stipule qu'une densité de dislocations très élevée augmente le niveau primaire de déformation (1er cycle d'ARB)

La densité de dislocation élevée gouverne la formation d'une structure intra-granulaire, y compris les joints de grains à faibles et grands angles de désorientation. Avec l'augmentation de la déformation (plusieurs cycles d'ARB), les grains changent de forme et des sous-joints de grains apparaissent à cause de l'incorporation des dislocations créées. La création de ces sous-joints conduit à la formation de grains ultras fins avec des joints de grains à angle élevé [175]

### 4.5 Caractérisation mécanique

#### 4.5.1 Évolution de la micro-dureté

La figure 4.15 montre les variations des valeurs de micro-dureté en fonction du nombre de cycles d'ARB pour l'alliage d'aluminium A6061 avec et sans l'addition de vanadium.



**Figure 4. 15:** Micro-dureté des alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V en fonction du nombre de cycle d'ARB.

On peut souligner un certain nombre de caractéristiques intéressantes dans ce graphique :

1. Avant l'ARB (0 nombre de cycles ARB), La micro-dureté des trois alliages avec et sans vanadium est pratiquement semblable (entre 50 et 60 Hv) en raison de la taille des grains grossiers suite à l'homogénéisation à haute température.
2. Une augmentation significative de la micro-dureté est observée après les trois premiers cycles d'ARB pour les trois alliages. Toutefois, cette augmentation est plus importante pour les alliages contenant du vanadium.
3. À l'issue du troisième cycle d'ARB, les valeurs de la micro-dureté des trois alliages A6061, A6061 +0,1wt%V et A6061 +0,2wt%V se stabilisent et parviennent aux valeurs maximales : 105, 130 et 155 Hv, respectivement. Après le sixième cycle, les valeurs de micro-dureté baissent à l'exception de l'alliage A6061 avec 0.2 %un poids de vanadium. Pour ce dernier la diminution de micro-dureté est observée après le cinquième cycle. Il est à noter que le rôle du vanadium dans le durcissement supplémentaire de la matrice d'aluminium résulte de la formation de fines particules d'Al(VMgCr)Si. Ces particules jouent le rôle d'obstacle au mouvement des dislocations. Tandis que l'augmentation de la micro-dureté à des déformations relativement faibles peut être attribuée à la génération de dislocations ainsi qu'à la formation des sous-grains pendant la récupération. La

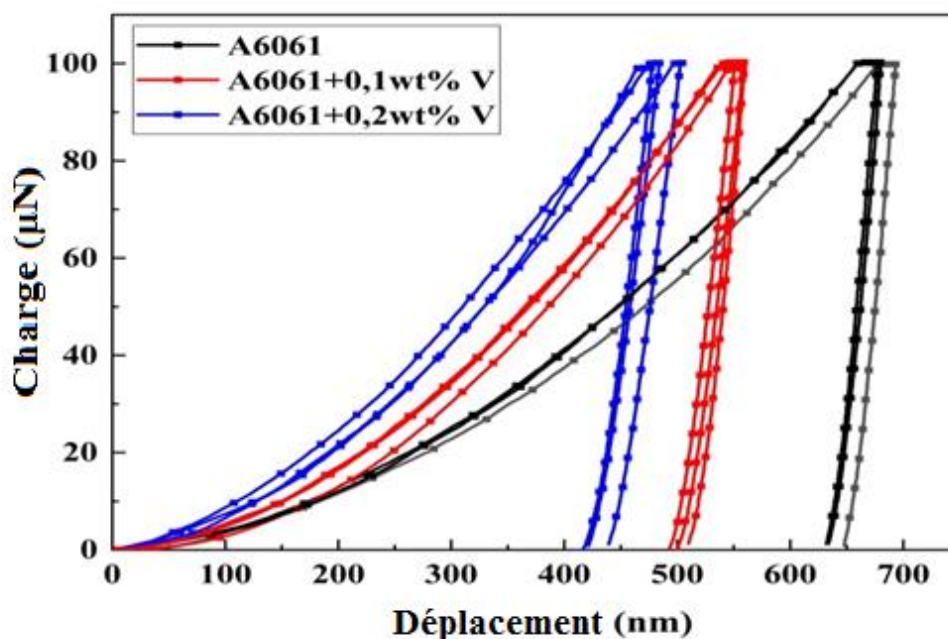
## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

récupération réduit la densité de dislocations à l'intérieur des grains et transforme les joints de grains aux joints de grains plus réguliers ou à faible angle de désorientation [181-183].

Il faut noter aussi que la stabilisation de la micro-dureté est la conséquence de l'équilibre dynamique entre la génération de dislocations lors de l'ARB et leur annihilation par la récupération dynamique [179-180]. Alors que la diminution de la micro-dureté peut s'expliquer par le réarrangement et l'annihilation des dislocations (Radoucissement qui se produit à température ambiante dans le cas des alliages d'aluminium lorsque la déformation plastique atteint une certaine mesure) [181,184].

### 4.5.2 Variation de la nano-dureté et le module d'élasticité

Les trois alliages A6061 et A6061 avec 0,1% et 0,2% en poids de vanadium ont été soumises à plusieurs indentations sous une force maximale de 100 mN. Les courbes de charge déplacement obtenue après quatre (4) cycles d'ARB sont présentées sur la figure 4.16.

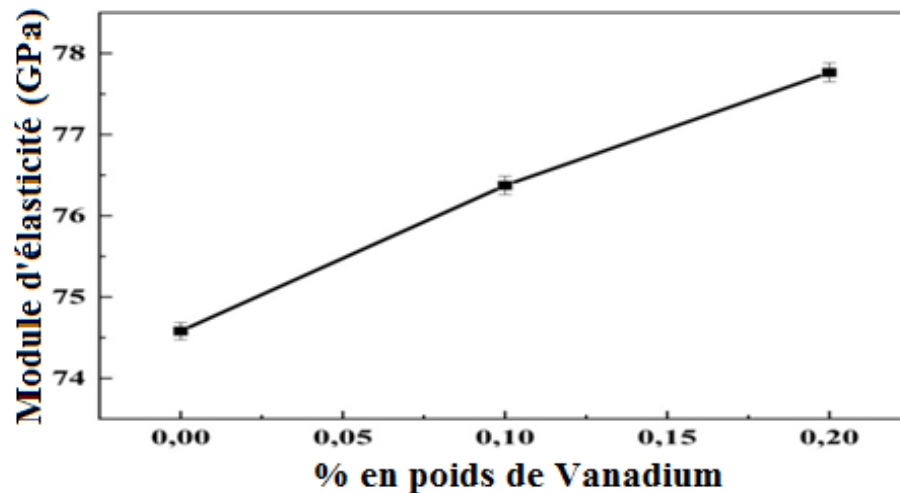


**Figure 4.016:** Profil de charge-déplacement de nano-indentation des trois alliages A6061, A6061 + 0,1wt% V et A6061 + 0,2wt% V

D'après la figure 4.16, les alliages A6061 avec 0,1 % et 0,2 % en poids de V présentent le moins de déplacement tandis que l'alliage de base A6061 présente une profondeur de pénétration importante. Ce décalage visible des courbes vers la gauche indique une réduction effective de la profondeur de pénétration maximale résulte du renforcement de la matrice d'aluminium par les atomes de vanadium.

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

La figure 4.17 présente l'évolution du module d'élasticité en fonction du taux de vanadium ajouté. Le profil de charge-déplacement relatif aux données de nano-indentation montre que les valeurs du module d'élasticité estimé à partir de la relation d'Oliver et Pharr se situent entre 74 et 78 GPa. Ces valeurs sont parfaitement compatibles avec celles issues de la littérature [185]. Toutefois nous avons noté une légère augmentation du module d'élasticité avec l'ajout de vanadium qui est le résultat lié au renforcement de l'alliage A6061 par des particules fines.

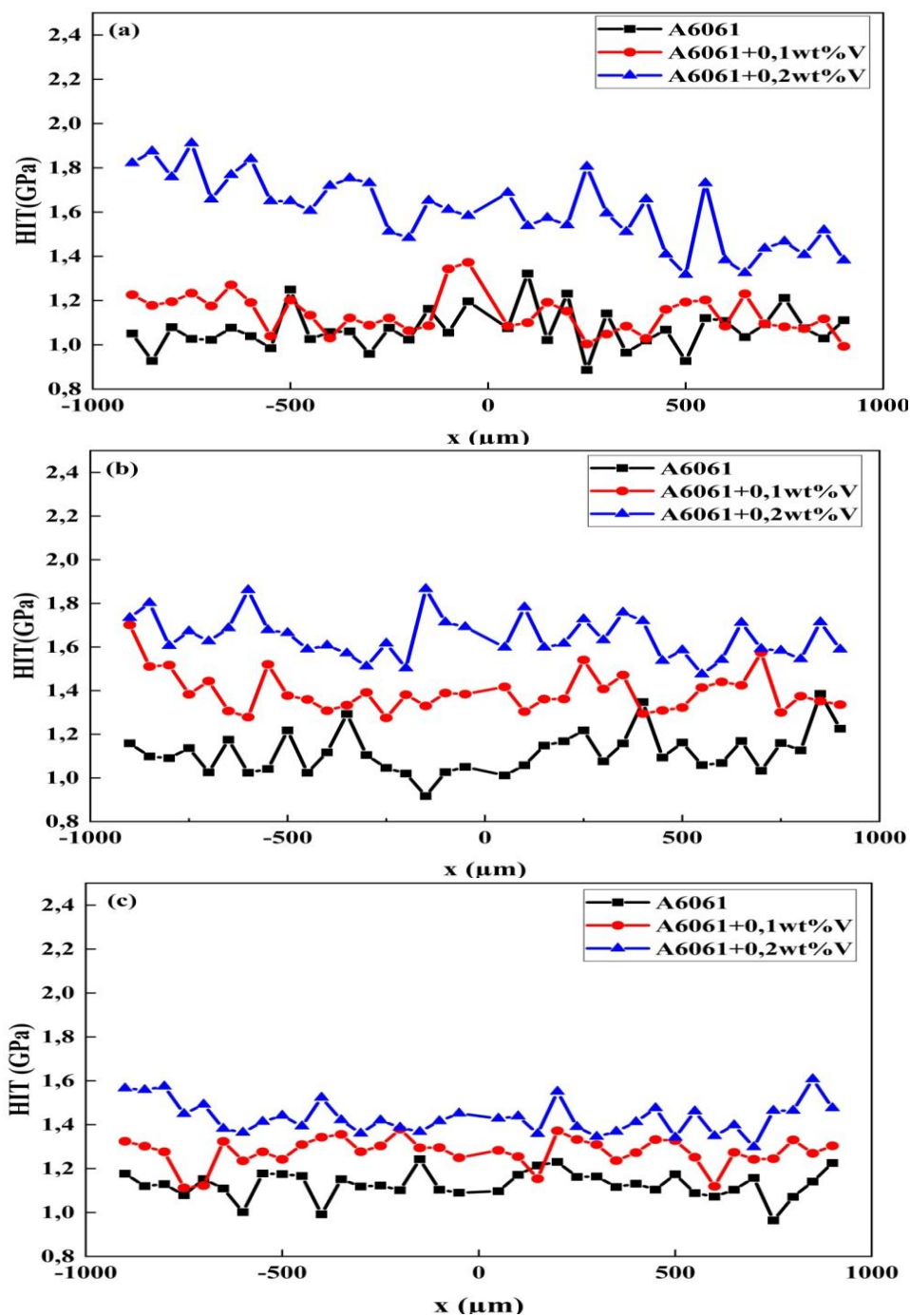


**Figure 4.17:** Variation du module d'élasticité en fonction de taux de vanadium ajouté

La figure 4.18 illustre les variations de la dureté d'indentation à travers l'épaisseur des trois échantillons avec et sans ajout de vanadium après 3, 4 et 5 cycles d'ARB. Les données de dureté d'indentation au bout de 3, 4 et 5 cycles pour l'alliage A6061 montrent la même tendance que pour les alliages contenant du vanadium. Cependant, une distribution de dureté non homogène pour les trois alliages apparaît dans le sens de l'épaisseur



## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB



**Figure 4.18:** Profil de Nano-dureté à travers l'épaisseur des alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V après (a) trois, (b) quatre et (c) cinq cycles d'ARB

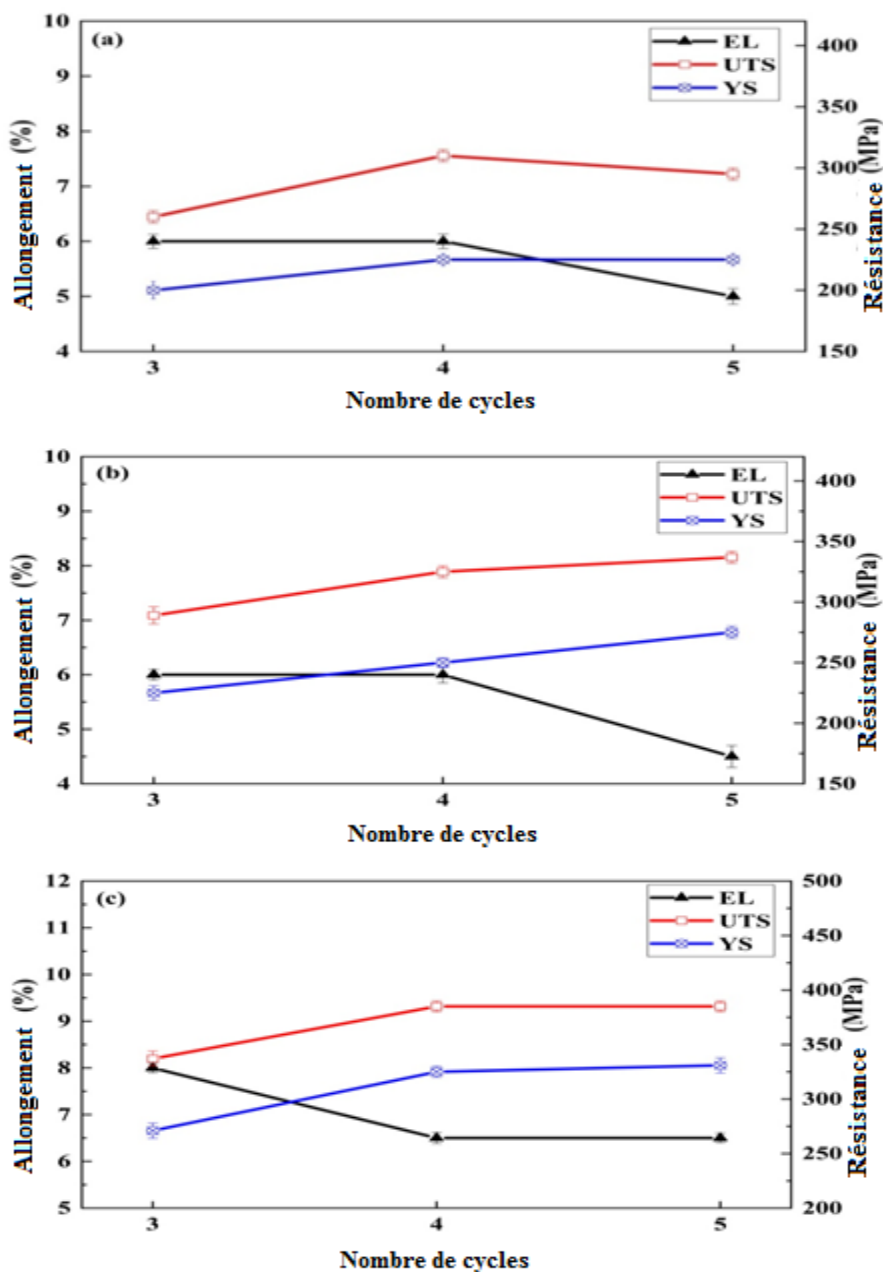
Sur la base des résultats rapportés dans la figure 4.18, apparait clairement que les valeurs de dureté importantes ont été enregistrées aux interfaces de contact entre les lames. Ces pics de dureté s'expliquent par l'écrasement causé par le brossage métallique [186]. Il convient également de souligner que la dureté de l'alliage A6061 avec 0,2 % en poids de V décroît après le quatrième cycle d'ARB. Cette diminution est due au fait que l'échantillon a atteint la densité de dislocations de son état d'équilibre. De plus, à des tailles de grains

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

inférieures à 100 nm, la dureté diminue avec la diminution de la taille des grains. Cela s'explique par la transition d'une plasticité basée sur le mouvement des dislocations à un mécanisme de glissement aux joints de grains [187, 188].

### 4.5.3 Comportement mécanique en traction

Les figures 4.19 (a), (b) et (c) mettent en évidence l'évolution des propriétés mécaniques des trois alliages A6061, A6061 avec 0.1% et 0.2% en poids de vanadium respectivement en fonction du nombre de cycles ARB.



**Figure 4.19:** Propriétés mécaniques des trois alliages en fonction du nombre de cycles d'ARB : a) A6061, b) A6061 + 0,1wt % V; et c) A6061 + 0,2wt % V

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

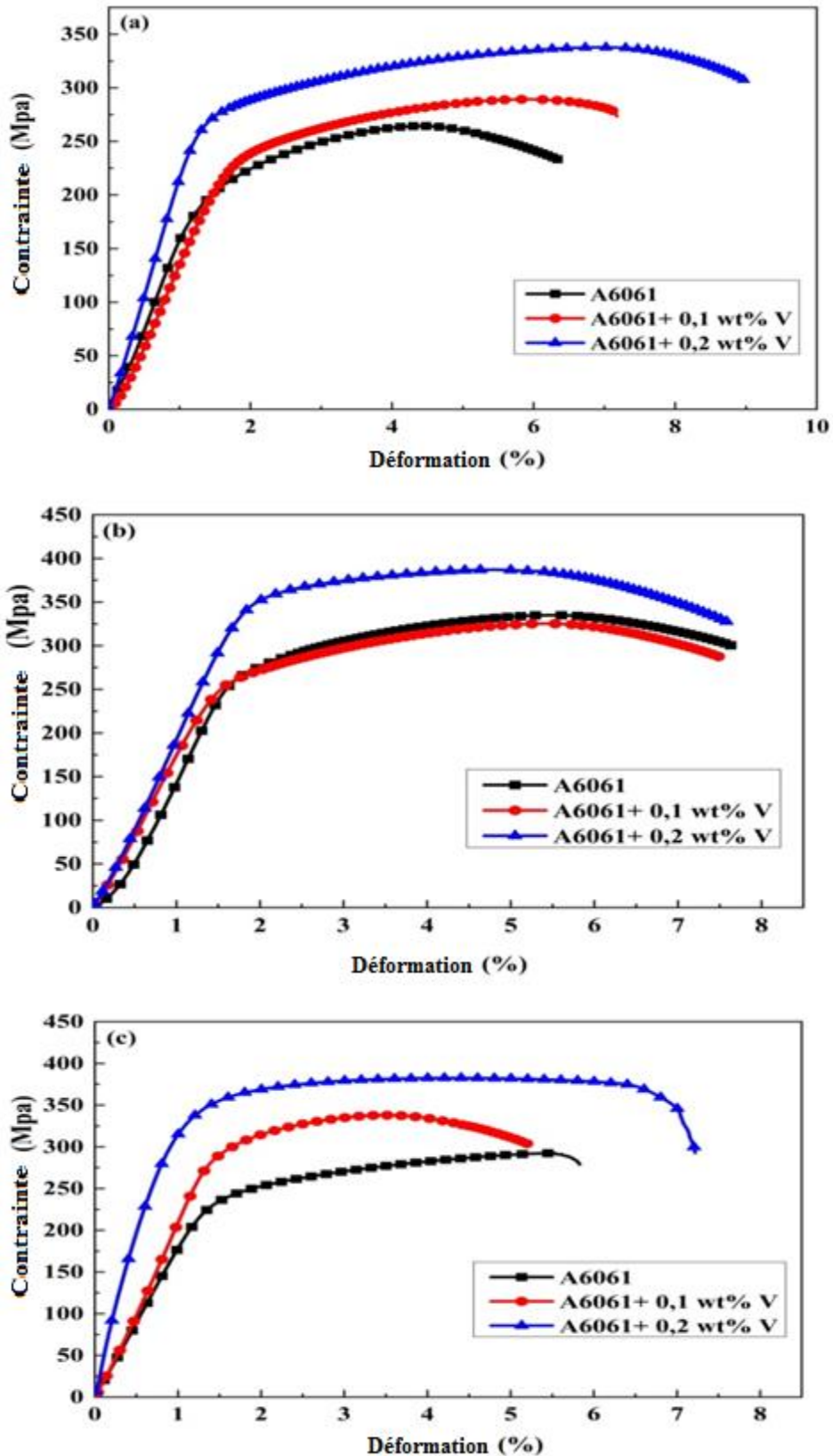
Comme l'indique la figure 4.19 (a), la limite d'élasticité et de la résistance à la traction de l'alliage A6061 augmentent presque de la même tendance. Nous avons constaté également une réduction de l'allongement avec l'augmentation du nombre de cycles ARB. Ce comportement a été déjà observé par d'autres auteurs [180,189-190] pour les diverses nuances d'alliages d'aluminium sévèrement déformé par l'ARB. En ce qui concerne l'alliage A6061 + 0,1 wt% V, nous avons enregistré une augmentation de 22 et 19,5 % dans la limite d'élasticité et de la résistance à la traction, respectivement. La limite d'élasticité donc passe de 225 à 275 MPa et la résistance à la traction passe de 280 à 335 MPa. En revanche l'allongement à la rupture passe de 6 % à 4,5 % (Figure 4.19 (b)). Gardant le même comportement des deux alliages A6061 et A6061 + 0,1 wt% V, la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'alliage A6061 contenant 0.2% en poids de vanadium augmentent à 325 et 380 MPa, respectivement alors que l'allongement diminue de 8 % à 6,5 % comme le montre la figure 4.19 (c). Il convient de noter que le renforcement au cours du procédé d'ARB est régi par l'écroutissage et le raffinement du grain [136]. D'après les travaux déjà publiés [191], l'amélioration des propriétés mécaniques dans les premiers passes d'ARB est assurée par l'écroutissage à froid. Avec l'augmentation du nombre de cycles d'ARB, l'effet de l'écroutissage diminue, ce qui rend l'évolution progressive des grains ultra-fins et la formation des joints de grains largement désorientés responsables de l'amélioration de la résistance du matériau [179].

De même, la diminution de l'allongement s'explique principalement par la diminution de la mobilité des dislocations produites lors de l'écroutissage [190] et de la séparation entre les interfaces de contact [180].

La figure 4.20 montre des courbes de contrainte-déformation des alliages A6061, A6061 + 0,1 wt% V et A6061 + 0,2 wt% V soumis à 3, 4 et 5 cycles d'ARB. D'après la figure 4.20, il y a une légère amélioration de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction après le cinquième cycle ARB en raison de l'ajout de 0,1 % en poids de vanadium. En outre, il est clair que l'ajout de 0,2 % en poids de V augmente considérablement la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'alliage et donne le meilleur allongement à la rupture par rapport à l'alliage de base A6061. Les évolutions ainsi relevées sont dues aux deux mécanismes de renforcement : le renforcement de la solution solide par la présence des atomes du vanadium et le renforcement par la formation des dispersoïdes du vanadium [192]. Il est bien établi que la bonne quantité d'éléments ajoutés pouvait modifier la microstructure des alliages et conduire à des déformations plus hétérogènes et donc favoriser l'accumulation plus rapide de dislocations. En conséquence, une plasticité supplémentaire peut être générée [193]. En

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

résumé, les résultats obtenus à partir des figures 4.19 et 4.20 sont en accord avec ceux obtenus de la micro-dureté.

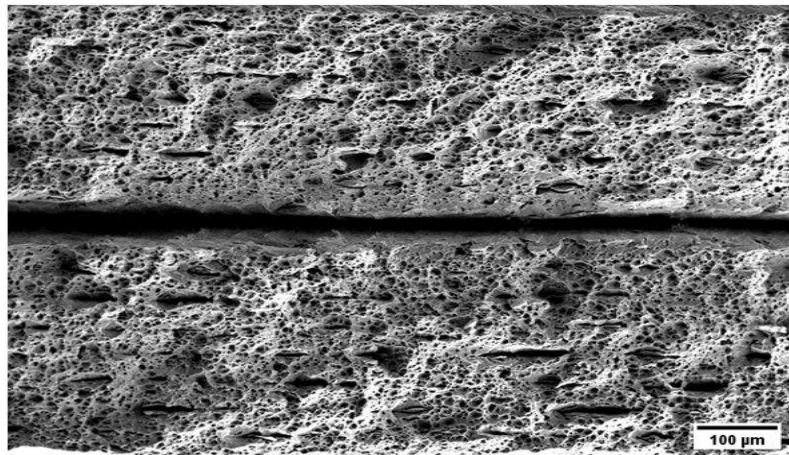


**Figure 4.020:** Courbes de contrainte-déformation des trois alliages après (a) 3, (b) 4 et (c) 5 cycles d'ARB

## 4.6 Étude des mécanismes d'endommagement

### 4.6.1 Analyse macroscopique de la rupture

D'après la figure 4.21, le détachement des interfaces sous la charge de traction s'est produit lors de la cinquième passe d'ARB. Ce décollement s'est situé à la mi- épaisseur de la pièce car la dernière interface est la plus faible par rapport aux interfaces précédentes qui ont une meilleure liaison en raison de l'augmentation de la diffusion atomique à froid provoqué par l'augmentation de la pression normale à des cycles ARB plus élevés [180].



**Figure 4.21:** Décollement entre deux interfaces de l'alliage A6061 + 0,2 wt% V après cinq cycles d'ARB

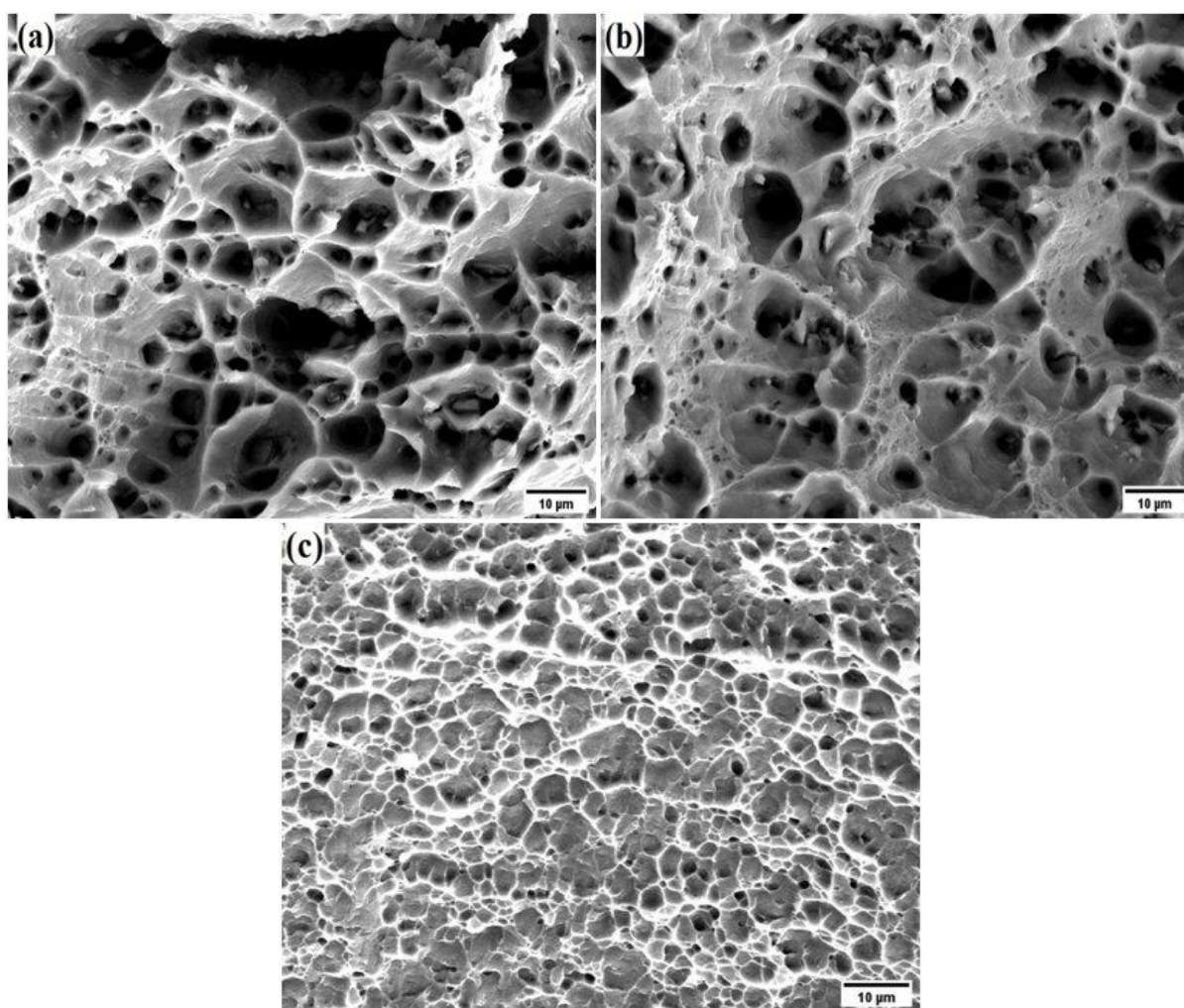
Il convient de noter que le détachement des interfaces peut contribuer à la réduction de l'allongement, comme le montrent les courbes d'essai de traction. Il faut signaler aussi que la ductilité durant la déformation par ARB est maintenue peu importe le nombre de cycles appliqués.

### 4.6.2 Analyses microscopiques des mécanismes d'endommagement

L'alliage d'aluminium A6061 sévèrement déformé a été largement étudié [126,135, 189, 194-196]. Ils ont montré que la rupture ductile est le mode de rupture dominant pour les alliages d'aluminium quel que soit le nombre de cycles d'ARB appliqués. Dans cette partie de notre étude, nous avons choisi de caractériser les faciès de rupture de l'alliage A6061 contenant 0,2 % de vanadium en poids. Cet alliage a été choisi parce qu'il possède les meilleures caractéristiques mécaniques d'après les résultats des essais de traction mentionnés précédemment.

## Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB

Les figures 4.22 (a), (b) et (c) illustrent les micrographies obtenues au MEB des faciès de rupture à fort grossissement pour l'alliage sélectionné. À partir de ces micrographies, il ressort que la morphologie des surfaces fracturées de l'alliage déformé après 3, 4 et 5 cycles d'ARB est très similaire. Toutes les surfaces fracturées contiennent de nombreux micros-vides assimilés à des pores et un grand nombre de fossettes ce qui indique le mode de rupture ductile. Il faut noter que la fracture ductile a un aspect gris fibreux avec des fossettes équiaxiales ou hémisphéroïdes. Ces fossettes apparaissent à la suite de la formation de microvides qui généralement fusionnent autour des précipités, des phases secondaires, des inclusions et aux joints de grains dans le matériau [126, 194]. De plus, on peut constater qu'après 5 cycles d'ARB, les fossettes deviennent plus fines, moins profondes et allongées comme le montre la figure 4.22 (c). La ductilité dans ce cas est très prononcée en raison de l'affinement du grain et de la fragmentation des différentes particules intermétalliques [197], ce qui a conduit à la rupture ductile par cisaillement [189, 194].



**Figure 4.22:** Faciès de rupture des essais de traction pour l'alliage A6061 + 0,2 wt% V après : a) 3 cycles, b) 4 cycles et c) 5 cycles d'ARB

## **Étude du Comportement de L'alliage A6061+wt%V Déformé par ARB**

---

### **4.7 Conclusion**

Les conclusions obtenues pour ce chapitre se résument comme suit :

- L'analyse microstructurale réalisée a montré que L' ARB a généré un raffinement important des grains;
- L'analyse par la diffraction des rayons X des alliages déformés par l'ARB a révélé une tendance à la saturation en densité de dislocations.
- L'ajout de 0,2 % en poids de V augmente considérablement la dureté, la limite d'élasticité et la résistance à la traction et donne le meilleur allongement à la rupture par rapport à l'alliage sans vanadium.
- Le mode de rupture dominant pour l'alliage contenant V et déformé par ARB est le mode ductile.

## Conclusion Générale et Perspectives

---

### Conclusion générale et perspectives

La présente thèse traite le comportement mécanique et structural de l'alliage d'aluminium A6061 contenant une faible proportion de vanadium (V) après une déformation plastique sévère par ARB. Nous nous sommes dans un premier temps intéressés à étudier l'effet de l'ajout de vanadium sur le comportement de l'alliage A6061 dans un état initialement non déformé. Le vanadium modifie l'alliage A6061 tels que :

- 1- L'addition de légère quantité de vanadium (entre 0.1 et 0.2% en poids) affine légèrement la taille des grains de l'alliage A6061 ce qui est traduit par l'amélioration de la limite élastique et la résistance à la traction.
- 2- La présence de faible taux de vanadium dans l'alliage A6061 accélère la cinétique de précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  par rapport à l'alliage de base.

Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons montré l'effet de la température et le temps de maintien, l'épaisseur de la tôle, l'état de surface et la vitesse des rouleaux sur la force de cohésion de l'alliage A6061 modifié par l'addition de 0.1 et 0.2% en poids de vanadium. L'analyse approfondie des résultats expérimentaux aboutit à un certain nombre de conclusions, dont les principales sont résumées ci-après:

- 1- La force d'adhésion entre les deux lames augmente légèrement depuis l'ambiante jusqu'à 200°C et au-delà de cette température, elle se stabilise car les phénomènes de restauration et de recristallisation rivalisent l'écrouissage et diminuent le taux de déformation.
- 2- L'augmentation du temps de maintien augmente la force de cohésion entre les lames.
- 3- L'augmentation de l'épaisseur initiale des tôles augmente la longueur de contact horizontal entre le cylindre et la tôle pour une réduction constante réduisant ainsi la pression moyenne de contact et la force d'adhésion.
- 4- L'état de surface des interfaces des plaques laminées par ARB jouent un rôle primordial, que ce soit en termes de propreté des surfaces ou de rugosités. L'augmentation de la rugosité de surface des interfaces en contact, génère une augmentation de la force d'adhésion.
- 5- L'augmentation de la vitesse de laminage entraîne une légère diminution de la force de d'adhésion.

Dans la dernière partie de cette étude, nous avons étudié l'effet combiné de la déformation plastique sévère ARB et l'ajout du vanadium sur le comportement de notre alliage. Les principales conclusions peuvent être résumées comme suit :



## Conclusion Générale et Perspectives

---

- 1- Le laminage cumulé contrôlé ARB des alliages A6061 avec et sans l'ajout de vanadium a généré un raffinement important des grains; les grains deviennent considérablement allongés le long de la direction du laminage et leur largeur a diminué largement.
- 2- L'analyse par la diffraction des rayons X de l'alliage A6061 contenant du V déformé par l'ARB a révélé une tendance à la saturation en densité de dislocations. Cela est dû au fait que l'ajout de vanadium a diminué de manière significative l'énergie de défaut d'empilement de l'aluminium, ce qui conduit à la génération d'une densité de dislocation plus élevée.
- 3- L'évaluation de la dureté par les essais de nanoindentation et les essais de microdureté pour les trois alliages étudiés ont montré que la dureté augmente considérablement avec la progression des cycles d'ARB, mais cette augmentation est plus prononcée pour l'alliage A6061 + 0,2 % en poids de V résultant de la taille, la proportion et de la répartition des fines particules d'Al(VMgCr)Si.
- 4- L'ajout de 0,2 % en poids de V augmente considérablement la limite d'élasticité et la résistance à la traction de notre alliage et donne le meilleur allongement à la rupture par rapport à l'alliage de base A6061. Cela est dû aux deux mécanismes de renforcement : le renforcement de la solution solide par la présence des atomes de vanadium en solution, la formation des dispersoïdes du vanadium et l'affinement de la taille des grains par déformation.
- 5- Le détachement des interfaces s'est situé à la mi-épaisseur de pièces laminées car la dernière interface est la plus faible par rapport aux interfaces précédentes qui ont une meilleure liaison en raison de l'augmentation de la diffusion atomique à froid provoqué par l'augmentation de la pression normale à des cycles ARB plus élevés.
- 6- La rupture ductile est le mode de rupture dominant pour l'alliage A6061 contenant 0,2 % de vanadium en poids quel que soit le nombre de cycles d'ARB appliqués.

La synthèse des travaux présentée dans ce mémoire permet d'envisager plusieurs points à approfondir comme de perspectives, que nous citant ci-dessous :

- 1- Caractérisation microstructurale par le Microscope Electronique à Transmission (MET) des phases nanométriques ayant lieu durant la précipitation thermique et dynamique.

## Conclusion Générale et Perspectives

---

- 2- Analyse de la texture cristallographique en fonction de nombre de passes d'ARB par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD).
- 3- Détermination de l'effet du vanadium sur la cinétique de précipitation de l'alliage A6061.
- 4- Étude de la stabilité thermique de l'alliage déformé par ARB avec et sans l'ajout du vanadium.
- 5- Étude du comportement électrochimique de l'alliage A6061 contenant du vanadium avant et après déformation par l'ARB.
- 6- Simulation numérique de l'effet de l'ajout de vanadium sur le comportement mécanique de l'alliage de gainage A6061.

### Bibliographie

- [1] DORÉ, Xavier. Modélisation de la microségrégation et de l'homogénéisation dans les alliages multicomposés. EPFL, 2000.
- [2] ROCHET, C., BLANC, C., LAURINO, A., et al. Durabilité de faisceaux électriques: influence des éléments d'alliage et des procédés de fabrication sur la microstructure et les propriétés en corrosion d'alliages d'aluminium utilisés dans les conducteurs électriques automobiles. Journée des doctorants 2ème année Mercredi 15 novembre 2017 UPS Amphi Concorde.
- [3] MAISONNETTE, Daniel. Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6. 2010. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.
- [4] JACOB, Sylvain. Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 2001, no M4675, p. M4675. 1-M4675. 13.
- [5] ZHENG, Chang Qing. Étude et évaluation des procédés de fabrication des pièces de suspension d'automobile en alliage d'aluminium. Université du Québec à Chicoutimi, 2009.
- [6] DEVELAY, Roger. Aluminium et alliages d'aluminium corroyés: propriétés métalliques. Ed. Techniques Ingénieur, 1992.
- [7] DEVELAY, Roger. Tritements Thermiques des Alliages D'Aluminium. Ed. Techniques Ingénieur, 1986.
- [8] COLOMBIÉ, Michel. Matériaux métalliques-2ème édition. Hachette, 2008.
- [9] VARGEL, Christian. Corrosion of aluminium. Elsevier, 2020.
- [10] DAVIS, J. R. Nonferrous Alloys and Special-Purpose Material. ASM Handbook, 1995, vol. 2.
- [11] SI, BAN. ASTM B308-Aluminum Alloy. Standard Structural Shapes, Rolled or Extruded.
- [12] ROUNIYAR, Arun Kumar et SHANDILYA, Pragya. Fabrication and experimental investigation of magnetic field assisted powder mixed electrical discharge machining on machining of aluminum 6061 alloy. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 2019, vol. 233, no 12, p. 2283-2291.
- [13] FLAMENT, Camille. Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l'alliage d'aluminium 6061-T6. 2015. Thèse de doctorat. Université Grenoble Alpes.
- [14] MUKHOPADHYAY, Prantik. Alloy designation, processing, and use of AA6XXX series aluminium alloys. International Scholarly Research Notices, 2012, vol. 2012.

## Bibliographie

---

- [15] MICHEL, DUPEUX. Aide-mémoire science des matériaux. Dunod, Paris, 2004, p. 89-130.
- [16] VYAZOVKIN, Sergey et DOLLIMORE, David. Linear and nonlinear procedures in isoconversional computations of the activation energy of nonisothermal reactions in solids. *Journal of chemical information and computer sciences*, 1996, vol. 36, no 1, p. 42-45.
- [17] ALCOA, Alloy. 6061 understanding extruded aluminum alloys. 2002.
- [18] HOICHE, François-Xavier. Vers une prise en compte du vieillissement thermique dans la filière de dimensionnement des structures pour la fatigue thermomécanique. 2016. Thèse de doctorat. Paris Sciences et Lettres (ComUE).
- [19] ASSERIN-LEBERT, Alexandra. Etude expérimentale et prévision des mécanismes de rupture des tôles et des joints soudés bout à bout en alliage d'aluminium 6056. 2005. Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [20] EDWARDS, G. A., STILLER, K., DUNLOP, G. L., et al. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. *Acta materialia*, 1998, vol. 46, no 11, p. 3893-3904.
- [21] DUBOST, Bruno et SAINFORT, Pierre. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, 1991, no M240, p. M240. 1-M240. 24.
- [22] ZANDBERGEN, M. W., XU, Q., CEREZO, A., et al. Study of precipitation in Al–Mg–Si alloys by Atom Probe Tomography I. Microstructural changes as a function of ageing temperature. *Acta Materialia*, 2015, vol. 101, p. 136-148.
- [23] BARRALIS, J. et MAEDER, G. Précis de Métallurgie: Elaboration. Structures-Propriétés et Normalisation,, 1997.
- [24] REBOUL, M. Corrosion des alliages d'aluminium, *Techniques de l'Ingénieur*, vol. COR325, 2005.
- [25] LI, Dong. Effet des éléments de transition sur les comportements de précipitation des dispersoïdes/précipités et les propriétés à haute température des alliages coulés Al-Si et Al-Cu. 2020. Thèse de doctorat. Université du Québec à Chicoutimi.
- [26] LECH-GREGA, Marzena, SZYMAŃSKI, Wojciech, BOCZKAL, Sonia, et al. The effect of vanadium addition on structure and material properties of heat treated 6xxx series aluminium alloys. In : *Light Metals 2015*. Springer, Cham, 2015. p. 173-178.
- [27] BOCZKAL, S., LECH-GREGA, M., MORGIEL, J., et al. Effect of vanadium additions on the structure of aluminium (Al99. 5) and 6xxx aluminium alloys. In : *Light Metals 2014*. Springer, Cham, 2014. p. 261-264.

## Bibliographie

---

- [28] BIROL, Yucel. Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, vol. 23, no 7, p. 1875-1881.
- [29] SAMARAS, S. N. et HAIDEMENOPOULOS, G. N. Modelling of microsegregation and homogenization of 6061 extrudable Al-alloy. Journal of materials processing technology, 2007, vol. 194, no 1-3, p. 63-73.
- [30] VARGEL, Christian. Métallurgie de l'aluminium. Ed. Techniques Ingénieur, 2010.
- [31] TAYLOR, John A. The effect of iron in Al-Si casting alloys. In : 35th Australian foundry institute national conference, Adelaide, South Australia. 2004. p. 148-157.
- [32] CLAVES, S. R., ELIAS, D. L., et MISIOLEK, Wojciech Z. Analysis of the intermetallic phase transformation occurring during homogenization of 6xxx aluminum alloys. In : Materials Science Forum. Trans Tech Publications Ltd, 2002. p. 667-674.
- [33] MRÓWKA-NOWOTNIK, Grażyna et SIENIAWSKI, Jan. Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys. Journal of Materials Processing Technology, 2005, vol. 162, p. 367-372.
- [34] LODGAARD, Lars et RYUM, Nils. Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys. Materials Science and Engineering: A, 2000, vol. 283, no 1-2, p. 144-152.
- [35] JENISKI JR, R. A. Effects of Cr addition on the microstructure and mechanical behavior of 6061-T6 continuously cast and rolled redraw rod. Materials Science and Engineering: A, 1997, vol. 237, no 1, p. 52-64.
- [36] HICHEM, FARH, D. E, GUITOUME, KARIM, DJEMMALL et al. Effect of Heat Treatment on the Formation and Distribution of Dispersoid Particles in AlMgSi. Glob. J. Sci. Front. Res. Phys. SpaceSci, 2012, vol. 12, no. 1, pp. 44-48
- [37] FABREGUE, Damien. Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000. 2004. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG.
- [38] LAI, Y. X., JIANG, B. C., LIU, C. H., et al. Low-alloy-correlated reversal of the precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. Journal of Alloys and Compounds, 2017, vol. 701, p. 94-98.
- [39] PASHLEY, D. W., JACOBS, M. H., et VIETZ, J. T. The basic processes affecting two-step ageing in an Al-Mg-Si alloy. Philosophical magazine, 1967, vol. 16, no 139, p. 51-76.
- [40] BARDEL, Didier. Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique. 2014. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.

## Bibliographie

---

- [41] MURAYAMA, M. et HONO, K. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 1999, vol. 47, no 5, p. 1537-1548.
- [42] DUTTA, I. et ALLEN, S. M. A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. *Journal of Materials Science Letters*, 1991, vol. 10, no 6, p. 323-326.
- [43] CHAPULIOT, S. et MARIE, S. Détermination de l'amorçage de la déchirure ductile dans un piquage fissuré à partir d'un critère défini sur éprouvettes CT. *Mécanique industrielle et matériaux*, 1998, vol. 51, no 3, p. 145-149.
- [44] DE GEUSER, Frédéric. Interprétation et traitement des données de sonde atomique tomographique: application à la précipitation dans les Al-Mg-Si. 2005. Thèse de doctorat. Université de Rouen.
- [45] MARIOARA, C. D., ANDERSEN, S. J., JANSEN, J., et al. Atomic model for GP-zones in a 6082 Al–Mg–Si system. *Acta Materialia*, 2001, vol. 49, no 2, p. 321-328.
- [46] DONNADIEU, Patricia, DIRRAS, Guy F., DOUIN, Joel, et al. An approach of precipitate/dislocation interaction in age-hardened Al-Mg-Si alloys: measurement of the strain field around precipitates and related simulation of the dislocation propagation. In : *Materials Science Forum*. Transtec Publications; 1999, 2002. p. 1019-1024.
- [47] DELMAS, Francisco, CASANOVE, M. J., COURET, Alain, et al. Study of the nanoscale precipitation in 6056 alloy (AlMgSi) by conventional Transmission Electron Microscopy and TEM in-situ straining experiments. In : *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, 2002. p. 1109-1114.
- [48] HASTING, H. K., LEFEBVRE, W., MARIOARA, C., et al. Comparative study of the  $\beta''$  phase in a 6xxx Al alloy by 3DAP and HRTEM. *Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films*, 2007, vol. 39, no 2- 3, p. 189-194.
- [49] TSAO, C.-S., CHEN, C.-Y., JENG, U.-S., et al. Precipitation kinetics and transformation of metastable phases in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, no 17, p. 4621-4631.
- [50] TEICHMANN, Katharina, MARIOARA, Calin D., ANDERSEN, Sigmund J., et al. TEM study of  $\beta'$  precipitate interaction mechanisms with dislocations and  $\beta'$  interfaces with the aluminium matrix in Al–Mg–Si alloys. *Materials characterization*, 2013, vol. 75, p. 1-7.
- [51] MATSUDA, K., SAKAGUCHI, Y., MIYATA, Y., et al. Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0 mass% Mg-2Si-0.4 mass% Si alloy. *Journal of materials science*, 2000, vol. 35, no 1, p. 179-189.
- [52] VISSERS, R., VAN HUIS, MA v, JANSEN, J., et al. The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 2007, vol. 55, no 11, p. 3815-3823.

## Bibliographie

---

- [53] REKIK, Wissal. Etude de la ténacité d'une soudure en undermatch: Application à la tenue mécanique de la jonction soudée FE en Al 6061-T6. 2016. Thèse de doctorat. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers.
- [54] SHEN, Yang. Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6: approche micromécanique. 2012. Thèse de doctorat. Paris, ENMP.
- [55] GABER, A., GAFFAR, M. A., MOSTAFA, M. S., et al. Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg<sub>2</sub>Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg<sub>2</sub>Si-0.33 Cu alloys. *Journal of alloys and compounds*, 2007, vol. 429, no 1-2, p. 167-175.
- [56] OHMORI, Yasuya, DOAN, Long Chau, et NAKAI, Kiyomichi. Ageing processes in Al-Mg-Si alloys during continuous heating. *Materials Transactions*, 2002, vol. 43, no 2, p. 246-255.
- [57] FRIEDEL, J. *Les dislocations*, Gauthier-Villars, Paris. 1956, 1956.
- [58] FRIEDEL, J. *Dislocations* pergamon. New York, 1964, vol. 274.
- [59] LABUSCH, R. Die „Aktivierungslänge“ bei der thermischen Versetzungsbewegung über Hindernisse auf der Gleitebene. *Zeitschrift für Physik*, 1962, vol. 167, no 4, p. 452-460.
- [60] KOCKS, U. F. Statistical treatment of penetrable obstacles. *Canadian Journal of Physics*, 1967, vol. 45, no 2, p. 737-755..
- [61] SMALLMAN, Raymond Edward et BISHOP, Ray J. *Modern physical metallurgy and materials engineering*. Butterworth-Heinemann, 1999.
- [62] HUANG, Ke, MARTHINSEN, Knut, ZHAO, Qinglong, et al. The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behaviour and associated mechanical properties of metallic materials. *Progress in Materials Science*, 2018, vol. 92, p. 284-359.
- [63] RUSSELL, Kathryn C. et BROWN, L. M. A dispersion strengthening model based on differing elastic moduli applied to the iron-copper system. *Acta Metallurgica*, 1972, vol. 20, no 7, p. 969-974.
- [64] NEMBACH, E. Precipitation hardening caused by a difference in shear modulus between particle and matrix. *Physica status solidi (a)*, 1983, vol. 78, no 2, p. 571-581.
- [65] KELLY, A. et FINE, M. E. The strength of an alloy containing zones. *Acta Metallurgica*, 1957, vol. 5, no 7, p. 365-367.
- [66] BROWN, L. M. et HAM, R. K. *Strengthening methods in crystals*. Applied Science, London, 1971, vol. 9.

## Bibliographie

---

- [67] HIRSCH, Peter B. et KELLY, Anthony. Stacking-fault strengthening. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 1965, vol. 12, no 119, p. 881-900.
- [68] PIERCE, Donald T., JIMÉNEZ, Jose Antonio, BENTLEY, James, et al. The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation. *ActaMaterialia*, 2015, vol. 100, p. 178-190.
- [69] GLEITER, Ho et HORNBOGEN, E. Theorie der Wechselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen (I). *physica status solidi (b)*, 1965, vol. 12, no 1, p. 235-250.
- [70] JAKUBOVICS, J. P. et JOLLY, T. W. The effect of crystal defects on the domain structure of Mn-Al alloys. *Physica B+ C*, 1977, vol. 86, p. 1357-1359.
- [71] FURUKAWA, Minoru, MIURA, Yasuhiro, et NEMOTO, Minoru. Strengthening mechanisms in Al–Li alloys containing coherent ordered particles. *Transactions of the Japan institute of metals*, 1985, vol. 26, no 4, p. 230-235.
- [72] HANSEN, Niels. Dispersion strengthening of aluminium-aluminium-oxide products. *Acta Metallurgica*, 1970, vol. 18, no 1, p. 137-145.
- [73] SAINFORT, P. et GUYOT, P. Dislocation-precipitate interactions in Al-Li binary and Al-Li-Cu ternary alloys. In : *Strength of Metals and Alloys (ICSMA 7)*. Pergamon, 1985. p. 441-445.
- [74] KELLY, P. M. The effect of particle shape on dispersion hardening. *Scripta Metallurgica*, 1972, vol. 6, no 8, p. 647-656.
- [75] DESCHAMPS, A., BRÉCHET, Y., et LIVET, F. Influence of copper addition on precipitation kinetics and hardening in Al–Zn–Mg alloy. *Materials Science and Technology*, 1999, vol. 15, no 9, p. 993-1000.
- [76] BASTIER, Arnaud. Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium par friction et malaxage. 2006. Thèse de doctorat. Ecole Polytechnique X.
- [77] FRIBOURG, Guillaume. Precipitation and plasticity couplings in a 7xxx aluminium alloy: application to thermomechanical treatments for distortion correction of aerospace component. 2009. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG.
- [78] SCHWARTZ, Adam J., KUMAR, Mukul, ADAMS, Brent L., et al. (ed.). *Electron backscatter diffraction in materials science*. New York : Springer, 2009.
- [79] AZUSHIMA, Akira, KOPP, Reiner, KORHONEN, Antti, et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP annals*, 2008, vol. 57, no 2, p. 716-735.



## Bibliographie

---

- [80] POUGIS, Arnaud. Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes. 2013. Thèse de doctorat. Université de Lorraine.
- [81] SAITO, Y., TSUJI, Nobuhiro, UTSUNOMIYA, H., et al. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scriptamaterialia*, 1998, vol. 39, no 9, p. 1221-1227.
- [82] SAHLI, Amane, BOUABDALLAH, Mabrouk, SAIDI, Djaffar, et al. Effect of an Addition of Vanadium on the Mechanical Properties of the A6061 Alloy Deformed by Accumulative Roll Bonding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, no 10, p. 7510-7522.
- [83] TAKAYAMA, Yoshimasa, SZPUNAR, Jerzy A., et JEONG, Hyo-Tae. Cube texture development in an Al-Mg-Mn alloy sheet worked by continuous cyclic bending. *Materials Transactions*, 2001, vol. 42, no 10, p. 2050-2058.
- [84] SHIN, Dong Hyuk, PARK, Jong-Jin, KIM, Yong-Seog, et al. Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum. *materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 328, no 1-2, p. 98-103.
- [85] SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering: A*, 1995, vol. 197, no 2, p. 157-164.
- [86] PARDIS, N., TALEBANPOUR, B., EBRAHIMI, R., et al. Cyclic expansion-extrusion (CEE): A modified counterpart of cyclic extrusion-compression (CEC). *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, no 25-26, p. 7537-7540.
- [87] BEYGELZIMER, Yan, ORLOV, Dmitry, et VARYUKHIN, Victor. A new severe plastic deformation method: twist extrusion. In : *Ultrafine Grained Materials II*, 2002. 2002. p. 297-304.
- [88] SHI, FengJian, WANG, Lei Gang, LU, Sheng, et al. Numerical and Experimental Investigation of Strain Inhomogeneity during Cyclic Channel Die Compression. In : *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, 2011. p. 159-165.
- [89] LOWE, Terry C. et VALIEV, Ruslan Z. (ed.). *Investigations and applications of severe plastic deformation*. Springer Science & Business Media, 2000.
- [90] LENARD, John G. *Primer on flat rolling*. Newnes, 2013.
- [91] HUSAAIN, Zahid, AHMED, Awais, IRFAN, Osama M., et al. Severe plastic deformation and its application on processing titanium: a review. *International Journal of Engineering and Technology*, 2017, vol. 9, no 6, p. 426-431.
- [92] CHERUKURI, Balakrishna, NEDKOVA, Teodora S., et SRINIVASAN, Raghavan. A comparison of the properties of SPD-processed AA-6061 by equal-channel angular pressing,

## Bibliographie

---

multi-axial compressions/forgings and accumulative roll bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 410, p. 394-397..

[93] TIRSATINE, Kamel. Etude par diffraction des rayons x des paramètres microstructuraux de l'état sévèrement déformé de l'alliage Fe-Ni. 2014. Thèse de doctorat. Université des sciences et de la technologie Houari Boumediène.

[94] ABBAS, Saadia. Contribution à l'étude et la caractérisation de la texture et microstructure d'alliages non ferreux hyper déformés par ARB. 2019. Thèse de doctorat.

[95] SIRET, Olivier. Etude de la soudabilité à froid des alliages d'aluminium: influence de la sollicitation mécanique sur la création des jonctions métalliques. 2010. Thèse de doctorat. Saint-Etienne, EMSE.

[96] ANGHELIUS, Adrian. Élaboration de matériaux multicouches par «laminage cumulé contrôlé». 2012. Thèse de doctorat. Lille 1.

[97] YAN, Hongzhiet LENARD, John G. A study of warm and cold roll-bonding of an aluminium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 385, no 1-2, p. 419-428.

[98] QUADIR, M. Z., WOLZ, André, HOFFMAN, M., et al. Influence of processing parameters on the bond toughness of roll-bonded aluminium strip. *Scripta Materialia*, 2008, vol. 58, no 11, p. 959-962.

[99] MOVAHEDI, M., MADAAH-HOSSEINI, H. R., et KOKABI, A. H. The influence of roll bonding parameters on the bond strength of Al-3003/Zn soldering sheets. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 487, no 1-2, p. 417-423.

[100] YONG, Jiang, DASHU, Peng, DONG, Lu, et al. Analysis of clad sheet bonding by cold rolling. *Journal of Materials Processing Technology*, 2000, vol. 105, no 1-2, p. 32-37.

[101] KRALLICS, G. et LENARD, J. G. An examination of the accumulative roll-bonding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, vol. 152, no 2, p. 154-161.

[102] DTERADA, Daisuke, INOUE, Seiya, et TSUJI, Nobuhiro. Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process. *Journal of Materials Science*, 2007, vol. 42, no 5, p. 1673-1681.

[103] COSTA, André Luiz de Moraes, REIS, Ana Carmen da Costa, KESTENS, Leo, et al. Ultra grain refinement and hardening of IF-steel during accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 406, no 1-2, p. 279-285.

[104] CHEN, M. C., HSIEH, H. C., et WU, Weite. The evolution of microstructures and mechanical properties during accumulative roll bonding of Al/Mg composite. *Journal of alloys and compounds*, 2006, vol. 416, no 1-2, p. 169-172.

## Bibliographie

---

- [105] DINDA, G. P., RÖSNER, H., et WILDE, G. Synthesis of bulk nanostructured materials by repeated cold-rolling. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 410, p. 328-331.
- [106] JAMAATI, Roohollah et TOROGHINEJAD, Mohammad Reza. The role of surface preparation parameters on cold roll bonding of aluminum strips. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2011, vol. 20, no 2, p. 191-197.
- [107] LI, Long, NAGAI, Kotobu, et YIN, Fuxing. Progress in cold roll bonding of metals. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2008, vol. 9, no 2, p. 023001.
- [108] MILNER, D. R. et VAIDYANATH, L. R. Significance of surface preparation in cold pressure welding. *Met Constr Br Weld J*, 1960, vol. 7, p. 1-6.
- [109] JAMAATI, R. et TOROGHINEJAD, M. R. Cold roll bonding bond strengths. *Materials Science and Technology*, 2011, vol. 27, no 7, p. 1101-1108.
- [110] EDALATI, Kaveh et HORITA, Zenji. A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 652, p. 325-352.
- [111] ALI, KanwarLiaqat, KHAN, Akhlaque Ahmad, MUSHTAQ, Ahmad, et al. Development of low enriched uranium target plates by thermo-mechanical processing of UAl<sub>2</sub>-Al matrix for production of <sup>99</sup>Mo in Pakistan. *Nuclear Engineering and Design*, 2013, vol. 255, p. 77-85.
- [112] MAUREL, Pierre. Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à faible densité par grenailage ultrasonique: gradients de microstructures, comportements en fatigue et en tribologie. 2020. Thèse de doctorat. Université de Lorraine; École de technologie supérieure (Montréal, Canada).
- [113] LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., et al. Role of shear strain in ultragrain refinement by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 2002, vol. 46, no 4, p. 281-285.
- [114] BACHMAIER, Andrea, HAFOK, Martin, et PIPPAN, Reinhard. Rate independent and rate dependent structural evolution during severe plastic deformation. *Materials transactions*, 2010, vol. 51, no 1, p. 8-13.
- [115] PIPPAN, Reinhard, WETSCHER, Florian, HAFOK, Martin, et al. The limits of refinement by severe plastic deformation. *Advanced Engineering Materials*, 2006, vol. 8, no 11, p. 1046-1056.
- [116] HUANG, Y. et PRANGNELL, P. B. The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, no 7, p. 1619-1632.
- [117] EDALATI, Kaveh, HORITA, Zenji, et LANGDON, Terence G. The significance of slippage in processing by high-pressure torsion. *Scripta Materialia*, 2009, vol. 60, no 1, p. 9-12.

## Bibliographie

---

- [118] RATHMAYR, Georg B. et PIPPAN, Reinhard. Influence of impurities and deformation temperature on the saturation microstructure and ductility of HPT-deformed nickel. *Actamaterialia*, 2011, vol. 59, no 19, p. 7228-7240.
- [119] VAFAEI, R., TOROGHINEJAD, M. R., et PIPPAN, R. Evaluation of mechanical behavior of nano-grained 2024 Al alloy during high pressure torsion (HPT) process at various temperatures. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 536, p. 73-81.
- [120] TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., et al. Microstructural change of ultrafine-grained aluminum during high-speed plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, vol. 350, no 1-2, p. 108-116.
- [121] DUCHAUSSOY, Amandine. Déformation intense d'alliages d'aluminium à durcissement structural: mécanismes de précipitation et comportement mécanique. 2019. Thèse de doctorat. Normandie
- [122] ESQUINAS-REQUENA, José Luis, LOZOYA-MORENO, Silvia, GARCÍA-NOGUERAS, Inmaculada, et al. La anemia aumenta el riesgo de mortalidad debido a fragilidad y discapacidad en mayores: Estudio FRADEA. *Atencion primaria*, 2020, vol. 52, no 7, p. 452-461.
- [123] SAUVAGE, X., MURASHKIN, M. Yu, et VALIEV, R. Z. Atomic scale investigation of dynamic precipitation and grain boundary segregation in a 6061 aluminium alloy nanostructured by ECAP. *Kovove Mater*, 2011, vol. 49, no 1, p. 11.
- [124] VINOGRADOV, A., PATLAN, V., SUZUKI, Y., et al. Structure and properties of ultra-fine grain Cu–Cr–Zr alloy produced by equal-channel angular pressing. *Actamaterialia*, 2002, vol. 50, no 7, p. 1639-1651.
- [125] DARLING, K. A., ROBERTS, A. J., MISHIN, Y., et al. Grain size stabilization of nanocrystalline copper at high temperatures by alloying with tantalum. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 573, p. 142-150.
- [126] REZAEI, Mohammad Reza, TOROGHINEJAD, Mohammad Reza, et ASHRAFIZADEH, Fakhreddin. Effects of ARB and ageing processes on mechanical properties and microstructure of 6061 aluminum alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 2011, vol. 211, no 6, p. 1184-1190.
- [127] ZENG, X. H., XUE, P., WU, L. H., et al. Achieving an ultra-high strength in a low alloyed Al alloy via a special structural design. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 755, p. 28-36.

## Bibliographie

---

- [128] PATLAN, V., VINOGRADOV, A., HIGASHI, K., et al. Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, vol. 300, no 1-2, p. 171-182.
- [129] VINOGRADOV, A., WASHIKITA, A., KITAGAWA, K., et al. Fatigue life of fine-grain Al–Mg–Sc alloys produced by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, vol. 349, no 1-2, p. 318-326.
- [130] AL-HAIDARY, J. T., PETCH, N. J., et DE LOS RIOS, E. R. The plastic deformation of polycrystals I. Aluminium between room temperature and 400 C. *Philosophical Magazine A*, 1983, vol. 47, no 6, p. 869-890.
- [131] CHOKSHI, A. H., ROSEN, A., KARCH, J., et al. On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials. *Scripta Metallurgica*, 1989, vol. 23, no 10, p. 1679-1683.
- [132] SAKAI, Tetsuo, SAITO, Yoshihiro, MATSUO, Munetsugu, et al. Inhomogeneous texture formation in high speed hot rolling of ferritic stainless steel. *ISIJ international*, 1991, vol. 31, no 1, p. 86-94.
- [133] LEE, Seong-Hee, SAKAI, Tetsuo, SAITO, Yoshihiro, et al. Strengthening of sheath-rolled aluminum based MMC by the ARB process. *Materials transactions, JIM*, 1999, vol. 40, no 12, p. 1422-1428.
- [134] LEE, S. H., SAITO, Y., SAKAI, T., et al. Microstructures and mechanical properties of 6061 aluminum alloy processed by accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 325, no 1-2, p. 228-235.
- [135] RAHMATABADI, Davood et HASHEMI, Ramin. Experimental evaluation of forming limit diagram and mechanical properties of nano/ultra-fine grained aluminum strips fabricated by accumulative roll bonding. *International Journal of Materials Research*, 2017, vol. 108, no 12, p. 1036-1044.
- [136] EIZADJOU, Mehdi, MANESH, Habib Danesh, et JANGHORBAN, Kamal. Microstructure and mechanical properties of ultra-fine grains (UFGs) aluminum strips produced by ARB process. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, vol. 474, no 1-2, p. 406-415.
- [137] ZHAO, Y. H., LIAO, X. Z., HORITA, Zenji, et al. Determining the optimal stacking fault energy for achieving high ductility in ultrafine-grained Cu–Zn alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 493, no 1-2, p. 123-129.
- [138] VINOGRADOV, Alexei et HASHIMOTO, Satoshi. Multiscale phenomena in fatigue of ultra-fine grain materials—an overview. *Materials Transactions*, 2001, vol. 42, no 1, p. 74-84.

## Bibliographie

---

- [139] ESTRIN, Yuri et VINOGRADOV, Alexei. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview. *International Journal of Fatigue*, 2010, vol. 32, no 6, p. 898-907.
- [140] VINOGRADOV, A., NAGASAKI, S., PATLAN, V., et al. Fatigue properties of 5056 Al-Mg alloy produced by equal-channel angular pressing. *Nanostructured Materials*, 1999, vol. 11, no 7, p. 925-934.
- [141] ESMAEILI, Arezoo, SHAERI, Mohammad Hossein, NOGHANI, Mohammad Talafi, et al. Fatigue behavior of AA7075 aluminium alloy severely deformed by equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, vol. 757, p. 324-332.
- [142] MUGHRABI, H., HÖPPEL, H. W., et KAUTZ, M. Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *ScriptaMaterialia*, 2004, vol. 51, no 8, p. 807-812.
- [143] ORŁOWSKA, Marta, URA-BIŃCZYK, Ewa, OLEJNIK, Lech, et al. The effect of grain size and grain boundary misorientation on the corrosion resistance of commercially pure aluminium. *Corrosion Science*, 2019, vol. 148, p. 57-70.
- [144] EIZADJOU, M., FATTAHI, H., TALACHI, A. K., et al. Pitting corrosion susceptibility of ultrafine grains commercially pure aluminium produced by accumulative roll bonding process. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 2012, vol. 47, no 1, p. 19-24.
- [145] ASTM. Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet and Plate: ASTM B209M-04.
- [146] BOUCHARD, Marc-Olivier. Nouvelle approche pour la mesure de la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium liquide. 2014.
- [147] RACINE, Dany. Effet du temps et de la température sur l'homogénéisation d'un alliage d'aluminium AA6061 destiné au forgeage à chaud. Université du Québec à Chicoutimi, 2009.
- [148] WILLIAMSON, G. K. et HALL, W. H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta metallurgica*, 1953, vol. 1, no 1, p. 22-31.
- [149] GRAVEREAU, Pierre. Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres. 2011. Thèse de doctorat. Sciences Chimiques.
- [150] WILLIAMSON, G. K. et SMALLMAN, R. E. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrerspectrum. *Philosophical magazine*, 1956, vol. 1, no 1, p. 34-46.
- [151] ASTM, E8-99, et al. Standard test methods for tension testing of metallic materials. *Annual book of ASTM standards*. ASTM, 2001.

## Bibliographie

---

- [152] JAMAATI, Roohollah et TOROGHINEJAD, Mohammad Reza. Effect of friction, annealing conditions and hardness on the bond strength of Al/Al strips produced by cold roll bonding process. *Materials & Design*, 2010, vol. 31, no 9, p. 4508-4513.
- [153] ISO, E. N. 6507-1: 2018—Metallic Materials—Vickers Hardness Test—Part 1: Test Method. ISO: Geneva, Switzerland, 2018.
- [154] FIZANNE, Cécile. Evaluation par nanoindentation des propriétés mécaniques locales d'alliages de titane superélastiques et à mémoire de forme. 2014. Thèse de doctorat. INSA de Rennes.
- [155] OLIVER, Warren Carl et PHARR, George Mathews. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 1992, vol. 7, no 6, p. 1564-1583.
- [156] OLIVER, Warren C. et PHARR, Georges M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of materials research*, 2004, vol. 19, no 1, p. 3-20.
- [157] GUILLONNEAU, Gaylord. Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles: très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température. 2012. Thèse de doctorat. Ecully, Ecole centrale de Lyon.
- [158] SNEDDON, Ian N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International journal of engineering science*, 1965, vol. 3, no 1, p. 47-57.
- [159] SHEN, Y., GARNIER, Josselin, ALLAIS, Lucien, et al. Etude de l'anisotropie d'endommagement de l'alliage d'aluminium 6061-T6. In : *Matériaux 2010*. 2010. p. 12 p.
- [160] KODWICHIAN, Adisornet et JUIJERM, Patiphan. Characterization and Optimized Ageing Parameters of Aluminium Alloy AA6110. In : *Advanced Materials Research*. Trans Tech Publications Ltd, 2014. p. 312-316.
- [161] CAMERO, S., PUCHI, E. S., et GONZALEZ, G. Effect of 0.1% vanadium addition on precipitation behavior and mechanical properties of Al-6063 commercial alloy. *Journal of materials science*, 2006, vol. 41, no 22, p. 7361-7373.
- [162] MATSUDA, K., SAKAGUCHI, Y., MIYATA, Y., et al. Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0 mass% Mg<sub>2</sub>Si-0.4 mass% Si alloy. *Journal of materials science*, 2000, vol. 35, no 1, p. 179-189.
- [163] MURAYAMA, M. et HONO, K. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys. *Acta materialia*, 1999, vol. 47, no 5, p. 1537-1548.

## Bibliographie

---

- [164] DJEMA, Oussama. Effet d'une addition d'Argent (Ag) sur le comportement mécanique et structural de l'alliage d'aluminium 6063. 2020. Thèse de doctorat.
- [165] SHA, Wei. Application of simple practical models for early stage ageing precipitation kinetics and hardening in aluminium alloys. *Materials & design*, 2007, vol. 28, no 2, p. 528-533.
- [166] NASEDKINA, Yana. Etude des transformations de phase dans des alliages Al-Cu et Al-Mg-Si nanostructurés par déformation intense. 2015. Thèse de doctorat. Rouen.
- [167] MENG, Yi, CUI, Jianzhong, ZHAO, Zhihao, et al. Effect of vanadium on the microstructures and mechanical properties of an Al-Mg-Si-Cu-Cr-Ti alloy of 6XXX series. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 573, p. 102-111.
- [168] MADAAH-HOSSEINI, H. R. et KOKABI, A. H. Cold roll bonding of 5754-aluminum strips. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 335, no 1-2, p. 186-190.
- [169] EIZADJOU, M., MANESH, H. Danesh, et JANGHORBAN, K. Investigation of roll bonding between aluminum alloy strips. *Materials & Design*, 2008, vol. 29, no 4, p. 909-913.
- [170] CAVE, J. A. et WILLIAMS, J. D. The Mechanisms of Cold Pressure Welding by Rolling. *Journal of Instrument Metals*. 1975.
- [171] ABBASI, Mohsen et TOROGHINEJAD, Mohammad Reza. Effects of processing parameters on the bond strength of Cu/Cu roll-bonded strips. *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, vol. 210, no 3, p. 560-563.
- [172] BELOV, Nikolay A., ESKIN, Dmitry G., et AKSENOV, Andrey A. Multicomponent phase diagrams: applications for commercial aluminum alloys. Elsevier, 2005.
- [173] KOIZUMI, Takayuki et KURODA, Mitsutoshi. Grain size effects in aluminum processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 710, p. 300-308.
- [174] KUMAR, SS Satheesh et RAGHU, T. Structural and mechanical behaviour of severe plastically deformed high purity aluminium sheets processed by constrained groove pressing technique. *Materials & Design*, 2014, vol. 57, p. 114-120.
- [175] KHAKBAZ, F. et KAZEMINEZHAD, M. Work hardening and mechanical properties of severely deformed AA3003 by constrained groove pressing. *Journal of Manufacturing Processes*, 2012, vol. 14, no 1, p. 20-25.
- [176] NATH, Debojyoti, SINGH, Fouran, et DAS, Ratan. X-ray diffraction analysis by Williamson-Hall, Halder-Wagner and size-strain plot methods of CdSe nanoparticles-a comparative study. *Materials Chemistry and Physics*, 2020, vol. 239, p. 122021.



## Bibliographie

---

- [177] MUZYK, Marek, PAKIEŁA, Zbigniew, et KURZYDŁOWSKI, Krzysztof J. Generalized stacking fault energies of aluminum alloys—density functional theory calculations. *Metals*, 2018, vol. 8, no 10, p. 823.
- [178] SURYANARAYANA, C. C. K. C. et KOCH, C. C. Nanocrystalline materials—Current research and future directions. *Hyperfine interactions*, 2000, vol. 130, no 1, p. 5-44.
- [179] ALVAND, M., NASERI, M., BORHANI, E., et al. Nano/ultrafine grained AA2024 alloy processed by accumulative roll bonding: a study of microstructure, deformation texture and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 712, p. 517-525.
- [180] EBRAHIMI, SH Seyed, DEHGHANI, K., AGHAZADEH, J., et al. Investigation on microstructure and mechanical properties of Al/Al-Zn-Mg-Cu laminated composite fabricated by accumulative roll bonding (ARB) process. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 718, p. 311-320.
- [181] TOROGHINEJAD, Mohammad Reza, ASHRAFIZADEH, Fakhreddin, et JAMAATI, Roohollah. On the use of accumulative roll bonding process to develop nanostructured aluminum alloy 5083. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, vol. 561, p. 145-151.
- [182] SHAARBAF, Mahnooshet TOROGHINEJAD, Mohammad Reza. Nano-grained copper strip produced by accumulative roll bonding process. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 473, no 1-2, p. 28-33.
- [183] LI, F.-Z., LIU, Z.-J., JIN, Q., et al. Investigation on work softening behavior of aluminum and its alloys with iron. *Journal of materials engineering and performance*, 1997, vol. 6, no 2, p. 172-176.
- [184] KOSSMAN, Stephania, CHICOT, Didier, et IOST, Alain. Indentation instrumentée multi-échelles appliquée à l'étude des matériaux massifs métalliques. *Matériaux & Techniques*, 2017, vol. 105, no 1, p. 104.
- [185] LEE, D. H., PARK, J. H., et NAM, Soo Woo. Enhancement of mechanical properties of Al-Mg-Si alloys by means of manganese dispersoids. *Materials science and technology*, 1999, vol. 15, no 4, p. 450-455.
- [186] AZAD, Bahram, SEMNANI, Hamidreza Mohammadian, et BORHANI, Ehsan. Microstructure evolution and mechanical properties of nano-structured Al-0.2 wt% Zr alloy fabricated by accumulative roll bonding (ARB) process. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2017, vol. 70, no 10, p. 2725-2732.
- [187] NAIK, Sneha N. et WALLEY, Stephen M. The Hall-Petch and inverse Hall-Petch relations and the hardness of nanocrystalline metals. *Journal of Materials Science*, 2020, vol. 55, no 7, p. 2661-2681.

## Bibliographie

---

- [188] NASERI, M., REIHANIAN, M., et BORHANI, E. Effect of strain path on microstructure, deformation texture and mechanical properties of nano/ultrafine grained AA1050 processed by accumulative roll bonding (ARB). *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 673, p. 288-298.
- [189] NASERI, M., REIHANIAN, M., et BORHANI, E. A new strategy to simultaneous increase in the strength and ductility of AA2024 alloy via accumulative roll bonding (ARB). *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 656, p. 12-20.
- [190] RAHMATABADI, D., HASHEMI, R., MOHAMMADI, B., et al. Experimental evaluation of the plane stress fracture toughness for ultra-fine grained aluminum specimens prepared by accumulative roll bonding process. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 708, p. 301-310.
- [191] LAI, Jing, SHI, Cangji, et CHEN, X.-Grant. Effects of V addition on recrystallization resistance of 7150 aluminum alloy after simulative hot deformation. *Materials characterization*, 2014, vol. 96, p. 126-134.
- [192] YUAN, Wuhua, LIANG, Zhenyu, ZHANG, Chuanyang, et al. Effects of La addition on the mechanical properties and thermal-resistant properties of Al–Mg–Si–Zr alloys based on AA 6201. *Materials & Design*, 2012, vol. 34, p. 788-792.
- [193] YU, Hailiang, SU, Lihong, LU, Cheng, et al. Enhanced mechanical properties of ARB-processed aluminum alloy 6061 sheets by subsequent asymmetric cryorolling and ageing. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 674, p. 256-261.
- [194] SHOKUH FAR, Ali et NEJADSEYFI, Omid. A comparison of the effects of severe plastic deformation and heat treatment on the tensile properties and impact toughness of aluminum alloy 6061. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 594, p. 140-148.
- [195] LU, Shaokang, YIN, Dengfeng, ZHAO, Ying-Chao, et al. Evolution of microstructure and texture for an Al-0.4 Er alloy during accumulative roll bonding. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 811, p. 152005.
- [196] GASHTI, S. O., FATTAH-ALHOSSEINI, A., MAZAHERI, Y., et al. Microstructure, mechanical properties and electrochemical behavior of AA1050 processed by accumulative roll bonding (ARB). *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 688, p. 44-55.
- [197] ALVANDI, H. et FARMANESH, K. Microstructural and mechanical properties of nano/ultra-fine structured 7075 aluminum alloy by accumulative roll-bonding process. *Procedia Materials Science*, 2015, vol. 11, p. 17-23.